

Najvýznamnejšie výsledky vedeckej práce - 2014

Základný výskum

1.

Názov výsledku: Anizotropia mechanických vlastností WC zŕn v WC - Co

Projekt VEGA 2/0122/12 "Mechanické vlastnosti zubnej skloviny a syntetických zubných výplní" a CE SAV CLTP-MREC "Centrum fyziky nízkych teplôt a materiálového výskumu v extrémnych podmienkach", zodpovedný riešiteľ: Prof. RNDr. Ján Dusza, DrSc.

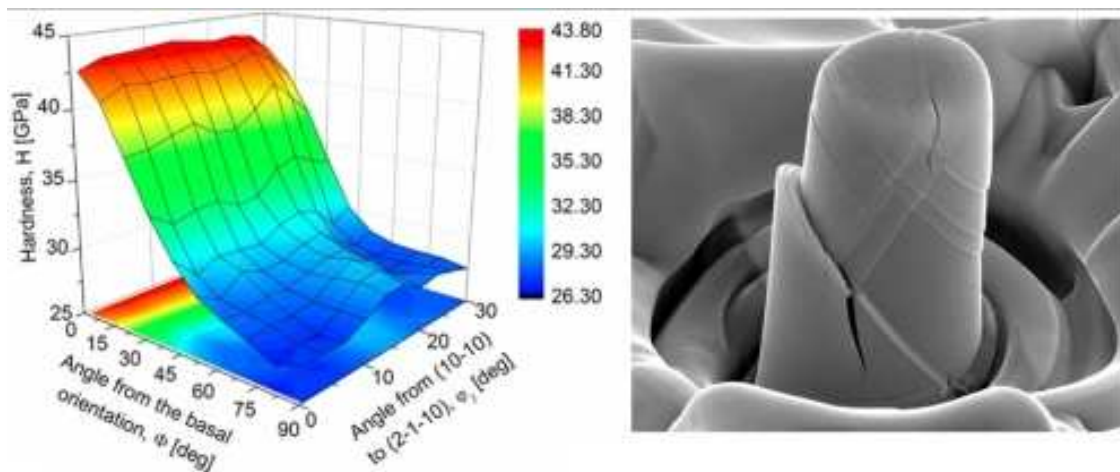
Pri skúmaní anizotropie deformácie v WC zrnách pomocou tlakovej skúšky na mikropilieroch a nanoindentácie bola v kompozitných WC-Co systémoch zistená podstatne vyššia tvrdosť, elastický modul a medza pevnosti na zrnách s bazálnou orientáciou v porovnaní s prizmatickou orientáciou. Orientačne závislé deformačné mechanizmy boli dané do súvisu s aktiváciou $\{10\cdot10\}\langle11\cdot23\rangle$ sklzového systému. Aktivácia tohoto systému spôsobuje efekty sinking-in na bazálnych rovinách a pile-up na prizmatických rovinách. Súčasne bol navrhnutý teoretický model na popis anizotropie tvrdosti a morfológie povrchu v okolí vtláčku s ohľadom na efekt sinking-in, ktorý je založený na určení kritického napätia na aktiváciu poklzu dislokácií v WC.

1.) T. Csanádi, M. Bľanda, A. Duszová, N.Q. Chinh, P. Szommer, J. Dusza. Deformation characteristics of WC micropillars, *J. Eur. Ceram. Soc.* 34 (2014) 4099-4103.

2.) M. Blanda, A. Duszová, T. Csanádi, P. Hvizdoš, F. Lofaj, J. Dusza. Indentation fatigue of WC grains in WC - Co composite. *J. Europ. Ceram. Soc.* 2014; 34: 3407-12.

3.) M. Blanda, A. Duszová, T. Csanádi, P. Hvizdoš, F. Lofaj, J. Dusza. Indentation hardness and fatigue of the constituents of WC - Co composites, *Int. J. Refract. Met. Hard. Mater.*, (2014), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrm.2014.09.021>

4.) T. Csanádi, M. Bľanda, N.Q. Chinh, P. Hvizdoš, J. Dusza. Orientation-dependent hardness and nanoindentation-induced deformation mechanisms of WC crystals, *Acta Mater.* 83(2015) 397-407.



Vplyv orientácie WC na tvrdosť –a, a defomačné mechanizmy v WC počas skúšky mikropilára - b

2.

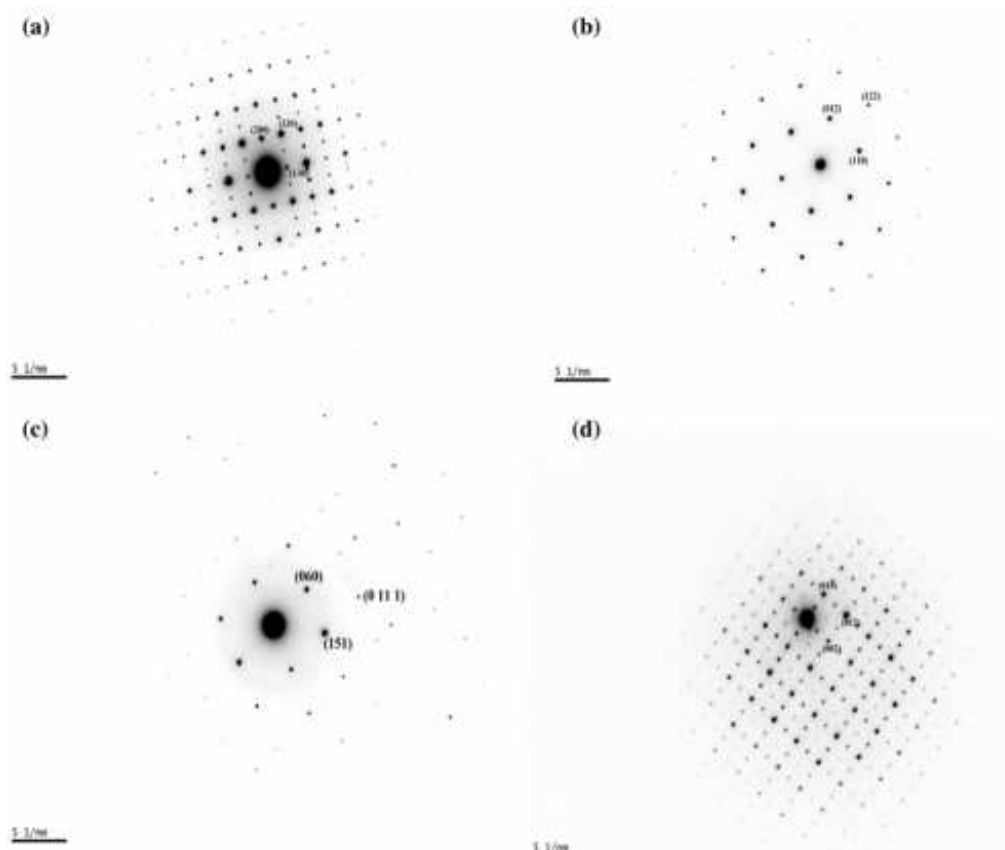
Názov výsledku: Fázové zloženie a štruktúra sol-gel $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ prekurzorov perovskitovej keramiky

Projekt VEGA 2/0041/14 “Fázové transformácie v sol-gel $\text{R}_{1/3}(\text{Nb},\text{Ta})\text{O}_3$ keramike a tenkých filmoch na báze prvkov vzácnych zemín”, zodpovedný riešiteľ: RNDr. Helena Bruncková, PhD.

$\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ (LT) prekurzory boli pripravené novou polymérnou komplexnou sol-gel metódou pomocou Ta-vínných komplexov v rozdielnom rozpúšťadle (etanole a metanole) a kalcináciou pri nízkych teplotách 750-1050°C. Modifikované vínne komplexy boli použité namiesto klasických citrátových pre LT prekurzory perovskitovej keramiky, ktoré boli charakterizované DSC/TG, RTG, SEM a TEM analýzami, FTIR a Raman spektrami.

Výsledky RTG a TEM analýz potvrdili rovnaký mechanizmus fázovej transformácie z amorfnej a metastabilnej ortorombickej $\text{La}_{4.67}\text{Ta}_{22}\text{O}_{62}$ fázy pri 900°C na perovskitovú tetragonálnu $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ pri 1050°C v oboch médiach. Analýza častíc prostredníctvom HRTEM a SAED difraktogramov verifikovala koexistenciu minoritných fáz pri 900°C a to pyrochlórovej monoklinickej LaTaO_4 (sférické 20 nm zhluky častíc) a perovskitovej $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ (obdĺžnikové nanočastice) a ich koherentné domény so šírkou 5 nm prepojené s majoritnou ortorombickou $\text{La}_{4.67}\text{Ta}_{22}\text{O}_{62}$ fázou (kubické 40 nm klastre).

V sol-gel LT vínných prekurzoroch pri 1050°C bola po prvýkrát potvrdená perovskitová $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ fáza a multidoménnová štruktúra supermriežky $\text{La}_{2/3}\text{Ta}_2\text{O}_9$.



Difraktogramy $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ prekursorov po kalcinácii pri 900°C (a) metastabilná $\text{La}_{4.67}\text{Ta}_{22}\text{O}_{62}$, (b) perovskitová $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ a (c) LaTaO_4 fázy a (d) multidoménová $\text{La}_{2/3}\text{Ta}_2\text{O}_9$ štruktúra.

1. BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - ĎURIŠIN, J. - HVIŽDOŠ, P. - GIRMAN, V.: Structural properties and phase transformation of sol-gel prepared lanthanum tantalates. *Journal of Materials Science*, 49, 2014, 8423-8435.
2. BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - ĎURIŠIN, J. - GIRMAN, V.: Phase transformation and particle morphology of perovskite $\text{La}_{1/3}\text{TaO}_3$ precursors prepared by polymeric tartrate complex sol-gel method. *Materials Letters*, 115, 2014, 184-186.
3. BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - HVIŽDOŠ, P. - GIRMAN, V.: Effect of solvent on phase composition and particle morphology of lanthanum niobates prepared by polymeric complex sol-gel method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 69, 2014, 272-280.
4. BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - ĎURIŠIN, J. - HVIŽDOŠ, P.: Particle morphology of perovskite lanthanum tantalate prepared by polymeric complex sol-gel method. *Powder Metallurgy Progress*, 14, 2014, no. 4, 215-221.
5. KABÁTOVÁ, M. - DUDROVÁ, E. - BRUNCKOVÁ, H.: Microstructure of composites based on phosphated iron powder. *Materials Science Forum*, 782, 2014, 495-498.
6. BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - ĎURIŠIN, J. - HVIŽDOŠ, P.: Particle morphology of perovskite lanthanum tantalate prepared by polymeric complex sol-gel

method. In: DFPM 2014. International conference Deformation and fracture in PM materials. Book of abstracts. Stará Lesná, 26.-29.10.2014. Ed. B. Ballóková a kol.. Košice : IMR SAS 2014, 48.

7. BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, L. – HVIŽDOŠ, P.- ĎURIŠIN, J. – GIRMAN, V.: Phase transformation of pyrochlore lanthanum niobate prepared by polymeric tartrate complex sol-gel method. Materials Letters, 2014, zaslané v tlači.

3.

Názov výsledku: Príprava a celková charakterizácia magneticky mäkkého kompozitu na báze FeSi a modifikovaného polyméru

Projekt APVV-0222-10 “Magneticky mäkké kompozity pozostávajúce z feromagnetických práškových častíc povlakovaných elektroizolačnou vrstvou”, zodpovedný riešiteľ: Doc. Ing. Eva Dudrová, CSc.

Za najvýznamnejší výsledok v roku 2014 v oblasti základného výskumu bola vybratá práca:

M. Strečková, J. Füzér, L. Kobera, J. Brus, M. Fáberová, R. Bureš, P. Kollár, M. Lauda, L. Medvecký, V. Girman, H. Hadraba, M. Bat'ková, I. Bat'ko, A comprehensive study of soft magnetic materials based on FeSi spheres and polymeric resin modified by silica nanorods Materials Chemistry and Physics, 147 (2014) 649-660

V práci je detailne preštudovaný nový typ kompozitného materiálu a to od chemickej prípravy polyméru dopovaného nanočasticami SiO₂ vo forme nano-tyčínok, cez prípravu povlakovaného hybridného práškového materiálu FeSi/PFRGT až po záverečné testovanie mechanických, elektrických a magnetických vlastností. V práci je vizualizovaná doménová štruktúra substrátu FeSi a povlakovaných FeSi častíc hybridným polymérom pomocou AFM a MFM mikroskopie. Výsledný kompozitný materiál patrí do skupiny mechanicky odolných magneticky mäkkých materiálov s hodnotou Vickersovej tvrdosti HV/10 - 92.32, TRS - 71.05, hustote 6.35 g/cm³, elektrickým odporom 1x10⁸ μΩ.m a koerčitivným poľom 0.1-0.2 kA/m.

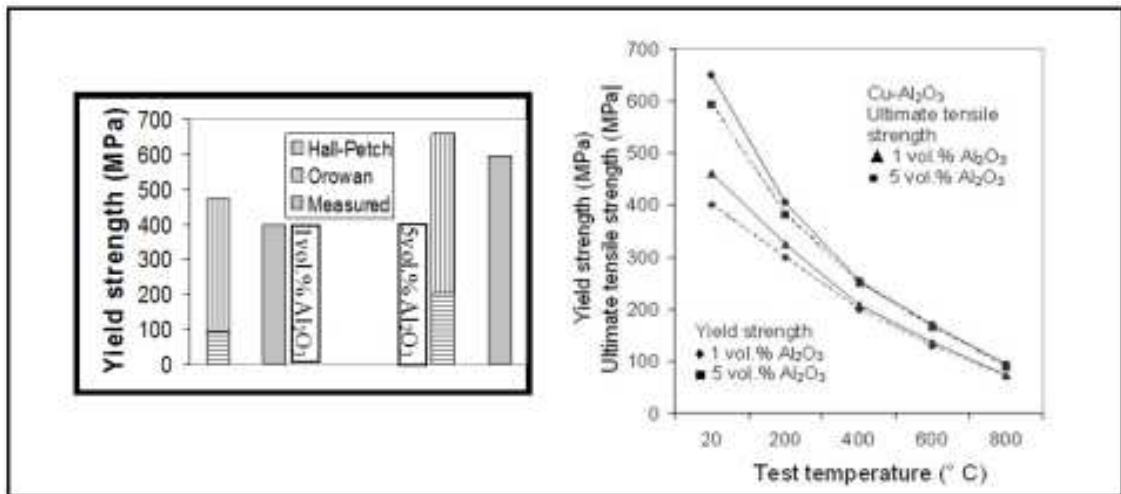
M. Strečková, J. Füzér, L. Kobera, J. Brus, M. Fáberová, R. Bureš, P. Kollár, M. Lauda, L. Medvecký, V. Girman, H. Hadraba, M. Batkova, I. Batko. A comprehensive study of soft magnetic materials based on FeSi spheres and polymeric resin modified by silica nanorods. Materials Chemistry and Physics 147 (2014) 649-660.

4.

Názov výsledku: Mechanizmy spevňovania v nanokryštalickej Cu s Al₂O₃

Projekt VEGA 2/0128/13 “Štúdium štruktúry a teplotnej stability kovových skiel a nanokryštalických materiálov”, zodpovedný riešiteľ: Ing. Juraj Ďurišin, CSc.

Medzu sklzu v nc Cu spevnenej nanočasticami γAl₂O₃ možno s 90 %-nou presnosťou predikovať súčtom príspevku spevnenia podľa Hall-Petcha a príspevku spevnenia podľa Orowana. Majoritným príspevkom je spevnenie zrnom/kryštalitmi. Nižšie reálne hodnoty pevnosti sú dôsledkom prítomnosti “štruktúrnych nedokonalostí” v zhutnených práškových materiáloch.



Pevnostné charakteristiky sú výrazne ovplyvnené teplotou skúšky. Veľkosť zrna/kryštálov Cu matrice, meraná in situ, počas teplotnej exploatácie ostáva v celom teplotnom intervale takmer nezmenená. Dochádza k poklesu hustoty dislokácií, no aj napriek tomu dosahuje vysoké hodnoty. Konvergencia medze sklzu a medze pevnosti s rastúcou teplotou je pravdepodobne spojená so zmenou mechanizmu pohybu dislokácií.

Nc Cu kompozity po žíhaní (800°C/1h/vzduch) charakterizuje excelentná odolnosť voči mäknutiu a teplotná stabilita pevnosti do 0,74T tav.m. Štruktúrne charakteristiky sa revitalizujú vďaka teplotne indukovaným dislokáciám v dôsledku výrazne rozdielnych hodnôt CTE a EM matrice a častíc. Hlavným prínosom dostatočného množstva vysoko teplotne stabilných nano častíc disperzoidu je silný kotviaci efekt hraníc zrn/kryštálov, ktorý potláča rekryštalizáciu.

M. Orolínová, J. Ďurišin, K. Ďurišinová, Z. Danková, M. Besterci, M. Ďurišin, J. Szabó. Strengthening mechanisms in the nanocrystalline Cu with Al₂O₃. *Kovové Materiály* 52 (2014) 395-402.

5.

Názov výsledku: Využitelnosť vyvinutej termodynamickej databázy na určovanie podielov fáz v rovnováhe.

Projekt VEGA 2/0153/12 "Termodynamický opis systémov B-Cr a Fe-B-Cr", zodpovedný riešiteľ: RNDr. Viera Homolová, PhD.

V rámci projektu boli skúmané okrem iného aj podiely fáz v rovnováhe. Boli vykonané výpočty rovnovážnych podielov fáz s pomocou nami vyvinutej termodynamickej databázy. Z experimentálnych metód boli na určenie podielov fáz v rovnováhe použité dve navzájom nezávislé metódy: metóda obrazovej analýzy a metóda pákového pravidla. Experimentálne merania boli vykonané na dlhodobu žíhaných modelových zliatinách pre dve teploty. Konfrontáciou experimentálnych a teoretických výsledkov bola preukázaná veľmi dobrá spoľahlivosť vyvinutej termodynamickej databázy nielen pre výpočty fázových rovnováh, chemického zloženia rovnovážnych fáz, Gibbsových energií, modelovania fázových diagramov ich rôznych rezov ale aj pre určenie podielov fáz v rovnováhe.

V. Homolová, P. Repovský, A. Výrostková, A. Kroupa: Experimental and theoretical determination of phase fraction in the Fe-B-V alloys, *Journal of Phase equilibria and diffusion*, Vol. 35, No. 2, 2014, p. 172-177.

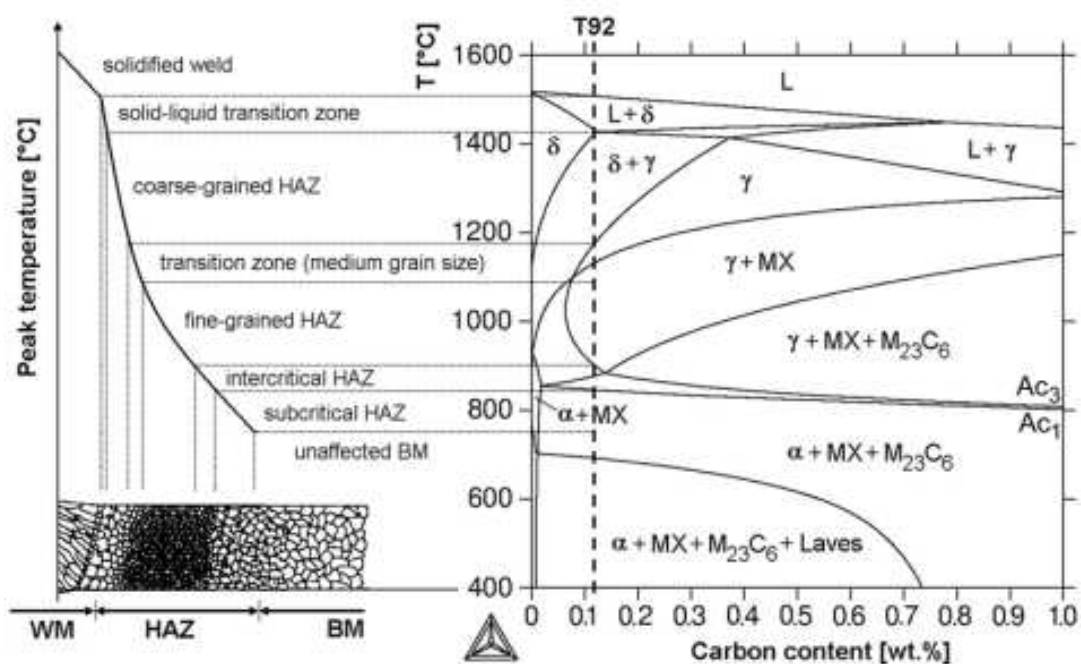
Aplikačný typ

1.

Názov výsledku: Optimalizácia štruktúry a vlastností teplom ovplyvnenej oblasti zvarového spoja ocele typu T92 modifikáciou podmienok tepelného spracovania.

Projekt VEGA 2/0116/13 “Modifikácia štruktúr teplom ovplyvnenej oblasti zvarových spojov moderných 9Cr feritických žiarupevných ocelí s bórom za účelom zlepšenia ich creepovej odolnosti a húževnatosti”, zodpovedný riešiteľ: Ing. Ladislav Falat, PhD.

V rámci skúmania vplyvu rôznych modifikácií podmienok tepelného spracovania po zváraní na štruktúrne charakteristiky a vlastnosti zvarových spojov 9Cr-0,5Mo-1,8W-VNb ocele typu T92 legovanej bórom, boli s využitím metódy termodynamického modelovania stanovené jej transformačné charakteristiky za účelom predikcie kritických teplôt fázovým premien tuhých roztokov matrice ako aj oblastí stability jednotlivých precipitujujúcich sekundárnych fáz. Získané výsledky boli verifikované pomocou diferenčnej skenovacej kalorimetrie a komplexnej metalografickej analýzy. Uvedený prístup kombinujúci teoreticko-výpočtovú metódu s experimentálnymi analýzami umožnil návrh optimalizovaného dvojstupňového tepelného spracovania zvarových spojov za účelom homogenizácie mikroštruktúry v ich pôvodnej viaczónovej teplom-ovplyvnenej oblasti formou potlačenia výskytu jej štruktúrneho gradientu prostredníctvom renormalizácie pri teplote 1060°C v oblasti výskytu homogénneho austenitu v rovnováhe s karbonitridmi typu MX (obr.). Uvedeným spôsobom tepelného spracovania bolo zároveň umožnené aj potlačenie výskytu nerovnovážneho delta-feritu a tým aj zlepšenie mechanických vlastností a creepovej odolnosti skúmaných zvarových spojov.



Formovanie teplom ovplyvnenej oblasti zvarového spoja ocele T92 v korelácii s transformačnými procesmi podľa vypočítaného fázového diagramu, umožňujúceho optimalizáciu tepelného spracovania za účelom homogenizácie mikroštruktúry a potlačenia výskytu nežiadúceho delta-feritu v reálnych zvarových spojoch.

L. Falat, L. Čiripová, J. Kepič, J. Buršík, I. Podstranská. Correlation between microstructure and creep performance of martensitic/austenitic transition weldment in dependence of its post-weld heat treatment. *Engineering Failure Analysis* 40 (2014) 141-152. (1.130 - IF2013). ISSN 1350-6307.

2.

Názov výsledku: Účinok interkritického kalenia na deformačné a lomové chovanie ocelí pri statickom, rázovom a cyklickom zaťažovaní.

Projekt VEGA 2/0192/12 "Hodnotenie deformačných a lomových vlastností dvojfázových ocelí prostredníctvom miniatúrnych vzoriek", zodpovedný riešiteľ doc. Ing. Gejza Rosenberg, CSc.

V rámci riešenia projektu bol navrhnutý a vyrobený jednoduchý tester, ktorý v spojení so svetelným mikroskopom a CCD kamerou umožnil metódou in-situ pozorovať rozvoj lokálnych deformácií. Za jeho pomoci bola prevedená ďalšia séria experimentálnych skúšok na vzorkách s rôznou geometriou včítane vzoriek miniatúrnych rozmerov. Skúšky boli primárne zamerané na posúdenie účinku teploty interkritického kalenia na deformačné a lomové chovanie ocelí pri statickom, rázovom a cyklickom zaťažovaní. Experimenty prevedené na vzorkách kalených v rozsahu teplôt od 740 do 900 °C potvrdili výsledky z predchádzajúceho obdobia, že protichodne so súčinom pevnosť x ťažnosť (tzv. statická húževnatosť) najmenšiu schopnosť absorbovať rázovú energiu a tiež najnižšiu únavovú odolnosť majú vzorky kalené z teploty 740°C. Meranie nano-tvrdoosti oboch koexistujúcich fáz (ferit + martenzit) v štruktúre dvojfázových (DP) ocelí ukázali, že pri tejto teplote kalenia má martenzit najvyššiu tvrdosť. Tým bolo preukázané, že nízka odolnosť voči porušeniu bola spôsobená veľkým rozdielom v tvrdosti/pevnosti oboch fáz, ktorá má za následok vysokú intenzitu lokalizácie plastickej deformácie, v dôsledku čoho sa tiež výrazne akcelerujú procesy spojené s iniciáciou trhlín, obzvlášť v prípade keď sú vystavené dynamickému spôsobu zaťažovania (rázové a cyklické). Bolo tiež zistené, že vyššia odolnosť voči rastu únavových trhlín pozorovaná u ocelí s ferit (F) + martenzit (M) štruktúrou v porovnaní ku oceliam s ferit-perlitickou štruktúrou, je výsledkom blokujúceho účinku M-fáze pre šírenie sklzových pásov od čela únavových trhlín, následkom čoho ocele s F-M štruktúrou majú v porovnaní s inými ocelami rovnakej pevnosti a pri rovnakých podmienkach namáhania, menší rozmer plastickej zóny. Získané výsledky prispeli ku ukončeniu vývoja novej nízkouhlíkovej DP ocele primárne určenej pre automobilový priemysel, ktorú je možné tvárniť za studena, napriek jej vysokej pevnosti (vyše 1000 MPa).

G. Rosenberg, I. Sinaiová, M. Kočík: Analýza náchylnosti dvojfázových ocelí ku lokalizácii plastickej deformácie. *Strojárska technológia* 19 (2014) 10/12 220-227.

Medzinárodné vedecké projekty

1.

Názov úlohy MVTS: Pórovité kompozitné biomateriálové substráty typu biopolymér-kalcium fosfát pre regeneratívnu medicínu

Projekt COST MP1005 "From nano to macro biomaterials (design, processing, characterization, modeling) and applications to stem cells regenerative orthopedic and dental medicine (NAMABIO)", zodpovedný riešiteľ Ing. Lubomír Medvecký, PhD.

Biopolymérne kompozitné substráty boli zložené z dvoch štruktúrne odlišných oblastí charakterizovaných vláknitými a jemnými plátkovitými časticami s rozdielou veľkosťou pórov

v závislosti od zloženia kompozitov. Bola dokázaná významná redukcia priemernej molekulovej hmotnosti chitosanu po zmiešaní s propylénkarbonátom a v dôsledku interakcie s roztokom polyhydroxybutyrátu, čím sa môžu meniť napr. baktericídne alebo fyzikálno-chemické vlastnosti kompozitov a zároveň došlo k výraznému zníženiu stupňa polydisperzity chitosanu. Výsledky in vitro testov kompozitov preukázali výbornú proliferáciu buniek bez známok cytotoxicity, čo predikuje ich možnú aplikovateľnosť v medicíne pri rekonštrukcii mäkkých tkanív.

L. Medvecký, M. Giretová, R. Štulajterová: Properties and in vitro characterization of polyhydroxybutyrate–chitosan scaffolds prepared by modified precipitation method. *J Mater Sci: Mater Med* (2014) 25:777–789