



Záverečná karta projektu

Názov projektu Evidenčné číslo projektu **APVV-17-0328**

Vývoj žiaruvzdorných pyrochlórnych fáz pre vysokoteplotné aplikácie neoxidovej keramiky

Zodpovedný riešiteľ **Ing. Peter Tatarko, PhD.**

Príjemca **Ústav anorganickej chémie SAV, v. v. i.**

Názov pracoviska, na ktorom bol projekt riešený

Ústav anorganickej chémie SAV, v.v.i.

Názov a štát zahraničného pracoviska, ktoré spolupracovalo pri riešení

Udelené patenty/podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory, ktoré sú výsledkami projektu

Najvýznamnejšie publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu – uveďte aj publikácie prijaté do tlače

Vybrané CC publikácie:

TATARKO, Peter - VALENZA, Fabrizio - ÜNSAL, Hakan - KOVALČÍKOVÁ, Alexandra - SEDLÁČEK, Jaroslav - ŠAJGÁLÍK, Pavol. Design of Lu₂O₃-reinforced Cf/SiC-ZrB₂-ZrC ultra-high temperature ceramic matrix composites: Wetting and interfacial reactivity by ZrSi₂ based alloys. In Journal of the European Ceramic Society, 2021, vol. 41, p. 3051-3060. (2020: 5.302 - IF, Q1 - JCR, 1.204 - SJR, Q1 - SJR). ISSN 0955-2219

MATOVÍČ, Branko – ZAGORAC, Dejan – CVIJOVIĆ-ALAGIĆ, Ivana – ZAGORAC, Jelena – BUTULIJA, Svetlana – ERČIĆ, Jelena – HANZEL, Ondrej – SEDLÁK, Richard – LISNICHUK, Maksym – TATARKO, Peter. Fabrication and characterization of high entropy pyrochlore ceramics. In Boletín de la Sociedad Espanola de Cerámica y Vidrio. in press, corrected proof. (2021: 3.483 – IF, 0,444 – SJR, Q2 – SJR, karentované – CCC).

ÜNSAL, Hakan - GRASSO, Salvatore - KOVALČÍKOVÁ, Alexandra - HANZEL, Ondrej - TATARKOVÁ, Monika - DLOUHÝ, Ivo - TATARKO, Peter. In-situ graphene platelets formation and its suppression during reactive spark plasma sintering of boron carbide/titanium diboride composites. In Journal of the European Ceramic Society, 2021, vol. 41, no. 13, p. 6281-6289. (2020: 5.302 - IF, Q1 - JCR, 1.204 - SJR, Q1 - SJR). ISSN 0955-2219.

KOVALČÍKOVÁ, Alexandra - TATARKO, Peter - SEDLÁK, Richard - MEDVEĎ, Dávid - CHLUP, Zdeněk - MÚDRA, Erika - DUSZA, Ján. Mechanical and tribological properties of TiB₂-SiC and TiB₂-SiC-GNPs ceramic composites. In Journal of the European Ceramic Society, 2020, vol. 40, no. 14, p. 4860-4871. (2019: 4.495 - IF, Q1 - JCR, 1.164 - SJR, Q1 -

SJR). ISSN 0955-2219.

TATARKO, Peter - GRASSO, Salvatore - KOVALČÍKOVÁ, Alexandra - MEDVEĎ, Dávid - DLOUHÝ, Ivo - REECE, Michael J. Highly textured and strongly anisotropic TiB₂ ceramics prepared using magnetic field alignment (9T). In Journal of the European Ceramic Society, 2020, vol. 40, no., p. 1111-1118. (2019: 4.495 - IF, Q1 - JCR, 1.164 - SJR, Q1 - SJR). ISSN 0955-2219.

DUSZA, Ján - CSANÁDI, Tamás - MEDVEĎ, Dávid - SEDLÁK, Richard - VOJTKO, Marek - IVOR, Michal - ÜNSAL, Hakan - TATARKO, Peter - TATARKOVÁ, Monika - ŠAJGALÍK, Pavol. Nanoindentation and tribology of a (Hf-Ta-Zr-Nb-Ti)C high-entropy carbide. In Journal of the European Ceramic Society, 2021, vol. 41, no. 11, p. 5417-5426. (2020: 5.302 - IF, Q1 - JCR, 1.204 - SJR, Q1 - SJR). ISSN 0955-2219

HRUBOVČÁKOVÁ, Monika - CSANÁDI, Tamás - SEDLÁK, Richard - KOVALČÍKOVÁ, Alexandra - SHEPA, Ivan - MÚDRA, Erika - SOPČÁK, Tibor - ÜNSAL, Hakan - TATARKO, Peter - ŠAJGALÍK, Pavol - DUSZA, Ján. The effect of SiC whiskers addition on the microstructure and mechanical properties of a (Hf-Ta-Zr-Nb-Ti)C-SiC composite. In Ceramics International. in press, corrected proof. (2021: 5.532 - IF, Q1 - JCR, 0.887 - SJR, Q1 - SJR, karentované - CCC)

NAUGHTON-DUSZOVÁ, Annamária - ĎAKOVÁ, Lenka - CSANÁDI, Tamás - KOVALČÍKOVÁ, Alexandra - KOMBAMUTHU, Vasanthakumar - ÜNSAL, Hakan - TATARKO, Peter - TATARKOVÁ, Monika - HVIZDOŠ, Pavol - ŠAJGALÍK, Pavol. Nanohardness and indentation fracture resistance of dual-phase high-entropy ceramic. In Ceramics International. in press, corrected proof. (2021: 5.532 - IF, Q1 - JCR, 0.887 - SJR, Q1 - SJR, karentované - CCC).

YU, Teng - XU, Jie - ZHOU, Xiaobing - TATARKO, Peter - LI, Yang - HUANG, Zhengren - HUANG, Qing. Near-seamless joining of Cf/SiC composites using Y₃Si₂C₂ via electric field-assisted sintering technique. In Journal of Advanced Ceramics, 2022, vol. 11, no. 8, p. 1196-1207. (2021: 11.534 - IF, Q1 - JCR, 1.558 - SJR, Q1 - SJR). ISSN 2226-4108.

Uplatnenie výsledkov projektu

Tento projekt bol riešený v rámci základného výskumu, z čoho vyplýva, že cieľom projektu bolo generovať nové poznatky, ktoré boli, sú a budú publikované vo vedeckých časopisoch. Vzhľadom na dosiahnuté výsledky, ktoré boli preukázateľne publikované v impaktovaných vedeckých časopisoch v počte vysoko prevyšujúcim plán projektu (skutočný stav 17 vs. predpokladaný stav 9), možno konštatovať, že nie sú známe žiadne kritické predpoklady uplatnenie dosiahnutých výsledkov.

V súlade s plánom projektu sa rozsiahlou štúdiou podarilo objasniť vplyv prísad na báze prvkov vzácnych zemín na prípravu, fázové zloženie, mikroštruktúru, mechanické vlastnosti a vysokoteplotné vlastnosti materiálov na báze ZrB₂ s prídavkom 25 obj.% SiC. Výsledky projektu tým pádom budú využité prevažne odbornou verejnosťou pri vývoji nových keramických materiálov pre aplikácie v extrémnych podmienkach, akými sú silne oxidačné prostredie pri teplotách prevyšujúcich 2000°C.

Za jeden z významných výsledkov riešenia projektu je považovaná skutočnosť, že rovnaký materiál s identickým chemickým zložením, jemnozrnejšou mikroštruktúrou a lepšími mechanickými vlastnosťami bol reakčným spekaním pripravený pri teplote o 400°C nižšej ako v prípade štandardného, nereakčného spekania (1600°C vs. 2000°C). Napriek projektu základného výskumu sa tým pri riešení podarilo vyvinúť inovatívny spôsob prípravy týchto materiálov, ktorý v konečnom dôsledku znižuje výrobné náklady materiálov využiteľných vo vesmírnom priemysle a iných extrémnych aplikáciách. Táto skutočnosť výrazne zvyšuje aplikačný potenciál výsledkov tohto projektu.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v slovenskom jazyku (max. 20 riadkov)

Nové vysokoteplotné keramické materiály s výrazne zvýšenou oxidačnou/ablačnou odolnosťou na báze ZrB₂-25obj.%SiC s prídavkom rôznych druhov prísad na báze prvkov vzácnych zemín (RE) boli úspešne vyvinuté počas riešenia projektu. Získané výsledky ukázali, že ZrB₂ materiály s rovnakým chemickým zložením, avšak s výrazne jemnozrnejšou mikroštruktúrou a vyššou tvrdosťou, môžu byť pripravené energeticky výhodným spôsobom. To sa dosiahlo pomocou reakčného spekania, ktoré bolo realizované

pri výrazne nižšej teplote ako v prípade štandardného nereakčného spekania (1600°C vs. 2000°C). Odolnosť novo-vyvinutých materiálov proti vysoko-ablačnému oxidačnému prostrediu bolo skúmané až do ultra-vysokých teplôt 2700°C . To je zatiaľ najvyššia teplota ablačných skúšok aká bola publikovaná v literatúre pre skupinu vysokoteplotných materiálov na báze ZrB₂. Zo všetkých skúmaných oxidov prvkov vzácnych zemín (Eu₂O₃, Yb₂O₃, Lu₂O₃) dosiahol materiál spekaný s Yb₂O₃ najlepšiu kombináciu vlastností pri izbovej ako aj zvýšených teplotách. Keďže počas spekania materiálu dochádzalo k in-situ tvorbe pyrochlórnych fáz v mikroštruktúre reakciou Yb₂O₃ a ZrO₂, pripravili a študovali sa tiež materiály s rôznym prídavkom priamo pyrochlórnej fázy v matrici ZrB₂-25obj.%SiC. Zo všetkých študovaných materiálov dosiahol materiál ZrB₂-25obj.% SiC s prídavkom 10 hmot.% Yb₂O₃ najlepšiu odolnosť proti oxidácii/ablácii pri teplote 2700°C . Príčinou tejto jedinečnej odolnosti proti vysokoteplotným podmienkam bola skutočnosť, že počas ablácie/oxidácie sa tvorili stabilnejšie a hutnejšie vrstvy SiO₂ a ZrO₂, ako aj prítomnosť stabilizovaného t-ZrO₂ vo vonkajšej oxidačnej vrstve materiálu. Riešením tohto projektu sa podarilo získať unikátne experimentálne dáta, nakoľko taká systematická štúdia vplyvu rôznych druhov a množstva prísad na báze rovnakého prvku vzácnej zeminy na zhutnenie, vývoj mikroštruktúry a mechanické vlastnosti materiálov ZrB₂-SiC nebola zatiaľ publikovaná.

Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu v anglickom jazyku (max. 20 riadkov)

New ultra-high temperature ceramic materials based on ZrB₂-25vol.% SiC with the addition of different types of rare-earth (RE) based additives with significantly improved ablation/oxidation resistance were successfully developed within this project. The present results showed that ZrB₂-based materials with the same composition, but significantly finer microstructures and a higher hardness can be prepared by a cost-effective way, due to the significantly lower sintering temperature used for reactive sintering than that of non-reactive sintering (1600°C vs. 2000°C). The performance of the newly developed materials under the ablative oxidizing environment up to the ultra-high temperature of 2700°C was investigated. This is the highest testing temperature reported in the literature for the family of ZrB₂-based UHTC materials. Among all of the investigated RE oxides (Eu₂O₃, Yb₂O₃, Lu₂O₃), the material sintered with Yb₂O₃ showed the best combination of the properties at room and high temperatures. Since the pyrochlore Yb₂Zr₂O₇ phase was in-situ formed during sintering by reaction between Yb₂O₃ and ZrO₂, the diborides with different amount of pyrochlore phase were also developed. The ZrB₂-25vol.%SiC sample with 10 wt.% Yb₂O₃ showed the best ablation/oxidation resistance at 2700°C among of all of the investigated compositions. This was attributed to the formation of more stable and denser SiO₂ and ZrO₂ layers on the surface of the ablated sample, as well as the presence of stabilized t-ZrO₂ in the outer oxide layer. By conducting the present study, a unique set of new experimental data was obtained, as such a systematic study on the effect of different types and content of the same RE-based additives on the densification, microstructure and mechanical properties of ZrB₂-SiC ceramics has not yet been reported.