



INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

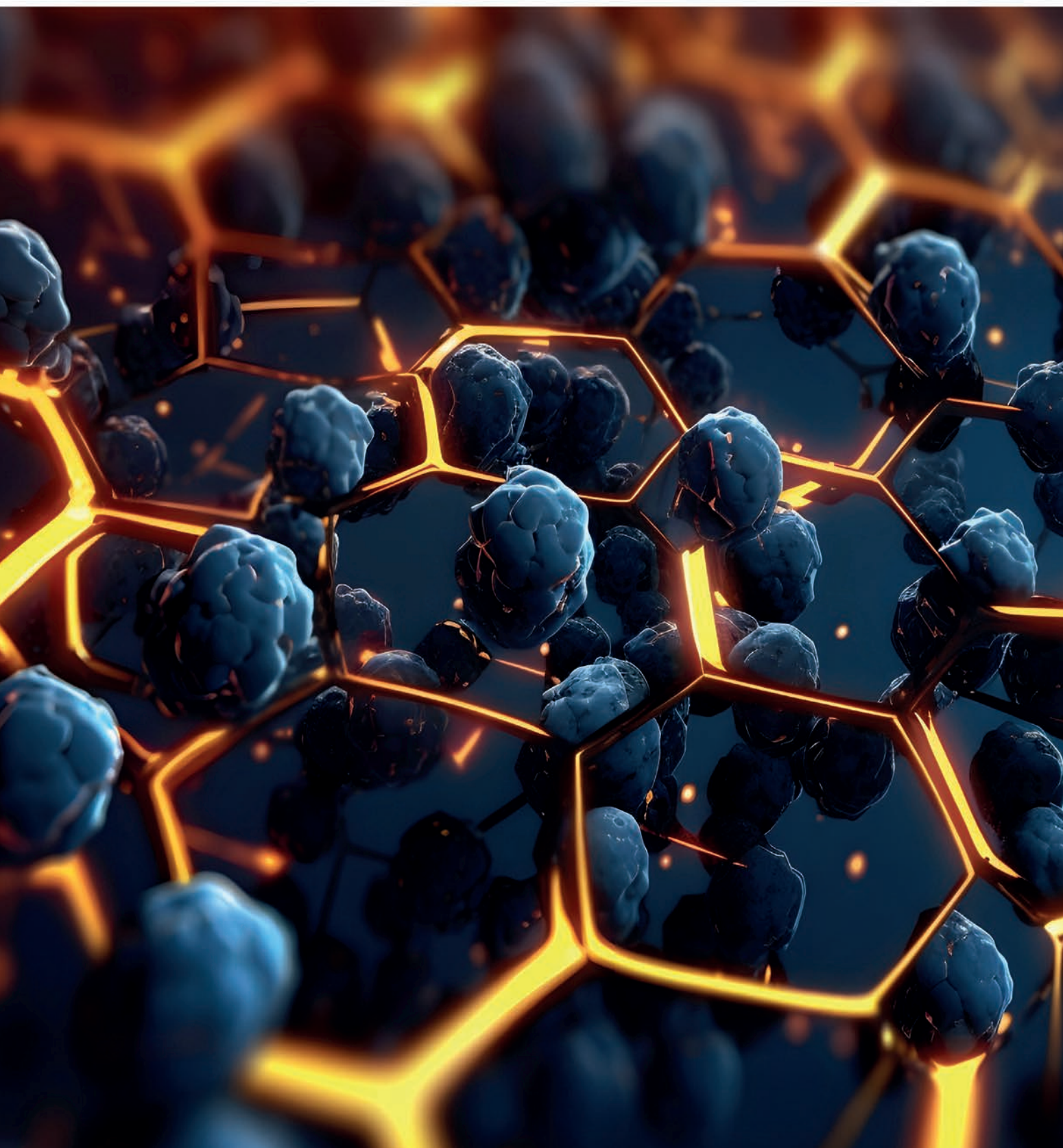
2

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 85,00 zł (w tym 8% VAT)



ITM

INDUSTRY EUROPE

4-7.06.2024



Międzynarodowe
Targi Poznańskie

ZAPRASZA

mtp
GRUPA

TARGI PRZEMYSŁU ERY CYFROWEJ

www.ITM-Europe.pl

W tym samym czasie:



MODERNLOG



SUBCONTRACTING



NAUKA
DLA GOSPODARKI

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 85,00 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, ERIHPlus

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

Zdjęcie na okładce: www.freepik.com



INŻYNIERIA MATERIAŁOWA 2

MATERIALS ENGINEERING
• MATERIAŁY I TECHNOLOGIE •

PL ISSN 0208-6247 e-ISSN 2449-9889
Indeks 36156
cena 85,00 zł (w tym 8% VAT)

Czasopismo naukowo-techniczne redagowane przy współdziałaniu
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

Marlena Roguszewska, Paweł Parzuchowski, Gabriel Rokicki, Damian Tkacz

Synthesis and properties of coatings based on multifunctional polyol
Synteza i właściwości powłok na bazie wielofunkcyjnego polioliu 5

Adam Barylski, Patrycja Janczurewicz

*The influence of abrasive paste dosage on the lapping intensity
of flat samples*
Wpływ dawkowania pasty ścierniej na intensywność docierania
próbek płaskich 9

Edyta Kosińska, Julia Sadlik, Karolina Krzysztoń

Antioxidant effect of extracts of plant origin
Antyoksydacyjne działanie ekstraktów pochodzenia roślinnego 17

CO PISZĄ INNI

Przegląd krajowych i zagranicznych czasopism naukowych
i naukowo-technicznych 27

ZGŁOSZENIA PATENTOWE

Wybrane zgłoszenia patentowe z dziedziny inżynierii materiałowej
wg *Biuletynu Urzędu Patentowego* nr 9–16 z 2024 r. 32

Autor za publikację artykułu w czasopiśmie naukowym
„Inżynieria Materiałowa” („Materials Engineering”)
otrzymuje **40 punktów**

zgodnie z komunikatem Ministra Edukacji i Nauki
z dnia 17 lipca 2023 r. w sprawie wykazu czasopism naukowych
i recenzowanych materiałów z konferencji międzynarodowych.

Szanowni Czytelnicy,

dnia 22 marca br. pod hasłem „Materiały inspirowane naturą” odbył się II Ogólnopolski Dzień Inżynierii Materiałowej. Wydarzenie było objęte patronatem Polskiego Towarzystwa Materiałoznawczego, a o rekord Polski na największą lekcję inżynierii materiałowej starało się 15 uczelni i 6 instytutów badawczych. Wykłady, warsztaty i pokazy odbywały się w Warszawie, Krakowie, Łodzi, Poznaniu, Rzeszowie, Szczecinie, Gdańsku, Gliwicach, Katowicach, Chorzowie, Częstochowie i Bielsku-Białej. Każda uczelnia i jednostka naukowa przeprowadzała własną lekcję, a aby mogła stanąć do rywalizacji o rekord, lekcja nie mogła odbywać się *on-line*, tylko stacjonarnie. Oprócz lekcji rekordowej odbywały się także inne wykłady, pokazy i warsztaty. Jak powiedział dr inż. Rafał Wróblewski, koordynator wydarzenia z Politechniki Warszawskiej, *Ogólnopolski Dzień Inżynierii Materiałowej jest [...] doskonałą okazją do podkreślenia znaczenia tej dziedziny i promocji jej osiągnięć. Naszym celem jest zwiększenie świadomości społeczeństwa na temat inżynierii materiałowej i roli, którą odgrywa. Zależy nam także na przyciągnięciu młodych talentów, które podejmując studia na kierunkach związanych z inżynierią materiałową, będą miały szansę wkroczyć w fascynujący świat nauki i technologii.*

W tym numerze przygotowaliśmy artykuł pt. „Synteza i właściwości powłok na bazie wielofunkcyjnego polioliu”, którego założeniem było otrzymanie materiału hybrydowego o unikalnych właściwościach, łączącego w sobie cechy żywic epoksydowych i poliuretanowych. Autorzy zaproponowali rozwiązanie bazujące w dużej mierze na surowcach odnawialnych, takich jak kwas rycynolowy oraz pośrednio ditlenek węgla (do syntezy oligowęglanodioli). W artykule „Wpływ dawkowania pasty ścierniej na intensywność docierania próbek płaskich” przedstawiono wyniki badań intensywności docierania próbek płaskich ze stopu aluminium, brązu aluminiowego i żeliwa sferoidalnego na docierarce jednotarczowej, podczas których analizowano wpływ okresowego dawkowania elektrokorundowej pasty ścierniej na wydajność obróbki w funkcji czasu, w zależności od położenia próbek w separatorach oraz liczby próbek docieranych jednocześnie i wywieranego nacisku jednostkowego. Artykuł „Antyoksydacyjne działanie ekstraktów pochodzenia roślinnego” jest poświęcony ekstraktom z cytryny, imbiru, rożeńca górskiego, brzozy oraz mięty. Autorki dokonywały pomiaru ilości antyoksydantów z użyciem trzech metod: Folina-Ciocalteu, DDPH i ABTS. Celem badań było oznaczenie zawartości antyoksydantów oraz porównanie wybranych metod. Jak zawsze publikujemy także przegląd wybranych artykułów z krajowych i zagranicznych czasopism, patenty oraz najnowsze dokonania polskich naukowców z dziedziny inżynierii materiałowej.

Życzymy przyjemnej lektury!

Anna Skurzevska
Sekretarz Redakcji



**OGÓLNOPOLSKI
DZIEŃ INŻYNIERII
MATERIAŁOWEJ**



MADE IN POLAND

Przeciwrzybiczy polimer z UJ

Interdyscyplinarny zespół dr Magdaleny Skóry z Zakładu Kontroli Zakażeń i Mykologii na Wydziale Lekarskim Uniwersytetu Jagiellońskiego Collegium Medicum i dr. Kamila Kamińskiego z Zakładu Chemii Fizycznej i Elektrochemii na Wydziale Chemii UJ odkrył syntetyczny polimer o silnych właściwościach przeciwrzybiczych i jednocześnie małej toksyczności. Jak informuje uczelnia, odkrycie wypełnia lukę wśród niewielu dostępnych substancji wykorzystywanych w leczeniu grzybicy oraz profilaktyce.

Naukownicy badali właściwości różnych syntetycznych polimerów pod kątem ich potencjalnego zastosowania w branży kosmetycznej i medycynie. Szczególnie zależało im na odkryciu nowych substancji, które mogłyby znaleźć zastosowanie w leczeniu grzybicy, ponieważ, jak podali, ich liczba na rynku jest ograniczona. – *W trakcie naszych kilkuletnich badań nad polimerami stworzyliśmy różne makrocząsteczki, zarówno syntetyczne, jak i pochodne polimerów naturalnych. Niektóre z nich wykazują oczekiwane właściwości przeciwrzybicze, jednak szczególnie jeden syntetyczny polimer jest obiecującym kandydatem do zastosowania w preparatach zwalczających lub hamujących rozwój grzybów* – powiedział dr K. Kamiński. Odkryty polimer wykazuje obiecujące właściwości fizyczno-chemiczne, szczególnie pożądane w branży kosmetycznej i farmaceutycznej. Jak podkreślają badacze, *Dobrze rozpuszcza się w wodzie i alkoholach (metanolu i etanolu, także propanolu oraz izopropanolu), co sprawia, że może być użyty w różnego rodzaju formacjach do stosowania powierzchniowego – na skórę lub paznokcie. Poza tym jest substancją łatwą i stosunkowo niedrogą w syntezie, a na rynku można pozyskać związki niezbędne do jego wytworzenia.* Badany związek chemiczny to polimer kationowy. Ma dodatni ładunek, dzięki czemu może oddziaływać z ujemnie naładowanymi błonami biologicznymi żywych organizmów. W ocenie autorów [...] *polimer wchodzi w interakcję z komórkami grzybów, nie pozwalając im na podziały czy tworzenie strzępek.* W badaniach laboratoryjnych zaobserwowano zahamowanie wzrostu grzybów w obecności tego polimeru, a w badaniach na liniach komórkowych potwierdzono także, [...] *że polimer wykazuje niską toksyczność w stosunku do komórek ssaczy. Ma on więc działanie wysoce selektywne, ukierunkowane właśnie na grzyby.* W badaniach *in vitro* potwierdzono, że polimer skutecznie oddziałuje na patogeny wywołujące zakażenia skóry i paznokci: grzyby z rodzaju *Trichophyton*, *Scopulariopsis brevicaulis* i *Fusarium*, powodujące nie tylko grzybicę u ludzi i zwierząt, ale także choroby roślin.

Naukownicy z UJ twierdzą, że badany przez nich polimer jest mniej toksyczny w porównaniu z obecnie stosowanymi w terapii grzybic substancjami antymykotycznymi, takimi jak cyklopiroks i terbinafina. – *Niska toksyczność w stosunku do komórek ssaczy to nie jedyny walor tego polimeru. Odkryliśmy również, że jest on skuteczniejszy in vitro od niektórych stosowanych obecnie substancji leczniczych, ponieważ efekt przeciwrzybiczy pojawia się przy kilkukrotnie mniejszych stężeniach* – powiedziała dr

M. Skóra. Zespół kontynuuje badania nad polimerem, które mają pozwolić jeszcze lepiej poznać jego wpływ na grzyby oraz komórki innych żywych organizmów. Badacze chcą też skupić się na komercjalizacji wynalazku (jest objęty ochroną patentową). Naukownicy zaznaczają, że ewentualne preparaty opracowane na bazie polimeru powinny mieć zastosowanie powierzchniowe, miejscowe. Ze względu na wielkość cząstek polimer nie powinien być podawany ogólnoustrojowo.

Źródło: Nauka w Polsce

Zaskakujący porządek stopów pod wpływem nacisku

W marcu br. na łamach *Physical Review Letters* ukazał się artykuł badaczy z Centrum Doskonałości NOMATEN Narodowego Centrum Badań Jądrowych (NCBJ). Naukownicy, symulując instrumentalne badanie twardości stopu niklu, kobaltu i chromu (NiCoCr), odkryli ze zdziwieniem, że atomy niklu w wyniku takiego procesu mogą ustawiać się w struktury uporządkowane chemicznie. Podobne zjawiska obserwowano dotąd jedynie pod wpływem obróbki termicznej, tymczasem symulacje wskazały, że do osiągnięcia efektu wystarczy punktowy nacisk diamentowym ostrzem (węgelnikiem). – *Naukownicy z Narodowego Centrum Badań Jądrowych przewidują możliwość porządkowania struktury atomów w stopach wieloskładnikowych za pomocą punkowego nacisku na ich powierzchnię. Trwają starania, by wynik numeryczny potwierdzić eksperymentalnie* – poinformowali przedstawiciele NCBJ w komunikacie prasowym.

W standardowym modelowaniu stopów metali zakłada się, że atomy różnych pierwiastków tworzących stop rozmieszczone są przypadkowo w strukturze krystalicznej. Jednocześnie występujące krótkozasięgowo obszary uporządkowania w strukturze chemicznej stopów CSRO (*chemical short-range order*), obejmujące wielkość kilku lub kilkunastu odległości międzyatomowych, mogą być źródłem kluczowych właściwości, takich jak wyjątkowa twardość, wytrzymałość i plastyczność. Wynika to z faktu, że uporządkowane struktury mogą utrudniać lub nawet uniemożliwiać przemieszczanie się defektów w strukturze materiału.

Symulacje molekularne oparte zostały na znanych i wielokrotnie sprawdzonych wersjach potencjałów międzyatomowych. Modelowanie rozpoczęto od komputerowego „wygrzewania” próbki stopu NiCoCr o losowo rozmieszczonych atomach poszczególnych składników, w celu uzyskania realistycznego stanu początkowego. Następnie w ramach symulacji w próbkę „wciśnięto” diamentowe ostrze. Po osiągnięciu pewnej głębokości proces zatrzymano, pozostawiając węgelnik nieruchomo w próbce. W tym stanie zmiany zachodzące w materiale zasymulowano, stosując hybrydowe procesy dynamiki molekularnej oraz metodę Monte Carlo. Okryto, że w takich warunkach atomy niklu oddzielają się od atomów kobaltu i chromu, w wyniku czego przestają być rozłożone losowo, lecz organizują się w układ warstw rozchodzą-

cych się pod końcówką węglownika. Co istotne, wzór ten pozostaje w strukturze stopu nawet po usunięciu węglownika z materiału. Wzór nie pojawia się jednak, jeśli pominięta zostanie faza przedłużonego działania siły, czyli podczas normalnego procesu nacisku i natychmiastowego jego zwolnienia. Jak twierdzą autorzy, ich [...] *odkrycia pozwalają na wgląd w możliwości manipulacji właściwościami stopów na poziomie atomowym, co może mieć wpływ na projektowanie materiałów z zadanymi parametrami do różnych zastosowań*. W przyszłości grupa chce skupić się na połączeniu doświadczalnego badania twardości z elektronową mikroskopią o wysokiej rozdzielczości (HRTEM), aby dodatkowo zweryfikować to zjawisko. Przyszłe badania mogą rozstrzygnąć, czy zaobserwowane rozkłady atomów mają wpływ na właściwości badanego stopu istotne dla zastosowań w projektowaniu i inżynierii materiałów.

Źródło: *Nauka w Polsce*

Materiały o kontrolowanej wielkości porów i ich kontrolowanym rozkładzie

Jak pokazali naukowcy z Instytutu Chemii Fizycznej PAN, da się wytwarzać materiały o ściśle określonej porowatości, nawet zróżnicowanej przestrzennie. W ich pomysłach pory tworzone są za pomocą kropelek o zadanych rozmiarach w połączeniu z modyfikacją składu chemicznego matrycy drukowanej 3D.

W komunikacie IChF PAN czytamy, że *Materiały porowate są niezbędne w wielu procesach chemicznych, takich jak gromadzenie energii słonecznej, adsorpcja, kataliza, transfer energii, a nawet nowe technologie do zastosowania w materiałach elektronicznych. W różnych zastosowaniach przydają się materiały o różnych wielkościach i kształtach porów. Stąd podejmuje się wiele wysiłków, aby precyzyjnie kontrolować porowatość materiałów podczas ich syntezy*. Pory o określonej wielkości można uzyskać wieloma technikami, a w zależności od zastosowanych materiałów może być to m.in. spienianie, wytłaczanie, odlewanie, granulacja, elektroprzędzenie, suszenie rozpyłowe czy emulgowanie. Jeśli chce się jednak stworzyć pory o określonej strukturze (węglębienia, kanały lub szczeliny), kształcie (cylindryczne, kuliste, butelkowate, lejkowate) czy też o określonej wielkości i określonym rozkładzie w materiale, trzeba się nieźle nakombinować.

Dzięki nowatorskiemu modułowi mikroprzepływowemu zaproponowanemu przez naukowców z IChF PAN możliwe staje się wytwarzanie materiałów o kontrolowanej wielkości porów i ich kontrolowanym rozkładzie w całej objętości wytwarzanego materiału. Naukowcy połączyli urządzenie mikroprzepływowe z technologią druku 3D, gdzie poprzez generowanie i wytłaczanie emulsji typu olej w wodzie w kąpeli z żelem agarozowym, a następnie polimeryzację, możliwe było kontrolowanie unikalnej struktury w drukowanym, trójwymiarowym hydrożelu.

W ostatnim artykule opublikowanym w czasopiśmie *Lab on the Chip* (nr 1/2024) naukowcy z IChF PAN zaproponowali nową technologię do dynamicznej kontroli średnicy kropli bez zmiany szybkości wytłaczania zemułgowanych faz. Połączyli istniejącą

technologię (etapowa emulsyfikacja) z elastyczną membraną, która pozwala na zmianę geometrii dyszy, dostosowując ciśnienie na membranie. Dzięki temu możliwe stało się wytwarzanie stopniowanych materiałów o różnej porowatości i składzie oraz o wielu funkcjonalnościach. Druk 3D może być wykonywany przy użyciu wielu dysz jednocześnie, dzięki czemu proponowana konfiguracja jest wszechstronnym narzędziem do produkcji różnych materiałów porowatych. – *Konstrukcja zaproponowanego układu pozwoliła nam dodatkowo osiągnąć wielomateriałowe osadzanie 3D poprzez szybkie przełączanie między różnymi fazami ciągłymi. Co więcej, zademonstrowaliśmy potencjał skalowalności naszego rozwiązania typu tuna-step, wytwarzając krople za pomocą urządzenia z 14 dyszami, zwiększając przepustowość systemu o współczynnik ok. 14, co jest aspektem szczególnie ważnym dla produkcji makroskopowego hydrożelu o kontrolowanej porowatości w całej objętości* – powiedział cytowany w komunikacie IChF PAN dr Marco Costantini.

Jak twierdzą przedstawiciele IChF PAN, zaproponowane rozwiązanie zbliża ich do prostej produkcji porowatych układów o kontrolowanej strukturze, takich jak np. implanty kostne lub chrzęstne o stopniowej porowatości, ale lista materiałów, które mogą być wytwarzane przy użyciu opisanej technologii jest z pewnością znacznie dłuższa.

Źródło: *Nauka w Polsce*

<https://ichf.edu.pl>

Węgiel aktywny ze zużytych jednorazowych maseczek

Zespół z Zachodniopomorskiego Uniwersytetu Technologicznego w Szczecinie pod kierownictwem prof. dr hab. inż. Beaty Michalkiewicz i dr hab. inż. Joanny Sreńscek-Nazzal, prof. ZUT, we współpracy z dr. inż. Jarosławem Serafinem z Uniwersytetu w Barcelonie oraz doktorantką mgr Adrianną Kamińską opatentował sposób, jak zużyte maseczki jednorazowe przerabiać na węgiel aktywny stosowany m.in. w filtrach do oczyszczania. Pomysł w dużej mierze opiera się na obróbce termicznej materiału i jego aktywacji. Proces obejmuje m.in. rozdrabnianie, suszenie, karbonizację w temp. 400–1000°C w obecności chemicznie obojętnego gazu oraz aktywację z wykorzystaniem środka chemicznego. Produktem końcowym jest węgiel aktywny, gotowy do zastosowań. Węgiel aktywny dzięki swojej mikroporowatej strukturze i dużej powierzchni właściwej stanowi bardzo dobre narzędzie w walce z zanieczyszczeniami. Stosowany jest np. jako filtr do oczyszczania wody i powietrza, ponieważ skutecznie absorbuje różne substancje chemiczne, metale ciężkie i zanieczyszczenia.

Nowatorska metoda zagospodarowania jednorazowych masek ochronnych może być rozwiązaniem problemu utylizacji tych powszechnych (szczególnie w czasie pandemii) odpadów. Jak informuje ZUT, pomysł zyskał już ochronę patentową.

Źródło: *Nauka w Polsce*

Przygotowała mgr Anna Skurzewska

Synthesis and properties of coatings based on multifunctional polyol

Synteza i właściwości powłok na bazie wielofunkcyjnego polioliu

MARLENA ROGUSZEWSKA^{1,2,*}

PAWEŁ PARZUCHOWSKI²

GABRIEL ROKICKI²

DAMIAN TKACZ²

ORCID: 0000-0002-5295-2420

ORCID: 0000-0002-3544-7246

ORCID: 0000-0002-1477-6235

¹PWE Technologie Sp. z o.o., ul. Strużańska 63M, 05-119 Józefów;

²Katedra Chemii i Technologii Polimerów, Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska,
ul. Stanisława Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa;

*e-mail: m.roguszevska@interia.pl

The synthesis and properties of coatings based on a renewable raw material (ricinoleic acid from castor oil) containing benzoic acid and epoxy resin were presented. Due to the high viscosity of the resulting oligoestrol, further modification with oligocarbonate diol and oligoetherdiol was carried out. Coatings were prepared using a mixture of polymeric 4,4'-methylenediphenyl diisocyanate (pMDI) with cyclic isocyanates, isophorone diisocyanate trimer (tIPDI) and hexamethylene diisocyanate trimer (tHDI), as the isocyanate component. Inorganic additives, nanomagnetite and zinc phosphate, were added to provide anti-corrosion properties.

Keywords: anti-corrosive coatings, polyurethane coatings, hybrid materials, cyclic isocyanates

Przedstawiono sposób syntezy oraz właściwości powłok na bazie surowca odnawialnego (kwasu rycynolowego pozyskiwanego z oleju rycynowego) z dodatkiem kwasu benzooesowego i żywicy epoksydowej. Ze względu na dużą lepkość takiego oligoestrolu prowadzono modyfikację za pomocą oligowęglanodioli i oligoeterodioli. Przygotowano także powłoki, w których jako składnik izocyjanianowy stosowano dodatek izocyjanianów cyklicznych, trimeru izofofonodiizocyjanianu (tIPDI) i trimeru heksametylenodiizocyjanianu (tHDI), do polimerycznego 4,4'-diizocyjanianu difenylometylenu (pMDI). W celu zapewnienia właściwości antykorozyjnych dodawano dodatki nieorganiczne, nanomagnetyt oraz fosforan(V) cynku(II).

Słowa kluczowe: antykorozyjne powłoki, powłoki poliuretanowe, materiały hybrydowe, izocyjaniany cykliczne

Korozja konstrukcji stalowych stanowi przyczynę wielu awarii strukturalnych, które mają często dramatyczne konsekwencje dla ludzi i środowiska. W celu ochrony przed tym niekorzystnym zjawiskiem na przestrzeni lat opracowano wiele rozwiązań bazujących na nieorganicznych i organicznych materiałach powłokowych. Szczególną rolę odgrywają tu polimerowe materiały powłokowe [1]. Charakteryzują się one dobrą przyczepnością do podłoża, właściwościami barierowymi, odpornością na ścieranie i zużycie. Cechy takie mają m.in. żywice epoksydowe [2]. Poza wymienionymi zaletami charakteryzują się również doskonałą odpornością termiczną, odpornością na wilgoć i odpornością chemiczną. Te unikalne właściwości wynikają z braku w strukturze labilnych wiązań chemicznych oraz dużego udziału pierścieni aromatycznych. Przekłada się to niestety na kruchość tego materiału. Ponadto materiały te z czasem żółkną pod wpływem promieniowania UV, a także ulegają procesom degradacji oksydatywnej. Dlatego optymalne rozwiązania bazują na wykorzystaniu epoksydów jako warstwy pośredniej, na którą nanoszona jest warstwa poliuretanu.

Powłoki poliuretanowe z kolei, w szczególności te bazujące na izocyjanianach alifatycznych, gwarantują dobrą ochronę przed promieniowaniem UV, adhezję do epoksydów oraz odporność na ścieranie oraz wytrzymałość mechaniczną. Jednak z czasem ich właściwości również ulegają pogorszeniu z uwagi na procesy degradacji wchodzących w ich skład oligoestrodiole (hydroliza) lub oligoeterole (utlenianie). Zwiększoną stabilność powłok poliuretanowych można uzyskać dzięki zastosowaniu odpornych na hydrolizę i utlenianie oligowęglanodioli [3]. Materiały tego typu, zawierające w swoim składzie oligowęglanodioli, zalicza się do grupy poli(węglano-uretanów).

Założeniem pracy było otrzymanie materiału hybrydowego o unikalnych właściwościach, łączącego w sobie cechy żywic epoksydowych i poliuretanowych. Ponadto zaproponowano rozwiązanie bazujące w dużej mierze na surowcach odnawialnych, takich jak kwas rycynolowy oraz pośrednio ditlenek węgla (do syntezy oligowęglanodioli).

1. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

1.1. SUROWCE

Kwas rycynolowy otrzymano z oleju rycynowego (Sigma-Aldrich) w procesie hydrolizy; żywicę epoksydową Epidian 5 zakupiono w firmie Ciech Sarżyna; kwas benzoesowy z Sigma-Aldrich; bromek heksadecylotrimetyloamoniowy z Carl Roth GmbH; glikol oligo(oksypropylenowy) PPG1 o średniej masie molowej ok. 1000 g/mol (Rokopol D1002) z PCC Rokita SA; diol oligo(węglanu heksametyleno-co-pentametyleny) (OWHP1) o średniej masie molowej ok. 1000 g/mol (Eternacoll PH100) z UBE Industries Ltd.; polimeryczny 4,4'-diizocyjanian difenylometylenu (pMDI) (Desmodur VKS 20) z Covestro AG; trimer heksametylenodiizocyjanianu HDI (Tolonate HDT 90B) z Vencorex; trimer izoforonodiizocyjanianu IPDI (Tolonate IDT 70B) z Vencorex; węglan wapnia (CaCO_3) z Sigma-Aldrich; fosforan(V) cynku(II) ($\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$) z Centro-Chem; nanomagnetyt (Fe_3O_4) i sadzę z Fischer Chemicals AG; dilaurynian dibutylocyny(IV) (DBTDL) z Merck KGaA; toluen (cz.d.a.) z POCh oraz octan *n*-butylu (cz.d.a.) z POCh.

1.2. METODYKA BADAŃ

1.2.1. SYNTEZA WIELOFUNKCYJNEGO OLIGOESTROLU (OEs)

W reaktorze szklanym o poj. 1 dm³, wyposażonym w termometr, mieszadło mechaniczne, czaszę grzejną, króciec, przez który dostarczano do układu gaz obojętny (azot), umieszczono 299,2 g kwasu rycynolowego, 33,8 g kwasu benzoesowego, 198 g żywicy epoksydowej Epidian 5 o liczbie epoksydowej 0,48 mol grup epoksydowych/100 g oraz 2,5 g katalizatora w postaci bromku heksadecylotrimetyloamoniowego. Reakcję prowadzono w temp. 100°C w atmosferze gazu obojętnego (azot). Przebieg reakcji kontrolowano poprzez oznaczanie liczby kwasowej pobieranych próbek. Reakcję prowadzono do momentu spadku liczby kwasowej

poniżej 5 mg/g. Otrzymany produkt miał postać pomarańczowej cieczy o lepkości 32 Pa·s.

1.2.2. MODYFIKOWANIE CZTEROFUNKCYJNEGO OLIGOESTROLU KOMERCYJNYMI OLIGOWĘGLANODIOLAMI, OLIGOETEROLAMI LUB OLIGOBUTADIENEM

Modyfikację oligoestrolu prowadzono w analogiczny sposób jak w publikacji [4].

1.2.3. PRZYGOTOWANIE ANTYKOROZYJNYCH POWŁOK EPOKSYDOWO-POLIURETANOWYCH Z NAPEŁNIACZAMI NIEORGANICZNYMI

Do naczynia odważano oligoestrol oraz modyfikator (ok. 25% mas. diolu oligo(węglanu heksametyleno-co-pentametyleny) (OWHP1) i ok. 5% mas. glikolu oligo(oksypropylenowego) (PPG1)), po czym dodawano dodatki nieorganiczne: ok. 3% mas. węglanu wapnia (CaCO_3) i ok. 5% mas. sadzy oraz dodatki antykorozyjne: ok. 5% mas. nanomagnetytu (Fe_3O_4) i ok. 5% mas. fosforanu(V) cynku(II) ($\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$). Energicznie mieszano, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny. Następnie dodawano polimeryczny 4,4'-diizocyjanian difenylometylenu (pMDI) lub mieszaninę pMDI z mieszaniną izomerów cyklicznych (tHDI i tIPDI), mieszano aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, po czym dodawano katalizator (10-proc. roztwór dilaurynianu dibutylocyny(IV) (DBTDL) w toluenie) i dokładnie mieszano. W celu poprawy rozlewności dodawano octan *n*-butylu (10% mas.).

W kompozycji I zastosowano izocyjanian aromatyczny (polimeryczny 4,4'-diizocyjanian difenylometylenu pMDI), zaś w kompozycjach II i III zastosowano izocyjanian alifatyczny będący mieszaniną pMDI z trimerami izoforonodiizocyjanianu tIPDI i heksametylenodiizocyjanianu tHDI (stosunek molowy iIPDI do

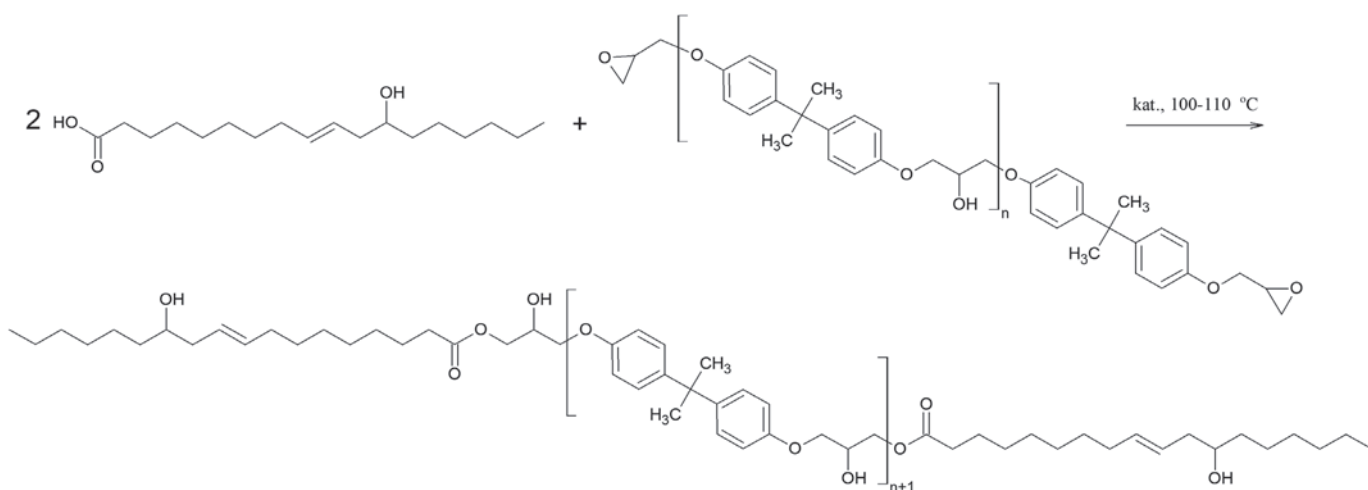


Fig. 1. Scheme of the oligoestrol OEs ($n = 0-1$) synthesis
Rys. 1. Schemat reakcji syntezy oligoestrolu OEs ($n = 0-1$)

tHDI wynosił 1:3). W kompozycji II stosunek molowy pMDI do mieszaniny trimerów wynosił 4:3, a w kompozycji III 10:3.

1.2.4. POMIARY LEPKOŚCI

Pomiary prowadzono przy użyciu viskozymetru rotacyjnego IKA ROTAVISC lo-vi, z wrzecionem SP-1, z prędkością 5 rpm, w temp. $23 \pm 1^\circ\text{C}$ (kondycjonowanie 30 min, czas badania 5 min).

1.2.5. CZAS ŻYCIA KOMPOZYCJI I WIĄZANIA (SCHNIĘCIA)

Czasy życia kompozycji oznaczano wg normy ISO 9514:2019 [5]. Pomiary szybkości wiązania (czasy schnięcia) wykonywano zgodnie z normą [6].

1.2.6. GRUBOŚĆ I TWARDOŚĆ UTWARDZONYCH POWŁOK

Grubość i twardość powłok mierzono za pomocą urządzenia PosiTector STD. Twardość określano w skali Shore'a D.

1.2.7. PRZYZCZEPNOŚĆ POWŁOKI

Przyczepność powłoki badano metodą zarysowania w postaci siatki nacięć, z zastosowaniem taśmy klejącej do usuwania odczepionych części powłoki. Następnie wizualnie oceniano naciętą powierzchnię i wystawiano ocenę zgodnie z kryteriami zawartymi w normie [7].

1.2.8. WŁAŚCIWOŚCI ANTYKOROZYJNE

Właściwości antykorozyjne badano wg normy [8]. Badania wykonano za pomocą urządzenia Autolab GGSTA20. Wyniki podano w $\Omega \cdot \text{cm}$.

1.3. WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Dokonano pomiarów lepkości składników kompozycji I–III. Wyniki zestawiono w tabeli 1.

Table 1. Results of viscosity of components of compositions I–III (temp. 23°C , shear rate 5 rpm)
Tabela 1. Wyniki oznaczania lepkości komponentów kompozycji I–III (temp. 23°C , szybkość ścinania 5 rpm)

Parametr	Kompozycja I	Kompozycja II	Kompozycja III
Lepkość składnika polioliowego, mPa·s	471	412	447
Lepkość składnika izocyjanianowego, mPa·s	322	273	298

Najmniejsze wartości lepkości zarejestrowano dla składników kompozycji II (składnik izocyjanianowy będący mieszaniną aromatyczno-alifatycznych diizocyjaninów, o większej zawartości trimerów tHDI i tIPDI). Największe wartości lepkości miały składniki kompozycji I (składnik izocyjanianowy na bazie aromatycznego diizocyjanianu, pMDI). Wszystkie składniki kwalifikowały się do natrysku pneumatycznego (ich lepkości były w zakresie 200–550 mPa·s).

Zmierzone czasy (życia kompozycji i wiązania) uzyskane dla kompozycji I–III zestawiono w tabeli 2.

Table 2. Properties of compositions I–III
Tabela 2. Właściwości kompozycji I–III

Kompozycja	Czas życia kompozycji, min	Czas wiązania, min
I	20	41
II	25	48
III	23	43

Czasy życia kompozycji wynosiły 20–25 min. Czasy wiązania (osiąganie suchego lica/pyłosuchość) zawierały się w zakresie 40–50 min (kompozycje z mniejszą ilością trimerów utwardzały się szybciej). Pełne utwardzenie następowało po ok. 15 h.

Opracowane kompozycje nakładano na powierzchnie stalowe (piaskowane i odtłuszczone bezpośrednio przed nakładaniem powłok). Po utwardzeniu powłok określano ich właściwości użytkowe, czyli grubość, twardość i przyczepność. Przyczepność powłoki badano metodą zarysowania w postaci siatki nacięć z zastosowaniem taśmy klejącej do usuwania odczepionych części powłoki. Wizualnie oceniano naciętą powierzchnię i wystawiano ocenę zgodnie z kryteriami zawartymi w normie [7] (klasyfikacja wyniku zawierała się w przedziale 0–5, gdzie 0 było najlepszą klasyfikacją przyczepności, brzegi nacięć gładkie, brak oderwań, natomiast stopień 5 oznaczał brak przyczepności, uszkodzenia powłoki w rejonie siatki nacięć przewyższające 65%).

Wyniki badań właściwości utwardzonych powłok (grubości, twardości, przyczepności) zamieszczono w tabeli 3.

Table 3. Properties of cured coatings marked as I–III
Tabela 3. Właściwości utwardzonych powłok oznaczonych jako I–III

Kompozycja	Grubość powłoki, mm	Twardość powłoki, °ShD	Przyczepność powłoki
I	1,05	78	0
II	1,01	68	1
III	1,03	71	1

Przygotowane powłoki miały średnią grubość ok. 1 mm. Charakteryzowały się twardością z zakresu 65–80°ShD i bardzo dobrą adhezją do powierzchni stalowej. Najlepszą przyczepność zaobserwowano w przypadku powłoki na bazie izocyjanianu aromatycznego. Powłoki na bazie mieszaniny izocyjanianów miały trochę gorszą przyczepność (po nacięciu uszkodzone zostało mniej niż 5% powierzchni siatki nacięć).

Przeprowadzono także badania elektrochemiczne z wykorzystaniem elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej (EIS) w celu sprawdzenia odporności na korozję wytworzonych powłok. EIS to metoda badawcza, która polega na zaburzeniu układu (w tym wypadku pary powłoka-podłoże stalowe) sygnałem elektrycznym i obserwacji uzyskanej odpowiedzi. Im większa wartość modułu impedancji ($|Z|$), tym większa odporność powłoki na korozję. Dobrą odporność na korozję wykazywały próbki, w których $|Z|$ przekraczał 10^7 .

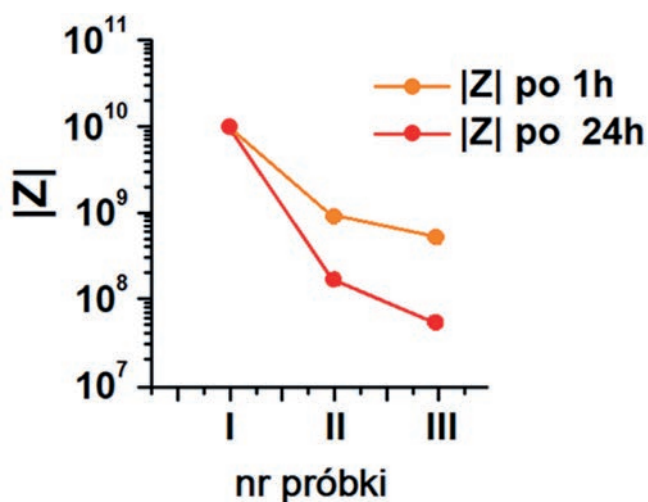


Fig. 2. Impedance modulus at 0.01 Hz of the tested coatings (electrochemical corrosion test results). The points have been connected in order to distinguish impedance moduli values for the synthesized coatings measured after 1 and 24 h. Rys. 2. Moduł impedancji przy częstotliwości 0,01 Hz dla badanych powłok (wyniki badań korozji elektrochemicznej); punkty połączono w celu łatwiejszej obserwacji różnic w wartościach modułów impedancji (po 1 h i po 24 h) między powłokami)

Badania elektrochemiczne wykazały dobrą odporność korozyjną próbek powłok I–III. Wyznaczona wartość modułu impedancji przekroczyła 10^7 . Próbka I uzyskała w badaniu najlepsze wyniki (moduł impedancji na poziomie 10^{10}), co wskazuje na najlepszą odporność na korozję

2. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Najlepsze wyniki badania odporności korozyjnej metodą elektrochemiczną uzyskano dla powłoki na bazie diizocyjanianu aromatycznego (polimerycznego MDI) – ok. 1010. Pozostałe powłoki

posiadały bardzo dobrą odporność korozyjną; wyznaczone wartości modułu impedancji przekraczały 10^7 .

Finalne kompozycje mają bardzo dobre właściwości pod względem aplikacyjnym. Czas życia kompozycji zawiera się w zakresie 20–30 min, czas wiązania (osiągania suchego lica/pyłosuchości) jest mniejszy niż 60 min, pełne utwardzenie następuje po ok. 17 h, twardość mieści się w zakresie 65–80°ShD. Lepkość każdego ze składników zawiera się w zakresie 200–550 mPa·s, dzięki czemu z łatwością mogą być nakładane metodą natrysku pneumatycznego.

Pod względem użytkowym utwardzone powłoki charakteryzują się bardzo dobrą przyczepnością do stalowego podłoża i odpowiednią twardością. Zapewniają bardzo dobrą ochronę antykorozyjną powierzchniom stalowym.

Prace realizowano w ramach projektu pt. „Opracowanie powłoki poliuretanowej na bazie oligomeroli węglanowych zabezpieczającej powierzchnię stalową” współfinansowanego z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Regionalnego Programu Operacyjnego Województwa Mazowieckiego na lata 2014–2020 (RPMA.01.02.00-14-d764/20).

LITERATURA

- [1] Boga K., Pothu R., Arukula R., Boddula R., Gaddam S.K.: The role of anticorrosive polymer coatings for the protection of metallic surface. *Corros. Rev.* 6 (39) (2021) 547, <https://doi.org/10.1515/corrrev-2021-0027>.
- [2] Verma Ch., Olasunkanmi L., Akpan E.D., Quraishi M., Dagdag O., Gouri M.E., El-Sherif El-Sayed M., Ebenso E.: Epoxy resins as anticorrosive polymeric materials. A review. *React. Funct. Polym.* 156 (2020) 104741, DOI: 10.1016/J.REACTFUNCTPOLYM.2020.104741
- [3] Tanzi M.C., Mantovani D., Petrini P., Guidon R., Laroche G.: Chemical stability of polyether urethanes versus polycarbonate urethanes. *J. Biomed. Mater. Res.* 4 (36) (1997) 550, [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4636\(19970915\)36:4<550::AID-JBM14>3.0.CO;2-E](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4636(19970915)36:4<550::AID-JBM14>3.0.CO;2-E).
- [4] Roguszewska M., Parzuchowski P., Rokicki G., Tkacz D.: Antykorozyjne powłoki na bazie surowca odnawialnego z dodatkiem nanomagnetytu. *Inż. Mat.* 4 (43) (2022) 21, DOI: 10.15199/28.2022.4.4.
- [5] ISO 9514:2019, Paints and varnishes. Determination of the pot life of multicomponent coating systems. Preparation and conditioning of samples and guidelines for testing.
- [6] ISO 12013-1:2012, Paints and varnishes. Determination of curing characteristics using a free damped oscillation method. Part 1. Start temperature of the curing reaction.
- [7] PN-EN ISO 2409:2008, Farby i lakiery. Badanie metodą siatki nacięć.
- [8] PN-EN ISO 16773:2009, Farby i lakiery. Elektrochemiczna spektroskopia impedancyjna (EIS).

The influence of abrasive paste dosage on the lapping intensity of flat samples

Wpływ dawkowania pasty ścierniej na intensywność docierania próbek płaskich

ADAM BARYLSKI*
PATRYCJA JANCZUREWICZ

ORCID: 0000-0003-1672-8445

Instytut Technologii Maszyn i Materiałów, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Okrętownictwa,
Politechnika Gdańska, ul. Gabriela Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk
* e-mail: abarylsk@pg.edu.pl

The results of testing the lapping intensity of flat samples made of aluminum alloy, aluminum bronze and ductile cast iron on a single-disc lapping machine were presented. The influence of periodic dosing of electrocorundum abrasive paste on machining efficiency was analyzed as a function of time, depending on the position of samples in the separators, the number of samples lapped simultaneously and the unit pressure exerted.

Keywords: abrasive paste, lapping, single-disc lapping machine, machining efficiency

Przedstawiono wyniki badań intensywności docierania próbek płaskich ze stopu aluminium, brązu aluminium i żeliwa sferoidalnego na docierarce jednotarczowej. Analizowano wpływ okresowego dawkowania elektrokorundowej pasty ścierniej na wydajność obróbki w funkcji czasu, w zależności od położenia próbek w separatorach oraz liczby próbek docieranych jednocześnie i wywieranego nacisku jednostkowego.

Słowa kluczowe: pasta ścierna, docieranie, docierarka jednotarczowa, wydajność obróbki

1. WPROWADZENIE

Na etapie m.in. realizacji badań właściwości warstwy wierzchniej materiału, w tym wykonywanych na powierzchni rzeczywistej próbek płaskich, konieczne jest przygotowanie zglądów metalograficznych. Jedną z technologii wykorzystywaną w tym celu jest docieranie luźnym ścierniwem przy użyciu pasty ścierniej dawkowanej ręcznie na metalowy (najczęściej żeliwny) docierak (tarczę docierającą) [1, 2]. Jest to obróbka wielozabiegowa, przy czym na docieranie wstępne przypada stosunkowo duży naddatek.

Na sumę mikroziaren ściernych w strefie docierania składają się zarówno mikroziarna aktywne, jak i bierne. Mikroziarna aktywne znajdują chwilowe oparcie w materiale docieraka, obracają się, zajmując kolejne położenia bądź wykonują ruch toczny, najczęściej z poślizgiem [2], co przedstawiono na rys. 1.

Do podstawowych warunków docierania powierzchni płaskich należą: charakterystyka pasty ścierniej (głównie ziarnistość ścierniwa), nacisk jednostkowy wywierany obciążnikowo lub pneumatycznie na obrabiane próbki, rozmieszczenie próbek w separatorach oraz ogólna liczba próbek docieranych jednocześnie.

Celem wykonanych eksperymentów były głównie wpływ intensywności dawkowania pasty ścierniej i wymienionych wyżej warunków obróbki na wydajność docierania.

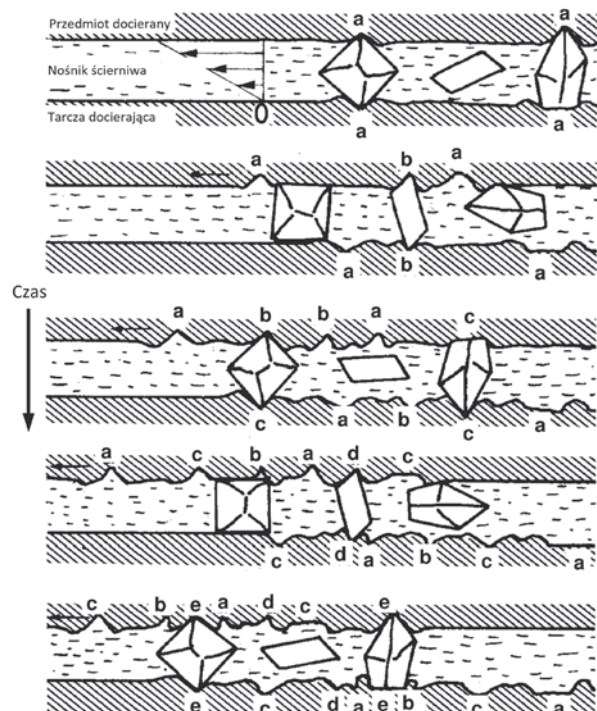


Fig. 1. Illustration of the behavior of abrasive micrograins in the lapping zone, between the working surface of the lapping disc and the machined surface [3]
Rys. 1. Ilustracja zachowania się mikroziaren ściernych w strefie docierania, pomiędzy powierzchnią roboczą tarczy docierającej a powierzchnią obrabianą [3]

2. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

2.1. MATERIAŁY

Eksperymentami objęto powierzchnie czołowe próbek walcowych (o średnicy 10 mm) ze stopu aluminium EN AW-AlCu4Mg1, brązu aluminiowego CuAl10Fe3Mn i żeliwa sferoidalnego EN-GJS-600-3 o strukturze perlitycznej.

2.2. STANOWISKO BADAWCZE

Badania przeprowadzono na docierarce jednotarczowej o standardowej kinematyce pierścieniowej (rys. 2). Elementy docierane (5) były rozłożone w indywidualnie wykonanych separatorach (4) umieszczonych w trzech obracających się z prędkością kątową ω_s pierścieniach prowadzących (3), napędzanych tarczą przez tarczę docierającą (1), obracającą się ze stałą prędkością ω_t . Pierścienie prowadzące były utrzymywane w określonym położeniu przez nastawne jarzma (2), zaś docierane elementy obciążał metalowy krążek (7) przez podkładkę filcową (6). Masa krążka wynikała z wymaganego nacisku jednostkowego, a więc zależała od rodzaju docieranego materiału i liczby rozmieszczonych próbek w separatorze (sumarycznej nominalnej powierzchni docieranej).

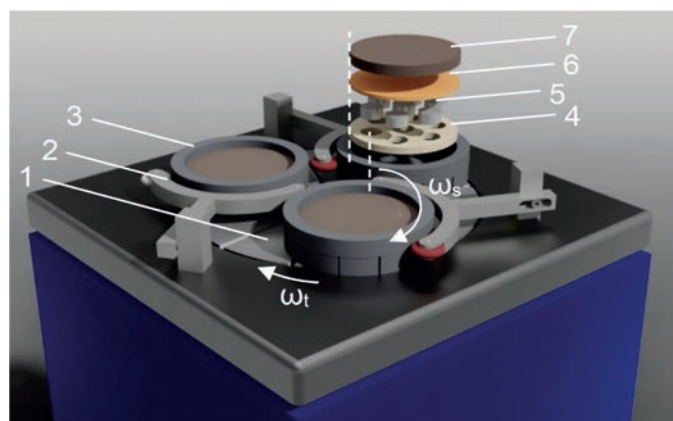


Fig. 2. 3D model of the executive system of the test stand for lapping flat samples (description in the text) [4]

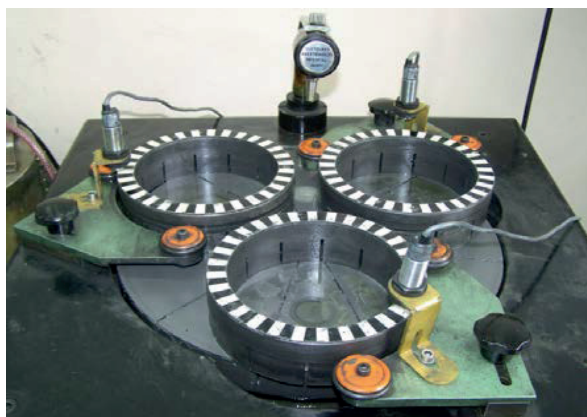
Rys. 2. Model 3D układu wykonawczego stanowiska badawczego do docierania próbek płaskich (opis w tekście) [4]

2.3. METODYKA BADAŃ

W badaniach na docierarce ABRALAP 380 (rys. 3) użyto rowkowaną promieniowo (12 rowków o szerokości 3,2 mm) żeliwną tarczę docierającą o średnicy zewnętrznej 380 mm, obracającą się z prędkością 60 min⁻¹. Pomiaru wysokości próbek wykonano mikrometrem MMZb-A z dokładnością 0,01 mm, a masę dawki pasty ścierniej wagowo, wykorzystując wagę MH-200 z funkcją automatycznej kalibracji i przy dokładności pomiaru 0,01 g. Wartości chwilowe prędkości i przyspieszenia w układzie wykonawczym docierarki wyznaczono ze wzorów podanych w pracy [5].

Pastę Lapping Compound firmy US Products Co. (USA) [6] na bazie elektrokorundu, o średnim wymiarze ziarna 16 μm dawkowano ręcznie na powierzchnię roboczą tarczy docierającej co 9 min. Przed eksperymentami wyznaczono masę dawki pasty ścierniej, wykonując 10 pomiarów (powtórzeń) (rys. 4), wykorzystując do tego przygotowane lekkie i sztywne krążki. Sumaryczny czas każdej próby docierania wynosił 27 min, a pomiary ubytku elementów wykonywano co 3 min. Na obrabiane próbki wywierano nacisk jednostkowy $p = 0,024$ MPa lub 0,049 MPa.

a)



b)

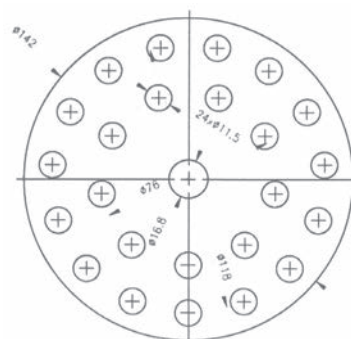


Fig. 3. General view: a) ABRALAP 380 lapping machine, b) arrangement of sample holes in the separator

Rys. 3. Widok ogólny: a) docierarki ABRALAP 380, b) rozmieszczenia otworów na próbki w separatorze

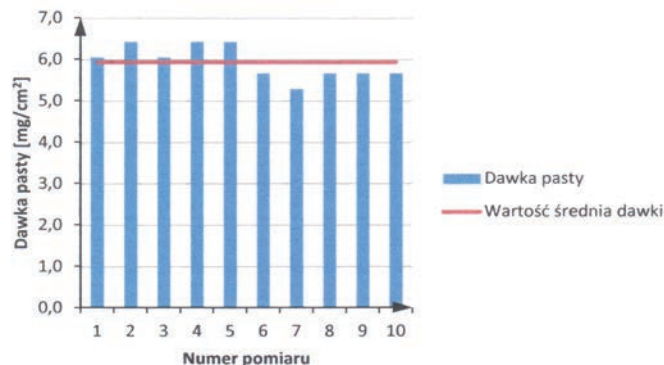


Fig. 4. Determination of the dose of abrasive paste applied to the lapping machine (arithmetic mean 5.9 mg/cm², standard deviation of the distribution 0.4 mg/cm²)

Rys. 4. Wyznaczenie dawki nanoszonej na docierak pasty ścierniej (średnia arytmetyczna 5,9 mg/cm², odchylenie standardowe rozkładu 0,4 mg/cm²)

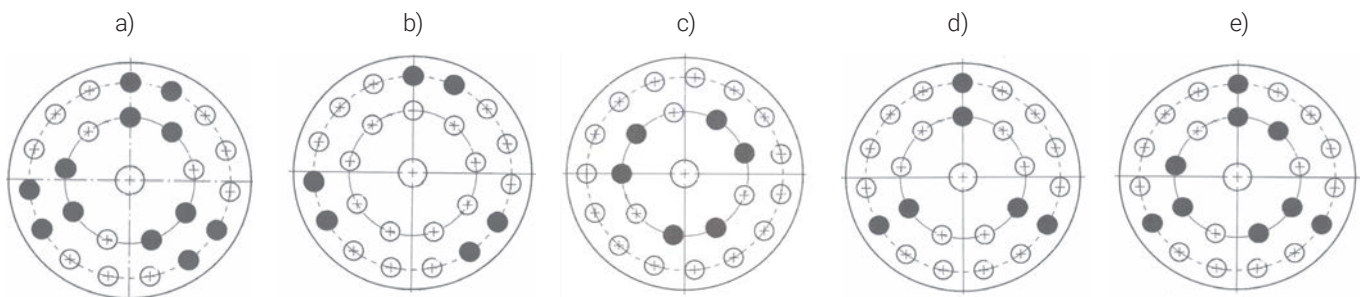


Fig. 5. The arrangement of samples used in separators during tests of: a) paste dosage and the influence of the total number of lapped samples on their loss, b) and c) the influence of the distance of the center of the samples from the center of the separator, d) and e) the influence of the total number of lapped samples on the processing intensity
 Rys. 5. Stosowane rozmieszczenie próbek w separatorach podczas badań: a) dawkowania pasty i wpływu sumarycznej liczby docieranych próbek na ich ubytek, b) i c) wpływu odległości środka próbek od środka separatora, d) i e) wpływu sumarycznej liczby docieranych próbek na intensywność obróbki

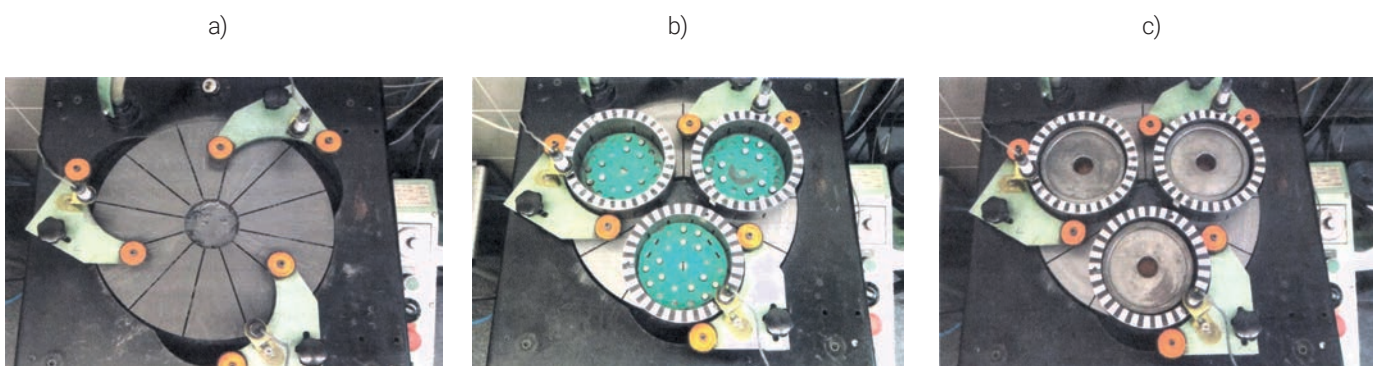


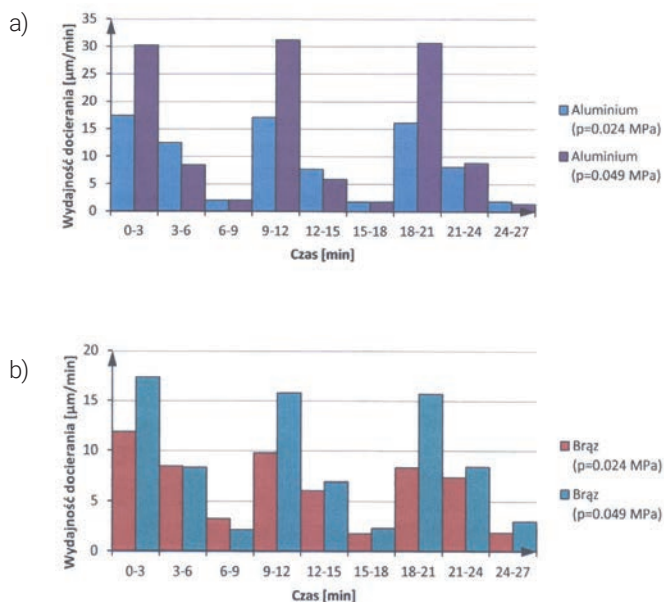
Fig. 6. Stages of testing: a) uniform coverage of the surface of the lapping disc with abrasive paste, b) arrangement of samples in three separators, c) weight loading of samples with a felt pad
 Rys. 6. Etapy realizacji prób: a) równomierne pokrycie powierzchni tarczy docierającej pastą ścierną, b) rozmieszczenie próbek w trzech separatorach, c) ciężarowe obciążenie próbek przez podkładkę filcową

Na rys. 5 przedstawiono rozmieszczenie docieranych próbek w separatorach w poszczególnych etapach badań. Powtarzane czynności podczas prób obejmowały: nałożenie pasty ścierniej na powierzchnię roboczą tarczy docierającej (rys. 6a), ułożenie próbek w separatorach (rys. 6b) oraz wywarcie nacisku obciążnikami (rys. 6c).

2.4. WYNIKI POMIARÓW

Wydajność docierania w poszczególnych przedziałach czasowych przedstawiono na rys. 7. Wpływ zwiększenia nacisku jednostkowego na intensywność docierania był największy podczas obróbki próbek aluminiowych, a najmniejszy podczas docierania żeliwa. Podobny był zaś kształt poszczególnych krzywych ubytku w funkcji czasu (rys. 8). Przykładowo, przy zadanym naddatku na docieranie równym $15 \mu\text{m}$ i zastosowanych w badaniach warunkach kinematycznych i geometrycznych czas docierania próbek aluminiowych wynosił ok. 10 min przy nacisku $p = 0,049 \text{ MPa}$ i ok. 12,5 min przy $p = 0,024 \text{ MPa}$. W przypadku próbek wykonanych z brązu przy $p = 0,049 \text{ MPa}$ było to 15 min, zaś przy $p = 0,024 \text{ MPa}$ 21 min. W przypadku próbek żeliwnych przyjęty czas łączny obróbki (3 dawkowania pasty ścierniej) okazał się niewystarczający.

Można go oszacować na ok. 40 min przy $p = 0,049 \text{ MPa}$ i na ok. 54 min przy $p = 0,024 \text{ MPa}$.



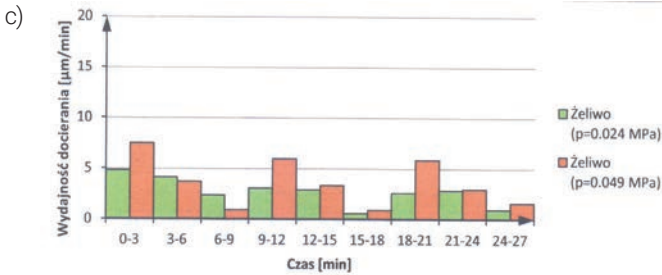


Fig. 7. Average values of lapping efficiency (in the tested time intervals) of samples: a) aluminum alloy, b) bronze, c) cast iron
 Rys. 7. Wartości średnie wydajności docierania (w badanych przedziałach czasowych) próbek: a) stopu aluminium, b) brązu, c) żeliwa

Na rys. 8 i w tabeli 1 zobrazowano aproksymację liniową otrzymanych wyników ubytku Δh , mm, w funkcji czasu docierania t , min.

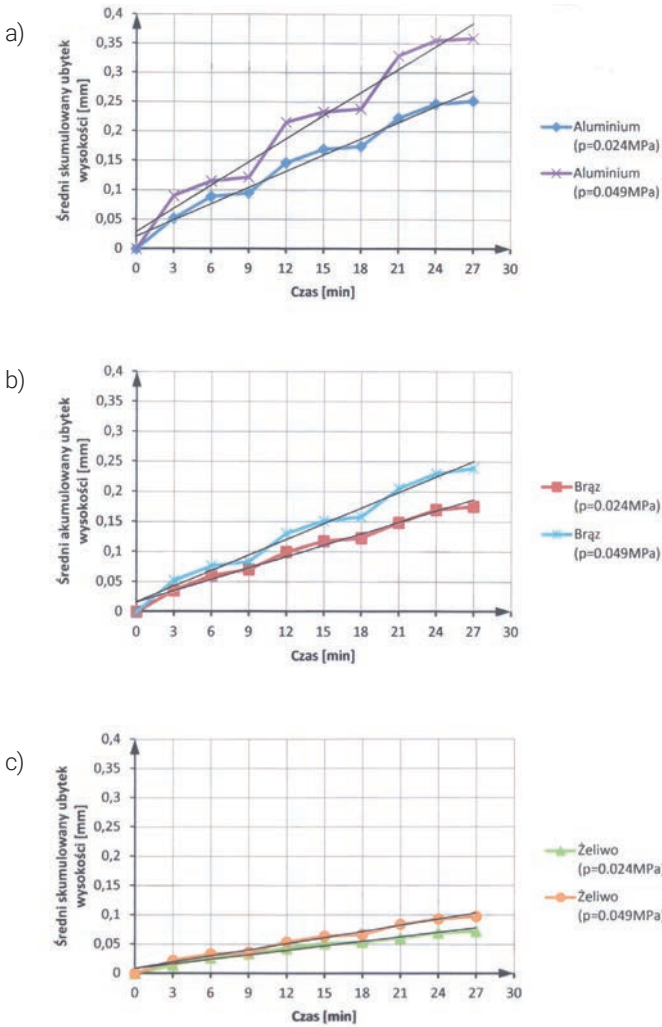


Fig. 8. Average change in the cumulative height loss of samples: a) aluminum alloy, b) bronze, c) cast iron
 Rys. 8. Wartości średnie zmiany skumulowanego ubytku wysokości próbek: a) stopu aluminium, b) brązu, c) żeliwa

Table 1. Linear approximation of sample height loss Δh , mm, as a function of running-in time t , min ($t = 3-27$ min)
 Tabela 1. Aproksymacja liniowa ubytku wysokości próbek Δh , mm, w funkcji czasu docierania t , min ($t = 3-27$ min)

Materiał docierany	Nacisk jednostkowy, MPa	Aproksymacja liniowa ubytku próbek Δh	Współczynnik determinacji R^2
EN AW-AlCu4Mg1	0,024	$0,0092t + 0,0204$	0,976
EN AW-AlCu4Mg1	0,049	$0,0132t + 0,0278$	0,963
CuAl10Fe3Mn	0,024	$0,0063t + 0,0146$	0,981
CuAl10Fe3Mn	0,049	$0,0087t + 0,0157$	0,981
EN-GJS-600-3	0,024	$0,0026t + 0,0077$	0,971
EN-GJS-600-3	0,049	$0,0035t + 0,0080$	0,980

Na rys. 9 i 10 przedstawiono przykładowe obrazy 2D i 3D powierzchni po docieraniu, wykonane na mikroskopie konfokalnym z wykorzystaniem programu SensoSCAN. W tabeli 2 podano wartości średnie parametrów profilu pierwotnego (wyjściowego) oraz uzyskane po docieraniu.

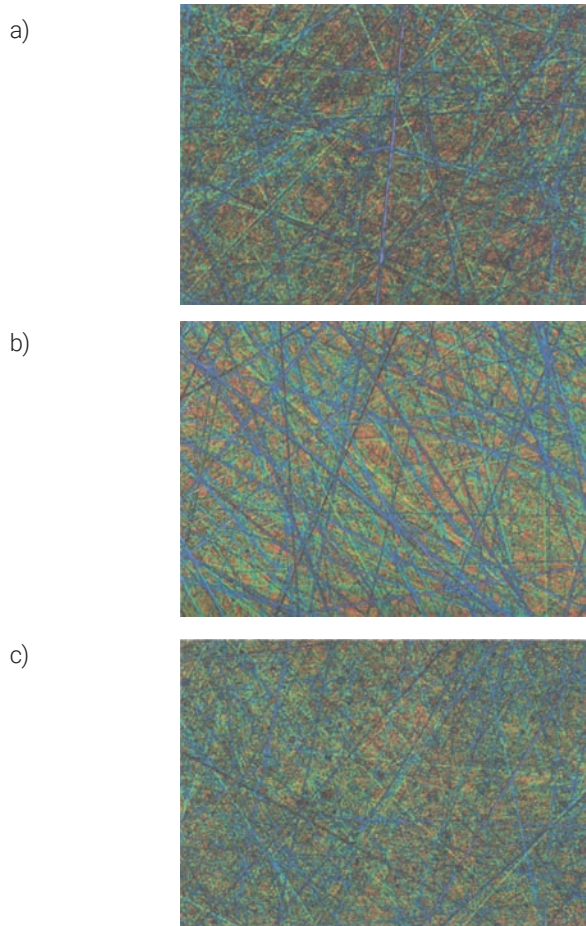


Fig. 9. Images of the geometric structure of the 2D surface after lapping the sample ($p = 0.024$ MPa): a) EN AW-AlCu4Mg1, b) CuAl10Fe3Mn, c) EN-GJS-600-3
 Rys. 9. Obrazy struktury geometrycznej powierzchni 2D po docieraniu próbek ($p = 0,024$ MPa): a) EN AW-AlCu4Mg1, b) CuAl10Fe3Mn, c) EN-GJS-600-3

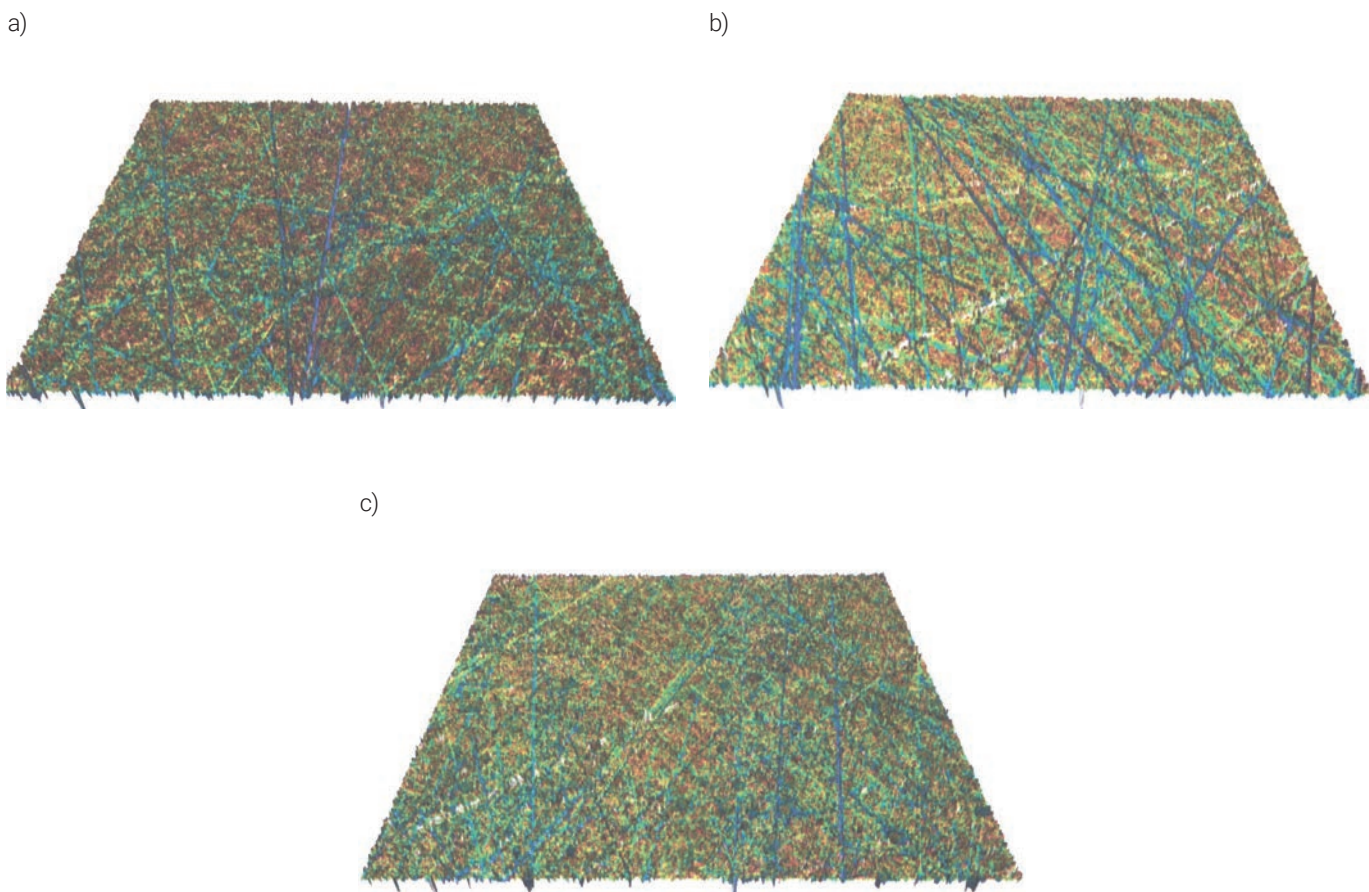


Fig. 10. Images of the geometric structure of the 3D surface after lapping the sample ($p = 0.024$ MPa): a) EN AW-AlCu4Mg1, b) CuAl10Fe3Mn, c) EN-GJS-600-3
 Rys. 10. Obrazy struktury geometrycznej powierzchni 3D po docieraniu próbki ($p = 0,024$ MPa): a) EN AW-AlCu4Mg1, b) CuAl10Fe3Mn, c) EN-GJS-600-3

Table 2. Average values of surface roughness parameters for the original profile and those obtained after lapping the materials ($p = 0.024$ MPa, $t = 27$ min)
 Tabela 2. Wartości średnie parametrów chropowatości powierzchni dla profilu pierwotnego oraz uzyskane po docieraniu materiałów ($p = 0,024$ MPa, $t = 27$ min)

Parametr dla profilu pierwotnego, μm	EN AW-AlCu4Mg1	CuAl10Fe3Mn	EN-GJS-600-3	Parametr po docieraniu, μm	EN AW-AlCu4Mg1	CuAl10Fe3Mn	EN-GJS-600-3
Ra	0,505	0,349	0,209	Ra	0,457	0,304	0,192
Rku	4,120	2,868	14,24	Rku	4,162	2,241	19,14
Rp	1,438	1,357	0,777	Rp	1,322	1,317	0,895
Rq	0,674	0,438	0,299	Rq	0,610	0,384	0,276
Rsk	-1,025	-0,121	-1,908	Rsk	-0,930	-0,107	2,170
Rt	4,211	2,580	3,564	Rt	3,996	2,653	3,693
Rv	2,773	1,223	2,787	Rv	2,674	1,336	2,797
Rz	4,211	2,580	3,564	Rz	3,996	2,653	3,693

Na rys. 11 przedstawiono wpływ położenia próbek w separatorze na średni ubytek ich wysokości, a w tabeli 3 wyznaczone zależności aproksymacji liniowej.

Table 3. Linear approximation of the height loss of samples Δh , mm, as a function of lapping time t , min ($p = 0.049$ MPa, $t = 3-27$ min)
Tabela 3. Aproksymacja liniowa ubytku wysokości próbek Δh , mm, w funkcji czasu docierania t , min ($p = 0,049$ MPa, $t = 3-27$ min)

Materiał docierany	Położenie próbek w separatorze, mm	Aproksymacja liniowa ubytku próbek Δh	Współczynnik determinacji R^2
EN AW-AlCu4Mg1	$r_1 = 38$	$0,0182t + 0,0356$	0,977
EN AW-AlCu4Mg1	$r_2 = 59$	$0,0171t + 0,0341$	0,973
CuAl10Fe3Mn	$r_1 = 38$	$0,0114t + 0,0267$	0,980
CuAl10Fe3Mn	$r_2 = 59$	$0,0117t + 0,0172$	0,987
EN-GJS-600-3	$r_1 = 38$	$0,0046t + 0,006$	0,988
EN-GJS-600-3	$r_2 = 59$	$0,0046t + 0,0161$	0,967

W każdym z analizowanych przypadków wpływ położenia próbek w separatorze (na promieniu $r_1 = 38$ mm i $r_2 = 59$ mm) na ubytek ich wysokości był minimalny, pomimo że na promieniu r_2 występowała większa prędkość względna w układzie próbka-tarcza docierająca, w porównaniu z położeniem na promieniu r_1 . Wydajność docierania w poszczególnych przedziałach czasowych ilustrują wykresy słupkowe na rys. 12.

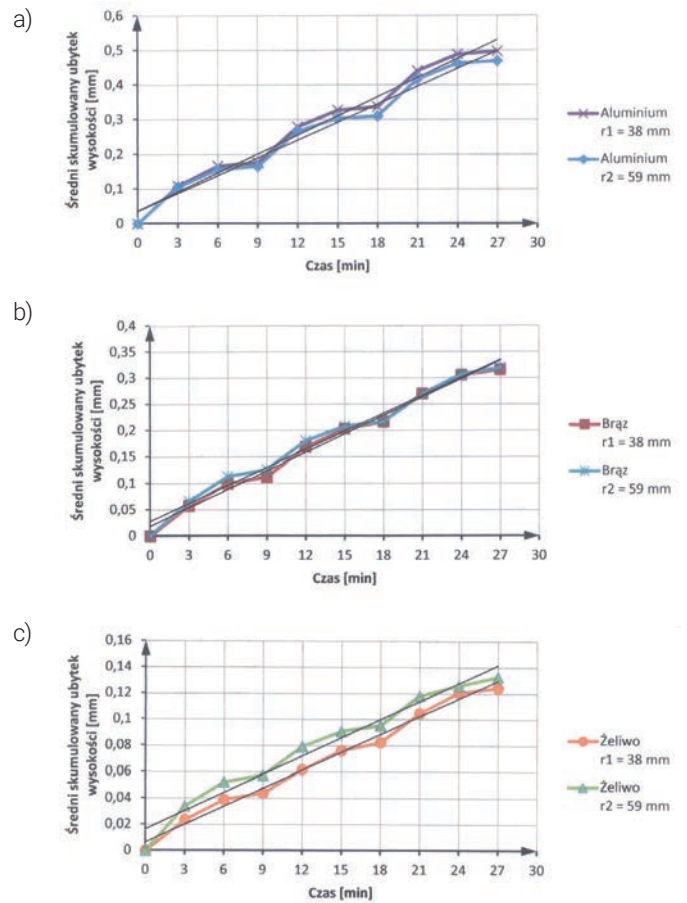


Fig. 11. Average change in the height loss of samples as a function of lapping time at $p = 0.049$ MPa: a) aluminum alloy EN AW-AlCu4Mg1, b) bronze CuAl10Fe3Mn, c) ductile cast iron EN-GJS-600-3

Rys. 11. Średnia zmiana ubytku wysokości próbek w funkcji czasu docierania przy $p = 0,049$ MPa: a) stopu aluminium EN AW-AlCu4Mg1, b) brązu CuAl10Fe3Mn, c) żeliwa sferoidalnego EN-GJS-600-3

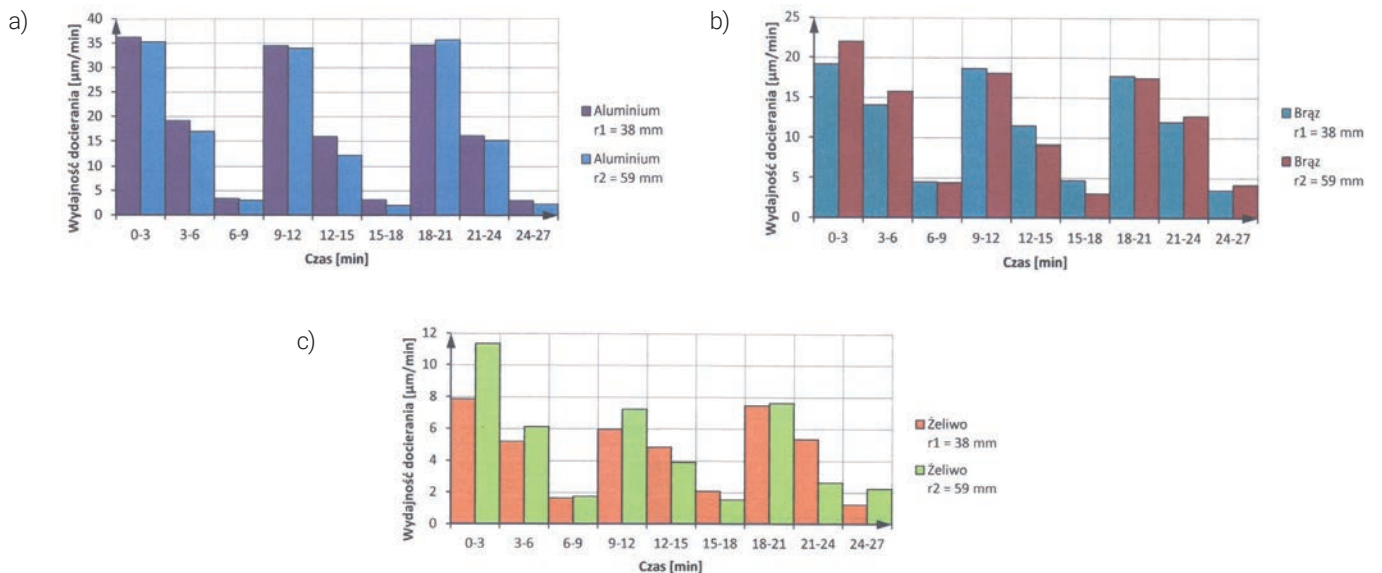


Fig. 12. Average values of sample lapping efficiency at $p = 0.049$ MPa (in the tested time intervals, depending on the position in the separator): a) aluminum alloy, b) bronze, c) cast iron

Rys. 12. Wartości średnie wydajności docierania próbek przy $p = 0,049$ MPa (w badanych przedziałach czasowych, zależnie od położenia w separatorze): a) stopu aluminium, b) brązu, c) żeliwa

Zmiany ubytku poszczególnych próbek w czasie docierania po każdym założeniu określonej dawki pasty ścierniej miały bardzo podobny przebieg. Analizując wpływ liczby jednocześnie obrabianych próbek (sumarycznego pola powierzchni docieranej), stwierdzono brak proporcjonalności intensywności obróbki od liczby docieranych próbek (rys. 13). Zmniejszenie ubytku wysokości próbek wraz ze wzrostem ich liczności w separatorach wynikało z tego, że przy identycznej nałożonej dawce pasty zmniejszała się ilość ścierniwa przypadająca na jednostkę pola powierzchni docieranej.

W tabeli 4 scharakteryzowano aproksymację liniową otrzymanych wyników (rys. 13) ubytku Δh , mm, w funkcji czasu docierania t , min.

Table 3. Linear approximation of the height loss of samples Δh , mm, as a function of lapping time t , min ($p = 0.049$ MPa, $t = 3-27$ min)
Tabela 3. Aproksymacja liniowa ubytku wysokości próbek Δh , mm, w funkcji czasu docierania t , min ($p = 0,049$ MPa, $t = 3-27$ min)

Materiał docierany	Liczba próbek w jednym separatorze	Aproksymacja liniowa ubytku próbek Δh	Współczynnik determinacji R^2
EN AW-AlCu4Mg1	12	$0,0132t + 0,0278$	0,963
EN AW-AlCu4Mg1	9	$0,0145t + 0,0303$	0,973
EN AW-AlCu4Mg1	6	$0,0190t + 0,0238$	0,982
CuAl10Fe3Mn	12	$0,0087t + 0,0157$	0,981
CuAl10Fe3Mn	9	$0,0099t + 0,0097$	0,991
CuAl10Fe3Mn	6	$0,0116t + 0,0780$	0,992
EN-GJS-600-3	12	$0,0035t + 0,0080$	0,980
EN-GJS-600-3	9	$0,0038t + 0,0027$	0,994
EN-GJS-600-3	6	$0,0049t + 0,0035$	0,993

2.5. UWAGI OGÓLNE

W wyniku przeprowadzonych badań potwierdzono oczywisty wpływ rodzaju obrabianego materiału (twardości) na intensywność docierania pastą ścierną powierzchni płaskich. Po każdorazowym nałożeniu pasty ubytek próbki zmniejsza się w czasie (zależność wykładnicza). Decyzję o częstotliwości dawki pasty ścierniej należy każdorazowo określić eksperymentalnie. Kolejne dawki pasty zwiększa wydajność obróbki, powodując jednocześnie skokowy wzrost chropowatości powierzchni. Sytuacja ta może okazać się niekorzystna z uwagi na oczekiwaną w danym zabiegu poprawę jakości mikrostruktury geometrycznej obrabianej powierzchni (głównie chropowatości). W przypadku docierania wykończeniowego należy stosować jednokrotne dawki pasty ścierniej.

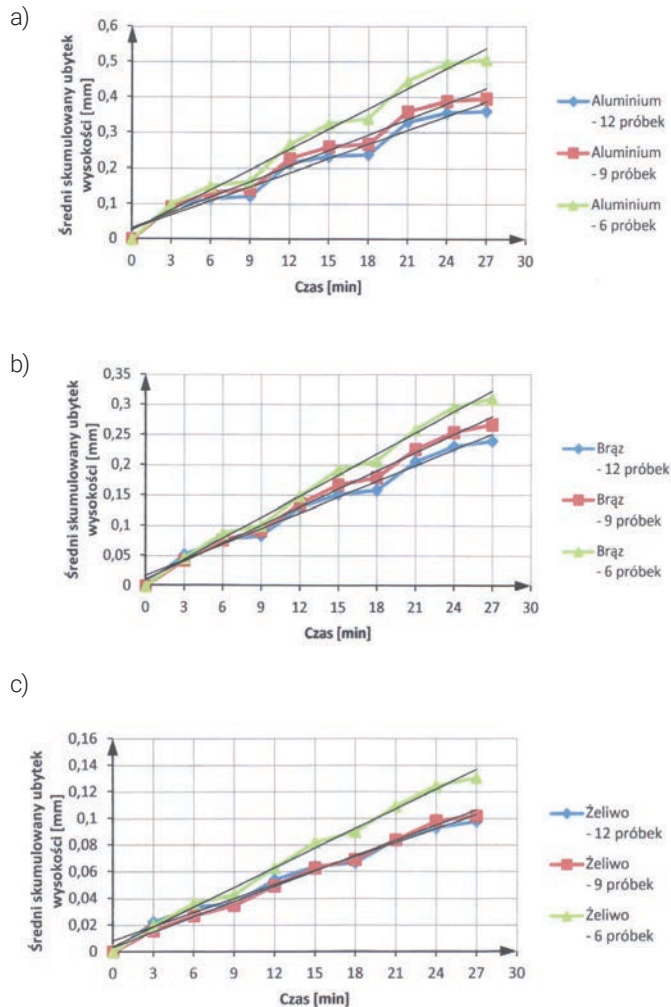


Fig. 13. Average change in the height of samples depending on their number in each separator ($p = 0.049$ MPa): a) aluminum alloy EN AW-AlCu4Mg1, b) bronze CuAl10Fe3Mn, c) ductile cast iron EN-GJS-600-3

Rys. 13. Średnia zmiana wysokości próbek w zależności od ich licznosci w poszczególnym separatorze ($p = 0,049$ MPa): a) stopu aluminium EN AW-AlCu4Mg1, b) brązu CuAl10Fe3Mn, c) żeliwa sferoidalnego EN-GJS-600-3

Komentując obróbkę na docierarce do płaszczyzn, należy podkreślić, że możliwe dawkowanie ciągłe (zalewowe lub kropłowe) zawiesiny ścierniej, zwykle z nadmiarem, jest stosunkowo nie ekonomiczne. Dawkowane mikroziarna ściernie zostają bardzo szybko usunięte przez obracające się na tarczy docierającej pierścienie prowadzące i nie biorą w ogóle udziału w skrawaniu. Sytuację tą może poprawić zastosowanie dawki wymuszonego (natryskowego) określonej dawki zawiesiny i z wybraną częstotliwością (rys. 14).

Docieranie luźnym ścierniwem materiałów małej twardości lub zawierających miękkie składniki struktury ma też zasadniczą wadę, jaką jest skażenie powierzchni mikroziarnami ściernymi. Przykładowo, w przypadku docierania żeliwa sferoidalnego (także szarego) można zaobserwować penetrację ścierniwa w grafit lub otoczkę ferrytową (w żeliwie o strukturze ferrytyczno-perlitycz-

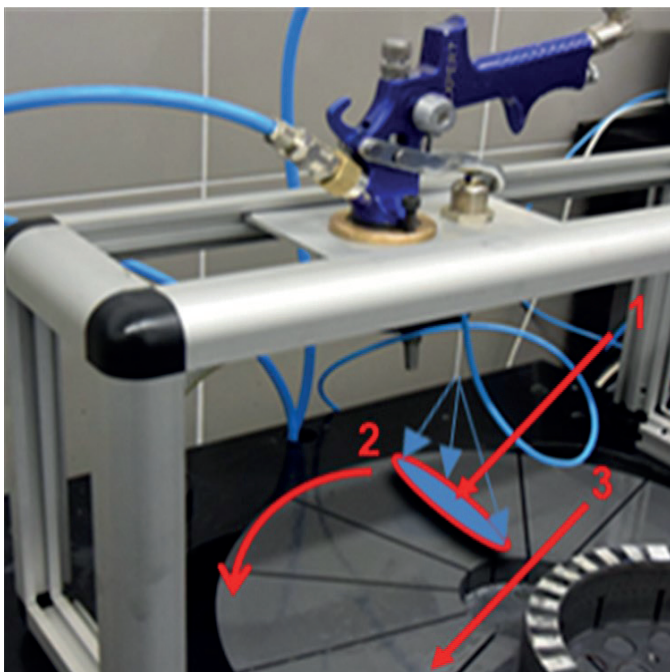


Fig. 14. General view of the station for lapping flat samples with forced dosing of abrasive suspension (1 – shape of a "spot" of abrasive suspension, 2 – direction of rotation of the lapping disc 3) [7]

Rys. 14. Widok ogólny stanowiska do docierania próbek płaskich z wymuszonym dawkowaniem zawiesiny ścierniej (1 – kształt „plamy” zawiesiny ścierniej, 2 – kierunek obrotu tarczy docierającej 3) [7]

nej). Sytuacja taka może mieć również miejsce podczas wykonywania zglądów metalograficznych (rys. 15). Obecnie jednym ze sposobów zmniejszenia skażenia powierzchni ścierniwem podczas docierania może być zastosowanie narzędzi z ziarnami spojonymi [8–10].

3. PODSUMOWANIE

Przedstawione w artykule wyniki badań docierania dają pogląd o intensywności zmian ubytku wybranych materiałów. Zwiększenie liczby docieranych jednocześnie próbek, pomimo stwierdzonego spadku intensywności ubytku liniowego, powoduje wzrost sumarycznego ubytku objętościowego obrabianego materiału. Decydując się na okresowe dawkowanie pasty ścierniej, należy uwzględnić także jej cenę, szczególnie w przypadku mikroziaren ściernych supertwardych lub o niewielkich rozmiarach. Należy mieć również na uwadze konieczność wymiany tarczy docierającej wraz ze zmianą gatunku lub ziarnistości ścierniwa.

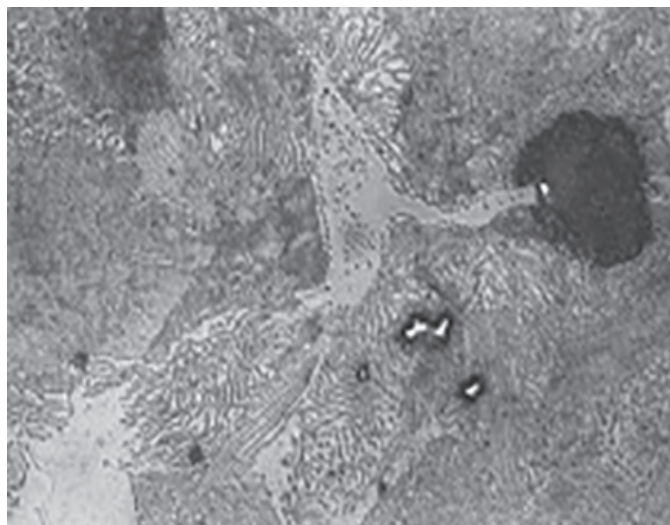


Fig. 15. Example of an etched microphotograph of the surface of EN-GJS-600-3 ductile iron with a pearlitic structure (contamination of graphite precipitates)
Rys. 15. Przykładowy mikrofotogram trawionego zglądu powierzchni żeliwa sferoidalnego EN-GJS-600-3 o strukturze perlitycznej (skażenie wydzieliń grafitowych)

LITERATURA

- [1] Barylski A.: Analiza kinematyki jednotarczowych docierarek laboratoryjnych. *Autobusy*. Technika, Eksploatacja, Systemy Transportowe 12 (2018) 293.
- [2] Barylski A.: Docieranie powierzchni płaskich na docierarkach. Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej (2013).
- [3] Klocke F.: *Manufacturing processes 2. Grinding, honing, lapping*. Springer-Verlag. Berlin, Heidelberg (2009).
- [4] Barylski A., Piotrowski N.: Planowanie ścieżek pierścienia prowadzącego w docieraniu jednotarczowym. *Mechanik 5–6* (2016) 532.
- [5] Barylski A.: Kinematyka docierarek tarczowych. *Przegląd Mechaniczny 7–8* (2019) 48.
- [6] Materiały informacyjne firmy US Products Co. (USA).
- [7] Barylski A., Gniot M.: Badania nad docieraniem płaskich elementów ceramicznych z wymuszonym dawkowaniem zawiesiny ścierniej. W: *Problemy w inżynierii mechanicznej* (red. Lipiński S.). Wydawnictwo Uniwersytetu Warmińsko-Mazurskiego w Olsztynie (2021).
- [8] Ardel T.: Belastung der Schleifscheiben beim Planschleifen mit Planetenkinematik. *IDR 2* (2001) 116.
- [9] Chen J.P., Zhu Y.W., Wang X.B., Peng Y.N., Yao J.G., Ming S.: Relationship between mechanical properties and processing performance of agglomerated diamond abrasive compared with single diamond abrasive. *Diam. Relat. Mater.* 100 (2019) 107595, <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2019.107595>.
- [10] Xiong Q., Nie X., Lu J., Yan Q., Deng J.: Processing performance of vitrified bonded fixed-abrasive lapping. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 3 (123) (2022) 1945.

PAMIĘTAJ O PRENUMERACIE INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ!

on-line na www.sigma-not.pl lub prenumerata@sigma-not.pl, i.materialowa@sigma-not.pl

*Antioxidant effect of extracts of plant origin***Antyoksydacyjne działanie ekstraktów pochodzenia roślinnego**

EDYTA KOSIŃSKA*
JULIA SADLIK
KAROLINA KRZYSZTOŃ

Katedra Inżynierii Materiałowej, Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki,
 Politechnika Krakowska im. Tadeusza Kościuszki,
 ul. Jana Pawła II 37, 31-864 Kraków
 * e-mail: edyta.kosinska@doktorant.pk.edu.pl

Nowadays, there is a growing interest in antioxidant compounds because of their biological activity – antioxidant capacity. Knowledge of the content of active substances in various products is extremely important in caring for one's health and preventing disease. In this study, attention was paid to extracts from lemon, ginger, mountain ash, birch, and mint. Antioxidant amounts were measured using three methods: Folin-Ciocalteu, DDPH, and ABTS. The aim was to determine the antioxidant content and to compare the aforementioned methods. Lemon showed the worst antioxidant properties, while *Rhodiola rosea* root had the best results.

Keywords: plant extracts, antioxidant, *Rhodiola rosea*, extraction

W dzisiejszych czasach wzrasta zainteresowanie związkami, jakimi są przeciwutleniacze, ze względu na ich biologiczną aktywność – zdolność antyoksydacyjną. Znajomość zawartości substancji aktywnych w różnych produktach jest niezwykle istotna w dbaniu o swoje zdrowie i prewencji chorób. W pracy poświęcono uwagę ekstraktom z cytryny, imbiru, różeńca górskiego, brzozy oraz mięty. Pomiaru ilości antyoksydantów dokonano z użyciem trzech metod: Folina-Ciocalteu, DDPH i ABTS. Celem było oznaczenie zawartości antyoksydantów oraz porównanie wyżej wymienionych metod. Najgorsze właściwości antyoksydacyjne wykazała cytryna, natomiast najlepsze efekty posiadał korzeń różeńca górskiego.

Słowa kluczowe: ekstrakty roślinne, antyoksydant, różeńiec górski, ekstrakcja

1. WSTĘP

Najpowszechniejszym źródłem antyoksydantów są owoce i warzywa [1]. Przeciwutleniacze są substancjami występującymi w roślinach, jednak wyróżnia je to, że nie mają wartości odżywczych. Wyróżniają się zróżnicowaną budową chemiczną i zazwyczaj są zaliczane m.in. do witamin, polifenoli czy glukozydów (rys. 1). Warto podkreślić, że wiele z tych substancji nie jest wytwarzanych przez organizm człowieka. Z tego względu dostarczanie ich wraz z pożywieniem jest istotne w walce wolnymi rodnikami [2]. Nawet niewielkie ilości przeciwutleniaczy chronią przed utlenianiem lub przyczyniają się do hamowania utleniania substratu. Przyjmowanie pożywienia, które jest bogate w związki antyoksydacyjne prowa-



Fig. 1. General overview of antioxidants
 Rys. 1. Ogólne zestawienie antyoksydantów

dzi m.in. do zmniejszenia ryzyka chorób nowotworowych, a także chorób układu sercowo-naczyniowego. Przeciwutlenia-cze w sposób pozytywny wpływają także na takie dolegliwości, jak zapalenie wątroby, cukrzyca, alergie czy miażdżycy. Antyoksydanty w znacznym stopniu przyczyniają się do regeneracji uszkodzonych komórek, jednocześnie wpływając na opóźnienie procesu starzenia [3].

2. ZWIĄZKI FENOLOWE

Polifenole są zróżnicowaną grupą cząsteczek, które znajdują się w wielu rodzajach roślin, w różnych stężeniach. Do tej pory zidentyfikowano ponad 8000 polifenoli. Wszystkie rodzaje polifenoli charakteryzują się pierścieniem benzenowym podstawionym grupą hydroksylową. W zależności od typu polifenoli z pierścieniem tym są związane różne grupy lub podstawniki. Różne rodzaje polifenoli wyróżniają się także różną liczbą pierścieni połączonych ze sobą w różnych konfiguracjach. Przeważnie można je spotkać w formie glikozydów. Łączą się z innymi związkami, takimi jak kwasy organiczne czy lipidy [4].

W ostatnich latach polifenole zwracają coraz większą uwagę naukowców ze względu na ich wartości terapeutyczne. Stanowią grupę posiadającą właściwości przeciwutleniające. Wyróżniają się zdolnością zmiatania wolnych rodników [5]. Magazynowane są w owocach, kwiatach czy liściach różnych roślin. Coraz większe zainteresowanie wprowadzeniem polifenoli do rusztowań komórkowych wynika z ich niezwykłych właściwości antyoksydacyjnych. Parametry te są konieczne do uzyskania zadawalających wyników w naprawie tkanek. Są zdolne do regulowania aktywności enzymatycznej, osłabiania mikroorganizmów oraz reagowania z kilkoma receptorami. Związki fenolowe zostały przebadane pod wieloma względami i potwierdzone jest, że działają jako przeciwutlenia-cze, zapobiegając utlenianiu lipidów, agregacji płytek krwi oraz uszkodzeniu czerwonych płytek. Wpływają na obniżenie ciśnienia krwi. Wykazują wiele korzystnych cech, takich jak aktywność przeciwutleniająca, przeciwzapalna, przeciwmiażdżycowa, przeciwalergiczna czy przeciwnowotworowa. Związki fenolowe mają szczególne znaczenie w przypadku chorób sercowo-naczyniowych oraz metabolicznych, czyli otyłości i cukrzycy. Wykonywane są również badania dotyczące wpływu opisywanych związków na nowotwory. Badania wykazały, że regulują proliferację komórek nowotworowych, jednocześnie wykazując działanie przeciwnowotworowe. Omawiane związki posiadają rozmaite właściwości chemiczne, fizyczne oraz biologiczne, które zależą od struktury polifenoli. Wyróżnia się: kwasy fenolowe, flawonoidy, lignany i stilbeny [4–8].

2.1. KWASY FENOLOWE

Fenolokwasy są najprostszą formą w rodzinie polifenoli. Zawierają tylko jeden pierścień fenolowy. Można je podzielić na dwie grupy, pochodne kwasu hydroksybenzoesowego (C6–C1) i pochodne kwasu hydroksycynamonowego (C6–C3). Liczba pochodnych kwasu hydroksybenzoesowego w żywności jest

względnie niewielka. Najwięcej występuje w niektórych czerwonych owocach. W produktach roślinnych częściej spotykanymi fenolokwasami są pochodne kwasu hydroksycynamonowego. Występują one w postaci wolnej w roślinach albo w postaci bardziej złożonej poprzez estryfikację i glikozylację. Głównie spotyka się je w owocach jagodowych, kiwi, wiśniach, jabłkach czy kawie [5, 6, 8]. Pośród kwasów fenolowych rozróżniamy hydroksylowe pochodne kwasu benzoowego lub cynamonowego [9]. Kwas galusowy GA (kwas 3,4,5-trihydroksybenzoesowy) jest uznawany za jeden z istotniejszych kwasów hydroksybenzoesowych. Zalicza się go do wtórnych metabolitów roślinnych. Tworzy się pod wpływem przemian szikimianu albo w procesie syntezy poliketydowej [2]. Kwas galusowy znalazł szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach, takich jak przemysł chemiczny, spożywczy czy farmaceutyczny [10]. Przedstawiany kwas oraz jego estry jako antyoksydanty zapobiegają psuciu się tłuszczów. Przyczyniają się do blokowania powstawania nowych form, dzięki chelatowaniu prooksydantów. Proces ten możliwy jest dzięki zdolności kwasu galusowego do zmiatania wolnych rodników [10, 11]. Warty podkreślenia jest fakt, że wyróżnia się właściwościami antybakteryjnymi, co przekłada się na jego zastosowanie jako naturalnego antybiotyku. Kwas galusowy jest zdolny do osłabienia adhezji komórek bakterii do podłoża, uszkodzenia ich enzymów oraz białek transportu przez błonę. Omawiany kwas fenolowy może przyczyniać się do zmniejszenia produkcji glukozy, co sprawia, że może być stosowany w terapii i profilaktyce cukrzycy typu II. Dodatkowo może zwalniać proces działania czynników mutagennych i kancerogennych, wpływając na różne fazy rozwoju choroby nowotworowej [12, 13]. Kwas galusowy jest zdolny do inhibicji jednych z najbardziej niebezpiecznych związków, jakimi są związki *N*-nitrozowe, które powstają w żołądku podczas reakcji azotanów i amin [13]. Jest także zdolny do usuwania aktywnych jonów metali, co przekłada się na ochronę przed uszkodzeniem lipidów, kwasów nukleinowych i protein [12, 14].

Kwasy hydroksycynamonowe są grupą związków, które częściej możemy znaleźć w świecie roślin. Najbardziej popularnymi związkami należącymi do tych kwasów są: kwas kawowy, *p*-kumarowy czy ferulowy. Ich właściwości przeciwutleniające są wzmocnione ze względu na grupę etylenową, która występuje pomiędzy grupą karboksylową a pierścieniem fenylovym. Dzięki takiej budowie związki te są zdolne do sprawniejszego oddawania wodoru, a co za tym idzie większej stabilizacji rodnika. Największe ilości kwasów hydroksycynamonowych znajdziemy w takich warzywach i owocach, jak jabłka, gruszki, szpinak, brokuły czy soki cytrusowe [15–17].

2.2. FLAWONOIDY

Flawonoidy są najbardziej powszechnymi związkami polifenolowymi w przyrodzie. Można je podzielić na liczne podklasy: flawonole, flawanonole, flawony, izoflawony, flawanony oraz antocyjany. Składają się z podstawowej struktury C6–C3–C6, jaką są dwa pierścienie fenolowe C6 połączone z pierścieniem C3 charakteryzującym się różnym stopniem utlenienia. Flawonoidy

mogą pośredniczyć w biosyntezie, jak i być produktami końcowymi w roślinach (flawonony). Inne, takie jak antocyjany czy flawony stanowią jedynie produkt końcowy, bez udziału w biosyntezie. W środowisku naturalnym rozpoznano ok. 4000 flawonoidów [4–7].

Flawony charakteryzuje wiązanie podwójne między węglem C2 i C3. Mają one żółte zabarwienie, którego intensywność nasila się wraz ze zwiększeniem liczb grup hydroksylowych w cząsteczce. Bardzo dobrze rozpuszczają się w zasadach i alkoholach, natomiast słabo w wodzie [18]. Do flawonów zaliczamy przede wszystkim glikozydy luteoliny i apigeniny, ale przedstawicielami tej grupy związków są także pochodne glikozydowe: kempferol i kwercytyna [17]. Synteza flawonoli w dużym stopniu jest związana ze światłem słonecznym, dlatego ich największe ilości znajdują się w skórkach owoców oraz liściach. Bogate w te związki są m.in. cebula, skórka jabłka, brokuły czy owoce jagodowe [16, 18].

Cechą charakterystyczną flawanonów jest brak wiązania podwójnego między węglem C2 i C3. W postaci aglikonów można je znaleźć m.in. w pomidorach, mięcie i owocach cytrusowych. W formie aglikonów w grejpfrucie znajduje się naringina, z kolei w postaci glikozydowej w pomarańczy występuje hesperytyna [18–20].

Kolejną grupą należącą do flawonoidów są flawanole, które także wyróżnia brak podwójnego wiązania pomiędzy węglem C2 i C3. Dodatkowo nie mają grupy karbonylowej przy węglu C4. Posiadają najbardziej heterocykliczny pierścień, który charakteryzuje najwyższy stopień uwodornienia. Flawanole dobrze rozpuszczają się w wodzie. Im większa polimeryzacja związku, tym mniejsza rozpuszczalność w wodzie. Głównymi przedstawicielami omawianej grupy związków są katechiny w postaci monomerycznej, z kolei postaci spolimeryzowanej np. taniny [16, 18, 19].

Izoflawony, inaczej fitoestrogeny, swoją nazwę zawdzięczają zdolności łączenia się z receptorami estrogenu, dzięki grupom hydroksylowym ustawionym w pozycji 4' i 7', imitując konfigurację estradiolu [18]. Izoflawony posiadają działanie ochronne, które polega m.in. na zmniejszeniu ilości cholesterolu LDL w stosunku do HDL. Należy podkreślić, że mogą przyczyniać się do spowalniania procesu onkogennego poprzez zaburzenia mechanizmów dostarczania tlenu i innych substancji przyczyniających się do rozwoju nowotworu [16, 18].

Następną grupą są antocyjany. Wyróżnia je różowe, niebieskie i fioletowe zabarwienie, za które odpowiedzialny jest barwnik znajdujący się w soku wakuoli komórek skórki kwiatów roślin. W zależności od pH barwa omawianych związków ulega zmianie. Charakteryzują się brakiem grupy karbonylowej przy węglu C4, co przekłada się na występowanie ładunku dodatniego w pierścieniu węglowym [18].

2.3. LIGNANY

Lignany zbudowane są z dwóch jednostek fenylopropanowych. Wytwarzane są poprzez dimeryzację dwóch reszt kwasów hydroksycynamonowych. Występują obficie w środowisku naturalnym. Siemię lniane zawiera największe ilości lignanów, 1000

razy więcej niż w innych źródłach żywności. Mikroflora jelita metabolizuje omawiane związki do enterodiolu i enterolaktonu. Lignany wyróżnia aktywność antyoksydacyjna i przeciwnowotworowa [5–7].

2.4. STILBENY

Stilbeny występują w diecie człowieka w małych ilościach. Posiadają dwie struktury fenylowe połączone mostkiem dwuwęglowym (C6–C2–C6). Obejmują związki polifenolowe, które powstają w wyniku syntezy z pochodnych kwasu cynamonowego. Stilbeny charakteryzują się wysokimi parametrami prozdrowotnymi. Na szczególną uwagę zasługuje resweratrol, który występuje w winogronach i czerwonym winie. Posiada on formę *cis*- i *trans*-. Druga z nich wykazuje działanie przeciwrakotwórcze. Dodatkowo ma właściwości przeciwutleniające oraz przeciwzapalne. Zbyt małe ilości tych związków w diecie człowieka ograniczają pojawienie się efektów przedstawionych powyżej [5–7].

3. BETALAINY

Betalainy należą do azotowych barwników, które zawierają kwas betalimowy w swoim układzie chromatoforowym. Kwas betalimowy jest pośrednim związkiem w produkcji wszystkich betalain [21]. Związki te odpowiadają za kolor owoców i kwiatów, a nawet korzeni i liści roślin rzędu *Caryophyllales*. Należy podkreślić, że betalainy oraz wcześniej omawiane antocyjany są barwnikami wywodzącymi się z dwóch różnych rodzin barwników, a ich obecność w roślinie wzajemnie się wyklucza. Oznacza to, że betalainy nigdy nie występują razem z antocyjanami i odwrotnie. Można wyróżnić dwa rodzaje betalain: betaksantyny, które powstają poprzez kondensację kwasu betalimowego z aminami lub aminokwasami, oraz betacyjaniny, które składają się z kwasu betalimowego i cyklo-DOPA-5-O-Glc. W zależności od barwy, jaką przyjmują omawiane związki charakteryzują się one inną absorpcją światła [22]. Można wyróżnić takie barwniki betalainy, jak: betaninę, izobetanidynę i neobetaninę, dekarboksylowaną betaninę. Każdy z tych barwników charakteryzuje inna struktura przestrzenna oraz inne podstawniki glikozydowe [23]. Największą zawartość betaniny obserwuje się w burakach czerwonych. W tym przypadku stanowi ona aż 75–78% ogólnej zawartości betacyjanin [18]. Zarówno czerwono-fioletowe betacyjaniny, jak i czerwone betalainy charakteryzuje duża wrażliwość na światło, temperaturę, zmiany pH, aktywność wody, a także czynniki strukturalne, takie jak stopień glikozylacji i acylacji. Związki te cechuje silniejsza stabilizacja w niższych temperaturach i przy pH oscylującym pomiędzy 5 a 6. Są to barwniki rozpuszczalne w wodzie [24].

Betacyjaniny biorą udział w przemianach enzymatycznych. Działanie α -glukozydazy na betaninę i izobetaninę prowadzi do odszczepienia cząsteczki glukozy, w wyniku tego procesu powstaje betanidyna i izobetanidyna [25]. Degradacja betaniny i izobetaniny powoduje powstawanie związków z grupą fenolową. W przypadku degradacji omawianych związków w silnie kwa-

śnych roztworach i temperaturze pokojowej dochodzi do izomerizacji betaniny i izobetaniny, co prowadzi do powstania aglikonów [18]. Betalainy charakteryzują się silnymi właściwościami przeciwutleniającymi, które umożliwiają wygaszanie wolnych rodników znajdujących się w środowisku. Te bioaktywne molekuły swoje antyoksydacyjne właściwości zawdzięczają grupie fenolowej obecnej w cząsteczce. Należy zaznaczyć, że zarówno was betalainowy, jak i glukozyd cyklo-DOPA, które powstają w czasie degradacji betaniny w środowisku zasadowym, nie są zdolne do zmiatania wolnych rodników [26]. Są szeroko stosowane nie tylko w przemyśle medycznym, lecz także w przemyśle spożywczym, gdzie wykorzystuje się ich naturalne właściwości barwiące [27].

3.1. WITAMINA C

Odkrycie witaminy C, inaczej kwasu L-askorbinowego bądź askorbinianu, nastąpiło w 1932 r., a dokonali tego trzej badacze: Wangh, Haaworth oraz Györgi na drodze syntezy L-ksylozy. Nazwa wywodzi się od francuskiego określenia szkorbutu (*ascorbine*). Właściwości redukujące, jak i charakter kwasowy uzależnione są od grupy endiolowej znajdującej się w cząsteczce. Wyróżnia się cztery stereoisomery: kwas D-izoaskorbinowy, D-askorbinowy, L-izoaskorbinowy oraz L-askorbinowy. Są organizmy, które same potrafią syntetyzować witaminę C z reakcji utleniania L-glukono-1,4-laktonu, jeżeli nie posiadają takiej zdolności, muszą pobierać go z pożywienia. Największe zawartości znajdują się m.in. w papryce, korzeniu pietruszki i kapuście [28]. Kwas askorbinowy w bardzo łatwy sposób się utlenia, zwłaszcza pod działaniem jonów metali miedzi i żelaza, a także ulega redukcji, przez co uważany jest za bardzo reaktywny [29]. Askorbinian posiada funkcję redukcji jonów żelaza Fe^{3+} do Fe^{2+} , co jest bardzo ważne pod względem przyswajania żelaza przez dwunastnicę, ponieważ może się to odbyć tylko w formie zredukowanej. Ta cecha kwasu jest istotna podczas leczenia anemii [30]. Stabilne środowisko zapewniają roztwory wodne o pH 7,4 i bez obecności jonów metali utleniających [31]. Witamina C posiada właściwości przeciwutleniające, a jej niedobór powoduje występowanie różnych schorzeń, m.in. szkorbutu [32]. Co więcej, bierze pośredni udział w syntezie białka, takiego jak kolagen [33].

3.2. KAROTENOIDY

Innym przykładem substancji należących do naturalnych barwników roślinnych są karotenoidy. Spełniają one wiele istotnych funkcji w organizmach żywych i przyrodzie, odpowiadając przede wszystkim za żółte i pomarańczowe zabarwienie roślin i mikroorganizmów. Występują w chloroplastach, gdzie biorą udział w procesach fotosyntetycznych [34]. Do głównych przedstawicieli karotenoidów należą: α - i β -karoten, luteina, zeaksantyna i likopen. Są one jedną z najliczniejszych grup związków, jakie poznano. Można wyróżnić 600 karotenoidów pochodzenia naturalnego oraz 200 karotenoidów syntetycznych. Pomimo

tak dużej liczby związków karotenoidowych, tylko 60 z nich jest przyswajanych i metabolizowanych przez organizm człowieka [19, 28].

Karotenoidy mają ogromny wpływ na zdrowie człowieka. Przede wszystkim charakteryzuje je zdolność do niwelowania reaktywnych form tlenu. Dzięki silnym właściwościom antyoksydacyjnym chronią organizm przed chorobami nowotworowymi czy układu sercowo-naczyniowego. Karotenoidy stanowią prekursor witaminy A, a także zwiększają odpowiedź immunologiczną [35]. Omawiane związki stanowią ważny element w świecie roślin. Spełniają wiele funkcji, takich jak utrzymanie stabilności błon lipidowych, gromadzenie światła w procesie fotosyntezy czy ochrona przed procesem fotooksydacji powodowanym przez wolne rodniki, które tworzą się na skutek wzbudzenia chlorofilu podczas fotosyntezy [30, 31, 36, 37]. Karotenoidy swoją żółtą i czerwoną barwę zawdzięczają obecności w łańcuchu minimum 7 wiązań podwójnym. W momencie gdy karotenoidy łączą się z niektórymi białkami, możliwe jest powstanie niebieskiej, purpurowej lub zielonej barwy; w ten sposób powstają karotenoproteiny [38]. Karotenoidy są syntetyzowane w plastydach roślinnych z difosforanu izopentenylu, posiadają układ 11 sprzężonych wiązań podwójnych we własnej strukturze [35]. Związki te reagują z tłuszczami, rozpuszczając się w nich, tym samym tworząc estry. Wyróżnia się 2 grupy karotenoidów w zależności od budowy łańcucha poliizoprenoidowego. Pierwszą z nich stanowią karoteny, które posiadają węglowodory o wzorze sumarycznym $C_{40}H_{56}$ [19, 33]. Drugą grupą są ksantofile, które wyróżnia obecność atomu tlenu, np. w grupie hydroksylowej czy epoksydowej [39]. Ksantofile zalicza się do związków polarnych, które pochłaniają promieniowanie o mniejszych długościach fali niż 480 nm [40]. β -karoten wyróżnia się największą aktywnością przeciwutleniającą w stosunku do tlenu singletowego [41]. Zarówno stosowanie β -karotenu, jak i witamin C i E przyczynia się do cofania miażdżycy. W przypadku chorób oczu, takich jak zaćma czy zwyrodnienie plamki żółtej, zaleca się stosowanie luteiny lub zeaksantyny. Likopen jest z kolei skuteczny w walce z rodnikiem azotu NO_2^* , który niszczy strukturę limfocytów. Jedną z podstawowych funkcji β -karotenu jest ochrona przeciw oparzeniom słonecznym. Niweluje on reaktywne formy tlenu oraz wolne rodniki, które pojawiają się wskutek działania promieniowa UVA na skórę [41].

Witamina A jest jednym z najważniejszych związków, który bierze udział w odbiorze bodźców wzrokowych, procesach zachodzących w siatkówce, a także tworzy rodopsynę. Wspomaga także rozrost komórek tkani kostnej, nabłonkowych pokrywających i czuciowych, a jednocześnie uczestniczy w proliferacji komórek. Wpływa również na odpowiedni stan skóry, włosów i paznokci. Niedobory witaminy A mogą prowadzić do szeregu zaburzeń, jakimi są suchość rogówki czy niewłaściwe funkcjonowanie układu odpornościowego. Witamina A jest wchłaniana w wątrobie w formie retinolu. Tylko 4% składu witaminy A to retinol, resztę stanowią estry, zazwyczaj kwasu palmitynowego [34, 40, 42].

3.3. TOKOCHROMANOLE

Tokochromanole należą do grupy amfifilowych lipidów, umieszczonych w plastydach roślinnych. Ich synteza zachodzi tylko i wyłącznie w organizmach, które przeprowadzają fotosyntezę. Charakteryzują je właściwości antyoksydacyjne, a razem tworzą witaminę E. Omawianą grupę związków można podzielić na tokoferole i tokotrienole. Tokochromanole cechuje obecność aromatycznej grupy pochodzącej od kwasu homogentzynowego (HGA) oraz łańcucha węglowodorowego pochodzącego od difosforanu fitylowego (DP) lub difosforanu geranylogenaylu (GGDP). Wszystkie tokochromanole należą do amfifilowych cząsteczek, czyli posiadają hydrofobowy ogon oraz część polarną znajdującą się na powierzchni błony [43]. Witaminę tworzą cztery tokoferole (d- α -, d- β -, d- γ -, d- δ -) oraz cztery tokotrienole (d- α -, d- β -, d- γ -, d- δ -). Przedstawione związki różni tylko i wyłącznie stopień nasycenia ich hydrofobowych ogonów. W tkankach roślinnych znajdują się różne rodzaje tokochromanoli, w różnych ilościach, co przekłada się na różnorodne działanie witaminy E. Zielone części roślin, takie jak liście zawierają w przeważającej ilości tokoferole [43]. Omawiane związki naturalnie występują w formie olejistej, przyjmując barwę od jasnożółtej do brązowej. Rozpuszczają się w tłuszczach, a także rozpuszczalnikach organicznych, m.in. benzenie, heksanie i acetonie. Wykazują odporność na wysokie temperatury oraz działanie kwasów i zasad [18]. Jednymi z najważniejszych właściwości, jakie przypisuje się tokochromanolom są właściwości antyoksydacyjne. Wpływają na hamowanie wzrostu i proliferacji komórek onkogennych, a także hamują powstawanie cholesterolu. Są kluczowym elementem w ochronie przed oksydacyjną deformacją komórek nerwowych. W przypadku roślin biorą one udział w ochronie chloroplastów przed wolnymi rodnikami oraz peroksydacją lipidów błonowych. Pełnią również funkcję odżywczą, będąc źródłem witaminy E [43].

Witamina E, która jest rozpuszczalna w tłuszczach, jest obecna w dwóch grupach związków tokoferoli i tokotrienoli. Należy zaznaczyć, że największa zawartość witaminy E występuje w D- α -tokoferolu, co jest równoznaczne z największą aktywnością biologiczną. Wchłanianie witaminy E w dużym stopniu zależy od rozkładu i absorpcji tłuszczu. Do limfy następuje wchłanianie ok. 45% tokoferoli, a metabolity i nienaruszona postać witaminy E kierowane są do żyły wrotnej. Część witaminy E, która została wchłonięta zostaje magazynowana głównie w tkance tłuszczowej, wątrobie i mięśniach. W sposób znaczący wpływa na hamowanie łańcuchowej reakcji wolnorodnikowej, która zachodzi podczas peroksydacji lipidów. Zabezpiecza najistotniejsze struktury komórkowe przed wolnymi rodnikami i niebezpiecznymi produktami peroksydacji tłuszczów. Ma wpływ na odpowiedź komórkową na stres oksydacyjny za pomocą dopasowania odpowiednich szlaków transdukcji sygnału. Podczas występowania stresu oksydacyjnego dochodzi do zmniejszenia zawartości D- α -tokoferolu w komórkach budujących mięśnie gładkie, co przekłada się na wzrost i proliferację komórek, które powodują miażdżycę. Niedostateczna ilość witaminy E może być także powiązana z uszkodzeniami jelita, gdzie dochodzi do wchłaniania

tłuszczów. Niedobory witaminy E w organizmie człowieka przyczyniają się do uszkodzenia krwinek czerwonych, co prowadzi do hemolizy, a dalej uszkodzenia nerwów oraz siatkówki oka [43].

4. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

4.1. MATERIAŁY

4.1.1. RÓŻENIEC GÓRSKI

Różeniec górski, czyli inaczej *Rhodiola rosea*, to roślina znana i wykorzystywana już od setek tysięcy lat w medycynie ludowej, zwłaszcza jako tonik. Zyskała ona określenie adaptogen, które oznacza środek wspomagający organizm przed niekorzystnym działaniem na czynniki fizyczne, jak i chemiczne, a także biologiczne w wyniku podnoszenia odporności nieswoistej dla stresu. To dzięki adaptogenom organizm potrafi się dostosować do sytuacji stresowej, przywracając homeostazę [44]. Roślina ta jako adaptogen znalazła swoje zastosowanie w niwelowaniu zmęczenia podczas rehabilitacji, a także po wzmożonym wysiłku fizycznym, przy leczeniu depresji i schizofrenii, a także niedociśnienia. *Rhodiola rosea* nazywana jest także złotym korzeniem bądź korzeniem arktycznym. Należy do rodziny gruszkowatych i posiada pachnące kwiaty. Spotkać go można na piaszczystych bądź kamienistych zimnych regionach, takich jak np. Arktyka. Tradycyjnie przygotowuje się gorące napary bądź nalewki. Różeniec górski jest bogaty w związki polifenolowe, m.in. kwasy organiczne (galusowy, chlorogenowy), flawonoidy (katechininy) oraz garbniki. Zawiera także ptyrosole i salidroside, którym to zawdzięcza się adaptogenne działanie, ponieważ regulują one poziom monoamin (serotoniny, dopaminy i noradrenaliny) oraz peptydów opioidowych, co korzystnie wpływa na walkę z depresją i zaburzeniami stanów emocjonalnych. Ważną funkcją te rośliny jest także wpływ na transport neuroprzekazników w mózgu [44].

4.1.2. IMBIR

Indie uważane są za największego hodowcę, a zarazem producenta suchego imbiru. Przyprawa ta odgrywa istotną rolę jako wzmacniacz smaku, ze względu na dużą zawartość olejków eterycznych. Zawiera związki polifenolowe cechujące się wysokimi właściwościami przeciwutleniającymi oraz witaminę C i β -karoten [45]. Korzeń ten wykazuje także właściwości przeciwzakrzepowe, gdyż hamuje aglomerację płytek krwi i produkcję tromboksanu (B2). Nie wolno pomijać właściwości przeciwutleniających oraz tego, że obniża poziom cholesterolu w osoczu [46].

4.1.3. CYTRYNA

Cytryna jest gatunkiem z rodzaju rutowatych *Citrus L. (Rutaceae)*. Cytrusy są znane ze swoich dobrych właściwości dietetycznych, kosmetycznych i leczniczych. Wykorzystywane są przy problemach jelitowych, bólach reumatycznych oraz jamy ustnej, a także w leczeniu chorób układu krążenia, niedokrwistości i chorób nowotworowych [47]. Są bogatym źródłem witamin, błonnika i minerałów [48].

4.1.4. MIĘTA

Mięta rodzaju *Mentha* L. jest wieloletnim ziołem aromatycznym z rodziny *Lamiaceae*. Głównym przedstawicielem jest mięta zielona (*Mentha spicata* L.). Ze względu na dużą zawartość mentolu ma działanie przeciwbakteryjne [49]. Co więcej, posiada także właściwości cytotoksyczne, wirusobójcze, przeciwgrzybiczne, a także przeciwutleniające [50]. W medycynie znajduje ona swoje zastosowanie w preparatach wykrztuśnych, poprawiających trawienie, a także uspokajających [49, 51].

4.1.5. BRZOZA

Brzoza jest gatunkiem z rodziny *Betulaceae* [52]. Swoje zastosowanie w medycynie tradycyjnej ma już od czasów starożytnych. Wykorzystywano różne partie tego drzewa: korę, pączki, liście i soki. Drzewo to ma zastosowanie w leczeniu skóry, infekcji, stanów zapalnych, chorób dróg moczowych oraz reumatyzmu. Roślina zawiera związki fenolowe, flawonoidy, garbniki, pochodne terpenowe i sterole [53]. Liście brzozy posiadają glikozydy kwercetyny, które mają właściwości przeciwutleniające i przeciwzapalne. Krezol i gwajakol znajdujące się w dziegciu brzozowym mają swoje zastosowanie w leczeniu zakażeń bakteryjnych układu oddechowego i pokarmowego [54].

4.2. METODYKA BADAŃ

4.2.1. PRZYGOTOWANIE MATERIAŁÓW

W celu przygotowania surowców roślinnych do procesu ekstrakcji pączki brzozy, korzeń różenia górskiego oraz imbiru mielono w młynku przez ok. 1 min z prędkością 10 rpm. Ilość użytych materiałów przedstawiono w tabeli 1. Imbir dodatkowo poddano liofilizacji. W przypadku cytryny rozdrobniono miąższ. Liście mięty zostały wykorzystane do ekstrakcji w całości. Za pomocą wagi analitycznej odważono odpowiednie ilości materiałów badawczych.

Table 1. Amount of plant-based used materials
Tabela 1. Ilość użytych materiałów pochodzenia roślinnego

Surowiec roślinny	Masa, g
Imbir	10,059
Korzeń różenia górskiego	10,028
Pączek brzozy	10,036
Cytryna	10,336
Imbir	2,042
Mięta	2,457

4.2.2. EKSTRAKCYJA

Metodą na pozyskiwanie substancji aktywnych z roślin jest ekstrakcja. Jest to pierwszy etap, aby wyodrębnić pożądane związki z matrycy materiału [55]. Najbardziej popularnym, wykorzystywanym od dziesięcioleci sposobem jest pozyskiwanie w aparacie Soxhleta. Jest to proces bardzo czasochłonny oraz wymagający dużej liczby rozpuszczalników. Istnieją także metody ultradźwiękowe (UAE), ekstrakcje mikrofalowe (MAE) oraz przyspieszona ekstrakcja rozpuszczalnikiem (PFE), które pozwalają na prace w wysokich temperaturach oraz pod ciśnieniem, a co za tym idzie przyspieszenie czasu ekstrakcji [56].

4.2.2.1. EKSTRAKCYJA W APARacie SOXHLETA

Materiał roślinny został umieszczony w gilzie aparatu Soxhleta (rys. 2). W przypadku uzyskiwania ekstraktów z pączków brzozy, korzenia różenia górskiego, imbiru oraz cytryny jako rozpuszczalnika użyto wody destylowanej w ilości 150 mL, a dla mięty i imbiru liofilizowanego w ilości 200 mL. Czas ekstrakcji surowców roślinnych różnił się w zależności od rodzaju ekstrahowanej rośliny. Najdłużej poddawane ekstrakcji (ok. 30 h) były pączki brzozy oraz korzenia różenia górskiego, natomiast ekstrakcja pozostałych surowców roślinnych trwała ok. 12 h. Po przeprowadzonym procesie uzyskane ekstrakty umieszczono w szklanych butelkach.

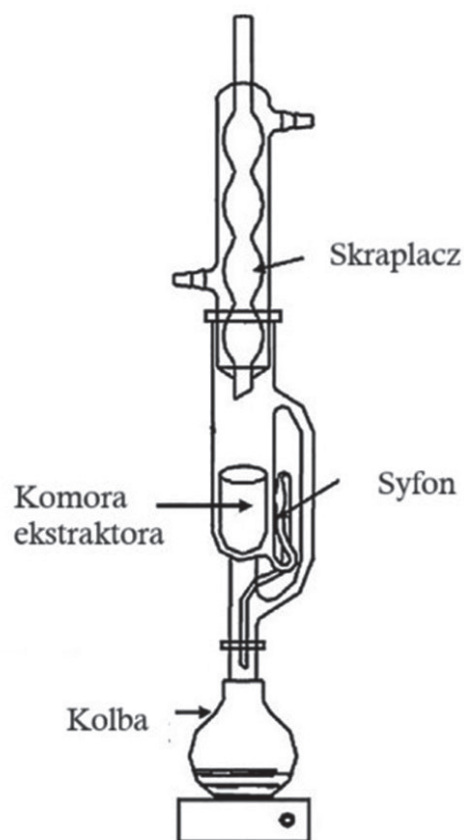


Fig. 2. Soxhleta machine [55]
Rys. 2. Aparat Soxhleta [55]

4.2.3. OZNACZENIE ZWIĄZKÓW PRZECIWUTLENIAJĄCYCH

4.2.3.1. OZNACZENIE OGÓLNEJ ZAWARTOŚCI POLIFENOLI METODĄ FOLINA-CIOCCALTEAU

W celu wykonania krzywej kalibracyjnej dla kwasu galusowego (roztwór wzorcowy) na wadze analitycznej odważono 5 mg kwasu galusowego, który następnie przeniesiono ilościowo do zakręcanego szklanego naczynka i rozpuszczono w 100 μ L etanolu. Następnie dodano 900 μ L wody, wymieszano i zamknięto. Przygotowano roztwory kalibracyjne o stężeniach: 0; 0,05; 0,15; 0,25; 0,35 i 0,50 mg/mL poprzez odpowiednie rozcieńczanie roztworu kwasu galusowego. W naczynkach o pojemności 4 mL umieszczano właściwe objętości roztworu wzorcowego kwasu galusowego i uzupełniano wodą destylowaną. Objętość każdego z przygotowanych roztworów musiała wynosić 1 mL. Pobrano 20 μ L każdego roztworu kalibracyjnego i umieszczono w osobnych 4-mL naczynkach. Następnie dodano do nich 1,58 mL wody oraz po 100 μ L odczynnika Folina-Ciocalteu'a. Roztwory przygotowane w ten sposób wymieszano i pozostawiono na 0,5 min do maks. 8 min. Kolejno dodano po 300 μ L nasyconego roztworu węglanu sodu, dokładnie wymieszano i umieszczono w 40°C na 30 min. W ten sposób uzyskano trwałe, charakterystyczny niebieski kolor. Po przedstawionej procedurze mierzono absorbancję przy długości fali 735 nm wobec ślepej próby 0 μ L roztworu kwasu galusowego.

4.2.3.2. OZNACZANIE AKTYWNOŚCI ANTYOKSYDACYJNEJ WG ZMODYFIKOWANEJ METODY BRANDA WILIAMSZA I WSPÓŁPRAC. Z UŻYCIEM SYNTETYCZNEGO RODNIKA DPPH (1,1-DIFENYLO-2-PIKRYLOHYDRAZAL, SIGMA)

Rozpuszczono 19,71 mg DPPH ($M = 394,32$ g/mol) w 100 cm^3 etanolu celem przygotowania 0,5 mM alkoholowego roztworu DPPH. Kolejno otrzymany roztwór rozcieńczono w taki sposób, aby jego absorbancja przy długości fali $\lambda = 517$ nm wynosiła ok. 0,9. W ten sposób przygotowany roztwór przechowywano w ciemnym miejscu. Następnie przeprowadzono kalibrację spektrofotometru, wykorzystując etanol. Do 1,5 cm^3 przygotowanego roztworu DPPH dodano 20 mm^3 etanolu i zmierzono absorbancję roztworu rodnika DPPH. Badana próba zawierała 1,5 cm^3 roztworu DPPH i 20 mm^3 badanego roztworu antyoksydantu lub ekstraktu. Absorbancja była mierzona po czasie 30 min od rozpoczęcia reakcji, przy długości fali $\lambda = 517$ nm. Dla każdej badanej próby pomiar absorbancji został wykonany trzykrotnie [57].

4.2.3.3. OZNACZANIE KATIONORODNIKIEM ABTS

Metoda ABTS polega na oznaczeniu aktywności antyoksydacyjnej poprzez określenie poziomu zmiatania rodników ABTS^{•+}. W celu przygotowania roztworu roboczego ABTS rozpuszczono 19,5 mg ABTS i 3,3 mg nadsiarczanu potasu w 7 mL buforu fosforanowego (PBS). Sporządzony roztwór umieszczono

w temperaturze pokojowej, w ciemnym miejscu na okres 12 h. Kolejno roztwór ABTS został rozcieńczony przy wykorzystaniu PBS, w taki sposób, aby jego absorbancja przy 734 nm wynosiła $A = 1$.

Aby przygotować krzywą standardową Troloxu dla ABTS, w kuwetach o pojemności 4 mL umieszczono rozcieńczenia 1 mM roztworu Troloxu w PBS: 0; 1,25; 2,5; 5; 7,5; 10; 20 mg/100 mL. W pomiarach ślepą próbę stanowił PBS. W 7 kuwetach umieszczono po 2 mL roztworu roboczego ABTS. Do pierwszej kuwety dodano 100 μ L wcześniej przygotowanego roztworu Troloxu z próbki nr 1, jednocześnie włączając stoper. Zawartość kuwety dokładnie wymieszano. Po 30 s w sposób analogiczny postąpiono z kolejną kuwetą, czyli dodano 100 μ L roztworu z próbki nr 2 itd. Przedstawioną procedurę powtarzano dla każdej kuwety. Po upływie 6 min odczytano absorbancję pierwszej kuwety. Po 30 s (stoper 6:30) odczytano absorbancję w kolejnej kuwecie. Pomiaru absorbancji dokonywano co 30 s, dla każdego roztworu wykonywano to 3-krotnie, aby umożliwić wyznaczenie średniej. Po zebraniu absorbancji wszystkich roztworów Troloxu wykreślono krzywą wzorcową.

W celu dokonania pomiaru próbek metodą ABTS w kuwetach o pojemności 4 mL przygotowano 10-krotne rozcieńczenia ekstraktów w buforze PBS. Następnie do kuwet odmierzone po 2 mL roztworu roboczego ABTS. Do pierwszej kuwety dodano 100 μ L pierwszego z badanych ekstraktów, jednocześnie włączając stoper i dokładnie mieszając roztwór w kuwecie. Po 6 min 3-krotnie zmierzono absorbancję próbek, a następnie na podstawie wykreślonej krzywej wyliczono aktywność antyoksydacyjną badanych ekstraktów z surowców roślinnych (Trolox, mg/100 mL ekstraktu).

4.3. WYNIKI BADAŃ

Zdolność badanego antyoksydantu do przeciwdziałania reakcji utleniania (tabela 2) obliczano ze wzoru (1):

$$\%inhibicji = 100\% \frac{(A_0 - A_{sr})}{A_0} \quad (1)$$

w którym A_{sr} oznacza średnią wartość absorbancji badanego roztworu zawierającego antyoksydant, A_0 absorbancję roztworu rodnika DPPH, a $A_0 = 0,903$.

Przygotowane wodne roztwory ekstraktów ze wszystkich surowców roślinnych, czyli pączków brzozy, korzenia różenia górskiego, kłącza imbiru, miąższu cytryny oraz liści, wyróżniały się swoistym dla siebie zapachem oraz odznaczały się różnymi zabarwieniami ekstraktów.

W przypadku oznaczenia zawartości polifenoli odczynnikiem Folina-Ciocalteu ich największą ilość wykazał ekstrakt z korzenia różenia górskiego (tabela 3). Zawartość polifenoli oscylowała na podobnym poziomie zarówno dla ekstraktu z pączków brzozy, jak i imbiru. Ekstrakty z mięty oraz imbiru liofilizowanego wykazały nieco mniejszą zawartość związków fenolowych. Najmniejszą zawartość polifenoli odnotowano w przypadku ekstraktu z miąższu cytryny.

W oznaczeniu właściwości przeciwutleniających metodą DPPH duży procent inhibicji jest jednoznaczny z silnymi właści-

Table 2. Summary of % inhibition results for given extracts in the DPPH method
Tabela 2. Zestawienie wyników %inhibicji dla danych ekstraktów w oznaczeniu metodą DPPH

Próbka	Inhibicja, %	
	pomiar 1	pomiar 2
Cytryna	3,54	3,77
Mięta	37,09	44,08
Imbir liofilizowany	3,88	4,21
Imbir	3,65	6,09
Różeńiec	91,81	90,81
Brzoza	6,53	9,30

Table 3. Total content of polyphenols in mg/g of sample expressed as gallic acid, determined by the Folin-Ciocalteu method

Tabela 3. Całkowita zawartość polifenoli w mg/g próbki w przeliczeniu na kwas galusowy w oznaczeniu metodą Folina-Ciocalteu

Próbka	Kwas galusowy, mg/mL		
	pomiar 1	pomiar 2	pomiar 3
Cytryna	0,111	0,106	0,112
Mięta	0,542	0,587	0,595
Imbir	0,640	0,614	0,628
Różeńiec	1,671	1,998	1,793
Brzoza	0,762	0,639	0,640
Imbir liofilizowany	0,426	0,287	0,100

Table 4. Average absorbance value for individual samples determined by the DPPH method

Tabela 4. Średnia wartość absorbancji dla poszczególnych próbek w oznaczeniu metodą DPPH

Próbka	Średnia wartość absorbancji	
	pomiar 1	pomiar 2
Cytryna	0,871	0,869
Mięta	0,568	0,505
Imbir liofilizowany	0,868	0,865
Imbir	0,870	0,848
Różeńiec	0,074	0,083
Brzoza	0,844	0,819

Table 5. Summary of results of antioxidant activity in mg of Trolox/100 ml of extract
Tabela 5. Zestawienie wyników aktywności przeciwutleniającej w Troloxu, mg/100 mL ekstraktu

Próbka	Trolox, mg/100 mL
Cytryna	-10,4
Mięta	-17,308
Imbir liofilizowany	-3,376
Imbir	-38,189
Różeńiec	-16,639
Brzoza	3,631

wościami antyoksydacyjnymi badanego związku, co jednocześnie wskazuje na niewielką pozostałość nieprzereagowanego rodnika DPPH w próbce (tabela 4). W przypadku tego oznaczenia ekstrakt z korzenia różeńca górskiego odznaczał się największą wartością inhibicji, czyli zdolnością do hamowania reakcji idykatowej (tabela 2). Wartość ta wyniosła 91%. Ekstrakt z liści mięty także charakteryzował się dużą zdolnością redukcji rodnika DPPH. Ekstrakt z pączków brzozy wykazał mniejsze zdolności antyoksydacyjne. Należy podkreślić, że ekstrakt z cytryny charakteryzował się najgorszą zdolnością do redukcji rodnika DPPH, a co za tym idzie wykazał najslabsze właściwości przeciwutleniające.

Oznaczanie właściwości antyoksydacyjnych metodą ABTS nie przyniosło jednoznacznych wyników dotyczących zawartości związków fenolowych (tabela 5).

5. WNIOSKI

Stosowane metody oznaczania antyoksydantów potwierdzają, że zarówno metoda z odczynnikiem Folina-Ciocalteu, jak i wykorzystująca rodnik DPPH dają porównywalne rezultaty dla badanych ekstraktów roślinnych. Najlepsze właściwości antyoksydacyjne oznaczone obiema metodami uzyskał ekstrakt z korzenia różeńca górskiego. Z drugiej strony ekstrakt z miąższu cytryny charakteryzował się najmniejszą zawartością przeciwutleniaczy. Należy zaznaczyć, że zdolność danej substancji do redukcji rodników DPPH jest silnie powiązana z wieloma czynnikami doświadczalnymi, co utrudnia porównywanie uzyskanych aktywności antyoksydacyjnych, które były mierzone w innych warunkach.

Wszystkie ekstrakty uzyskane z danych surowców roślinnych wykazywały zdolność do redukcji stabilnych rodników DPPH, co wskazuje na zawartość związków polifenolowych. Oznaczanie polifenoli metodą Folina-Ciocalteu oraz metodą DPPH jest wiarygodnym sposobem określenia zawartości polifenoli. Te sposoby pomiaru zawartości przeciwutleniaczy w ekstraktach roślinnych można uznać za fundamentalne i rzetelne.

Należy zaznaczyć, że metoda z kationorodnikiem ABTS okazała się mało wiarygodna. Główny problem w przypadku tej metody związany jest z odpowiednim przygotowaniem odczynnika. Po przygotowaniu roztworu ABTS, pozostawiono go na okres 24 h. Po tym czasie zauważono wytrącenie się osadu. Zaobserwowane zjawisko mogło mieć wpływ na wykonywane oznaczenie. Wykorzystywany kationorodnik ABTS jest wrażliwy na światło dzienne, co powoduje jego rozkład w tych warunkach. Należy on do niestabilnych odczynników. Otrzymane wyniki wskazują, że metoda ABTS wykorzystywana do oznaczenia ekstraktów powinna być wykonywana jak najszybciej po otrzymaniu roztworu ABTS. Można również przypuszczać, że ze względu na to, że opisywana metoda była wykonywana jako ostatnia, to związki antyoksydacyjne znajdujące się w badanych ekstraktach mogły stracić swoje właściwości przeciwutleniające, co także potwierdzają rezultaty otrzymane tą metodą. Prawdopodobne jest, że przedstawiony sposób oznaczania przeciwutleniaczy nie ma zastosowania w przypadku wodnych ekstraktów roślinnych.

PODZIĘKOWANIA

Praca badawcza została wykonana w ramach Koła Naukowego Materiałów Funkcjonalnych SMART-MAT w ramach sekcji BioMat na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej.

LITERATURA

- [1] Aruoma O.I.: Methodological considerations for characterizing potential antioxidant actions of bioactive components in plant foods. *Mutat. Res. Mol. Mech. Mutagen.* 523–524 (2003) 9, doi: 10.1016/S0027-5107(02)00317-2.
- [2] Sikorski Z.: *Chemia żywności*. WNT. Warszawa (2002).
- [3] Ball S.: *Antyoksydanty w medycynie i zdrowiu*. Medyk. Warszawa (2001).
- [4] Gobbo V.A.: Bioaterials fuctionalisation with polyphenols and characterisation. *Politecnico di Torino* (2020).
- [5] Gulcin İ.: Antioxidants and antioxidant methods: an updated overview. *Arch. Toxicol.* 3 (94) (2020) 651, doi: 10.1007/s00204-020-02689-3.
- [6] Kosiorek A., Oszmiański J., Golański J.: Podstawy do zastosowania polifenoli roślinnych jako nutraceutyków o właściwościach przeciwpłytkowych. *Postępy Fitoter.* (2) (2023) 108.
- [7] Gao X., Xu Z., Liu G., Wu J.: Polyphenols as a versatile component in tissue engineering. *Acta Biomater.* (119) (2021) 57, doi: 10.1016/J.ACTBIO.2020.11.004.
- [8] El Gharras H.: Polyphenols. Food sources, properties and applications. A review. *Int. J. Food Sci. Technol.* 12 (44) (2009) 2512, doi: 10.1111/j.1365-2621.2009.02077.x.
- [9] Russo G.L., Vastolo V., Ciccarelli M., Albano L., Macchia P.E., Ungaro P.: Dietary polyphenols and chromatin remodeling. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 12 (57) (2017) 2589, doi: 10.1080/10408398.2015.1062353.
- [10] Pat. US 2002/0124520 A1 (2002).
- [11] Anli R.E., Vural N.: Antioxidant phenolic substances of Turkish red wines from different wine regions. *Molecules* 1 (14) (2009) 289, doi: 10.3390/molecules14010289.
- [12] van der Meeren H.L.M.: Dodecyl gallate, permitted in food is a strong sensitizer. *Contact Dermatitis* (16) (1987) 260.
- [13] Rahden-Staroń I.: Natural anti-mutagenic and anti-carcinogenic substances. *Postepy Biochem.* 3–4 (36) (1990) 16, <http://europemc.org/abstract/MED/2095553>.
- [14] Faried A. et al.: Anticancer effects of gallic acid isolated from Indonesian. *Int. J. Oncol.* (30) (2007) 605.
- [15] Yen G.C., Der Duh P., Tsai H.L.: Antioxidant and pro-oxidant properties of ascorbic acid and gallic acid. *Food Chem.* 3 (79) (2002) 307, doi: 10.1016/S0308-8146(02)00145-0.
- [16] Clifford M.N.: Chlorogenic acids and other cinnamates. Nature, occurrence, dietary burden, absorption and metabolism. *J. Sci. Food Agric.* 7 (80) (2000) 1033, doi: 10.1002/(SICI)1097-0010(20000515)80:7<1033::AID-JSFA595>3.0.CO;2-T.
- [17] King A., Young G.: Characteristics and occurrence of phenolic phytochemicals. *J. Am. Diet. Assoc.* 2 (99) (1999) 213, doi: 10.1016/S0002-8223(99)00051-6.
- [18] Grajek W.: *Przeciwutleniacze w żywności – aspekty zdrowotne, technologiczne, molekularne i analityczne*. WNT. Warszawa (2007).
- [19] Jeszka M., Kobus J.: Analiza składu fenolokwasów w ekstraktach z liści morwy białej (*Morus alba* L.). W: XIII Sesja Naukowa Sekcji Młodej Kadry Naukowej PTTŻ „Żywność współczesna – szanse i zagrożenia” z cyklu: „Jakość i prozdrowotne cechy żywności”, Oddział Łódzki PTTŻ, Łódź (2008).
- [20] Wilejska-Jeszka J.: Polifenole, glukozynolany i inne związki prozdrowotne i antyżywnościowe. W: *Chemia żywności. T. I. Składniki żywności*. WNT. Warszawa (2007).
- [21] Khan M.I., Sri Harsha P.S.C., Giridhar P., Ravishankar G.A.: Pigment identification, nutritional composition, bioactivity, and in vitro cancer cell cytotoxicity of *Rivina humilis* L. berries, potential source of betalains. *LWT* 2 (47) (2012) 315, doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.01.025>.
- [22] Gandía-Herrero F., García-Carmona F.: Biosynthesis of betalains. Yellow and violet plant pigments. *Trends Plant Sci.* 6 (18) (2013) 334, doi: 10.1016/j.tplants.2013.01.003.
- [23] Czapski J.: Naturalne przeciwutleniacze w żywności. *Betalainy*. W: *Przeciwutleniacze w żywności. Aspekty zdrowotne technologiczne molekularne i analityczne*. WNT. Warszawa (2007).
- [24] Cai Y.Z., Sun M., Corke H.: Characterization and application of betalain pigments from plants of the Amaranthaceae. *Trends Food Sci. Technol.* 9 (16) (2005) 370, doi: 10.1016/J.TIFS.2005.03.020.
- [25] Strack D., Vogt T., Schliemann W.: Recent advances in betalain research. *Phytochemistry* 3 (62) (2003) 247, doi: 10.1016/S0031-9422(02)00564-2.
- [26] Cai Y., Sun M., Corke H.: Antioxidant activity of betalains from plants of the Amaranthaceae. *J. Agric. Food Chem.* 8 (51) (2003) 2288, doi: 10.1021/jf030045u.
- [27] Gandía-Herrero F., García-Carmona F., Escribano J.: Fluorescent pigments. New perspectives in betalain research and applications. *Food Res. Int.* 8–9 (38) (2005) 879, doi: 10.1016/J.FOODRES.2005.01.012.
- [28] Wagner F.A.G., Yang J.C.: Biosynthesis and metabolism of ascorbic acid in plants. *Ann. N. Y. Acad. Sci.* 1 (258) (1975) 7, doi: 10.1111/j.1749-6632.1975.tb29265.x.
- [29] Sriburi P., Hill S.E., Mitchell J.R.: Effects of L-ascorbic acid on the conversion of cassava starch. *Food Hydrocoll.* 2 (13) (1999) 177, doi: 10.1016/S0268-005X(98)00080-0.
- [30] Vermeer I.T., Moonen E.J., Dallinga J.W., Kleinjans J.C., van Maanen J.M.: Effect of ascorbic acid and green tea on endoge-

- nous formation of N-nitrosodimethylamine and N-nitrosopiperidine in humans. *Mutat. Res.* 1–2 (428) (1999) 353, doi: 10.1016/s1383-5742(99)00061-7.
- [31] Chiueh C.C.: Iron overload, oxidative stress, and axonal dystrophy in brain disorders. *Pediatr. Neurol.* 2 (25) (2001) 138, doi: 10.1016/s0887-8994(01)00266-1.
- [32] Sadowska A., Żebrowska-Krasuska M., Świdorski F.: Przeciwnieciacze w żywności. *Postępy Tech. Przetwórstwa Spożywczego* 1 (2) (2012) 100.
- [33] Sarecka-Hujar B., Balwierz R.: Zastosowanie nanonośników domiejscowej aplikacji witaminy C. *Kosmetologia Estet.* 5 (6) (2017) 443.
- [34] Kopsell D.A., Kopsell D.E.: Accumulation and bioavailability of dietary carotenoids in vegetable crops. *Trends Plant Sci.* 10 (11) (2006) 499, doi: 10.1016/j.tplants.2006.08.006.
- [35] Song B., Wang G., Yuan J.: Measurement and characterization of singlet oxygen production in copper ion-catalyzed aerobic oxidation of ascorbic acid. *Talanta* 1 (72) (2007) 231, doi: 10.1016/J.TALANTA.2006.10.021.
- [36] Fratianni A., Cinquanta L., Panfili G.: Degradation of carotenoids in orange juice during microwave heating. *LWT - Food Sci. Technol.* 6 (43) (2010) 867, doi: 10.1016/J.LWT.2010.01.011.
- [37] Simkin A.J. et al.: An investigation of carotenoid biosynthesis in *Coffea canephora* and *Coffea arabica*. *J. Plant Physiol.* 10 (165) (2008) 1087, doi: 10.1016/J.JPLPH.2007.06.016.
- [38] Meléndez-Martínez A.J., Escudero-Gilete M.L., Vicario I.M., Heredia F.J.: Study of the influence of carotenoid structure and individual carotenoids in the qualitative and quantitative attributes of orange juice colour. *Food Res. Int.* 5 (43) (2010) 1289, doi: 10.1016/J.FOODRES.2010.03.012.
- [39] Rodriguez-Bernaldo de Quirós A., Costa H.S.: Analysis of carotenoids in vegetable and plasma samples. A review. *J. Food Compos. Anal.* 2–3 (19) (2006) 97, doi: 10.1016/J.JFCA.2005.04.004.
- [40] Andersson S.: Carotenoids, tocopherols and chlorophylls in sea buckthorn berries (*Hippophae rhamnoides*) and rose hips (*Rosa* sp.). Variation during ripening, and among cultivars/species and years. Swedish University of Agricultural Sciences (2009).
- [41] Ziemiański Ś.: Normy żywienia człowieka. Fizjologiczne podstawy. Wyd. Lek. PZWL. Warszawa (2001).
- [42] Gray M.: Does oral supplementation with vitamins A or E promote healing of chronic wounds? *J. WOCN* 6 (30) (2003) 290.
- [43] Chaudhary N., Khurana P.: Vitamin E biosynthesis genes in rice. Molecular characterization, expression profiling and comparative phylogenetic analysis. *Plant Sci.* 5 (177) (2009) 479, doi: 10.1016/J.PLANTSCI.2009.07.014.
- [44] Nicotra G.: *Rhodiola rosea*. A potentially useful adaptogen. *Nutrafoods* 1 (9) (2010) 29.
- [45] Talpur A.D., Ikhwanuddin M., Ambok Bolong A.M.: Nutritional effects of ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) on immune response of Asian sea bass, *Lates calcarifer* (Bloch) and disease resistance against *Vibrio harveyi*. *Aquaculture* (400–401) (2013) 46, doi: 10.1016/j.aquaculture.2013.02.043.
- [46] Thomson M., Al-Qattan K.K., Al-Sawan S.M., Alnaqeeb M.A., Khan I., Ali M.: The use of ginger (*Zingiber officinale* Rosc.) as a potential anti-inflammatory and antithrombotic agent. *Prostaglandins Leukot. Essent. Fat. Acids* 6 (67) (2002) 475, doi: 10.1054/plef.2002.0441.
- [47] Kumar S., Malik S.K., Uchoi A., Chaudhury R., Bhat S.R.: A new wild type of citron (*Citrus medica* L., Rutaceae) identified through morphology and psbM-trnD spacer region of chloroplast DNA. *Trees - Struct. Funct.* 4 (28) (2014) 1115, doi: 10.1007/s00468-014-1022-1.
- [48] De Felice B., Wilson R.R., Ciarmiello L., Conicella C.: A novel repetitive DNA sequence in lemon [*Citrus limon* (L.) Burm.] and related species *Bruna*. *J. Appl. Genet.* 3 (45) (2004) 315.
- [49] Chakraborty A., Chattopadhyay S.: Stimulation of menthol production in *Mentha piperita* cell culture. *Vitr. Cell. Dev. Biol. - Plant* 6 (44) (2008) 518, doi: 10.1007/s11627-008-9145-y.
- [50] Niksic H., Duric K., Omeragic E., Niksic H., Muratovic S., Becic F.: Chemical characterization, antimicrobial and antioxidant properties of *Mentha spicata* L. (Lamiaceae) essential oil. *Bull. Chem. Technologists Bosnia Herzegovina* (50) (2018) 43.
- [51] Joshi R.K.: Pulegone and menthone chemotypes of *Mentha spicata* Linn. from Western Ghats Region of North West Karnataka, India. no. June 2013 (2017), doi: 10.1007/s40009-013-0141-3.
- [52] Hynynen J., Niemistö P., Viherä-Aarnio A., Brunner A., Hein S., Velling P.: Silviculture of birch (*Betula pendula* Roth and *Betula pubescens* Ehrh.) in Northern Europe. *Forestry* 1 (83) (2010) 103, doi: 10.1093/forestry/cpp035.
- [53] Demirci B., Paper D.H., Demirci F., Can Başer K.H., Franz G.: Essential oil of *Betula pendula* Roth. Buds. Evidence-Based Complement. Altern. Med. 3 (1) (2004) 301, doi: 10.1093/ecam/neh041.
- [54] Başer K.H.C., Demirci B.: Studies on *Betula* essential oils. *Arhivoc* 7 (2007) (2007) 335, doi: 10.3998/ark.5550190.0008.730.
- [55] Żurek N., Kapusta I., Cebulak T.: Impact of extraction conditions on antioxidant potential of extracts of flowers, leaves and fruits of Hawthorn (*Crataegus × macrocarpa* L.). *Zywn. Nauk. Technol. Jakosc/Food. Sci. Technol. Qual.* 2 (27) (2020) 130, doi: 10.15193/zntj/2020/123/340.
- [56] Wang L., Weller C.L.: Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends Food Sci. Technol.* 6 (17) (2006) 300, doi: 10.1016/J.TIFS.2005.12.004.
- [57] Zych I., Krzepińko A.: Pomiar całkowitej zdolności antyoksydacyjnej wybranych antyoksydantów i naparów metodą redukcji rodnika DPPH. *Chem. Dydakt. Ekol. Metrol.* 1 (15) (2010) 51.

PORTAL INFORMACJI TECHNICZNEJ
największa baza publikacji on-line
www.sigma-not.pl



Preparation of geopolymeric materials from industrial kaolins, with variable kaolinite content and alkali silicates precursors

S. Martínez-Martínez, K. Bouguermouh, N. Bouzidi, L. Mahtout, P.J. Sánchez-Soto, L. Pérez-Villarejo

Materials 2024, **17**, nr 8, 1839, <https://doi.org/10.3390/ma17081839>

In the present work, the development of geopolymeric materials with Na or K based on industrial kaolin samples, with variable kaolinite content and alkaline silicates, is studied. XRF, XRD, FTIR and SEM-EDS have been used as characterization techniques. Three ceramic kaolin samples, two from Algeria and one from Charente (France), have been considered. In particular, chemical and mineralogical characterization revealed elements distinct of Si and Al, and the content of pure kaolinite and secondary minerals. Metakaolinite was obtained by grinding and sieving raw kaolin at 80 μm and then by thermal activation at 750°C for 1 h. This metakaolinite has been used as a base raw material to obtain geopolymers, using for this purpose different formulations of alkaline silicates with NaOH or KOH and variable Si/K molar ratios. The formation of geopolymeric materials by hydroxylation and polycondensation characterized with different Si/Al molar ratios, depending on the original metakaolinite content, has been demonstrated. Sodium carbonates have been detected by XRD and FTIR, and confirmed by SEM-EDS, in two of these geopolymer materials being products of NaOH carbonation.

Comparing electrochemical passivation and surface film chemistry of 654SMO stainless steel and C276 alloy in simulated flue gas desulfurization condensates

L. Liao, Y. Cheng, H. Zhang, X. Yuan, F. Li

Materials 2024, **17**, nr 8, 1827, <https://doi.org/10.3390/ma17081827>

This research examines the behavior of electrochemical passivation and the chemistry of surface films on 654SMO super austenitic stainless steel and C276 nickel-based alloy in simulated condensates from flue gas desulfurization in power plant chimneys. The findings indicate that the resistance to polarization of the protective film on both materials initially rises and then falls with either time spent in the solution or the potential of anodic polarization. Comparatively, 654SMO exhibits greater polarization resistance than C276, indicating its po-

tential suitability as a chimney lining material. Mott-Schottky analysis demonstrates that the density of donors in the passive film formed on 654SMO exceeds that on C276, potentially due to the abundance of Fe oxide in the passive film, which exhibits the characteristics of an n-type semiconductor. The primary components of the passive films on both materials are Fe oxides and Cr oxides. The formation of a thin passive film on C276 in the simulated condensates is a result of the low Gibbs free energy of nickel oxide and low Cr content. The slower diffusion coefficient of point defects leads to the development of a thicker and more compact passive film on the surface of 654SMO.

Effect of thermal cycling or simulated gastric acid on the surface characteristics of dental ceramic materials

P. Pandoleon, K. Sarafidou, G.K. Pouroutzidou, A. Theocharidou, G.A. Zachariadis, E. Kontonasaki

Ceramics 2024, **7**, nr 2, 530, <https://doi.org/10.3390/ceramics7020035>

The presence of various dental ceramic materials with different chemical compositions complicates clinicians' decision making, especially in cases with a highly acidic environment appearing in patients suffering from gastroesophageal reflux disease or other eating disorders. Thermal alterations in the oral cavity can also affect surface structure and roughness, resulting in variations in both degradation mechanisms and/or bacteria adhesion. The aim of the present *in vitro* study was to evaluate the effect of thermal cycling and exposure to simulated gastric acid on the surface roughness of different ceramics. Five groups of different ceramics were utilized, and twenty specimens were fabricated for each group. Specimens were either thermocycled for 10,000 cycles in distilled water or immersed in simulated gastric acid for 91 h. The evaluation of surface roughness was performed with optical profilometry, while scanning electron microscopy, X-ray diffraction analysis and inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy were also performed. Based on the combination of the surface roughness profile and structural integrity, zirconia specimens presented the smallest changes after immersion in simulated gastric acid followed by lithium disilicate materials. Zirconia-reinforced lithium silicate ceramic presented the most notable changes in microstructure and roughness after both treatments.

Multifunctional hybrid material for endoprosthetic implants based on alumina-toughened zirconia ceramics and additively manufactured TiNbTa alloys

J.-O. Sass, P. Henke, A. Mitrovic, M. Weinmann, D. Kluess, J. Johannsen, M.-L. Sellin, U. Lembke, D. Reimer, C. Lork, A. Jonitz-Heincke, R. Bader

Materials 2024, **17**, nr 8, 1838, <https://doi.org/10.3390/ma17081838>

Aseptic implant loosening after a total joint replacement is partially influenced by material-specific factors when cobalt-chromium alloys are used, including osteolysis induced by wear and corrosion products and stress shielding. Here, we aim to characterize a hybrid material consisting of alumina-toughened zirconia (ATZ) ceramics and additively manufactured Ti-35Nb-6Ta (TiNbTa) alloys, which are joined by a glass solder. The structure of the joint, the static and fatigue shear strength, the influence of accelerated aging, and the cytotoxicity with human osteoblasts are characterized. Furthermore, the biomechanical properties of the functional demonstrators of a femoral component for total knee replacements are evaluated. The TiNbTa-ATZ specimens showed a homogenous joint with statistically distributed micro-pores and a slight accumulation of Al-rich compounds at the glass solder-TiNbTa interface. Shear strengths of 26.4 ± 4.2 MPa and 38.2 ± 14.4 MPa were achieved for the TiNbTa-ATZ and Ti-ATZ specimens, respectively, and they were not significantly affected by the titanium material used, nor by accelerated aging ($p = 0.07$). All of the specimens survived 107 cycles of shear loading to 10 MPa. Furthermore, the TiNbTa-ATZ did not impair the proliferation and metabolic activity of the human osteoblasts. Functional demonstrators made of TiNbTa-ATZ provided a maximum bearable extension-flexion moment of 40.7 ± 2.2 Nm. The biomechanical and biological properties of TiNbTa-ATZ demonstrate potential applications for endoprosthetic implants.

Tribological properties of hard TiB₂ thin films prepared at low temperatures using HIPIMS

J. Yu, P. Zhang, P. Ying, Ch. Lin, T. Yang, J. Wu, Ch. Li, M. Huang, V. Levchenko

Coatings 2024, **14**, nr 4, 492, <https://doi.org/10.3390/coatings14040492>

Magnetron-sputtered WS₂ composite thin films are solid lubricants with excellent performances. However, the low hardness of the WS₂ thin films necessitates the further improvement of their wear resistance. For this purpose, an effective strategy is to alternately deposit or codeposit WS₂ and a hard phase, such as TiB₂, to form hard lubricant thin films. Herein, a TiB₂ thin film was prepared under the same conditions as those used for depositing the WS₂ thin film with a dense structure and excellent tribological properties. Because of the high deposition energy of high-power impulse magnetron sputtering (HIPIMS), the TiB₂ thin film possesses a dense structure and leather-like flat surface (hardness = 24.17 GPa). The friction coefficient of the film under different loads ranges between 0.6 and 0.8. The wear rate of the thin film increases with load, mainly because of fatigue wear and abrasive wear. Under high loads, obvious furrow-like wear marks are observed. At different sliding frequencies, except 8 Hz, the friction

coefficient of the film ranges 0.6–0.8. The main wear mode is fatigue wear, particularly at increasing sliding frequencies. Although the film possesses a relatively high friction coefficient, its wear resistance is excellent (minimum wear rate = 1.96×10^{-6} mm³/(N·m)).

The effect of intumescent coating containing expandable graphite onto spruce wood

E. Kmeťová, D. Kačíková, F. Kačík

Coatings 2024, **14**, nr 4, 490, <https://doi.org/10.3390/coatings14040490>

Wood, one of the materials predominantly employed in construction, possesses various advantageous properties alongside certain drawbacks, such as susceptibility to thermal degradation. To enhance wood fire resistance, one approach involves the application of flame retardants. This study compared the fire-retardant effectiveness of expandable graphite, bonded with water glass, as a coating for spruce wood against commercially available fire-retardant treatments. Spruce wood samples (*Picea abies* (L.) H. Karst) underwent treatment with three distinct retardants: expandable graphite in combination with water glass, Bochemit Antiflash, and Bochemit Pyro. The fire-technical characteristics of the samples were examined by a non-standard test method – a test with a radiant heat source. The experiment evaluated the fire-retardant properties by recording changes in sample mass, burning rate, and temperature difference. The best results among all flame retardants were achieved by expandable graphite in combination with water glass, in all evaluation criteria. Among all the flame retardants used, expandable graphite in combination with water glass achieved the best results in all evaluation criteria.

Protection mechanism of B₄C-TiB₂-SiC composite ceramic under ultra-high velocity impact

L. Ming, Q. Song, Ch. Wu

Ceramics International 2024, 16 April, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.04.136>

As the penetration technology develops and the projectile velocity increases, it becomes imperative to investigate the protection mechanism of high-performance ceramic under hypervelocity impact. The impact process of tungsten alloy projectile penetrated into B₄C-TiB₂-SiC composite ceramic target using ballistic test and finite element simulation at an ultra-high velocity of 2154 m/s was researched in the present study. Additionally, the protection mechanisms were described in terms of the morphology of target damage, the behavior of projectile kinetic energy dissipation, and the temperature field cloud. The findings from the ballistic experiments highlighted that the formation of macro-damage areas (concentrated damage, cone crack, circumferential crack, and radial crack areas) and micro-fragmentation zones could consume a significant amount of impact energy. The mixed fracture mode and the typical inelastic deformation characteristics (dislocations and micro-twinning) contributed to the energy dissipation. Simulation results indicated that the surface dwell effect of the projectile exhibited the highest rate of energy consumption. Furthermore, the temperature field results indicated that the maximum

temperature on composite ceramic surface could reach 2310 K, which was below the melting point of B_4C ceramic (2723 K). However, this temperature could cause the melting of the majority of metal materials. Therefore, ceramic materials exhibited a significant advantage under conditions of ultra-high impact velocities.

Microstructural investigation and performance of carbon matrix composites developed through facile pitch modification route

N. Vekariya, B. Patel, J. Valand

Diamond and Related Materials 2024, **145**, May 2024, 111056, <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2024.111056>

Increasing demand of high-performance materials lead to development of composites with affordable cost and processing route. Present work involves facile chemical modification (nitric acid and melamine) route to produce carbon matrix composites exhibiting progressive performance. Modified pitches and resultant carbon matrix composites were characterized by FTIR, optical microscopy, SEM, XRD, TGA, TMA, tribological study and compression strength. Chemical treatment given to pitch imparts active functional groups which help to improve affinity between pitch particles. Additionally, to evaluate influence of high temperature treatment, composites were also heated to 1400°C. Optical images show that microstructure of carbonized (1000°C) and further heat-treated (1400°C) composites contain fine isotropic grains and flow domains, attributed to the effective influence of chemical modification. SEM images and Raman spectroscopy also confirmed the similar results of arrangement of carbon layers. TGA analysis revealed that heat-treated composites with acid modified pitch have better thermal stability at 800°C in zero air. Coefficient of thermal expansion of all composites was measured and found very low i.e. 5–10 ppm/°C. Chemical treatment applied to the pitch yielded improved results for tribological performance, coupled with enhanced compressive strength. Notably, up until the present, it was difficult to find reports on fabrication of carbon matrix composites from chemically modified pitch.

Multiscale coupling analysis of energy absorption in 3D printed continuous fiber reinforced thermoplastic orthogonal fabric composites

Y. Fu, Y. Dong

Additive Manufacturing 2024, **84**, 25 March 2024, 104084, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2024.104084>

Generally, serious delamination and defect propagation are the primary damage modes observed in 3D printed continuous fiber reinforced thermoplastic composites (3D printed CFTP composites) under low-velocity impact. The study of fabric structure design and its impact resistance is crucial for the practical application of 3D printed composites, yet the existing research in this area is limited. In this paper, the preparation scheme of 3D printed continuous fiber reinforced thermoplastic orthogonal fabric composites (3D printed CFTPOF composites) with the improved impact resistance is proposed initially. Then, the analysis models for the molding process and mechanical properties of the 3D printed CFTPOF composites are established. To address

the limitations of current analysis methods for 3D printed composites, a coupled multiscale method (3DP-MS method), is proposed for predicting mechanical properties. The transfer of mechanical parameters between multiscale models is also established and validated through experiments. Finally, the impact performance and the energy absorption of 3D printed CFTPOF composites under different fabric paths and yarn distributions are analyzed and discussed. This paper provides theoretical basis and simulation method for the structural design of impact-resistant 3D printed CFTP composites.

Tool wear in cutting carbon fiber reinforced polymer/ceramic matrix composites. A review

H. Ma, Z. Dong, Y. Bao

Composite Structures 2024, **337**, 1 June 2024, 118033, <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2024.118033>

Carbon fiber reinforced polymer/ceramic matrix composites are multiphase materials composed of fiber, interface and matrix. They are increasingly in demand for applications in aerospace, energy, sports, transportation and other fields because of their excellent mechanical properties. However, their non-homogeneous and anisotropic properties cause rapid tool wear during machining, which reduces machining efficiency and aggravates machining damage such as delamination and burr. It seriously restricts the further application of composite materials. A comprehensive understanding of wear mechanism is required to control the tool wear rate in composite machining. However, there is a lack of review of tool wear behavior in composite machining. The present work is focused on the research advances in tool wear issues when machining carbon fiber reinforced polymer/ceramic matrix composites. The wear mechanism of carbide, coating and polycrystalline diamond tools under different machining conditions is expounded. Methods for characterizing tool wear are compared. The effect of tool wear on machining quality is summarized. Finally, the development trends and future research content of the tool wear problem are discussed.

Large language model based agent for process planning of fiber composite structures

M. Holland, K. Chaudhari

Manufacturing Letters 2024, **40**, July 2024, 100, <https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2024.03.010>

Process planning is a crucial activity, connecting product development and manufacturing of fiber composite structures. Recently published Large Language Models (LLM) promise more flexible and autonomous workflows compared to state of the art automation methods. An autonomous agent for process planning of fiber composite structures is implemented with the LangChain framework, based on OpenAI's GPT-4 language model. The agent is equipped with deterministic tools which encode a-priori process planning knowledge. It can handle different process planning problems, such as cycle time estimation and resource allocation. Combinations thereof are solved through executing a multi-step solution path.

In-situ construction of carbon fiber gradient periodic structure in $Al_2O_3/SiOC$ composites for ultra-broadband and high-temperature electromagnetic wave absorption

F. Yang, J. Xue, L. Cheng

Journal of Materials Science & Technology 2024, **194**, 20 September 2024, 87, <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2024.01.037>

Ceramic matrix composites (CMC) are widely utilized in high-temperature components of aero-engines for load-bearing and electromagnetic stealth synergy due to their superior toughening and designable electromagnetic properties. However, the design of ultra-broadband electromagnetic wave (EMW) absorption at thin thicknesses ($d < 10$ mm) has been difficult and focused, especially the design of metamaterial. Inspired by 3D printing technology and the structural characteristic of 2D CMC, this study ingeniously devised and proposed a novel carbon fiber gradient periodic structure in $Al_2O_3/SiOC$ composites to enhance the ultra-broadband EMW absorption properties at a wide temperature range. By optimizing the geometric structure parameters, the $Al_2O_3/SiOC$ composites with the carbon fiber gradient periodic structure have exhibited exceptional ultra-broadband EMW absorption properties at elevated temperatures and excellent mechanical performance. The composites have attained a minimum reflection loss (RL_{min}) of -30 dB and a high absorption efficiency of more than 84%, ranging from 9.3 to 40 GHz at a thickness of 9 mm. Due to the temperature insensitivity of discrete periodic structures, the composites can adapt to high temperatures up to $700^\circ C$. Additionally, compared to the $Al_2O_3/SiOC$ composites, the flexural strength and fracture toughness of the $Al_2O_3/SiOC$ composites with carbon fiber gradient periodic structure have significantly increased to 398 MPa and 15.6 MPa $m^{1/2}$, respectively. This work breaks through the limitation of the design and fabrication of 3D periodic structures in CMC, creating a novel oxide-CMC with ultra-broadband EMW absorption properties at a wide temperature range and enhanced mechanical properties.

Enhancing understanding metal matrix composites through molecular dynamics simulation. A comprehensive review

Ch. Zhao, J. Zhou, L. Qi

Computational Materials Science 2024, **239**, 25 April 2024, 112993, <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2024.112993>

Metal-matrix composites (MMCs) attracts have gained significant attention in recent years and are extensively utilized in aerospace field due to their exceptional properties. Molecular dynamics simulation is suitable for describing interface behavior and predicting the mechanical properties of MMCs. This paper provides a review of mechanical properties prediction, physical processes and strengthen mechanisms of MMCs through molecular dynamics simulations. Firstly, the potential functions and establishment methods of composite models are introduced. Subsequently, commonly used simulation software and post-processing methods are discussed. Various mechanical predictions are summarized to evaluate the effect of microstructure on the mechanical properties, and the physical processes and functionalized composites formed through self-assembly and encapsulation are introduced. Additionally, dislocation evolution and crack propaga-

tion are analyzed to investigate the strengthening mechanisms of MMCs. The reviews also cover multi-scale simulations that elucidate structure-property relationship, and proposes research direction for atomic-scale simulation.

Preparation of flame retardant and antibacterial polyacrylonitrile composites based on modified microcrystalline cellulose loaded silver nanoparticles

L. Shi, X. Chen, X. Liu

Polymer Degradation and Stability 2024, **225**, July 2024, 110768, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2024.110768>

To improve the fire safety of polyacrylonitrile (PAN) and expand its application area, flame retardant and antibacterial PAN composite was prepared by a simple and environmentally friendly method. First, $AgNO_3$ and $NaBH_4$ solutions were added to the microcrystalline cellulose (MCC) aqueous suspension to prepare MCC loaded Ag nanoparticles (Ag NPs) (MCC/Ag) by in situ reduction. Then, MCC/Ag was mixed in PAN solution to prepare MCC/Ag/PAN composite, which was then phosphorylated by phytic acid (PA) to obtain flame retardant MCC/Ag/PAN composite (FR-MCC/Ag/PAN). FR-MCC/Ag/PAN could achieve self-extinguishing with limiting oxygen index (LOI) value of 36.8%. The thermogravimetric results showed that phosphorus-containing acids accelerated the char-forming ability of FR-MCC/Ag/PAN, and the final char residue was up to 29.76% in air atmosphere. Thermogravimetric coupled with Fourier transform infrared spectroscopy (TG-FTIR) and scanning electron microscope (SEM) showed that FR-MCC/Ag/PAN formed an expanded and dense char layer after combustion, suppressing the release of low molecular toxic gases. Moreover, FR-MCC/Ag/PAN showed favorable inhibition of *Escherichia coli* (*E. coli*) and *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*). This work proposed a novel method for developing flame retardant and antibacterial PAN material, which broadened the application field of polyacrylonitrile.

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



INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

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

tel.: +48 663-311-933

WYBRANE ZGŁOSZENIA PATENTOWE z dziedziny inżynierii materiałowej wg BIULETYNU URZĘDU PATENTOWEGO nr 9–16 z 2024 r.

Zgł. nr 442055, C22C 45/00

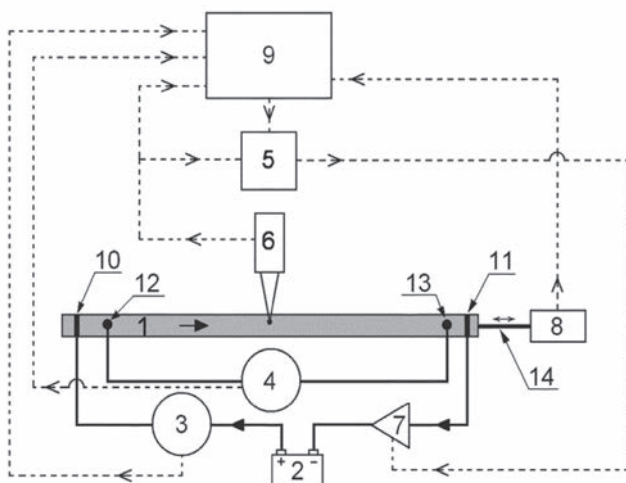
POLITECHNIKA WARSZAWSKA, Warszawa

Ferenc J., Kowalczyk M., Charubin T., Michniewicz K.

Sposób i urządzenie do krótkotrwałej obróbki cieplnej taśmy szkła metalicznego przepływem prądu o natężeniu regulowanym w czasie rzeczywistym

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób krótkotrwałej obróbki cieplnej taśmy (1) szkła metalicznego przepływem prądu o natężeniu regulowanym w czasie rzeczywistym, w którym określa się parametry cyklu obróbki cieplnej obejmujące szybkość nagrzewania, temperaturę taśmy (1) i czas wytrzymania izotermicznego taśmy (1). W czasie cyklu obróbki cieplnej na podstawie bieżącego pomiaru temperatury taśmy (1) przy użyciu pirometru (6), za pomocą sterownika (5) na bieżąco reguluje się natężenie prądu grzejącego taśmę dla zachowania określonych wcześniej parametrów cyklu obróbki cieplnej, jednocześnie poddaje się taśmę szkła metalicznego (1) regulowanemu naprężeniu rozciągającemu dla uzyskania prostych i gładkich odcinków taśmy o strukturze nanokrystaliczno-amorficznej. Przedmiotem zgłoszenia jest również urządzenie do impulsowej obróbki cieplnej taśmy szkła metalicznego z regulacją prądu elektrycznego w czasie rzeczywistym.

(13 zastrzeżeń)



Zgł. nr 442152; B29C 64/393

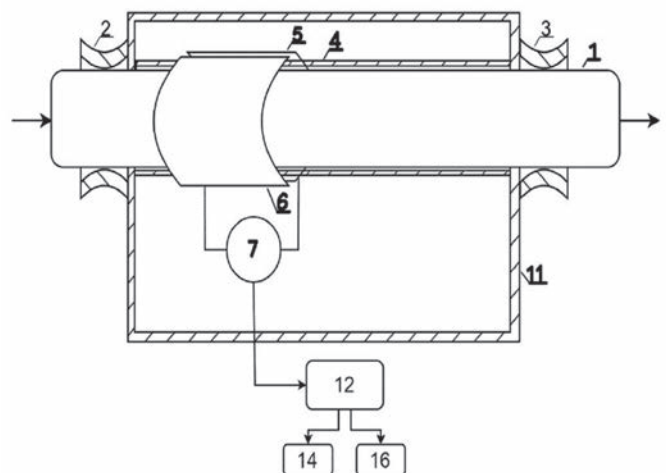
ANIULIS JAKUB TORTOISE PROGRAMMER, Wałbrzych

Aniulis J.

Układ do pomiaru względnej przenikalności dielektrycznej materiału stosowanego w urządzeniu wytwarzania przyrostowego

Przedmiotem zgłoszenia jest układ do pomiaru względnej przenikalności dielektrycznej materiału stosowanego w urządzeniu wytwarzania przyrostowego, znajdujący zastosowanie w urządzeniach, takich jak maszyny produkujące filament, drukarki 3D do wytwarzania addytywnego, w tym drukarka 3D w technologii FFF, drukarka 3D drukująca płynną żywicą światłoutwardzalną, drukarka 3D drukująca betonem i innymi materiałami budowlanymi. Układ charakteryzuje się tym, że na rurce pozycjonującej (4), w której przemieszczany jest swobodnie filament (1), osadzone są elektrody dodatnie (5) i ujemne (6) co najmniej jednego kondensatora pomiarowego, przy czym każdy kondensator pomiarowy połączony jest z konwerterem pojemnościowo cyfrowym (7); ponadto kondensator pomiarowy i konwerter pojemnościowo cyfrowy (7) obudowane są ekranem elektromagnetycznym (11).

(9 zastrzeżeń)



Zgł. nr 442170; C08G 63/52

UNIwersytet Marii Curie-Skłodowskiej, Lublin

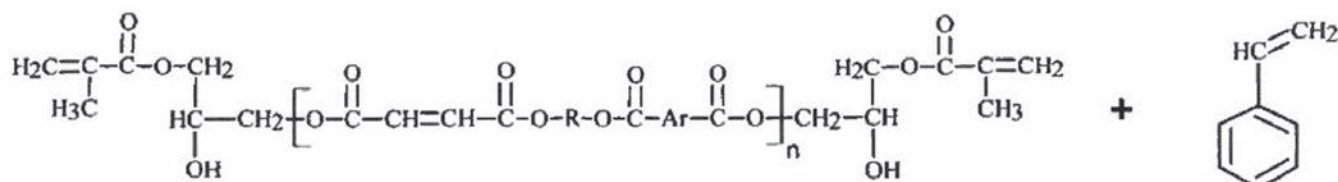
Gawdzik B., Pączkowski P.

Sposób otrzymywania żywic typu estrów winylowych

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób otrzymywania żywic typu estrów winylowych, przedstawionych wzorem ogólnym 1, z akrylanów albo metakrylanów i żywic poliestrowych nienasyconych albo

nasyconych, znajdujących szerokie zastosowanie jako matryce do produkcji antykorozyjnych laminatów wykorzystywanych w przemyśle chemicznym. Wynalazek rozwiązuje problem techniczny w postaci opracowania nowego sposobu otrzymywania żywic typu estrów winylowych na skalę przemysłową z wyeliminowaniem toksycznych reagentów.

(6 zastrzeżeń)



R = podstawnik alkilowy

Ar = podstawnik aromatyczny

wzór 1

Zgł. nr 442163; C04B 35/581

SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT CERAMIKI I MATERIAŁÓW BUDOWLANYCH, Kraków

Gizowska M., Perkowski K., Jakubiuk K., Chruściel B., Piątek M.

Sposób wytwarzania elementów z ceramiki funkcjonalnej na bazie azotku glinu

Sposób wytwarzania ceramiki funkcjonalnej na bazie z azotku glinu polega na tym, że proszek azotku glinu zawierający tlen oraz nieuniknione zanieczyszczenia metalowe, każdy w ilości nie przekraczającej 50 ppm, domieszkowany aktywatorem spiekania w ilości 0,01–20% mas., wybranym spośród związków metali ziem rzadkich i/lub ziem alkalicznych, zawierający głównie Y_2O_3 lub jego prekursor, ujednorodnia się przez mieszanie. Następnie z poddanej granulacji i suszeniu homogenicznej mieszaniny, zawierającej spoiwa i/lub plastyfikatory, formuje się pod ciśnieniem jedną lub więcej wstępną porowatą kształtkę, zbliżoną do kształtu wyrobu finalnego. Następnie spieka w piecu w atmosferze gazu obojętnego jedną lub więcej kształtkę, której podstawowy materiał stanowi proszek azotku glinu o średnim uziarnieniu nie większym niż 3 μm w ilości co najmniej 80% mas., korzystnie ponad 94% mas., w atmosferze azotu i/lub argonu, z przyrostem temperatury w piecu 180–600°C/h do temperatury spiekania zakresu 1600–2000°C, którą utrzymuje się przez 1–10 h, po czym temperaturę obniża się z szybkością mniejszą niż 600°C/h do temperatury pokojowej. Obróbkę temperaturową kształtek w środowisku redukcyjnym

pieca prowadzi w obecności nadmiarowego stechiometrycznie azotu gazowego lub azotu w związkach z metalami w postaci proszkowej, wprowadzanego dyfuzyjnie do materiału kształtki przy podwyższonym ciśnieniu gazu stosowanej atmosfery z zakresu 0,1–300 MPa. Środowisko redukcyjne pieca z reaktywnym termicznie jednym lub więcej proszkiem azotków metali w złożu, jest również właściwe dla danego metalu zawartego w granulacie kształtki do temperatury ich redukcji.

(8 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442157; C08L 3/02

JARPAK ZAKŁAD PRODUKCJI OPAKOWAŃ Z TEKTURY SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Paczków

Jopek W.

Sposób wytwarzania ekologicznej kompozycji hydrofobowo-antybakteryjnej do tektury

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania ekologicznej kompozycji hydrofobowo-antybakteryjnej do tektury, polegający na połączeniu dodatków tworzących właściwości hydrofobowe i antybakteryjne. Sposób charakteryzuje się tym, że 1 obj. skrobi kukurydzianej i 1 obj. hydroksykrzemianu magnezu mieli się

w młynie kulowym do uzyskania granulacji mieszanki <math> < 30 \mu\text{m}</math> dla obu składników, po czym dodaje się 1 obj. gliceryny, 2 obj. wody zdemineralizowanej oraz 1 obj. 5-proc. octu spirytusowego, a następnie całość miesza się w teflonowym naczyniu przez 15 min.

(2 zastrzeżenia)

Zgł. nr 442195; C21D 1/28

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław
Białobrzaska B., Konat Ł.

Sposób spawania i obróbki cieplnej niestopowej stali konstrukcyjnej

Przedmiotem wynalazku jest sposób spawania i obróbki cieplnej niestopowej stali konstrukcyjnej, w którym dla wytworzenia złącza spawanego blachę S355J0 (1.0553) o grubości 10 mm i składzie chemicznym (maksymalnie): C 0,23% mas., Si 0,60% mas., Mn 1,70% mas., P 0,040% mas., S 0,040% mas., Cu 0,60% mas. i N 0,014% mas., spawa się metodą SAW (121) drutem elektrodowym $\text{S}_3\text{Ni}_{2,5}\text{CrMo}$ wraz z topnikiem $\text{MgO} + \text{CaF}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$, stosując parametry spawania: prędkość spawania $v \approx 60 \text{ cm/min}$, znamionowy prąd łuku elektrycznego $I = 530\text{--}630 \text{ A}$, napięcie łuku elektrycznego $U = 31\text{--}33 \text{ V}$, energia liniowa $Q \leq 2,0 \text{ kJ/mm}$ i temperatura międzywarstwowa $T_i < 250^\circ\text{C}$. Sposób charakteryzuje się tym, że otrzymane złącze poddaje się normalizowaniu poprzez austenitowanie w temp. $880\text{--}900^\circ\text{C}$ przez 60 min i chłodzenie na powietrzu, dalej hartowaniu poprzez austenitowanie w temp. $920\text{--}950^\circ\text{C}$ przez 20 min i chłodzenie w wodzie o temp. $\leq 30^\circ\text{C}$, oraz odpuszczaniu w temp. 100°C przez 2 h, po którym złącze chłodzi się na powietrzu.

(1 zastrzeżenie)

Zgł. nr 442164; C25C 1/12

SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT METALI NIEŻELAZNYCH, Gliwice; SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – ŁÓDZKI INSTYTUT TECHNOLOGICZNY, Łódź
Kowalik P., Kopyto D., Leszczyńska-Sejda K., Orda S., Ciszewski M., Sztandera J., Masłowska-Lipowicz I., Wyrębska Ł., Lawińska K., Słubik A.

Sposób wytwarzania wysokiej czystości miedzi elektrolitycznej

Sposób otrzymywania miedzi elektrolitycznej z przemysłowych anod miedzianych przy użyciu elektrolitu miedzowego charakteryzuje się tym, że do elektrolitu wprowadza się w trybie ciągłym: w postaci roztworu wodnego ciecz jonową na bazie poliheksametylenobiguanidyny w ilości 1–20 g/1 t katod i klej kostny albo

tiomocznik w ilości 10–100 g/1 t katod lub łącznie ciecz jonową na bazie poliheksametylenobiguanidyny w ilości 1–20 g/1 t katod oraz inhibitory organiczne w postaci roztworu wodnego dietylosafraniny w ilości 10–70 g/1 t katod i kleju kostnego w ilości 10–100 g/1 t katod lub łącznie ciecz jonową na bazie poliheksametylenobiguanidyny w ilości 1–20 g/1 t katod oraz inhibitory organiczne w postaci roztworu wodnego dietylosafraniny w ilości 10–70 g/1 t katod i tiomocznika w ilości 10–100 g/1 t katod.

(1 zastrzeżenie)

Zgł. nr 442200; C01G 23/047

INSTYTUT MASZYN PRZEPŁYWOWYCH IM. ROBERTA SZEWALESKIEGO POLSKIEJ AKADEMII NAUK, Gdańsk
Olejnik A., Siuzdak K.

Sposób otrzymywania aktywnego foto-elektrochemicznie, przewodzącego materiału na bazie nanorurek ditlenku tytanu opłaszczowanych polidopaminą

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób otrzymywania aktywnego foto-elektrochemicznie, przewodzącego materiału na bazie nanorurek ditlenku tytanu opłaszczowanych polidopaminą, charakteryzujący się tym, że kalcynowane nanorurki TiO_2 o wysokim stopniu rozstawienia poddaje się potencjodynamicznemu procesowi wodorowania o programie potencjałowym, a wodorowane nanorurki poddaje się potencjodynamicznej elektropolimeryzacji dopaminy na powierzchni (opłaszczowanie). Przedmiotem zgłoszenia jest także materiał na bazie nanorurek ditlenku tytanu opłaszczowanych polidopaminą, otrzymany wg powyższego sposobu.

(4 zastrzeżenia)

Zgł. nr 442210; C08G 18/42

POLITECHNIKA GDAŃSKA, Gdańsk
Parcheta-Szwindowska P., Kordyżon M., Kopczyńska K., Datta J.

Sposób otrzymywania elastycznej pianki poliuretanowej i elastyczna pianka poliuretanowa o właściwościach tłumienia drgań

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób otrzymywania elastycznej pianki poliuretanowej, który charakteryzuje się tym, że przygotowuje się mieszaninę polioliową z zastosowaniem bioglikolu 1,3-propylenowego i mieszaniny kwasu bursztynowego i kwasu azelainowego, gdzie stosunek molowy kwasu bursztynowego do kwasu azelainowego wynosi 1:3–3:1, tak aby stosunek bioglikolu do mieszaniny kwasów wynosił 1,15:1–1,25:1. Następnie do mieszaniny dodaje się porofor w ilości 0,6–0,8% w przeliczeniu na polioliol, katalizator aminowy w ilości 0,6–0,8% w przeliczeniu

na polioliol, po czym do mieszaniny tej dodaje się diizocyjanian 4,4'-difenylometyleny MDI, zachowując stosunek grup NCO do OH 0,7–0,9 w przeliczeniu na polioliol i całość miesza się, aż do uzyskania jednolitej konsystencji przez czas 10–40 s i wylewa do nagrzonej do temp. 30–80°C formy, pozostawiając aż do pełnego przereagowania, co obserwuje się poprzez zmianę stanu skupienia mieszaniny z ciekłej w spienione ciało stałe. Po wyjęciu z formy piankę pozostawia się celem sezonowania. Przedmiotem zgłoszenia jest też otrzymana elastyczna pianka poliuretanowa, o właściwościach tłumienia dźwięku.

(8 zastrzeżeń)

Zgł. nr 444413; C25D 3/22

POLITECHNIKA POZNAŃSKA, Poznań

**Baraniak M., Wojciechowski J., Lota G., Graś-Ligocka M.,
Szwabińska K., Znaniecki S.**

Kąpiel do elektrochemicznego pokrywania aluminium cynkiem i jej zastosowanie

Przedmiotem zgłoszenia jest kąpiel do elektrochemicznego pokrywania aluminium cynkiem, którą stanowi alkaliczna kąpiel amonochlorkowa o składzie 50–90 g/L $ZnCl_2$, 90–130 g/L NaCl, 5–15 g/L NH_4Cl , 450–650 ml/L 25-proc. wodnego roztworu NH_3 oraz woda destylowana uzupełniająca do objętości 1 L i pH w zakresie 9,2–10,7. Przedmiotem zgłoszenia jest również zastosowanie kąpeli.

(3 zastrzeżenia)

Zgł. nr 442299; C01B 32/318

POLITECHNIKA MORSKA W SZCZECINIE, Szczecin

Konicki W., Bojanowska M., Nadolska K.

Sposób wytwarzania materiału węglowego oraz zastosowanie materiału węglowego jako adsorbenta do usuwania z fazy ciekłej zanieczyszczeń w postaci barwników syntetycznych

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania materiału węglowego, który polega na wygrzewaniu (prekarbonizacji) w atmosferze gazu obojętnego źródła węgla, jego zaimpregnowaniu roztworem KOH, karbonizacji w atmosferze gazu obojętnego, następnie przemywaniu wodą dejonizowaną i roztworem 0,1 M HCl do uzyskania neutralnego pH i suszeniu. Istota zgłoszenia polega na tym, że jako źródło węgla stosuje się śrutę rzepakową. Źródło węgla wygrzewa się w temp. 400–550°C, przy prędkości objętościowej gazu w zakresie 100–500 mL/min, pod ciśnieniem

atmosferycznym, przez 1–2,5 h. Następnie materiał chłodzi się, a otrzymany prekarbonizat impregnuje się wodnym roztworem KOH, przy czym stosuje się stosunek masowy stałego KOH do prekarbonizatu 1:1–2:1. Składniki miesza się intensywnie, suszy, po czym karbonizuje się w zakresie temp. 500–900°C, przy prędkości objętościowej gazu w zakresie 100–500 mL/min. Następnie chłodzi się materiał, przemywa wodą dejonizowaną i roztworem 0,1 M HCl i suszy się przez co najmniej 24 h. Zgłoszenie obejmuje także zastosowanie materiału węglowego jako adsorbenta do usuwania z fazy ciekłej zanieczyszczeń w postaci barwników syntetycznych, które charakteryzuje się tym, że stosuje się materiał węglowy wytworzony zgodnie z opisem powyżej.

(5 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442271; C04B 28/00

POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA, Białystok

Bołtryk M., Nalewajko M., Nietupski A.

Sposób wytwarzania lekkiego betonu geopolimerowego na glino-krzemianowym kruszywie sztucznym

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania lekkiego betonu geopolimerowego na glino-krzemianowym kruszywie sztucznym, charakteryzujący się tym, że grube kruszywo sztuczne, aktywowane powierzchniowo wodorotlenkiem sodu (NaOH) albo wodorotlenkiem potasu (KOH), miesza się z dodawanymi do niego kolejno pucolaną oraz żużlem wielkopieczowym, po czym całą masę miesza się z drobnym kruszywem sztucznym lub piaskiem mineralnym.

(12 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442358 (22); C08J 3/24

POLITECHNIKA ŁÓDZKA, Łódź; UNIWERSYTET ŁÓDZKI, Łódź

Młostoń G., Bieliński D., Wręczycki J.

Sposób modyfikacji siarkowej wulkanizacji kauczuków dienowych i mieszanek gumowych na bazie kauczuków dienowych

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób modyfikacji procesu siarkowej wulkanizacji mieszanek gumowych w matrycy z kauczuków dienowych, charakteryzujący się tym, że siarkę elementarną (S_8) aktywuje się *in situ* w matrycy kauczukowej fluorkiem tetrabutylamoniowym (TBAF) w ilości 5–60% mol.

(1 zastrzeżenie)

Zgł. nr 442295; C10J 3/02

CZERNICHOWSKI ALBIN, Warszawa; TYKSIŃSKI MAREK, Warszawa; TYKSIŃSKI RAFAŁ, Warszawa; PRZEOREK JANUSZ, Warszawa

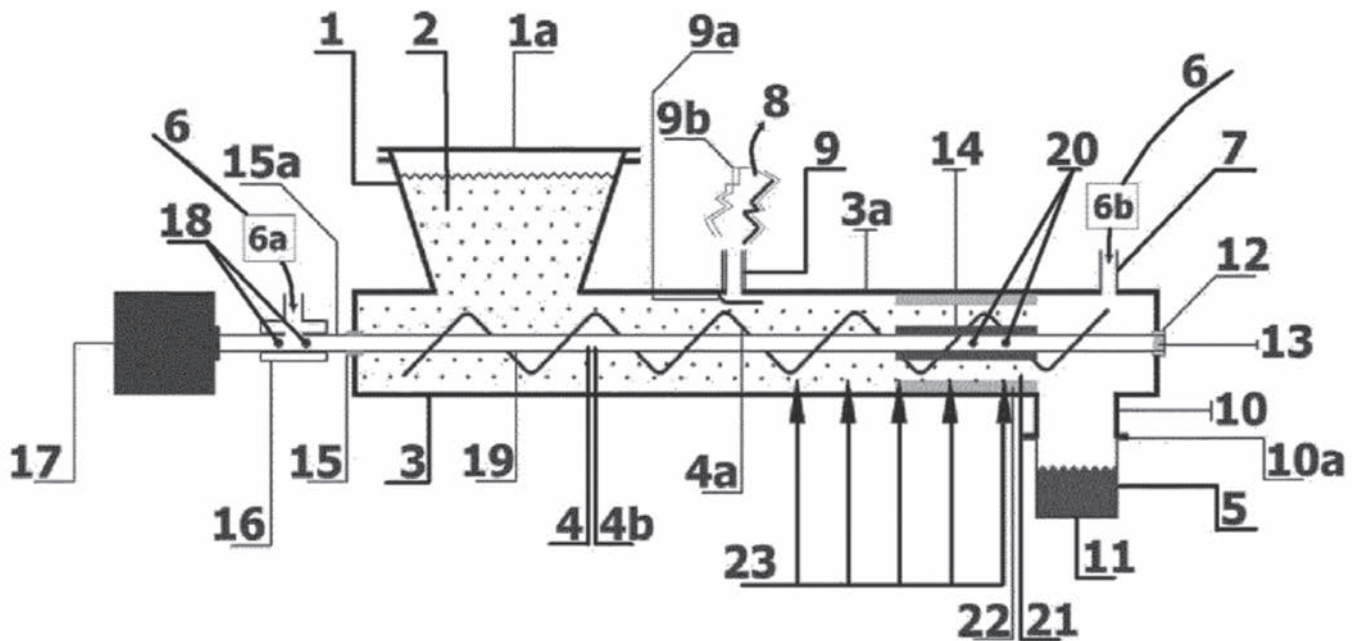
Czernichowski A., Tyksiński M., Tyksiński R., Przeorek J.

Zgazowarka pozioma oraz sposób termochemicznej konwersji palnego materiału węglonośnego w procesie przeciwwądownym

Zgazowarka pozioma posiada zamknięty korpus (3) z izolacją termiczną, w którym umieszczony jest ślimakowy podajnik (4) wsadu (2), pionowy zasyp (1) wsadu (2) usytuowany u jednego końca korpusu (3), wlot (7) gazu utleniającego (6) oraz odbieralnik (5) popiołu (11) usytuowane u drugiego końca korpusu (3), wylot (9) lotnych produktów (8). Zgazowarka charakteryzuje się tym, że końcową strefę korpusu (3) stanowi strefa zgazowania (21), zaś

wał (4b) ślimakowego podajnika (4) jest szczelnie wydrążony na całej długości i zaopatrzony w otwory wlotowe (18) do wprowadzania dopełniającej części gazu utleniającego (6) usytuowane w segmencie wychodzącym poza korpus (3) od strony, przy której znajduje się zasyp (1) i w otwory wylotowe (20) tej części gazu utleniającego usytuowane w strefie zgazowania (21), zaś wylot (9) lotnych produktów (8) znajduje się pomiędzy zasypem (1) i wlotem (7) gazu utleniającego (6). Wloty (7) i (18) gazu utleniającego (6) są wyposażone w niezależne przepływomierze masowe (6a) i (6b) połączone z co najmniej dwoma czujnikami temperatury (23) umieszczonymi w korpusie (3). Zgłoszenie obejmuje także sposób termochemicznej konwersji palnego materiału węglonośnego (2) w zgazowarce poziomej.

(17 zastrzeżeń)



Zgł. nr 442349; C09D 5/08

PWE TECHNOLOGIE SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Warszawa

Roguszewska M., Rokicki G., Parzuchowski P., Tkacz D.

Kompozycja epoksydowo-poliuretanowa i sposób jej wytwarzania

Przedmiotem zgłoszenia jest kompozycja epoksydowo-poliuretanowa zawierająca żywicę epoksydową na bazie bisfenolu A w ilości 8,0–30,0% mas., kwas rycynolowy w ilości 11,5–38,0% mas., kwas benzoesowy w ilości 0,5–7,0% mas., glikol poli(oksypropylenowy) i/lub oligowęglanodiol lub diol polibutadienowy w ilości 5,0–50,0% mas., polimeryczny diizocyjanian 4,4'-metylenodifenyli (pMDI) w ilości 17,0–40,0% mas., katalizator cynowy w ilości 0,005–0,05% mas. oraz napełniacze nieorganiczne

w ilości 5,0–30,0% mas. Przedmiotem zgłoszenia jest także sposób wytwarzania powyższej kompozycji polegający na tym, że w temp. 90–110°C prowadzi się proces reakcji żywicy epoksydowej o liczbie 0,41–0,54 mol grup epoksydowych z mieszaniną kwasów rycynolowego i benzoesowego w stosunku molowym 9:1–7:3 w ilości stechiometrycznej w stosunku do grup epoksydowych żywicy w obecności katalizatora, po czym dodaje polioli polieteryowy oraz napełniacze nieorganiczne i poddaje się reakcji z polimerycznym diizocyjanianem metylenodifenyli w obecności katalizatora cynowego. Wynalazek ma zastosowanie do wytwarzania kompozycji epoksydowo-poliuretanowych.

(9 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442322; C23G 3/00

SZKOŁA GŁÓWNA GOSPODARSTWA WIEJSKIEGO W WARSZAWIE, Warszawa

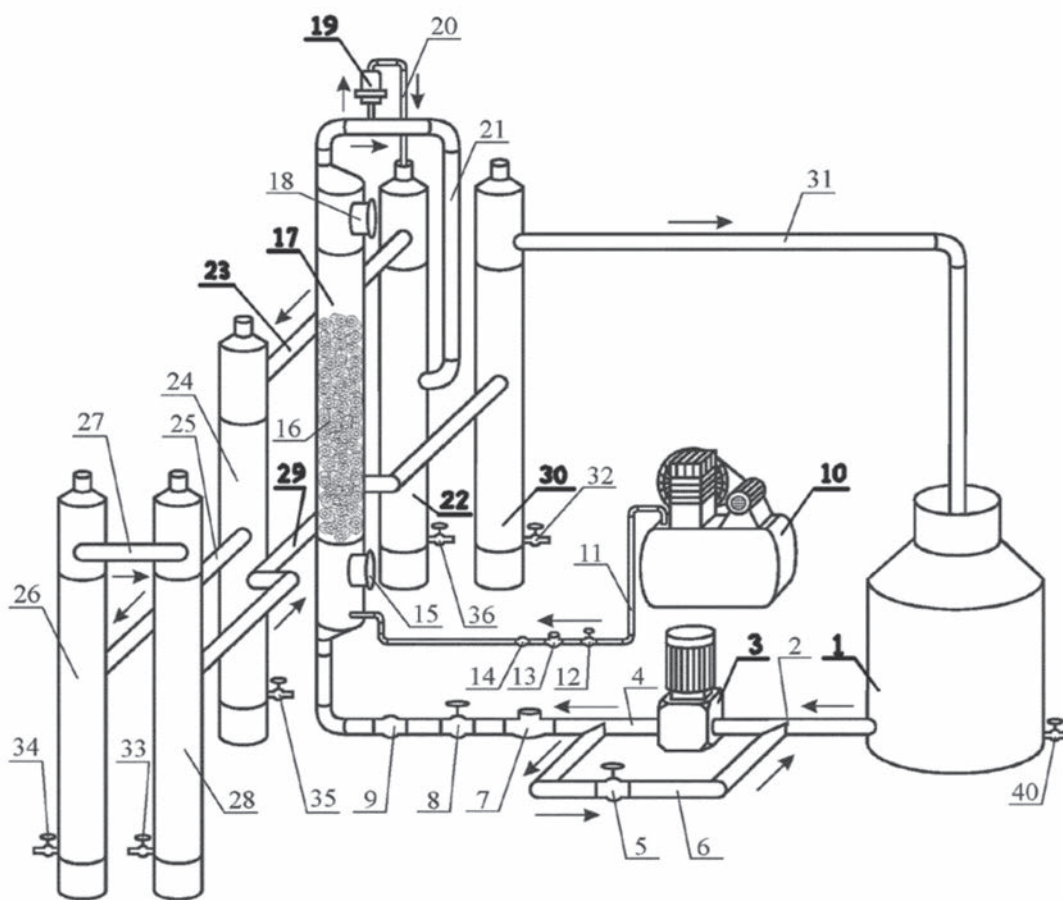
Kalenik M., Morawski D.

Układ do czyszczenia pierścieni ze stali kwasoodpornej i sposób ich czyszczenia

Układ do czyszczenia pierścieni ze stali kwasoodpornej stanowiących wypełnienie aeratorów rurowych charakteryzuje się tym, że zawiera kolumnę reakcji (17) połączoną szeregowo z co najmniej dwiema kolumnami sedymentacji osadów (22, 30) oraz ze zbiorni-

kiem (1) środka czyszczącego, przy czym kolumny sedymentacji (22, 30) są połączone szeregowo za pomocą rurociągów (23, 29) umieszczonych na różnych wysokościach wywołujących przepływ grawitacyjny, a pomiędzy zbiornikiem (1) środka czyszczącego i kolumną reakcji (17) znajduje się pompa tłocząca (3), natomiast do kolumny reakcji (17) podłączona jest sprężarka (10) i zawór odpowietrzający (19). Przedmiotem zgłoszenia jest także sposób czyszczenia pierścieni ze stali kwasoodpornej z wykorzystaniem tego układu.

(8 zastrzeżeń)



Zgł. nr 442374; C04B 18/04

UNIWERSYTET PRZYRODNICZO-HUMANISTYCZNY W SIEDL-CACH, Siedlce

Bombik A., Rymuza K., Zegardło B., Kleszko S.

Beton o podwyższonej izolacyjności

Przedmiotem zgłoszenia jest beton o podwyższonej izolacyjności, który składa się z cementu portlandzkiego CEM I 42,5R w ilości 1015,28 kg/m³, wypełniacza w postaci odpadów filcu w ilości 49,83 kg/m³ w postaci włókien o długości 1–5 cm, wody

w ilości 473,47 L/m³, domieszki plastyfikującej Q-plast Simeplast w ilości 15,11 kg/m³ oraz dodatku mikrokrzemionki w ilości 101,64 kg/m³, które w procesie wytwarzania dokładnie miesza się, dozując kolejno wodę, plastyfikator, cement, mikrokrzemionkę oraz odpady filcu, a formy z mieszanką poddaje się procesowi wibrowania w czasie 30 s do momentu uzyskania szczelnie wypełnionej próbki pozbawionej porów.

(4 zastrzeżenia)

Zgł. nr 442356 (22); C08G 65/26**PCC ROKITA SPÓŁKA AKCYJNA, Brzeg Dolny****Płócieniak M., Salasa M., Makuła Ł., Wróblewska M., Wojdyła H.***Poliol polieterowy, sposób jego wytwarzania i jego zastosowanie oraz elastyczna pianka poliuretanowa*

Przedmiotem zgłoszenia jest poliol polieterowy zawierający 75–100% mol. pierwszorzędowych grup hydroksylowych w stosunku do wszystkich grup hydroksylowych i mający współczynnik węglowodorowy (w_w) wynoszący co najmniej 8,5, przy czym współczynnik węglowodorowy oblicza się zgodnie ze wzorem, w którym: a oznacza liczbę atomów węgla w cząsteczce polioli polieterowego, będącą sumą liczb atomów węgla pochodzących od startera, tlenku etylenu i epitenku C3–C8, stosowanych do wytworzenia wspomnianego polioli; b oznacza liczbę atomów wodoru w cząsteczce polioli polieterowego, będącą sumą liczb atomów wodoru pochodzących od startera, tlenku etylenu i epitenku C3–C8, stosowanych do wytworzenia wspomnianego polioli; d oznacza liczbę atomów tlenu w cząsteczce polioli polieterowego, będącą sumą liczb atomów tlenu pochodzących od startera, tlenku etylenu i epitenku C3–C8, stosowanych do wytworzenia wspomnianego polioli. Przedmiotem zgłoszenia jest również sposób wytwarzania polioli polieterowego o wskazanych powyżej właściwościach i jego zastosowanie do wytwarzania elastycznych pianek poliuretanowych. Ponadto przedmiotem zgłoszenia jest również elastyczna pianka poliuretanowa wytworzona z zastosowaniem opisanego powyżej polioli.

(17 zastrzeżeń)

$$w_w = \frac{4a + b}{2d}$$

wzór

Zgł. nr 442384; C22B 7/00**ELEMENTAL STRATEGIC METALS SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Grodzisk Mazowiecki****Sobianowska-Turek A., Zygmunt M., Łoś P.***Sposób prowadzenia procesu odzysku miedzi (Cu) z roztworów elektrolitów otrzymanych w wyniku ługowania odzyskanej ze zużytych baterii litowo-jonowych czarnej masy*

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób prowadzenia procesu odzysku miedzi (Cu) z roztworów elektrolitów otrzymanych w wyniku ługowania odzyskanej ze zużytych baterii litowo-jonowych czarnej masy, charakteryzujący się tym, że realizuje się go za pomocą procesu elektrowydzielania metodą potencjodynamiczną, w nastę-

pujących warunkach prądowo-napięciowych: zakres cyklicznych liniowych zmian potencjału wanny elektrolitycznej z elektrodą wskaźnikową w postaci katody wynosi maksymalnie 1,3–2,2 V względem anody ze stali kwasoodpornej, anody ze stopu ołowiu, elektrody typu MMO na bazie tytanu i tlenku irydu lub komercyjnej anody ołowianej stopowej oraz z szybkością liniowej zmiany potencjału 7–100 mV/s, przy czym szybkość zmiany potencjału może być modyfikowana w trakcie trwania procesu.

(6 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442461; C01B 25/32**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT CERAMIKI I MATERIAŁÓW BUDOWLANYCH, Kraków; UNIWERSYTET ŁÓDZKI, Łódź****Kurzyk A., Szterner P., Biernat M., Antosik A., Pagacz J., Tymowicz-Grzyb P., Rudnicka K., Płociński P., Krupa A., Szwed-Georgiou A., Włodarczyk M.***Syntetyczny bioaktywny materiał hydroksyapatytowy oraz sposób jego otrzymywania*

Przedmiotem zgłoszenia jest syntetyczny bioaktywny materiał hydroksyapatytowy, w postaci cząstek nanometrycznych, który zawiera wapń Ca w ilości 39,84% mas. oraz fosfor P w ilości 18,53% mas. związane w nanokrystaliczny hydroksyapatyt HAP, a nanometryczne cząstki o kulistej morfologii mają wielkość w zakresie 36,50–49,5 nm. Ponadto materiał hydroksyapatytowy zawiera domieszkę co najmniej jednego spośród jonów Mg^{2+} , Zn^{2+} , Sr^{2+} z zachowaniem stosunku molowego 1,67 dla dwóch i więcej jonów domieszki. Przedmiotem zgłoszenia jest też sposób otrzymywania ww. materiału metodą chemiczną na mokro, który polega na tym, że w alkalicznych warunkach reakcji syntezy, w trakcie mieszania roztworów wodnych substratów z roztworem reakcyjnym, zawierającego źródło wielu jonów, wytrąca się w postaci osadu związku zawierające fosfor i wapń, przy stosunku molowym atomów wapnia do atomów fosforu wynoszącym Ca/P = 1,67. Reakcję prowadzi się w zakresie temp. 25–65°C przez 2–12 h, przy pH roztworu 9–11. W warunkach ciągłego mieszania z szybkością 450–1600 rpm do roztworu reakcyjnego z jonami Ca^{2+} dozuje się roztwór wodny zawierający jony fosforanowe PO_4^{3-} w czasie 30–50 min. Podczas syntezy utrzymuje się stan równowagi substratów, aż do wyczerpania i wytrącenia osadu z nanometrycznej wielkości cząstkami krystalicznymi hydroksyapatytu. Następnie osad oczyszcza się przez wielokrotne odwirowanie z prędkością 3500–4000 rpm w czasie 2–5 min przemiennie z przemywaniem wodą dejonizowaną do uzyskania odczynu obojętnego i poddaje suszeniu w czasie 24–72 h w temperaturze nie wyższej niż 90°C.

(17 zastrzeżeń)

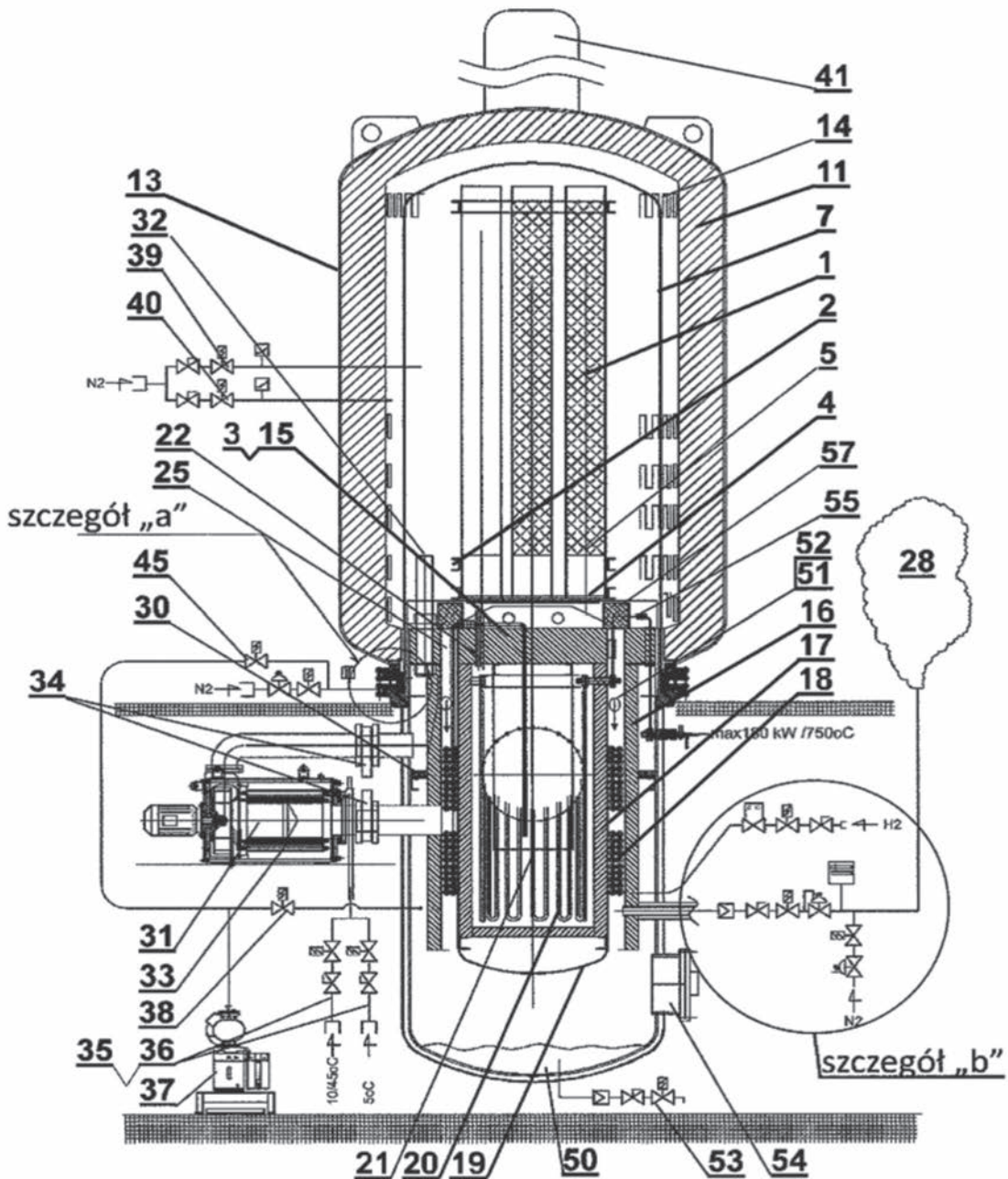
Zgł. nr 442531; C21B 13/04
OLEJNIK JÓZEF, Świebodzin
Olejniki J., Fajak W.

Sposób termicznej redukcji tlenków żelaza z użyciem wodoru oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób termicznej redukcji tlenków żelaza z użyciem wodoru oraz urządzenie do tego procesu. Sposób wg wynalazku polega na tym, że termiczną redukcję tlenków żelaza przeprowadza się w dwóch wydzielonych technologicznie i szczelnie zamkniętych przestrzeniach, a mianowicie w zbiorniku (13) pieca kołpakowego (11) oraz w retorcie (7), która jest

usytuowana w zbiorniku pieca kołpakowego (11), bezpośrednio na zbiorniku ciśnieniowym. Z kolei urządzenie wg wynalazku jest wyposażone: w piec kołpakowy (11) z trzonem podporowym (3) do osadzania kontenera (2) wsadu (1) w retorcie (7), natomiast poniżej trzonu (3), wewnątrz współosiowo usytuowanego cylindra termicznego (16), jest także współosiowo osadzony cylinder termiczny (17) z wewnętrzną nagrzewnicą wodoru (20) w obudowie nośnej (19), przy czym pomiędzy ściankami cylindrów termicznych (16) i (17) jest osadzony pierścieniowy wymiennik ciepła (18), a ponadto do nagrzewnicy wodoru (20), za pośrednictwem wymiennika (18), jest przyłączona linia doprowadzenia wodoru.

(15 zastrzeżeń)



Zgł. nr 442444; C08L 67/04**POLITECHNIKA RZESZOWSKA IM. IGNACEGO ŁUKASIEWICZA,
Rzeszów
Zarzyka I., Hęclik K., Dobrowolski L., Krzykowska B.***Biokompozyt polimerowy na osnowie kwasu poli(3-hydroksymasłowego), sposób wytwarzania tego biokompozytu oraz jego zastosowanie*

Przedmiotem zgłoszenia jest biokompozyt wg wynalazku, który charakteryzuje się tym, że napelniacz jest alifatycznym nierozgałęzionym poliuretanem łańcuchowym, uzyskany w reakcji butano-1,4-diolu i 1,6-diizocyjanianu heksametylenu, a jego zawartość w masie biokompozytu wynosi 5–20% mas. Zgłoszenie obejmuje też sposób wytwarzania tego kompozytu. Sposób ten charakteryzuje się tym, że w pierwszym etapie homogenizuje się ze sobą 80–95% mas. kwasu poli(3-hydroksymasłowego) oraz 5–20% mas. napelniacza w postaci alifatycznego nierozgałęzionego poliuretanu łańcuchowego, po czym przechodzi się do drugiego etapu, w którym zhomogenizowaną mieszaninę wprowadza się do wyciarkarki i prowadzi się jej wyciarcanie z prędkością 300–350 rpm, przy czym podczas wyciarcania zasobnik wyciarkarki utrzymuje się w temp. 20–22°C, jej I strefę w temp. 124–134°C, II strefę w temp. 134–136°C, III strefę w temp. 135–136°C, IV strefę w temp. 148–149°C, V strefę w temp. 146–148°C, VI strefę w temp. 153–170°C, VII strefę w temp. 148–167°C, VIII strefę w temp. 170–179°C, a jej głowicę w temp. 172–176°C. Przedmiotem zgłoszenia jest również zastosowanie biokompozytu do produkcji biodegradowalnych artykułów jednorazowego użytku, w tym opakowań, sztućców, talerzyków oraz materiałów medycznych.

(10 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442446; C21D 1/20**POLITECHNIKA WARSZAWSKA, Warszawa
Wasiak K., Świątnicki W., Łukaszewicz G., Marciniak S.***Sposób obróbki cieplnej stalowych elementów złącznych do połączeń sprężanych oraz śruba otrzymana tym sposobem i jej zastosowanie*

Zgłoszenie dotyczy sposobu obróbki cieplnej stalowych elementów złącznych do połączeń sprężanych oraz śruby otrzymanej tym sposobem i jej zastosowanie w konstrukcjach budowlanych, a także w konstrukcjach maszyn i pojazdów.

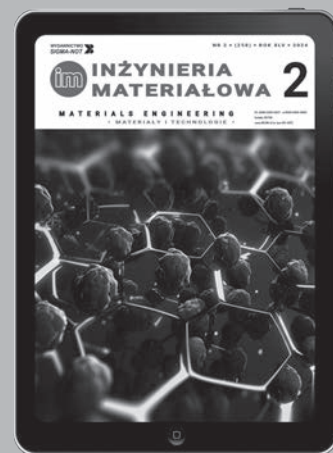
(12 zastrzeżeń)

Zgł. nr 442497; C08L 67/04**POLITECHNIKA LUBELSKA, Lublin
Tor-Świątek A., Klepka T., Garbacz T.***Sposób wytwarzania kompozycji polimerowej biodegradowalnej*

Przedmiotem zgłoszenia jest sposób wytwarzania kompozycji polimerowej biodegradowalnej w procesie wtryskiwania ślimakowego z zastosowaniem wtryskarki ślimakowej oraz formy wtryskowej, który polega na tym, że do układu uplastyczniającego wtryskarki, posiadającego 6 stref grzejnych, zasypuje się mieszaninę polilaktydu w ilości 83–89% mas., środka mikroporującego w postaci mikrosfer polimerowych o egzotermicznej charakterystyce rozkładu w formie granulatu w ilości 5–15% mas. oraz ciętych włókien lnianych o długości 2–10 mm i średnicy 0,02 mm w ilości 2–6% mas., przy czym środek mikroporujący w postaci mikrosfer polimerowych o egzotermicznej charakterystyce rozkładu składa się z 65% mas. n-pentanu i 35% mas. kopolimeru etylen/octan winylu. Następnie nagrzewa się mieszaninę w strefie pierwszej do temp. 40°C, w strefie drugiej do temp. 150°C, w strefie trzeciej do temp. 180°C, w strefie czwartej do temp. 200°C, w strefie piątej do temp. 200°C, a w strefie szóstej do temp. 200°C. Następnie wtryskuje się kompozycję pod ciśnieniem 90 MPa w czasie 3 s przez kanał wlewowy stożkowy do zamkniętego gniazda formującego formy wtryskowej o temp. 25°C, po czym chłodzi się kompozycję w zamkniętej formie wtryskowej w czasie 30 s.

(2 zastrzeżenia)

Przygotowała mgr Anna Skurzewska

**PAMIĘTAJ O PRENUMERACIE
INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ!**

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 zwielokrotniania 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 włącznie 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 zachętyl powinien być zapis potęg i indeksów. Wzory i równania (chemiczne, matematyczne, fizyczne) należy przygotować specjalnym edytorem (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) po-winny 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 po-winien 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 po-winny 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 (wersaliki), a rozwinięcie oznaczeń symboli przeniesione do podpisu. Opisywanie rysunku pełnym tekstem jest dopuszczalne tylko wtedy, gdy ma to ważne uzasadnienie merytoryczne. Jest to uwarunkowane

dążeniem redakcji, aby rsunek 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 LITERATURA 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.Ur. 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 (stylizacyjnych) oraz skracania artykułów w przypadku występowania w nich powtórzeń i rozwlekleści.

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**

PARTNERZY STRATEGICZNI



POLITECHNIKA POZNAŃSKA



PARTNERZY DZIEDZINOWI EDYCJI

PARTNERZY EDUKACYJNI

I EDYCJA TURNIEJU
PCCON

SZALONY XX WIEK

Historia komputerów i oprogramowania.
Pierwsze algorytmy AI.

DOWIEDZ SIĘ

ZAGRAJ

WYGRAJ

WEJDŹ NA

prizecharger.com

I POZNAJ SZCZEGÓŁY

PATRONAT MEDIALNY



WEŹ UDZIAŁ!





WYDAWNICTWO SIGMA-NOT 

ponad **70** LAT NA RYNKU

34 TYTUŁY

150 000 PUBLIKACJI

WYGODNY DOSTĘP
DO ARTYKUŁÓW FACHOWYCH

Bądź bardziej EKO

KORZYSTAJ Z ZASOBÓW
PORTALU INFORMACJI TECHNICZEJ

