

Najvýznamnejšie výsledky vedeckej práce - 2012

Základný výskum

1. Určenie mechanických vlastností sol-gel (K, Na)NbO₃ tenkých filmov nanoindentáciou z ich kompozitných hodnôt film/substrátových systémov použitím nespojitého a modifikovaného Bhattacharya modelu

Projekt VEGA 2/0024/12, Vývoj mikroštruktúry a fázová transformácia sol-gel prekurzorov bezolovnatých feroelektrických (K, Na)NbO₃ tenkých filmov, zodp. riešiteľ RNDr. H. Bruncková, PhD.

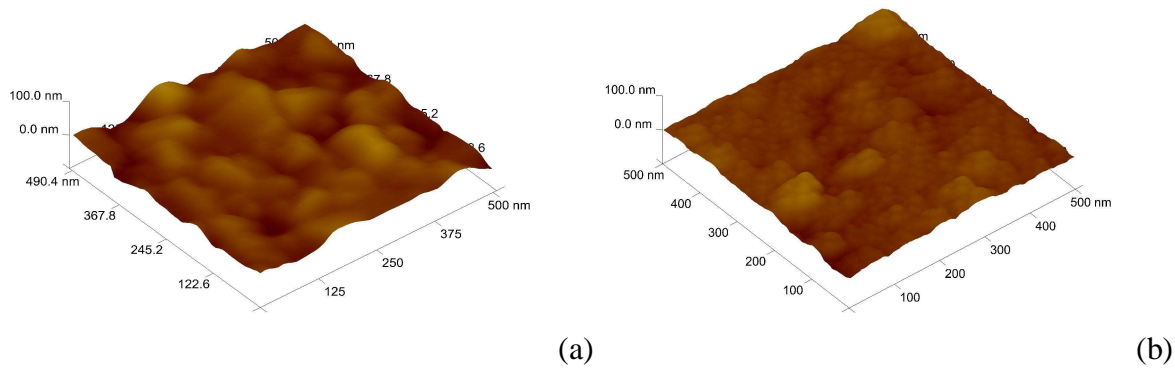
Bezolovnaté feroelektrické (K, Na)NbO₃ (KNN) tenké filmy s hrúbkou ~ 200 nm boli pripravené sol-gel/spin-coating metódou na Pt/Al₂O₃ a Pt/SiO₂/Si substrátoch a spekaním pri 650 °C. Výsledky potvrdili vznik čistej perovskitovej K_{0.65}Na_{0.35}NbO₃ fázy na Pt/SiO₂/Si substráte, pričom film na Pt/Al₂O₃ obsahuje malé množstvo sekundárnej pyrochlórovej Na₂Nb₈O₂₁ fázy. Homogénna mikroštruktúra filmu na Si substráte je hladšia s nižšou drsnosťou (~ 7.4 nm) a obsahuje sférické nanočastice (~ 50 nm) oproti filmu na alumina substráte s vyššou drsnosťou (~ 15 nm) a kubickými časticami (~ 100 nm).

Mechanické vlastnosti (elastický modul (E) a tvrdosť (H)) kompozitných film/substrátových (KNN/Pt/Al₂O₃ a KNN/Pt/SiO₂/Si) systémov boli charakterizované nanoindentáciou. Po prvýkrát boli určené mechanické vlastnosti sol-gel KNN filmov a vzťah medzi nimi, fázovým zložením a morfológiou nanočastíc povrchu filmov. Elastický modul (E_f) a tvrdosť (H_f) filmov boli vypočítané z ich kompozitných hodnôt použitím nespojitého (Zhou-Prorok) modelu pre E_f a modifikovaného Bhattacharya (Huang-CHang) modelu pre H_f. Zistili sme, že vypočítaný elastický modul KNN filmu (91 GPa) je vyšší na Pt/Al₂O₃ substráte v porovnaní s filmom (71 GPa) na Pt/SiO₂/Si substráte a hodnoty tvrdosti filmov sú rovnaké (4.5 GPa) na oboch substrátoch.

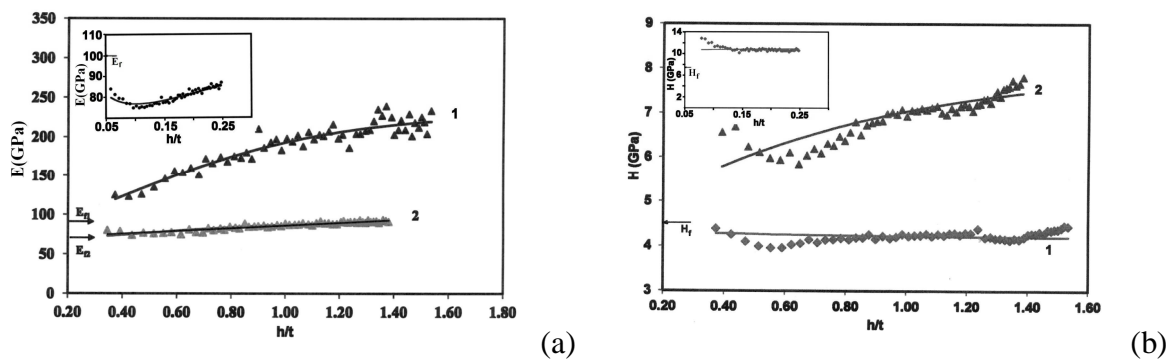
BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, L. - HVIŽDOŠ, P.: Effect of the substrate on phase formation and surface morphology of sol-gel lead-free KNbO₃, NaNbO₃, and K_{0.5}Na_{0.5}NbO₃ thin films. Chemical Papers, 66, 2012, p.748-756.

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, L. - HVIŽDOŠ, P.: Effect of substrate on microstructure and mechanical properties of sol-gel prepared (K, Na)NbO₃ thin films. Materials Science & Engineering B 178, 2013, p.254-262, DOI: 10.1016/j.mseb.2012.12.003.

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, L. - HVIŽDOŠ, P. - ĎURIŠIN, J.: Microstructure of NaNbO₃ thin films prepared by sol-gel method on alumina and silicon substrates. In: Fraktografia - Fractography 2012. International conference. Book of abstracts. Stará Lesná, 21.-24.10.2012. Košice : ÚMV SAV 2012, p.22.



Obr. 1 3D AFM morfológia povrchu častíc KNN filmu na (a) Pt/Al₂O₃ a (b) Pt/SiO₂/Si substráte.



Obr. 2 (a) Elastický modul (E) a (b) tvrdosť (H) kompozitných film/substrátových systémov (1) KNN/Pt/Al₂O₃, (2) KNN/Pt/SiO₂/Si a SiO₂/Si v závislosti od normalizovanej hĺbky (h/t).

2. Štruktúrne a creepové charakteristiky martenziticko/austenitických zvarových spojov

Projekt VEGA 2/0128/10, Degradácia a porušovanie heterogénnych zvarových spojov P92/316H s prídavným materiálom na báze Ni, zodp. riešiteľ Ing. A. Výrostková, CSc.

V záverečnej etape riešenia projektu VEGA boli dokončené dlhodobé creepové skúšky (ca. do 20000 h) martenziticko/austenitických zvarových spojov s následnou štruktúrnou analýzou a vyhodnotením deformačných a lomových charakteristík. Vzhľadom na relatívne vysoké vypočítané hodnoty creepových aktivačných energií (ca. 700 kJ/mol) a napätových exponentov (ca. 7) je možné predpokladať, že prevládajúcim deformačným mechanizmom pri zvolených creepových podmienkach je termálne aktivovaný dislokačný sklz. Spôsob porušovania pri dlhodobom creepe je charakterizovaný porušením typu IV v jemnozrnej interkritickéj teplom-ovplyvnenej oblasti (ICHAZ – z angl. intercritical heat-affected zone) martenzitickej časti skúmaných zvarových spojov. Toto porušenie nastáva následkom lokálnej akcelerácie štruktúrnej degradácie v uvedenej oblasti počas teplotného cyklu zvárania (t.j. nežiadúce zjemnenie zrna pri čiastočných fázových transformáciách ($a\phi \rightarrow a \rightarrow g$, $g \rightarrow a$) pri súčasnom účinku tzv. dvojnásobného popustenia pôvodného nepretransformovaného martenzitu) a následnej creepovej expozície (rozvoj procesov dynamického zotavenia subštruktúry sprevádzaný poklesom dislokačnej hustoty ako aj hrubnutím sekundárnych častíc precipitujúcich fáz). Interkryštalový lomový mechanizmus bol iniciovaný prednostným rastom creepových kavít v blízkosti hrubších precipitátov na hraniciach jemných polyedrických feritických zŕn zmäkčenej ICHAZ oblasti. Meranie tvrdosti naprieč zvarovým

spojom preukázalo koreláciu medzi lokálnym poklesom pevnostných vlastností a miestom porušenia pri creepe.

FALAT, L. - SVOBODA, M. - VÝROSTKOVÁ, A. - PETRYSHYNETS, I. - SOPKO, M.: Microstructure and creep characteristics of dissimilar T91/TP316H martensitic/austenitic welded joint with Ni-based weld metal. *Materials Characterization*, 72, 2012, s.15-23.

FALAT, L. - VÝROSTKOVÁ, A. - KEPIČ, J. - ČIRIPOVÁ, L.: The influence of isothermal annealing on degradation of mechanical properties of homogeneous weldment of the 9Cr-Mo steel. *Chemické listy*, 106, 2012, s.405-406.

3. Vlastnosti tenkých povlakov deponovaných dvoma PVD metódami na rýchloreznú ocel' vyrobenú práškovou metalurgiou

Projekt VEGA 2/0060/11, Výskum vlastností kompozitných povlakov aplikovaných modernými PVD technológiami na nástrojoch práškovej metalurgie, zodp. riešiteľ Ing. Dagmar Jakubéczyová, CSc.

Na podkladový materiál rýchloreznej ocele vyrobený práškovou metalurgiou (PM) boli aplikované tenké a tvrdé povlaky dvoma PVD metódami - technológiou Arc tzv. monovrstva AlTiCrN a modernou LARC®-Technology nanokompozitný povlak typu nc-AlTiN/Si₃N₄ (ďalej nACo). Skúšobné vzorky boli podrobené vybraným testovacím metódam: drsnosť, mikrotvrdosť, kalotest, koncentračný profil (analýza GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) a tribotest (Pin-on-Disc).

Aplikáciou povlakov na základný PM materiál (východzia drsnosť Ra ~ 5 nm) sa zvýšila drsnosť 3,5 až 7- násobne, čo je sprievodným javom PVD depozície a na povrchu povlakov bolo namerané 2-násobné zvýšenie mikrotvrdości oproti základnému materiálu.

Technologické skúšky čelného sústruženia (podľa normy STN ISO 3685-1999 „Skúšanie trvanlivosti sústružníckych nástrojov s jednou reznou hranou“ - tzv. dlhodobá rezná skúška) ukázali, že testované PM rezné materiály s povlakom AlTiCrN a nanokompozitom nACo dosiahli 2 až 3-krát vyššiu životnosť ako ekvivalentné materiály bez aplikovaných povlakov.

Taktiež rezné PM nástroje sú progresívnym rezným materiálom, čo dokazuje výsledok, že dosiahli 3-násobne vyššiu životnosť ako nástroje ekvivalentného zloženia vyrobené konvenčnou tavnou metalurgiou. Na základe vykonaných skúšok a ich výsledkov sa dokázalo, že aplikácia predmetných povlakov a taktiež aj rezné nástroje bez povlakov vyrobené práškovou metalurgiou sú vhodnými materiálmi pre oblasť tvarového obrábania pri nízkych rezných rýchlostiach a hlavne ak je potrebné dosiahnuť vysokú rozmerovú presnosť.

Opodstatnenie tohto testu spočíva v možnosti využitia rezných nástrojov z PM rýchloreznej ocele na určité druhy operácií, pri ktorých je využitie rezných materiálov ako sú rezná keramika a spekané karbidy obťažne alebo z finančného hľadiska nevýhodné.

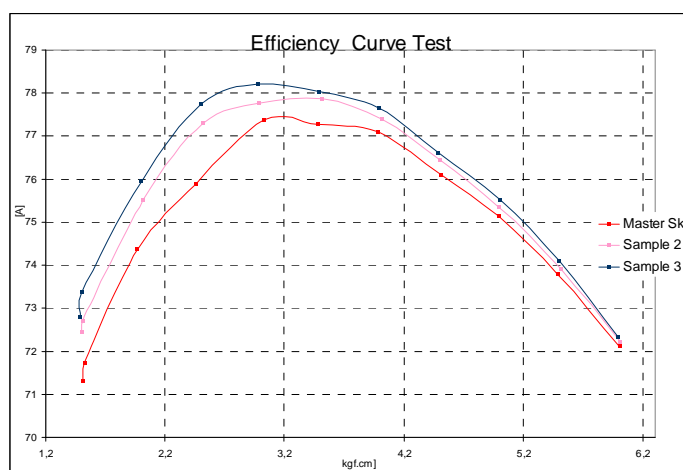
JAKUBÉCZYOVÁ, D.- HVIŽDOŠ, P.- SELECKÁ, M.: Investigation of thin layers deposited by two PVD techniques on high speed steel produced by powder metallurgy. *Applied Surface Science*, 258, 2012, s. 5105-5110 (impact fac. =1,616 v r.2012)

Aplikačný typ

1. Spracovanie elektrotechnickej ocele pre elektromotory s vyššou účinnosťou

Projekt ITMS 26220220064, Centrum výskumu účinnosti integrácie kombinovaných systémov obnoviteľných zdrojov energií, zodpovedný riešiteľ RNDr. F. Kováč, CSc., autori výsledku: F.Kováč, I. Petryshynets

Bol navrhnutý technologický postup tepelného spracovania segmentov elektromotora, založený na využití procesu deformačne indukovaného rastu feritových zŕn s cieľom zvýšenia intenzity kubickej a gossovej textúrnej komponenty. Na dvoch elektromotoroch obsahujúcich segmenty statorov a rotorov tepelne spracovaných na ÚMV dynamickým režimom zameraným na využitie procesu deformačne indukovaného pohybu hraníc zŕn, boli realizované podľa EN 12900 merania vplyvu krútiaceho momentu na účinnosť elektromotora. Na obr. sú zaznamenané namerané údaje v porovnaní s výsledkami referenčného etalónu pre daný typ elektromotora. Z nameraných údajov vyplýva závažný fakt, že v celom záťažovom intervale skúšané elektromotory vykazovali vyššiu účinnosť.



Obr. 3 Namerané hodnoty účinnosti elektromotorov pre zvolené úrovne záťaže (segmenty elektromotorov č. 2, 3 boli tepelne spracované na ÚMV SAV, master Sk- etalón).

2. Spôsob prípravy biocementovej zmesi obsahujúcej nanokryštalický monetit

VEGA 2/0026/11: Kompozitné systémy biocement-biopolymér s povrchovo aktívnymi aditívami, zodpovedný riešiteľ Ing. L. Medvecký, PhD.

Bol vyvinutý nový spôsob prípravy tetrakalcium fosfátového biocementu s nanokryštalickým monetitom s finálnou tlakovou pevnosťou približne 40 MPa a redukovanou hodnotou pH cementovej pasty do 8.4, čo zabezpečuje zníženie dráždivosti okolitého tkaniva cementom v počiatkových štádiách jeho aplikácie. Uvedená cementová prášková zmes bude využitá na prípravu atestovanie kompozitných systémov s biopolymérnou zložkou.

The new method of the preparation of tetracalcium phosphate biocement with nanocrystalline monetite was developed. The final compressive strength was around 40 MPa and the pH value of cement paste was reduced down to 8.4, which ensures lowering of the surrounding tissue irritation during first stages of cement applying. The given cement powder mixture will be utilized on the preparation and testing composite systems with biopolymer component.

MEDVECKÝ, L.: Spôsob prípravy prekursorovej zmesi kalcium fosfátových cementov. Patentová prihláška PP 00049-2012

Medzinárodné vedecké projekty

1. Tribologické vlastnosti nanokompozitov na báze Si_3N_4 s uhlíkovými nanofázami

Projekty COST MP0701 a VEGA 2/0120/10 Tribologické vlastnosti keramických nanoštruktúrnych kompozitov“, zodpovedný riešiteľ RNDr. P. Hvizdoš, CSc.

V spolupráci s Ústavom technickej fyziky a materiálových vied Maďarskej akadémie vied v Budapešti bol pripravený a charakterizovaný rad nanokompozitných materiálov na báze Si_3N_4 s uhlíkovými nanotrubičkami a ako aj s grafénovými nano-platničkami.

Medzi prvými na svete sa nám podarilo zistiť a publikovať, že uhlíkové nanoplatničky môžu výrazne zvýšiť lomovú húževnatosť nitridu kremičitého a spolu s CNT vplyvajú na tribologické vlastnosti, a to tak, že u materiálov so zlepšenou lomovou húževnatosťou sa zvýšila oteruvzdornosť. U kompozitu Si_3N_4 s 3 % grafénu sa oteruvzdornosť zvýšila oproti monolitnému materiálu až trojnásobne. Vyššie množstvá CNT (nad 3 %) viedli k znižovaniu koeficientu trenia. V prípade Si_3N_4 -5%CNT bola pri polovičnom koeficiente trenia zároveň zaznamenaná uspokojivá oteruvzdornosť.

Aktuálnosť problematiky dokazuje citovanosť relevantných publikácií (č. 2 – 5 citácií, č. 3 – 1 citácia).

1. HVIZDOŠ, Pavol - PUCHÝ, Viktor - DUSZOVÁ, Annamária - DUSZA, Ján - BALÁZSI, Csaba. Tribological and electrical properties of ceramic matrix composites with carbon nanotubes. In *Ceramics International*, 2012, vol. 38, p. 5669-5676. (1.751 - IF2011). (2012 - Current Contents). ISSN 0272-8842. Typ: ADCA

2. KVETKOVÁ, Lenka - DUSZOVÁ, Annamária - HVIZDOŠ, Pavol - DUSZA, Ján - KUN, Péter - BALÁZSI, Csaba. Fracture toughness and toughening mechanisms in graphene platelet reinforced Si_3N_4 composites. In *Scripta Materialia*, 2012, vol. 66, p. 793-796. (2.699 - IF2011). (2012 - Current Contents). ISSN 1359-6462. Typ: ADCA – 5 citácií

3. DUSZA, Ján - MORGIEL, Jerzy - DUSZOVÁ, Annamária - KVETKOVÁ, Lenka - NOSKO, Martin - KUN, Péter - BALÁZSI, Csaba. Microstructure and fracture toughness of Si_3N_4 + graphene platelet composites. In *Journal of the European Ceramic Society*, 2012, vol.32, p.3389-3397. (2.353 - IF2011). (2012 - Current Contents). ISSN 0955-2219. Typ: ADCA – 1 citácia

2. Makro, mikro a nano aspekty obrábania

Projekt: 7. RP EÚ PITN-GA-2008-211536 Macro, Micro and Nano Aspects of Machining (MAMINA), zodpovedný riešiteľ Ing. Karel Sakls, DrSc.

V rámci projektu MAMINA bolo hodnotené obrábanie novej zliatiny na báze titánu (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo) v podmienkach konvenčného aj vysokorýchlostného obrábania. Na základe týchto experimentov bol u tejto zliatiny navrhnutý najoptimálnejší proces trieskového opracovania aj s ohľadom na životnosť sústružníckych nožov. Triesky z obrábacieho experimentu boli podrobené komplexnej mikroštruktúrnej, geometrickej a chemickej analýze.

Ukázalo sa, že tri rôzne prístupy použité k zlepšeniu rezných vlastností týchto zliatin: (1) aplikácia pokročilých obrábacích techník; (2) výroba nových typov obrábacích nástrojov s predĺženou životnosťou a (3) vývoj nových legovaných zliatin s lámavou trieskou, ktoré boli aplikované v podmienkach priemyselných partnerov projektu, dokážu znížiť náklady na obrábanie skúmaných zliatin znížiť až o 20 %.

OSTROUSHKO, D. - SAKSL, K. - SIEMERS, C. - ŘÍHOVÁ, Z.: Chips of Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo alloy - a detailed geometry study, World Academy of Science, Engineering and Technology, 2012, 68, s.2029-2032

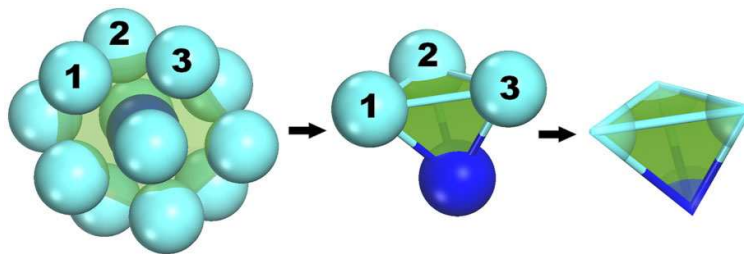
ŘÍHOVÁ, Z. - SAKSL, K. - SIEMERS, C. - OSTROUSHKO, D.: Analyses of wear mechanisms occurring during machining of the titanium alloy Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, World Academy of Science, Engineering and Technology, 2012, 68, s. 2017-2020

3. Vplyv atómového zoskupenia na schopnosť zliatin tvoriť amorfnú fázu

Projekt VEGA 2/0167/10, Štruktúrna stabilita nanokryštalických kovových materiálov pripravených progresívnou práškovou technológiou, zodp. riešiteľ Ing. J. Ďurišin, CSc.

L. Yang, G. Guo, L. Chen, C. Huang, T. Ge, D. Chen, P. Liaw, K. Saksl, Y. Ren, Q. Zeng, B. Laqua, F. Chen, and J. Jiang: Atomic-Scale Mechanisms of the Glass-Forming Ability in Metallic Glasses Physical Review Letters, 109, 2012, pp.105502, IF: 7.370

V publikovanej vedeckej práci bol po prvý krát preukázaný vplyv efektívneho atómového zoskupenia v na schopnosť zliatin tvoriť amorfnú fázu. Práca navrhuje nové postupy pri vyhľadávaní kovových zliatin, schopných tvoriť objemné kovové sklá.



Obr. 4 Hustota atómov vo Voronoi-ho klastroch.