

Najvýznamnejšie výsledky vedeckej práce – 2011

Základný výskum

Názov výsledku: Vplyvu morfológie kovovej zložky práškoveho systému a anorganických plnív na vlastnosti polymérnej zložky a finálneho kompozitu

Projekt VEGA 2/0149/09, Štúdium kompaktizácie mikrokompozitných materiálov na báze Fe práškov, zodp. riešiteľ Ing. R. Bureš, CSc.

Boli pripravené kompozity na báze Fe prášku ASC 100.29 a na báze prášku Vitroperm 800 ($\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{16}\text{B}_7$). Vločkovitá morfológia Vitroperm-u napriek jeho excelentným feromagnetickým vlastnostiam nevedie k zodpovedajúcemu zlepšeniu magnetických vlastností kompozitu v porovnaní s kompozitom na báze ASC 100.29. Bolo dokázané, že príčinou sú zvýšené hysterézne straty ako dôsledok rozdielnej distribúcie polymérnej zložky kompozitu v superpozícii s vyššou celkovou pórovitosťou kompozitu. Dosiahnutie vyššej hustoty a zníženie hysteréznych strát je možné optimalizáciou pomeru feromagnetika a polymérnej zložky ako aj zmenou technológie kompaktizácia napríklad použitím lisovania za tepla.

Z uvedených dôvodov bola syntetizovaná fenol-formaldehydová živica (PFR), pôsobiaca ako spojivo a elektroizolačná zložka. Živica bola stabilizovaná a modifikovaná aditívami na báze SiO_2 a ZnSO_4 s cieľom zlepšiť jej technologické vlastnosti. Bol analyzovaný vplyv plnív na vlastnosti kompozitu Fe-PFR. Výsledkom sú poznatky umožňujúce výber vhodného plniva s ohľadom na požadované mechanické, elektrické a magnetické vlastnosti pripravovaného kompozitu.

STREČKOVÁ, M. - SOPČÁK, T. - MEDVECKÝ, L. - BUREŠ, R. - FÁBEROVÁ, M. - BAŤKO, I. – BRIANČIN, J.: Preparation, chemical and mechanical properties of microcomposite materials based on Fe powder and phenol-formaldehyde resin. Chemical Engineering Journal 180, 2012, p.343-353

BUREŠ, R. - SAXL, I. - FÁBEROVÁ, M.. Quantification of carbide distribution in PM tool steels with niob addition. In Key Eng. Mater., 2011, vol. 465, p. 310-313. ISSN 1013-9826
SOPČÁK, T. - BUREŠ, R. - STREČKOVÁ, M. - FÁBEROVÁ, M.. Príprava magneticky mäkkých kompozitov na báze fenol-formaldehydových živíc. In Chem. listy, 2011, roč. 105, s. s427-s429.

Názov výsledku: Vytvorenie databázy pre systém Fe-B-V

Projekt VEGA 2/0042/09, Termodynamický opis systémov B

V rámci riešenia projektu VEGA 2/0042/09 bola na základe experimentálnych meraní a analýz vyvinutá databáza parametrov pre termodynamické výpočty metódou CALPHAD pre ternárny systém Fe-B-V. V databáze je bór namodelovaný ako intersticiálny prvok v tuhých roztokoch železa (bcc, fcc). Ďalej boli do databázy okrem fáz známych z binárnych podsystemov so zahrnutím rozpustnosti tretích prvkov namodelovaná aj nová ternárna fáza, ktorú sme objavili v niekoľkých zliatinách a označili sme ju písmenom 'T'.

HOMOLOVÁ, V. - KROUPA, A. - VÝROSTKOVÁ, A.: Calculations of Fe-B-V ternary phasediagram, J. Alloys Compd., v tlači, DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.11.155 (IF 2,134)
VÝROSTKOVÁ, A. - ČIRIPOVÁ, L. - HOMOLOVÁ, V.: Difficulties we met with at production of Fe-B-V model alloys and sample preparation, Chemické listy 105, p. 517-519, 2011

Názov výsledku: Vývoj mikroštruktúry v (K, Na)NbO₃ tenkých filmov, pripravených sol-gel Metódou

Projekt VEGA 2/0024/11, Vývoj mikroštruktúry a fázová transformácia sol-gel prekurzorov bezolovnatých feroelektrických (K, Na)NbO₃ tenkých filmov, zodp. riešiteľ RNDr. H. Bruncková, PhD.

Environmentálne prijateľné bezolovnaté feroelektrické KNbO₃ (KN), NaNbO₃ (NN) a (K, Na)NbO₃ (KNN) tenké filmy s hrúbkou ~ 100 nm boli pripravené modifikovanou sol-gel metódou prekurzorov (sólou) a ich nanosením spin-coating metódou na Pt/Al₂O₃ a Pt/SiO₂/Si substráty a spekaním pri 650°C. Pri príprave bola aplikovaná nami modifikovaná Pechini metóda využívajúca Nb-etylénglykol-vínny komplex namiesto klasickej citrátovej. Bolo zistené, že transformácia sôlov na amorfné filmy nastáva po pyrolýze pri 400° C a po spekaní pri 650° C vznikajú finálne KN, NN a KNN nanokryštalické filmy s rôznym obsahom perovskitovej fázy a rozdielným vývojom mikroštruktúry v závislosti na aplikovaných K a Na sol-gel roztokoch. Výsledky potvrdili vznik čistej perovskitovej fázy NaNbO₃ (v NN filme) a K_{0.65}Na_{0.35}NbO₃ (v KNN filme) na Pt/SiO₂/Si substráte, pričom NN a KNN filmy na Pt/Al₂O₃ substráte obsahujú malé množstvo sekundárnej pyrochlórovej Na₂Nb₈O₂₁ fázy, analogicky K₄Nb₆O₁₇ v KN filme na oboch substrátoch, v ktorom vzniká aj perovskitová KNbO₃ fáza. Bol popísaný mechanizmus vývoja mikroštruktúry pre morfológicky rozdielne tri typy tenkých filmov na dvoch substrátoch s rovnakou Pt medzivrstvou (~ 50 nm). KN a NN filmy majú heterogénnu mikroštruktúru a topografiu s dvoma typmi povrchu: hladkým (sférické nanočastice ~ 30-50 nm) a drsným (tyčinkovité, príp. kubické nanočastice ~ 100 nm) s ihlicovitou, príp. bodkovanou štruktúrou v KN filmoch a s ostrovčekovou, príp. hrebeňovitou štruktúrou v NN filmoch. Homogénna mikroštruktúra KNN tenkých filmov je hladká a na Pt/SiO₂/Si substráte obsahuje jemnejšie sférické nanočastice (~ 50 nm) než na Pt/Al₂O₃ substráte (~ 100 nm). Výsledky AFM analýzy potvrdili, že drsnosť (R_q) KNN/Pt/SiO₂/Si filmu (~ 7.4 nm) bola signifikantne nižšia než drsnosť (~15 nm) KNN filmu nanosenom na Pt/Al₂O₃ substrate.

Nanoindentačné merania ukazujú, že indentačný modul a tvrdosť KNN tenkých filmov súvisia s drsnosťou povrchu a veľkosťou nanočastíc. Bolo zistené, že meraný modul pružnosti a tvrdosť mäkkého KNN filmu na dvoch typoch tvrdého substrátu vykazujú zreteľne rozdielne hodnoty, ktoré indikujú efekt substrátu. Bol zaznamenaný dominantný vplyv Pt medzivrstvy (~ 50 nm) na hodnoty tvrdosti a elastického modulu KNN/Pt/SiO₂/Si filmu (~ 5-7 GPa) a (~ 75-80 GPa), v porovnaní s KNN filmom na Pt/Al₂O₃ substráte (~ 4-5 GPa) a (~ 100-125 GPa).

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - ĎURIŠIN, J.: Vývoj mikroštruktúry a fázová transformácia sol-gel prekurzorov bezolovnatých feroelektrických (K, Na)NbO₃ tenkých filmov. Chemické listy, 105, 2011, s. s424-s426

BRUNCKOVÁ, H. - MEDVECKÝ, Ľ. - HVIZDOŠ, P.: Effect of the substrate on phase formation and surface morphology of sol-gel prepared lead-free KNbO₃, NaNbO₃ and K_{0.5}Na_{0.5}NbO₃ thin films. Chemical Papers, CHP431-11, v tlači 2011

Aplikačný typ

Názov výsledku: Deformačne indukovaný rast kolumnárnych zŕn feritu s nízkou koercitívnou silou

Projekt ITMS 26220220037, Technológia prípravy elektrotechnických ocelí s vysokou permeabilitou určených pre elektromotory s vyššou účinnosťou, zodp. riešiteľ' RNDr. F. Kováč, CSc.

Pomocou nanoindentačných skúšok napäťovo deformačných závislosti $\sigma - \epsilon$ v rámci jednotlivých zŕn s vybranou kryštalografickou orientáciou realizovaných pri zvolených teplotách, boli získané poznatky o lokálnej anizotropii deformačného procesu v kremikovom ferite (hm. obsah Si od 0,6 do 2,4 %). Kombinácia teplotného gradientu a lokálny gradient deformačnej energie boli využité ako hnacie sily pohybu hraníc zŕn feritu v procese abnormálneho selektívneho rastu kolumnárnych zŕn s kubickou (100)[0vw] a Gossovou (110)[001] kryštalografickou orientáciou na úkor orientácie (111)[0vw]. Zmena prednostnej kryštalografickej orientácie viedla k výraznému poklesu koercitívnej sily v jednosmernom magnetickom poli, napr. pre oceľ s obsahom Si 2,4 hm.% z pôvodných 47 A/m na 17 A/m a v prípade ocele s obsahom Si 0,6 hm. % z pôvodných 68 na 12 A/m.

PETRYSHYNETS, I. - KOVÁČ, F. - STOYKA, V. - BOŘUTA, J.: Influence of microstructure evolution on the coercive forces in low silicon non – oriented steels. Acta Physica Polonica A, 118, 2010, s. 1013-1014.

KOVÁČ, F. - PETRYSHYNETS, I. - STOYKA, V. - GAVENDOVÁ, P.- MARCIN, J. - ŠKORVÁNEK, I.: An improved processing technique for preparation of non – oriented electrical steels with low coercivity. SMM 20. 20th international conference on Soft Magnetic Materials. Abstracts. Kos Island, 18.-22.9.2011. Ed. E. Hristoforou, D. Vlachos. Piraeus: X. Mpenou 2011, s.374.

Prihláška vynálezu PP00009-2011

Názov výsledku: Objasnenie mechanizmov porušovania heterogénnych zvarových spojov po rôznom tepelnom spracovaní po zvarení

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 rámci riešenia projektu VEGA 2/0128/10 boli objasnené mechanizmy porušovania heterogénnych zvarových spojov P92/316H so zvarovým kovom na báze Ni v závislosti od podmienok tepelného spracovania po zvarení (PWHT). Analýza lokálnych mikroštruktúrnych charakteristík a mechanických vlastností po klasickom PWHT preukázala ich koreláciu s miestom a spôsobom porušovania v oblasti s najnižšou tvrdosťou. V prípade úplného PWHT táto korelácia nebola preukázaná. K porušovaniu dochádzalo v okolí línie stavenia dekohéznym mechanizmom medzi pásom husto vylúčených karbidov typu I a oblasťou ochudobnenou o uhlík v oblasti zóny stavenia.

FALAT, L. - VÝROSTKOVÁ, A. - SVOBODA, M. - MILKOVIC, O.: The influence of PWHT regime on microstructure and creep rupture behaviour of dissimilar T92/TP316H ferritic/austenitic welded joints with Ni-based filler metal. Kovové materiály, 49, (6), 2011, s. 417-426.

FALAT, L. - KEPIČ, J. - VÝROSTKOVÁ, A. - SVOBODA, M. - BRZIAK, P.: Štruktúra a

žiarupevnosť rovnorodých a nerovnorodých zvarových spojov ocele T92, Chemické listy S 105, 2011, s.503-s505

VÝROSTKOVÁ, A. - MACKO, R. - BLACH, J. - FALAT, L.: Investigation of Cr-Mo/W-V steels heat affected zones sensitivity to hydrogen embrittlement. In: Metal 2011. 20. jubilejný ročník mezinárodní konference metalurgie a materiálů. Brno, 18.-20.5.2011. Ostrava: Tanger, s.r.o. 2011, s.CD ROM

Názov výsledku: Vývoj ultravysokopevnej pokrokovej ocele

Projekt VEGA 2/0195/09, Únavové vlastnosti nízkouhlíkových pokrokových ultravysokopevných ocelí, doc. Ing. Gejza Rosenberg, CSc.

V návaznosti na výsledky dosiahnuté v predchádzajúcich dvoch rokoch riešenia projektu boli prevedené ďalšie experimenty zamerané na vývoj novej nízkouhlíkovej bezkremíkovej ultra vysoko-pevnej dvojfázovej ocele určenej primárne pre automobilový priemysel. Experimenty zamerané na posúdenie účinku legovania ocelí s malým množstvom molybdénu a titánu ($Mo+Ti \leq 0,3\%$) na zmenu ich ťahových a únavových vlastností boli realizované na ôsmich modelových oceliach odliatych vo forme ~ 20 kg ingotov v laboratóriu, ktoré boli spracované riadeným režimom valcovania a následne vystavené simulovanému účinku štyroch zvinovacích teplôt. U pásov valcovaných za tepla a "zvinovaných" pri veľmi nízkych teplotách bolo zistené, že oproti referenčnej nelegovanej oceli je možné prostredníctvom malého prídavku Mo+Ti dosiahnuť nárast pevnosti o 200 až 350 MPa (v závislosti od obsahu uhlíka). Na oceliach s obsahom 0,06 %C bol zistený pozitívny účinok zvýšeného obsahu mangánu (1,5 a 1,9 % Mn) na zjemnení mikroštruktúry a zlepšení ich pevnostno-plastických vlastností. V súlade s našimi výsledkami z predchádzajúceho obdobia sa potvrdilo, že ocele s 0,06% C môžu v stave po interkritickom žíhaní/kalení (kalenie z teplot v rozsahu AC1 až AC3) dosiahnuť pevnosť maximálne $R_m \sim 900$ MPa. Na rozdiel od toho, oceľové pásy s obsahom 0,15 % C, ktoré boli pred interkritickým žíhaním valcované aj za studena, dosahovali $R_m \sim 1200$ MPa a ocele legované aj s 0,5 % Cr až $R_m \sim 1350$ MPa. Bolo zistené, že u istých režimov spracovania je možné u niektorých zo sledovaných ocelí dosiahnuť pri pevnosti $R_m = 1250$ MPa hodnotu ťažnosti až $A_5 = 13,5\%$. V súlade s literárnymi údajmi sa potvrdilo, že ocele s feriticko-martenzitickou/bainitickou mikroštruktúrou majú v porovnaní s feritickoperlitickou/ karbidickou mikroštruktúrou lepšie pevnostno-plastické vlastnosti, ale relatívne horšiu odolnosť voči cyklickému zaťažovaniu. Súbežne so zvyšovaním pevnosti sa znižoval pomer medza únavy (σ_{-1}) ku medzi pevnosti, a to až na hodnoty menšie ako $\sigma_{-1}/R_m = 0,35$. Ukázalo sa, že optimalizáciou chemického zloženia, termomechanického spracovania, ako aj tepelného spracovania za studena vyvalcovaných pásov je možné vyrobiť ocel s dvojfázovou mikroštruktúrou, ktorá disponuje s vyváženým pomerom pevnostno - plastických a únavových vlastností ($R_m \sim 1000$ MPa a $\sigma_{-1}/R_m = 0,55$).

ROSENBERG, G.: Effect of shot peening on fatigue properties of steel in different structural states, Materials Engineering - Materiálové inžinierstvo, 18, 2011, s.68-72

ROSENBERG, G. - GAŠKO, M. - SINAIOVÁ, I. - KOČÍK, M. - JUHAR, L.: Fatigue behavior of hot-rolled steel intended for cold forming. Materials Engineering - Materiálové inžinierstvo, 18, 2011, s.63-67

ROSENBERG, G. - GAŠKO, M. - SINAIOVÁ, I. - JUHAR, L.: Vývoj novej ultravysokopevnej dvojfázovej ocele vhodnej pre tvárnenie za studena. In: Transfer 2011. Využívanie nových poznatkov v strojárskych praxi. 12. medzinárodná vedecká konferencia.

Medzinárodné vedecké projekty

Názov výsledku: Keramické kompozity s uhlíkovými nanovláknami a nanotrubičkami

Projekt MVTS DEMATEN č. PP7RP-204953, Posilnenie výskumného potenciálu oddelenia pre materiálové inžinierstvo, zodp. riešiteľ prof. RNDr. J. Dusza, DrSc.

Skúmal sa vplyv pridania uhlíkových nanotrubičiek a nanovlákn (CNT a CNF) na mechanické, tribologické a elektrické vlastnosti materiálov na báze Al_2O_3 , ZrO_2 a Si_3N_4 . Výsledky ukázali, že vovedenie CNT a CNF má za následok zjemnenie mikroštruktúry. Zároveň dochádza k zníženiu tvrdosti. Výsledky lomovej húževnatosti sú nejednoznačné. Často dochádza k jej poklesu, najmä pri vyšších obsahoch uhlíkových fáz. Na druhej strane sa pozorovali aktívne mechanizmy zhúževnatenia, ako sú vyťahovanie vlákien, vybočovanie a premostovanie trhlín. Ukazuje sa, že je potrebné optimalizovať rozhrania medzi matricou a uhlíkovými vláknami tak aby sa zabezpečila ich dostatočná pevnosť a zároveň umožnila aktivita spevňovacích mechanizmov.

Tribologické skúšky preukázali pozitívny vplyv uhlíkových vlákien. Preukázalo sa zníženie koeficient trenia s rastúcim podielom uhlíkových fáz, pričom stačilo malé množstvo CNF (~ 1 hm %) aby sa koeficient trenia u materiálov na báze ZrO_2 znížil z 0,45 na 0,2, čo bolo pripísané lubrikačnému efektu tribologického filmu bohatého na uhlík, ktorý sa vytvára v miestach kontaktu. V tomto ohľade boli CNT menej efektívne a na dosiahnutie rovnakého efektu bol potrebný ich vyšší obsah. Oteruvzdornosť kompozitov bola vo všeobecnosti nižšia, čo je dôsledkom nižšej tvrdosti a lomovej húževnatosti. U niektorých materiálov na báze Si_3N_4 bolo však nájdené isté optimum (~ 5 hm % CNT), kde oteruvzdornosť kompozitu dosiahla takmer hodnoty monolitnej keramiky pri značne zníženom koeficiente trenia. Bolo zistené, že pridaním CNF/CNT sa elektrická vodivosť dá významne zvýšiť a malé množstvo stačí na zmenu materiálu z izolantu na funkcionalizovanú vodivú keramiku. Aj v tomto prípade sa ukazujú väčšie CNF byť efektívnejšie a naznačujú jasný potenciál pre budúci vývoj materiálov s keramickou matricou a prídavkom uhlíkových nanovlákn.

HVIZDOŠ, P. - PUCHÝ, V. - DUSZOVÁ, A. - DUSZA, J.: Carbon nanofibers reinforced matrix composites. In Nanofibers - production, properties and functional applications. Editor Tong Lin. - Rijeka : InTech, 2011, p. 241-266. ISBN 978-953-307-420-7.

PUCHÝ, V. - TATARKO, P. - DUSZA, J. - MORGIEL, J. - BASTL, Z. - MIHÁLY, J.: Characterization of carbon nanofibers by SEM, TEM, ESCA and Raman spectroscopy. In Kovové materiály, 2010, roč. 48, s. 379-385. ISSN 0023-432X.

HVIZDOŠ, P. - DUSZOVÁ, A. - PUCHÝ, V. - TAPASZTÓ, O. - KUN, P. - DUSZA, J. - BALÁZSI, C.: Wear behavior of ZrO_2 -CNF and Si_3N_4 -CNT nanocomposites. In Key Engineering Materials, 2011, vol. 465, p. 495-498. ISSN 1013-9826.

Názov výsledku: Kompozitný systém polyhydroxybutyrát/oktakalcium fosfát

Projekt COST MP0701, Kompozity s novými funkčnými a štruktúrnymi vlastnosťami s využitím nanomateriálov, zodp. riešiteľ Ing. Ľ. Medvecký, PhD.

Boli pripravené kompozitné práškové systémy na báze častíc oktakalcium fosfátu, ktoré boli

povlakované tenkým polyhydroxybutyrátovým filmom precipitáciou biopolyméru v suspenzii.

Prítomnosť filmu bola experimentálne overená SEM. Pripravené kompozitné výlisky boli odolné voči rozpadu v simulovanej telovej tekutine (SBF) a vykazovali in-vitro bioaktivitu v tomto médiu.

Bola pozorovaná malá objemová expanzia kompaktizovaných vzoriek a pokles mechanickej pevnosti, pričom mikroštruktúra bola stabilizovaná časticami novej apatitovej fázy.

Predpokladá sa vznik nízkomolekulových frakcií polyhydroxybutyrátu počas jeho hydrolýzy v SBF, ktoré boli adsorbované na oktakalcium fosfátových časticách.

MEDVECKÝ, Ľ. - SOPČÁK, T.: Preparation and properties of octacalcium phosphate–polyhydroxybutyrate thin film composites. *Materials Letters* 68, 2012, 157–160

MEDVECKÝ, Ľ. - SOPČÁK, T.: Preparation and properties of octacalcium phosphate–polyhydroxybutyrate thin film composites. *Materials Letters* 68, 2012, 157–160