

## Formulár ZK - Záverečná karta projektu

<b>Riešiteľ:</b> prof. RNDr. Pavol Šajgalík DrSc.	<b>Evidenčné číslo projektu:</b> RPEU-0013-06
<b>Názov projektu:</b> Keramika z polymérnych prekursorov s kontrolovanou kryštalinitou	

<b>Na ktorých pracoviskách bol projekt riešený:</b>	Ústav anorganickej chémie SAV, Bratislava
	Ústav materiálového výskumu SAV, Košice
<b>Ktoré zahraničné pracoviská spolupracovali pri riešení (názov, štát):</b>	Technische Universität Darmstadt, Fachgebiet Disperse Feststoffe, Darmstadt, Germany
	Universität Karlsruhe, Institut für Keramik im Maschinenbau, Karlsruhe, Germany
	University of Trento, Materials Science Department, Trento, Italy
	National Institute for Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Nagoya, Japan

<b>Udelené patenty alebo podané patentové prihlášky, vynálezy alebo úžitkové vzory vychádzajúce z výsledkov projektu:</b>	
<b>Publikácie (knihy, články, prednášky, správy a pod.) zhrňujúce výsledky projektu (uved'te i publikácie prijaté do tlače):</b>	<p>P. Šajgalík, Z. Lenčéš, M. Hnatko, „Nitrides“, Ceramic Science and Technology Volume 2: Properties. Editors R. Riedel and I-W. Chen, Wiley-VCH GmbH &amp; Co. KGaA, Weinheim, 2009, in press, ISBN: 978-3-527-31156-9</p> <p>T. Plachký, Z. Lenčéš, L. Hric, P. Šajgalík, P. Baláž, R. Riedel, H.-J. Kleebe: Processing and mechanical properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composites employing polymer-derived SiAlOC as sintering aid. <i>Journal of the European Ceramics Society</i> 30 (2010) 759-767,</p> <p>GALUSEK, Dušan - LENČEŠ, Zoltán - ŠAJGALÍK, Pavol - RIEDEL, R.: Thermal analysis study of polymer-to-ceramic conversion of organosilicon precursors. In: <i>Journal of Mining and Metallurgy B</i>, vol. 44, 2008, p. 35-38.</p> <p>Z. Lenčéš, P. Šajgalík, L. Hric, T. Plachký: Effect of polymer derived SiOC on creep resistance and thermal conductivity of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and SiC ceramics. (ICACC-S7-048-2009). <i>33<sup>rd</sup> international conference and exposition on advanced ceramics and composites</i>. 18-23.1. 2009, Florida USA.</p> <p>T. Plachký, Z. Lenčéš, R. Hauser, R. Riedel, P. Šajgalík: Mechanical properties of polymer-derived silicon oxynitrides. <i>ISNT 2009 6<sup>th</sup> International conference on nitrides and related materials</i>. March 15-18, 2009 Karlsruhe, Germany.</p>
<b>Uvádzajte maximálne päť najvýznamnejších publikácií.</b>	
<b>V čom vidíte uplatnenie výsledkov projektu:</b>	Vývoj nového typu keramického materiálu pripraveného energeticky menej náročným spôsobom.

## Charakteristika výsledkov

### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - slovensky:

Tri rozdielne prístupy boli úspešne použité na prípravu hutných vzoriek na bázi SiC a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> s prídavkom oxikarbidového skla odvodeného z polymérov: *i*) modelový systém SC30 a SNA30 s relatívne vysokým množstvom (30 hm.%) *pyrolyzovaného* Si(Al)OC; *ii*) systém SN15 so zníženým obsahom SiAlOC skla na 15 hm.% použitím iba *zosieťovaného* SiAlOC prekursoru, ktorý bol pyrolyzovaný *in situ* tzn. počas ohrevu v žiarovom lise, tento proces prípravy keramického materiálu je unikátny a umožňuje skĺbiť pyrolýzu lacného prekursoru so spekaním materiálu a tým znížiť výrobné náklady.; *iii*) v poslednom systéme SNY bolo množstvo *pyrolyzovaného* SiAlOC ďalej znížené na 7 obj.% (cca 5 hm.%), avšak bolo nutné pridať 3 obj.% prísad spekania na báze oxidov vzácnych zemín (Y = La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Hutné vzorky boli pripravené žiarovým lisovaním pri 1780 °C v priebehu 5 minút. Výsledné mechanické vlastnosti predovšetkým tvrdosť ale aj lomová húževnatosť všetkých pripravených materiálov prekračujú vlastnosti komerčne vyrábané Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> keramiky. V prípade vzoriek SN15 a SNLu sú vlastnosti výrazne lepšie a patria medzi najvyššie dosiahnuté hodnoty publikované v literatúre. Tieto materiály môžu nájsť uplatnenie napríklad ako keramické rezné nástroje s predĺženou životnosťou. Výsledky testov kompresného creepu pri 1400 °C ukázali, že vzorky SC30, SN30, SN15cl aj SNY majú veľmi nízku rýchlosť deformácie a tým pádom vysokú odolnosť voči vysokoteplotnému tečeniu (creep). Vzorky vykazujú významne lepšiu odolnosť voči creepu než Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> materiál pripravený s prídavkom bežných oxidových prísad (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Odolnosť týchto vzoriek voči creepu bola ďalej zvýšená zavedením následnej kryštalizácie týchto vzoriek pri teplote 1420-1500 °C, čím sa podporí precipitácia nanočastíc SiC, ktoré zabraňujú šmyku Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> zŕn pri vysokých teplotách. Optimalizáciou režimu spekania a kryštalizácie nanodomén sa podarilo markantne zlepšiť vysokoteplotné vlastnosti a došlo k zvýšeniu odolnosti voči creepu oproti pôvodnej neoptimalizovanej vzorke (SiC + SiOC) o viac ako tri poriadky.

### Súhrn výsledkov riešenia projektu a naplnenia cieľov projektu (max. 20 riadkov) - anglicky:

Three different approaches were successfully used for densification of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics with addition of polymer derived SiAlOC glass: *i*) model system SC30 and SN30 with relatively high amount (30 wt.%) of *pyrolysed* Si(Al)OC; *ii*) system SN15 with decreased content of SiAlOC glass to 15wt.% by using only *crosslinked* SiAlOC precursor, which was pyrolysed *in situ* before the sintering process in hot press device, this process is unique and allows to combine pyrolysis of the cheap precursor with sintering of the material and decrease cost of production; *iii*) the amount of pyrolysed SiAlOC was decreased to 5wt.% in the last system SNY, but it was necessary to add 3 vol.% rare-earth oxides (Y = La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Dense Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-based nanocomposite was prepared by hot pressing at 1780 °C only for 5 min. The resulting mechanical properties (hardness and fracture toughness) of all optimized materials overreach the properties of commercial Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics. In the case of SN15 and SNLu the properties are significantly higher and reach the highest values reported in the literature. These materials could find application like cutting tools with extended lifetime. The compressive creep tests of dense SC30, SN30, SN15 and SNY samples showed a very low creep rate, it means high resistance against creep. Samples exhibit remarkable higher creep resistance than Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> material prepared with addition of common oxide additives (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). The creep resistance of these samples was further increased by the controlled crystallization of samples in the temperature range 1420-1500 °C, which promotes the precipitation of nanosized SiC particles and these hinder the grain-boundary sliding. Optimisation of the sintering regime and crystallisation led to improvement of high temperature properties and the creep resistance was increased for more than three orders of magnitude in comparison with first non-optimised samples (SiC + SiOC).

**Podpisom záverečnej karty riešiteľ vyjadruje svoj súhlas so zverejnením údajov v nej uvedených.**

Podpis zodp. riešiteľa: .....

Dátum: .....

Podpis štatutárneho zástupcu: .....

Pečiatka: