

2.3.1. Základný výskum

Názov výsledku: Vývoj mikroštruktúry v PZT tenkých filmoch, pripravených modifikovanou sol-gel metódou.

projekt VEGA - 2/0050/08: Sol-gel procesy syntézy feroelektrických nanoprekurzorov a ich vplyv na fázové zloženie a mikroštruktúru v tenkých vrstvách

Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ (PZT) tenké filmy boli pripravené modifikovanou sol-gel metódou prekurzorov (sólou) a ich nanosením spin-coating metódou na Pt/Al₂O₃ a Pt/SiO₂/Si substráty. Výsledky RTG analýzy potvrdili, že transformácia amorfného PZT filmu na perovskitovú štruktúru nastáva po spekaní pri 650°C. Bol popísaný mechanizmus vývoja mikroštruktúry pre morfológicky rozdielne typy perovskitových častíc v 1, 2 a 3-vrstvových PZT tenkých filmoch s hrúbkou 200-500 nm na použitých substrátoch. V závislosti na aplikovaných koncentráciách sólou (0.5-1.5M) boli potvrdené tri rozdielne typy mikroštruktúry s kolumnárnou štruktúrou v priereze filmov. Výsledky ukázali, že mikroštruktúry PZT/Pt/Al₂O₃ filmov pri 1.0M koncentrácii sólu boli zložené z dvoch typov perovskitových častíc, veľkých ružíc (~ 1-5 µm) a nepravidelných kubických častíc (~ 0.5-1.5 µm). Naproti tomu boli pozorované výrazne odlišné mikroštruktúry PZT/Pt/Si/SiO₂ filmov, ktoré obsahovali malé sférické častice dvoch rozmerov (~ 40-100 nm) a (~ 0.2-1.0 µm) a ružice zložené s malých kubických častíc (~50-120 nm).

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ.: Effect of sol concentration and substrate type on microstructure formation of PZT thin films. Ceramics-Silikaty, akceptovaný D-10-00048R1, 2010. ADCA

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ.: Effect of sol concentration and substrate type on microstructure formation of PZT thin films. Ceramics-Silikaty v tlači po recenzii D-10-00048R1, 2010

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ.: Effect of sol-gel preparation method on particle morphology in pure and nanocomposite PZT thin films. Chemical papers CHP- 409-10, zaslané v tlači

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - HVIZDOŠ, - P ĎURIŠIN, J.: Effect of composite PZT thin films preparation by sol-gel method on their morphology and nanohardness. Konferencia, Lokálne mechanické vlastnostiLMV 2010, Smolenice, 10.-12.11.2010. Chemické listy, zaslané v tlači

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - ĎURIŠIN, J.: Influence of substrate on the microstructure thin PZT films prepared by spin-coating method from sol-gel precursors. Acta Metallurgica Slovaca Conference, 2010, no. 2, s.120-124

Názov výsledku: Odolnosť proti tečeniu a tepelným šokom žiarovo-lisovaných Si₃N₄-SiC kompozitov s prídavkom oxidov vzácnych zemín

VEGA 2/0156/10: Odolnosť proti tečeniu a tepelným šokom žiarovo-lisovaných Si₃N₄-SiC kompozitov s prídavkom oxidov vzácnych zemín, *zodpovedný riešiteľ: Mgr. Monika Kašiarová, PhD.*

Nanosmart, Centrum Excelentnosti SAV, *zodpovedný riešiteľ: Prof. RNDr. Ján Duszka, DrSc.*

V práci bol sledovaný vplyv rôznych spekácií prísad oxidov prvkov vzácnych zemín (La₂O₃, Nd₂O₃, Sm₂O₃, Y₂O₃, Yb₂O₃ a Lu₂O₃) na mikroštruktúru a mechanické vlastnosti Si₃N₄-SiC mikro/nano-kompozitov, vyvinutých na ÚACH SAV v Bratislave. Výsledky boli súčasne porovnávané s výsledkami získanými na referenčných monolitných Si₃N₄ materiáloch s rovnakými spekáciami prísadami. Použitie spekacie prísady a technologický režim mali za

následok tvorbu tzv. bimodálnych mikroštruktúr, kde v matrici jemnozrnných zŕn Si_3N_4 sa nachádzajú predĺžené zrná $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$. Pomer strán predĺžených $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ zŕn sa zvyšoval s klesajúcou veľkosťou iónového polomeru prvkov vzácnych zemín. Lomová húževnatosť kompozitných ako aj monolitných materiálov sa zvyšovala použitím prísad s klesajúcim iónovým polomerom RE^{3+} . Častejší výskyt mechanizmov zhúževnatenia bol pozorovaný u keramických materiálov spekaných s prísadami oxidov s menším katiónom (napr. La^{3+} , Nd^{3+}) ako u materiálov s prísadami s väčším iónovým polomerom. Pevnosť v ohybe bola vyššia pre materiály spekané s prísadami s menšou iónovou veľkosťou. Pre tieto materiály bol taktiež nameraný nižší koeficient trenia ako aj nižšia špecifická rýchlosť opotrebenia, čo súvisí s priaznivým vplyvom prvkov s menším polomerom RE^{3+} na pevnosť väzby medzi zrnami Si_3N_4 a intergranulárnou fázou. Väčšia pevnosť väzby, spolu s vyššou tvrdosťou a lomovou húževnatosťou sú dôvodom najvyššej odolnosti proti opotrebeniu materiálu dopovaného prísadou Lu. Častice SiC priaznivo vplyvajú na zníženie hodnoty koeficientu trenia, vďaka čomu je tento koeficient pre kompozity vždy nižší ako pre monolitné materiály. Pre všetky študované materiály bol pozorovaný rovnaký mechanizmus opotrebenia pozostávajúci z mechanického opotrebenia (micro-fracture) a tribochemickej reakcie. Okrem hodnôt lomovej húževnatosti dosiahli mikro/nano kompozitné $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ materiály vyššie mechanické vlastnosti v porovnaní s monolitnými Si_3N_4 materiálmi.

Vybrané publikácie:

[1] P. Tatarko, M. Kašiarová, J. Dusza, J. Morgiel, P. Šajgalík, P. Hvizdoš, Wear resistance of hot-pressed $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ micro/nanocomposites sintered with rare-earth oxide additives. *Wear*, 2010, vol. 269, s. 867-874

[2] P. Tatarko, Š. Lojanová, Ján Dusza, P. Šajgalík, Influence of various rare-earth oxide additives on microstructure and mechanical properties of silicon nitride based nanocomposites. *Materials Science and Engineering A - Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2010, vol. 527, s. 4771-4778

[3] Š. Lojanová, P. Tatarko, Z. Chlup, M. Hnatko, J. Dusza, Z. Lenčéš, P. Šajgalík, Rare-earth element doped $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ micro/nano-composites-RT and HT mechanical properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 2010, vol. 30, s. 1931-1944

[4] P. Tatarko, Š. Lojanová, J. Dusza, P. Šajgalík, Characterization of rare-earth doped $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ micro/nano-composites. *Processing and Application of Ceramics*, 2010, vol. 4, no. 1, s. 25-32

2.3.2. Aplikačný typ

Názov výsledku: Biocementy na báze kompozitov s aktívnym rozhraním kalcium fosfát-biopolymér

VEGA 2/0052/08 Biocementy na báze kompozitov s aktívnym rozhraním kalcium fosfát-biopolymér

Bol vypracovaný spôsob prípravy vysokopórovitých kompozitných systémov na báze polyhydroxybutyrát-chitosan a polyhydroxybutyrát-chitosan-calcium fosfát. Výhodou metódy je vylúčenie toxických halogénových organických rozpúšťadiel štandardne aplikovaných v príprave uvedenej polymérnej zmesi. Spôsob umožňuje získať bioaktívny kompozit s vysokým podielom (až 80 hm.%) nanokryštalického kalcium fosfátového plniva (napr.

nanohydroxyapatitu), čo výrazne zvyšuje jeho bioaktivitu. Pórovitá štruktúra s veľkosťou pórov až 100 μm zlepšuje vlastnosti kompozitu vo vzťahu k tvorbe a vrastaniu nového tkaniva po ich implantácii do živého organizmu.

MEDVECKÝ, Ľ.: Spôsob prípravy kompozitných systémov. Podaný patent č. PP 00106-2010. Úrad priemyselného vlastníctva SR 2010

Názov výsledku : Anizotrópia deformačného procesu a jej využitie pri deformačne indukovanom raste zŕn

Pomocou matematických simulačných experimentov boli optimalizované technologické a teplotné podmienky nekonvenčného valcovania nízkymi úbermi pri teplotách v oblasti brzdenia zotavovacích procesov vo ferite v izotrópných elektrotechnických oceliach s cieľom dosiahnuť maximum intenzity deformačného spevnenia v centre hrúbky plechu a minimum v podpovrchových oblastiach. Takýto deformačný stav materiálu pri následnej termickej expozícii umožňuje difúzne indukovaný kolumnárny rast feritových zŕn smerom od povrchu do centra hrúbky plechu.

Pomocou nanoindentačných skúšok boli analyzované deformačné procesy v rámci jednotlivých zrnových orientácií v kremíkovom ferite. Na základe EBSD analýzy boli selektované feritové zrná s rôznou kryštalografickou orientáciou a to: deformačnou, Gossovou a kubickou. Boli určené priebehy deformačných kriviek (krivky σ - ϵ) v jednotlivých zrnových orientáciach pomocou sférického indentora. Na základe rozdielu v priebehoch týchto kriviek pre jednotlivé kryštalografické orientácie boli optimalizované hodnoty intenzity deformácie s cieľom deformačne indukovaného rastu zŕn s kubickou resp. Gossovou kryštalografickou orientáciou na úkor zŕn s deformačnou orientáciou.

Informácie získané na základe týchto experimentov umožňujú optimalizáciu technologických parametrov valcovania izotópných elektrotechnických ocelí z pohľadu zabezpečenia gradientu intenzity deformácie po hrúbke plechu a medzi jednotlivými kryštalografickými orientáciami tak, aby sme ho využili ako hnaciu silu pohybu hraníc zŕn pri pestovaní kolumnárnych feritových zŕn s prednostne kubickou resp. Gossovou kryštalografickou orientáciou.

V rámci projektu ŠF EÚ:

„Technológia prípravy elektrotechnických ocelí s vysokou permeabilitou určených pre elektromotory s vyššou účinnosťou“. ITMS 26220220037

Výzva: 2.2 Prenos poznatkov a technológií získaných výskumom a vývojom do praxe OPVaV-2008/2.2/01-SORO

Stoyka, V. Kováč, F. Stupakov, O. Petryshynets, I.: Texture evolution in Fe-3% Si steel treated under unconventional annealing conditions, *Materials Characterization*, 61, 2010, s.1066-1073

Gavendová P., Kováč F., Stoyka V., Petryshynets I., Kvačkaj T.: Effect of temper rolling on the strain hardening of non-oriented electrotechnical steel. *Acta Metallurgica Slovaca*, Vol. 16, 2010, No.3, p. 181-186

Petryshynets I., Stoyka V., Zubko P., Gavendová P., Kováč F.: Dependence of grains hardness on crystallographic orientation in electrotechnical steels, Acta Metallurgica Slovaca Conference, 2010, no. 1, s.238-241

Názov výsledku : Únavové vlastnosti nízkouhlíkových ultra vysokopevných pokrokových ocelí

VEGA projekt č. 2/0195/09, “Únavové vlastnosti nízkouhlíkových ultra vysokopevných pokrokových ocelí“, (2009-2011)

Jedným z hlavných cieľov projektu je vývoj novej nízkouhlíkovej ocele majúcej pevnosť prinajmenšom 700 MPa s vyváženým pomerom medzi pevnosťou, ťažnosťou a únavovými vlastnosťami, určená primárne pre aplikovanie v automobilovom priemysle. Výskum je orientovaný na vyšetrenie vplyvu chemického zloženia a rôznych parametrov termomechanického a tepelného spracovania. Desať ocelí bez resp. s prísadou mikrolegúr (jedná sa v zásade o nízkouhlíkové resp. nízkolegované), boli odliate v laboratóriách “Centrum výskumu a vývoja US Steel Košice”. Bol realizovaný systematický výskum zameraný na posúdenie účinku rozdielnych spôsobov kontrolovaného valcovania/ochladzovania a vplyvu rôznych parametrov interkritického žihania ocelí a to tak v stave po valcovaní za tepla ako i studena, na mikroštruktúrne zmeny a mechanické vlastnosti ocelí. Experimentálne výsledky ukázali, že nekonvenčným procesom kontrolovaného termomechanického spracovania v kombinácii s valcovaním za studena a optimálnym spôsobom tepelného spracovania je možné získať ultra-jemnú dvojfázovú mikroštruktúru s excelentnými mechanickými vlastnosťami.

Náš výskum je zameraný aj na možnosti zlepšenia únavovej odolnosti ocelí, včítane využitia technológií povrchového inžinierstva. Experimenty prevedené na dvojfázovej ocele ukázali, že tryskanie možno považovať za alternatívnu technológiu zlepšenia únavovej životnosti ocele HDT580X na úroveň odpovedajúcej ultra vysoko pevným oceliam ($R_m > 700$ MPa).

2.3.3. Medzinárodné vedecké projekty

Názov výsledku : MNT - ERA.NET **Hard Nanocomposite Coatings – HANCOC**

V rámci projektu MNT - ERA.NET **Hard Nanocomposite Coatings – HANCOC** sa podarilo optimalizáciou podmienok nanášania PECVD WC-C povlakov karbonylovou metódou dosiahnuť nanokryštalickú štruktúru týchto povlakov, zvýšiť ich tvrdosť o 40-60% na ~28 GPa a dosiahnuť koeficienty trenia ~0.1. Súčasne boli s pomocou najnovšej AFM metódy po prvý raz zmapované na nanoúrovni elastické vlastnosti materiálu s tuhosťou nad 200 GPa.

Vybrané publikácie:

1. LOFAJ, František - NĚMEČEK, Jiří - BLÁHOVÁ, Olga. A comparative study of nanoindentation measurements on thin coatings. Chemické listy, 2010, roč. 104, s. 271-274. (0.717 - IF2009). (2010 - Current Contents). ISSN 0009-2770

2. LOFAJ, František - HVIŠČOVÁ, Petra - DUSZOVÁ, Annamária: Wear mechanism of WC-C coatings. In Metalurgija, 2010, vol. 49, no. 3, p. 215. (0.439 - IF2009). ISSN 0543-5846
3. KOTTFER, Daniel – FERDINANDY, Milan: Tenké vrstvy, FjF TUKE Edícia študijnej literatúry, Košice, 2010, 100 s. ISBN 978-80-553-0359-8. Podiel domácich autorov: 45%
4. KRÁL, Jozef - FERDINANDY, Milan - KOTTFER, Daniel - MAŇKOVÁ, Ildikó - CENIGA, Ladislav: Tribological and refractory properties of TiAl3 intermetallic alloy. In Surface Review and Letters, 2009, vol. 16, no. 4, s. 623-629. (2009 - Current Contents). ISSN 0218-625X

Podané patentové prihlášky:

1. FERDINANDY, Milan - DUSZA, Ján - LOFAJ, František: Spôsob prípravy vrstiev W, Cr, Mo, ich karbidov, nitridov, silicidov, multivrstvových a kompozitných štruktúr na pevných substrátoch a zariadenie pre ich prípravu : patentová prihláška vynálezu : Úrad Priemyselného vlastníctva SR, číslo prihlášky: PP29-2008
2. KOTTFER, Daniel - FERDINANDY, Milan - DUSZA, Ján - LOFAJ, František: Spôsob a zariadenie pre povrchovú úpravu vnútorných plôch rotačných telies : patentová prihláška vynálezu : Úrad Priemyselného vlastníctva SR, číslo prihlášky: PP85-2008. Podiel domácich autorov: 60%
3. FERDINANDY, Milan - DUSZA, Ján - LOFAJ, František - KOTTFER, Daniel: Zariadenie pre prípravu vrstiev karbidov, nitridov, silicidov, boridov W, Cr, Mo, Re, Os, Rh, Ru a multivrstvových a kompozitných štruktúr na vnútornej valcovej ploche elektricky vodivej rúry. Prihláška patentu - reg. číslo PP95 – 2009. Podiel domácich autorov: 80%
4. KOTTFER, Daniel - FERDINANDY, Milan - DUSZA, Ján - LOFAJ, František: Zariadenie pre vytváranie ochranných vrstiev na vnútorných plochách rotačných telies odparovaním látky elektrónovým lúčom. Prihláška patentu - reg. číslo PP151 – 2010. Podiel domácich autorov: 50%