

Záverečná karta projektu

Názov projektu

Evidenčné číslo projektu

LPP-0297-09**Keramické kompozity s perkolujúcimi fázami pripravené infiltráciou organokovového prekurzoru**Zodpovedný riešiteľ **doc. Ing. Dušan Galusek, PhD.**Príjemca **Ústav anorganickej chémie SAV**

Názov pracoviska, na ktorom bol projekt riešený

1. Ústav anorganickej chémie SAV
- 2.
- 3.
- 4.
- 5.

Názov a štát zahraničného pracoviska, ktoré spolupracovalo pri riešení

1. Institute of Ceramics in Mechanical Engineering, Karlsruhe Institute of Technology, Nemecko
2. Institute of Materials Science, Technische Universität Darmstadt, Nemecko
- 3.

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

- 1.
- 2.
- 3.

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

1. Nanocomposites Al₂O₃-SiC from organosilicon precursors. Dušan Galusek, Jaroslav Sedláček, Róbert Klement, Peter Švančárek. In: "Advances in ceramic matrix composites", Ed by. J. Low, Woodhead Publishing, plánované vydanie 2012/zač. 2013
2. Al₂O₃-SiC composites prepared by infiltration of pre-sintered alumina with a poly(allyl)carbosilane, Journal of the European Ceramic Society, Vol. 31, January-February 2011; Galusek D., Klement R., Sedlacek J., Balog M., Fasel C., Zhang J., Crimp M.A., Riedel R.; str. 111-119
3. Sinter-HIP of polymer-derived Al₂O₃-SiC composites with high SiC contents, Materials

- 4.
- 5.

Uplatnenie výsledkov projektu

Výsledky projektu je možné rozdeliť získaných poznatkov. Skúmanie kompozitných materiálov takéhoto typu a sledovanie vzťahov medzi zložením, štruktúrou a finálnymi vlastnosťami môže z pohľadu teoretických poznatkov prispieť k pochopeniu vplyvu častíc sekundárnej fázy na zmenu najmä mechanických vlastností. Nezanedbateľným prínosom sú taktiež dáta týkajúce sa vzťahu obsah takýchto častíc a vývoj mikroštruktúry. Z praktického hľadiska bola skúmaná metóda prípravy, ktorá dovoľuje pri poznaní výsledkov projektu, presné nastavenie všetkých procesov prípravy od samotného predspekania, infiltrácie organokovovým prekurzorom, pyrolýzy až po samotné zhutnenie. Výsledkom takejto aplikácie môže byť technológia dovoľujúca prípravu kompozitného materiálu s prídavkom homogénne distribuovaných SiC častíc, dovoľujúcich dosiahnutie až perkolácie fáz. Pri použití konvenčných metód bolo zistené, že takáto perkoláciu fáz nie je možné pripraviť pri rovnakom obsahu SiC častíc. Navyše, pri použití prekurzorov nedochádza k nežiadúcemu rozprachu a teda kontaminácii ako životného prostredia tak aj osôb a teda znižuje potenciálne zdravotné riziká. Ako oblasti uplatnenia takýchto materiálov, resp. technológií vidím najmä v strojárskom priemysle pri obrábaní kovov, elektrotechnický priemysel, príp. v oblasti ochrany osôb a majetku.

CHARAKTERISTIKA VÝSLEDKOV

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

V priebehu riešenia projektu boli splnené čiastkové ciele týkajúce sa prípravy hutných keramických kompozitov a skúmaniu ich vlastností, pri ktorých uvádzam najdôležitejšie výsledky. V priebehu projektu boli optimalizované procesy predspekania tak aby bola dosiahnutá minimálny podiel otvorenej pórovitosti na úrovni 15%. Optimalizáciou procesu infiltrácie bolo možné dosiahnuť vysoký obsah SiC častíc homogénne distribuovaných v matrici Al₂O₃. Následným dvostupňovým procesom zhutnenia bolo možné pripraviť hutný keramický kompozit (hutnosť min. 99%) so submikrometrickou mikroštruktúrou (priemerná veľkosť Al₂O₃ zrn 0,8 mikrometra). Navyše skúmaním mechanických vlastností bolo zistené mierne zvýšenie tvrdosti a húževnatosti takýchto kompozitov v porovnaní s monolitickou korundovou keramikou. Hodnoty tvrdosti boli v závislosti od obsahu SiC častíc v intervale 20-23 GPa a hodnoty lomovej húževnatosti okolo 4,5 MPa.m^{1/2}. Pri skúmaní vlastností bolo zistené, že častice SiC bránia rastu zrn matrice a navyše ju spevňujú, čo bolo pozorované najmä pri sledovaní odolnosti voči tečeniu. Z dôvodu porovnania zistených poznatkov boli taktiež pripravené kompozity konvenčnou metódou pre porovnanie vlastností. V tomto prípade nebolo možné pripraviť jemnozrnnú mikroštruktúru s homogénne distribuovanou fázou SiC, pravdepodobne v dôsledku schopnosti nanočastíc SiC tvoriť agregáty. V rámci projektu boli študované aj systémy na báze SiC a Si₃N₄, výsledky ktorých sú v procese interpretácie, nakoľko v priebehu riešenia došlo k výmene prekurzora SiC, ktorého vlastnosti boli odlišné od pôvodne použitého. Napriek tomu možno považovať ciele projektu za splnené vzhľadom na dosiahnuté výsledky pri príprave a skúmaní kompozitov v systéme Al₂O₃/SiC.

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

The main aim of the project was preparation of dense composites of alumina with silicon carbide using the organosilicon precursor. According to the results, the main result as well as almost all of the particular tasks has been fulfilled. The tasks were focused on individual processing steps with respect to the optimisation to meet the main aim. The pre-sintering step has been optimised to allow the open porosity content on the level of 15%, as this is the

minimum threshold for interconnected pores. Temperatures of the pre-sintering after the optimisation were set in the range of 1000-1100°C. Pre-sintered bodies were after that infiltrated with liquid or dissolved polycarbosilan (PCS) by either using reduced pressure or pressure of inert gas to fill all pores. Immediately, after the infiltration step the pyrolysis has been used to transform the PCS to beta modification of silicon carbide. Depending on the PCS, four infiltration-pyrolysis steps was found as minimum to close the open pores to allow the densification in next step. Sinter-HIP (hot isostatic pressing) has been used and both the sinter as well as gas pressure assisted densification were optimised. Optimised schedule resulted in possibility of preparation nearly fully dense composite (relative density above 99%). Moreover, the microstructural analysis reveal the submicron structure (average grain size of alumina was 0.8 micron). Prepared samples of composites were studied with respect to the mechanical properties. The hardness increases to 20-23 GPa and fracture toughness up to 4.5 MPa.m^{1/2} due to the refinement of microstructure, pinning effect of SiC particles and toughening caused by residual stresses around these particles. All the properties were compared to the monolithic Al₂O₃ as well as composites prepared by convention method.

Svojím podpisom potvrdzujem, že údaje uvedené v záverečnej karte sú pravdivé a úplné a súhlasím s ich zverejnením.

Zodpovedný riešiteľ

doc. Ing. Dušan Galusek, PhD.

V Bratislave 28. 09. 2012

Štatutárny zástupca príjemcu

prof. RNDr. Pavol Šajgalík, DrSc.

V Bratislave 28. 09. 2012

.....
podpis zodpovedného riešiteľa

.....
podpis štatutárneho zástupcu príjemcu