

# Materjalitehnika instituut, 2016. aasta teadus- ja arendustegevuse aruanne

## 1. Teadus- ja arendustegevuse ülevaade uurimisrühmade<sup>1</sup> lõikes

### 1.1 Mitmeastmeliselt struktureeritud keraamika-baasil komposiitmaterjalid kasutamiseks ekstreemtingimustes.

**Multi-scale structured ceramic-based composites for extreme applications**

Juhht: Jakob Kübarsupp

Liikmed: Priit Kulu, Renno Veinthal, Maksim Antonov, Lauri Kollo, Kristjan Juhani

uurimisrühma teadustöö ülevaade (kokku kuni 1,5 lehekülge eesti ja inglise keeles)

teadustöö lühikirjeldus (eesti keeles)

Teadustegevuse ülevaade (uurimissuunad) kolme alateema lõikes olid alljärgnevad:

#### I TRIBOMATERJALID KASUTAMISEKS LAIAS TEMPERATUURIVAHEMIKUS

- Korrosionkindlad kermised. Fookuses oli WC- ja TiC- baasil Ni- ja Co vabade FeCr sideainetega ning Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> - Ni sideainetega kermiste koostise ja tehnoloogia arendamine.
- Karbiidkomposiitide kontaktväsimus. Fookuses oli komposiitide (WC-, TiC- ja Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-baasil) koostise ja tehnoloogia ning kontaktväsimuse vaheline seos.
- Ülikõvade (HV üle 40 GPa) BCN-baasil kergkomposiitide tehnoloogia arendus.
- Co-vabade kövasulamite WC-ZrO<sub>2</sub>-Ni tehnoloogia arendus. Fookuses olid eelkõige tetragonaalse ZrO<sub>2</sub> sisaldusega komposiitide tera suuruse vähendamine tera kasvu inhibiitoreid (VC, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>) kasutades.
- Lisandustehnoloogiaga ( 3D printimisega ) valmistatud komposiitide tehnoloogia arendus. Uurimistöö toimus kahes suunas, mille ühisosaks on esimeses etapis poorse metalse karkassi 3D printimine selektiivsulatuse meetodil.
- Kulumiskindlate elektrijuhtivate CuCrS-sulamite arendus.
- Katseseadmete ja -metoodika arendus: valmistati katseseade kombineeritud abrasiiv- ja löökkulumise uuringuteks. Arendati kõrgtemperatuurse hõõrdkulumise seadet.

#### II MULTIMATERJALIDE SÜSTEEMID

##### Paksud kövapinded

- PM-meetodil saadud kövasulamarmatuuri komposiitpinnette tehnoloogia arendus. Fookuses oli armeeritud, rauamaatriksiga komposiitpinnette kulumiskindlus erinevates tingimustes.
- Kiirleekpihustatud (HVOF) komposiitpinnette tehnoloogia. Fookuses olid Ni- ja Fe-baasil kövasulam- või kermisarmatuuri (WC-Co, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Ni, TiC-NiMo) pinded.
- Plasmapealsulatatud (PTA) pinded. Fookuses olid WC/W<sub>2</sub>C või WC-Co armatuuriiga tugevdatud pinded.

##### Õhukesed kövapinded

- Nanokristalsest teemandist (NCD) pinnette karakteriseerimine. Fookuses oli teemantpinnette PE-CVD tehnoloogia arendus WC-Co alusel.
- Mikrokristalsest teemandist (MCD) pinded. Fookuses oli mikrokristalsete pinnette morfoloogia muutus triboloogilistel tsüklilistel koormustel.
- Õhukeste keraamiliste pinnette tehnoloogia. Fookuses olid pinded AlCrN ja TiAlN.

#### III HIERARHILISELT STRUKTUREERITUD MULTIFUNKTSIONAALSED KOMPOSIIDID

- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanokiudude funktsionaliseerimine keraamiliste (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>) kihtidega.
- Elektrijuhtusega keraamikamaatrikskomposiitide tehnoloogia arendus. Arendati nanokiudude mitmekihilise grafeeniga kontrollitava pindamise tehnoloogiat keemilist aursadestuspindamist (CVD) rakendades.

<sup>1</sup> Oma uurimisvaldkonnas teadusprojekte/-lepinguid teostav teadlaste ja/või õppejõudude kooslus, mis võib hõlmata liikmeid mitmest struktuuriüksusest. Viimasel juhul näidatakse tulemused kõigi uurimisgrupis osalevate struktuuriüksuste aruannetes.

- Hierarhiliselt struktureeritud nanokiudarmeeritud keraamikamaatrikskomposiitide arendamine. Fookuses oli keraamiliste kiududega armeerimise perspektiiv habraste ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ - ja  $\text{ZrO}_2$ -baasil) komposiitide sitkuse tõstmisel.
- $\text{SiO}_2$ -baasil keraamikamaatrikskomposiitide arendamine.
- Ülikõrgtemperatuursed  $\text{ZrC}$ -baasil keraamikamaatrikskomposiidid. Fookuses oli komposiitide  $\text{ZrC}$ - $\text{Mo}$ ,  $\text{ZrC}$ - $\text{TiC}$ ,  $\text{ZrC}$ - $\text{ZrO}_2$  tehnoloogiate (HIP, SPS jms ) arendus.

#### teadustöö lühikirjeldus (inglise keeles)

The research was carried out in the following directions

#### TRIBOMATERIALS FOR A WIDE RANGE OF TEMPERATURE

- Research on corrosion resistant Ni- and Co-free cermets with FeCr-type binders based on TiC and WC.
- Research on contact fatigue of carbide composites ( $\text{WC}$ -, TiC and  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ -based).
- Development of extremely high-hardness BCN-based composites.
- Development of technology of Co-free  $\text{WC-ZrO}_2$ -Ni cermets.
- Research on 3D printing technology or production of ceramic-metal composites.
- Development of high-temperature wear resistant electrically conductive CuCrS alloys.
- Development of equipment and methodology for tribotesting at high temperatures (up to 1000 °C).

#### MULTI-MATERIALS SYSTEMS

##### Thick hard coatings:

- Development of composite coatings strengthened by hardmetal reinforcement for different wear conditions.
- Research on HVOF-composite coatings based on Ni- or Fe-alloys and reinforced by hardmetal or cermet ( $\text{WC-Co}$ ,  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ - $\text{Ni}$ , TiC-NiMo).
- Development of technology of PTA coatings strengthened by  $\text{WC/W}_2\text{C}$  or  $\text{WC-Co}$ .

##### Thin hard coatings:

- Characterizing of nanocrystal diamond (NCD) coatings.
- Development of technology of microcrystal diamond (MCD) coatings.
- Development of technology of thin ceramic ( $\text{AlCrN}$ ,  $\text{TiAlN}$ ) coatings.

#### HIERARCHICALLY STRUCTURED MULTIFUNCTIONAL COMPOSITES

- Functionalization of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nano-fibers by ceramic ( $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) coatings using CLD and ALD approach.
- Development of electro conductive ceramic –based composites by incorporation of the conductive (graphenated fibers) fillers.
- Development of hierarchically structured ceramic-matrix composites based on alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and zirconia ( $\text{ZrO}_2$ ).
- Development of  $\text{SiO}_2$ -based ceramic materials with reinforcement additives.
- Research on ultra-high temperature  $\text{ZrC}$ -based composites ( $\text{Zr-Mo}$ ,  $\text{TiC-ZrC}$  etc).

#### aruandeastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (eesti keeles)

Olulisemad tulemused olid alljärgnevad:

- Saavutati edu Ni- ja Co-vabade TiC-FeCr-tüüpi sideainetega kermiste tehnoloogia arenduses koostöös tööstuspartneriga The Swatch Group Research and Development Ltd.
- Saavutati edasiminek, lisandus tehnoloogia (3D-printimine) kasutamisel kulumiskindlate keraamika-baasil komposiitide valmistamisel.
- Arendati uued tehnoloogiad paksude kövapinnete valmistamiseks pulbermetallurgilisel, kiirleekpihustuse (HVOF) ja plasma-pealesulatuse (PTA) meetodil.
- Saavutati suurt edu elektrijuhtivusega keraamikamaatrikskomposiitide tehnoloogias. Elektrijuhtivuse suur kasv saavutati juba grafeenitud  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanokiudude väga väikesel sisaldusel 0,3%.

aruandeaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (inglise keeles)

The most important results:

- Achievements in development of Ni- and Co-free TiC-FeCr-type cermets in collaboration with industrial partner The Swatch Group Research and Development Ltd.
- Achievements in utilization of 3D-printing technology in production of wear resistant ceramic-based composites.
- Development of advanced technologies for production of thick coatings by powder metallurgy, HVOF and PTA methods.
- A novel approach to prepare the electroconductive ceramic-based composites by incorporation of conductive fillers has demonstrated high electrical conductivity of material at extremely low content of graphenated additives (0,3 %).

loetelu uurimisrühma liikmete aruandeaastal juhitud olulisematest projektidest/lepingutest;

VA16002 [TiC-FeCr-tüüpi korrosionikindlate Ni- ja Co-vabade kermiste tehnoloogia arendus](#)

VFP566 [Uued tehnoloogiad tunneli- ja kaevandustööde jaoks](#)

PUT431 [Nanomeditsiinile suunatud ülistabiilsete metalse nanoosakeste sünteesi taotlus](#)

PUT1063 [Keraamika kiudude nanovõrgustik sihitute funktsioonidega](#)

uurimisrühma liikmete koostöö teiste T&A asutustega (sh välisriikidest);

Theory and practice of sintering; surface engineering O. Umanski National Institute of Problems of Materials Science of Ukrainian Academy of Sci., Ukraine

Tribology of composites and coatings T. Lepistö, P. Vuorito, V.T. Kuokkala Tampere University of Technology, Finland

Elaboration of constituents of composites, nano-scale characterization A. Löhmus, R. Löhmus, I. Kink jt. University of Tartu (Institute of Physics), Estonia

Development of ceramicbased composites and related technology M. Gasik, S.P. Hannula Aalto University (School of Chemical Technology), Finland

High-temperature tribological and mechanical characterization E. Badish Austrian Center of Excellence for Tribology (AC2T), Austria

Tribo-corrosion characterization; processes of corrosion and oxidation M. Stack University of Strathclyde (School of Engineering), UK

Micro- and nanomechanics of materials; metal matrix composites M. Laparoux Swiss Federal Laboratories for Materials Research EMPA, Switzerland

Thermodynamic equilibria in ceramic systems; synthesis and design of ceramic materials M. Rodríguez Institute of Ceramics and Glases (CSIC), Spain

Development of and research on corrosion and wear resistant cermets B. Bertheville The Swatch Group Research and Development Ltd, Switzerland

Modelling of multiphase materials; mechanism of wear; deposition and characterization of films A. Freidin, V. Ralchenko Russian Academy of Science (Institute of Problems in Mechanical Engineering and Institute of General Physics), Russia

3 olulisemat aruandeaastal ilmunud artiklit

1. Hussainova, I.; Baronins, J.; Antonov, M.; Drozdova, M. (2016). Wear performance of hierarchically structured alumina reinforced by hybrid graphene encapsulated alumina nanofibers. *Wear*, 368-369, 287–295, 10.1016/j.wear.2016.09.028.
2. Surzhenkov, A.; Antonov, M.; Goljandin, D.; Kulu, P.; Viljus, M.; Traksmaa, R.; Mere, A. (2016). High-temperature erosion of Fe-based coatings reinforced with cermet particles. *Surface Engineering*, 32 (8), 624–630, 10.1080/02670844.2016.1145377.

3. Yung, D.-L.; Cygan, S.; Antonov, M.; Jaworska, L.; Hussainova, I. (2016). Ultra high-pressure spark plasma sintered ZrC-Mo and ZrC-TiC composites. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 61, 201–206, 10.1016/j.ijrmhm.2016.09.014.

## **1.2 Õhukeste kövapinnete uurimisgrupp**

### **Thin coatings/films deposition research group**

**Juht:** Vitali Podgurski, vanemteadur.

**Liikmed:**

Andrei Bogatov, teadur;

Eron Adoberg, teadur;

Heinar Vagiström, tehnik, insener;

Maxim Yashin, doktorant.

**uurimisrühma teadustöö ülevaade (kokku kuni 1,5 lehekülge eesti ja inglise keeles)**

**teadustöö lühikirjeldus (eesti keeles)**

Antud uurimisgrupi all teostatakse kahte projekti:

PUT 1369: TeemanTpinnete adaptatsioonimehhanismid kuiv hõõrdekulumise. Uurimisprojekti eesmärk on mõista paremini adaptatsioonimehhanismide olemust, eriti säbarlainemustrite teket kulumisejälje pinnal ja teemanTpindel läbipainet liugkulumise käigus ning nende mõju triboomadustele. Mõlemat adaptatsioonimehhanismi uuritakse erinevates hõõrdekulumise tingimustes ning käsitletakse entropia kontseptsiooni raames hõõrdel.

IUT 1929: Multimaterjalisüsteemid. Eesmärk on arendada tehnoloogiaid (pindamine) võimaldamaks kombineerida tavapäraseid konstruktsioon- või tööriistamaterjale keraamika-basil komposiitidega. Selle alateema raames on kavandatud läbi viia teemanTpinnete WC-Co alusele sadestamist ning mehaaniliste/ triboloogiliste katsed kõrgel temperatuuril.

**teadustöö lühikirjeldus (inglise keeles)**

The research group Works in two project:

PUT 1369: Adaptation mechanisms of diamond films in dry sliding wear. The research project aims to improve the understanding of adaptation mechanisms, particularly, formation of ripple patterns on the wear scars surface and deflection of the diamond films observed during sliding. Both adaptation mechanisms are investigated under different sliding tests conditions and treated within the framework of the entropy concept of the friction.

IUT 1929: Tribomaterials for a wide range of temperatures. The goal is development and characterization of ceramic matrix composites and cermets to enhance performance and reliability with focus on high temperature and corrosive media tribo-conditions. Deposition of diamond films on WC-Co substrates and testing of mechanical/ tribological properties at high temperature.

**aruandaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (eesti keeles)**

Selgitati, et ainult CrN vahekiht vastab soovitud nõuetele, s.o., hea adhesioon WC-Co – vahekihte kui ka vahekiht – teemanTpindel vahel. Uuriti ka teemanTpindel omadused, tuvastati kilede pinna morfoloogilised muutused (säbarlainemustrite teket kulumisejälje pinnal) ja teemanTpindel läbipainet liugkulumise käigus ning nende mõju triboomadustele.

Teostati TERS (Tip Enhanced Raman Spectroscopy) otsikute optimaalse tootmistehnoloogia väljatöötamine. Arendati välja tootmistehnoloogia innovatiivesete TERS otsikute masstootmiseks.

PVD kövapinnete sadestamise teenuse arendamine.

**aruandaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (inglise keeles)**

It was shown that only CrN as a buffer layer possesses a good adhesion between WC-Co and diamond film as well. The diamond films properties were investigated, the morphology changes (rippling) within the wear scars and deflection of films were observed, which influences on the tribological properties (wear rate).

Development of optimal technology for the production of TERS tips. Project aims to develop advanced type of TERS tips for mass production.

PVD hard coating service for companies.

Ioetelu uurimisrühma liikmete aruandeaastal juhitud olulisematest projektidest/lepingutest:

Artech Carbon OÜ (Eesti), EAS projekt "TERS otsikute optimaalse tootmistehnoloogia väljatöötamine" 21.01.2016–31.12.2016. (LEP 16012)

uurimisrühma liikmete koostöö teiste T&A asutustega (sh välisriikidest):

PVD kövapinnete sadestamise teenus koos rakenduslike probleemide lahendamistega erinevate Eesti ettevõtetega (Norma AS, Metaprint AS, Teratoimituse Eesti OÜ)

3 olulisemat aruandeaastal ilmunud artiklit

1. (3.1) A. Bogatov, M. Yashin, M. Viljus, P. Menezes, V. Podgursky, Comparative Analysis of Two Methods for Evaluating Wear Rate of Nanocrystalline Diamond Films, *Key Engineering Materials* ISSN: 1662-9795, (2016) Vol. 721, pp 345-350.
2. (3.1) M. Yashin, A. Bogatov, V. Podgurski, Comparative Analysis of Wear Rates of Microcrystalline Diamond and Diamond-Like Carbon Coatings Deposited on WC-Co Substrates, *Key Engineering Materials*, ISSN: 1662-9795, (2016) Vol. 721, pp 436-440.
3. (1.1) R. Nelz, P. Fuchs, O. Opaluch, S. Sonusen, N. Savenko, V. Podgursky, E. Neu, Color center fluorescence and spin manipulation in single crystal, pyramidal diamond tips, *Applied Physics Letters*, 2016, 109, pp 193105-1- 193105-4.

**1.3 Innovative polycrystalline diamond (PDC) drag bit for soft ground tunnel boring machines B56**

Juht: Maksim Antonov, vanemteadur.

Liikmed:

Lauri Kollo, vanemteadur;

Dmitri Goljandin, teadur;

Yaroslav Holovenko, doktorant;

Ramin Rahmaniahranjani, doktorant;

Marina Aghayan, doktorant;

Janis Baroninš, doktorant;

Francisco José Casesnoves Granado, doktorant;

Dmitri Gomon, doktorant.

uurimisrühma teadustöö ülevaade (kokku kuni 1,5 lehekülge eesti ja inglise keeles)

teadustöö lühikirjeldus (eesti keeles)

Antud projekt on fokuseeritud bio-inspireeritud materjalide valmistamise valdkonda. Koostöös Eesti Maaülikooliga on uuritud loomi, kes elavad abrasiivsetes tingimustes (sügaval maa all) ja on pakutud kolme tüüpi materjale (1) terade tippu, 2) tipust eemal, kui abrasiivne materjal liigub ühes suunas ja (3) tipust eemal, kui abrasiivne materjal liigub kahes suunas. Nende materjalide hübridne struktuur valmistatakse mitme tehnoloogiatega abil ja mitmest materjalides, mis kokku tekitab kulumiskindla materjali (mao-või mutinahale sarnase).

Lisaks uuritakse gradientsete teeman-metall materjalide väljatöötamiset, mis on parema sitkusega kui traditsioonilised tööriistamaterjalid teemandi ja alusplaadi jootmisega. Lisaks uuritakse kombineeritud kulumis-korrosiooni protsess, mis on tähtis maa-alustes tingimustes vedelikus töötavate riistade jaoks.

teadustöö lühikirjeldus (inglise keeles)

Our group is working in direction toward bio-inspired materials. The animals living in abrasive conditions (deeply under the ground) are studied in cooperation with the Estonian University of Life Sciences. Three types of materials are proposed: (1) for cutting edge, (2) located away from cutting edge with abrasive

sliding only in one direction and (3) located away from cutting edge but abrasive can slide in both direction. The hybrid structure of such materials is obtained by several technologies from several materials to get material similar to the skin of snake or the mole's pelt.

In addition, the group make research on diamond-metal gradient material development to provide the improvement of toughness of conventional materials produced by brazing of diamond to the substrate. The combined wear-corrosion process important for tools working in wet underground conditions was also studied.

#### aruandeaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (eesti keeles)

On valmistatud esimesed kolm bio-inspireeritud materjali prototüüpi, valitud materjali komponendid. On plaanis kirjutada patentitaotlus. Esimene artikkel 3D prinditud materjali tribokatsetuste kohta oli esitatud NordTrib2016 konverentsil ja on valitud publitseerimiseks ajakirjas „Journal of Engineering Tribology“. Artikkel on vastu võetud, aga ei ole veel ilmunud: Y. Holovenko, M. Antonov, L. Kollo „Friction studies of metal surfaces with various 3D printed patterns tested in dry sliding conditions“.

On uuritud seitse erinevat teemantpulbrit (erinevad teemanterade suurused, erinev metallkihi paksus, mono- või polükristalsed teemanterad). Rohkem kui 15 erinevat materjali (erinevad teemantpulbrid, erinevad paagutusrežiimid, erinevad gradientsed struktuurid) sai valmistatud. Materjalid on katsetatud löök-abrasiivsetes tingimustes ja tulemuste baasil on läbi viidud sobivuse analüüs. On plaanis kirjutada patentitaotlus.

Kombineeritud kulumis-korrosiooni protsessi uurimise tulemuseks ilmus artikkel: Baroninš, J.; Podgursky, V.; Antonov, M.; Bereznev, S.; Hussainova I. (2017). Electrochemical behaviour of TiCN and TiAlN gradient coatings prepared by lateral rotating cathode arc PVD technology. Key Engineering Materials, 721, 414–418.

#### aruandeaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (inglise keeles)

Three first prototypes of bio-inspired materials are produced and components are selected. The patent application is foreseen. The first paper about tribological testing of 3D printed structures was presented during NordTrib2016 conference and was selected for publication in „Journal of Engineering Tribology“. „Y. Holovenko, M. Antonov, L. Kollo „Friction studies of metal surfaces with various 3D printed patterns tested in dry sliding conditions“ paper is accepted but still in press.

Seven different diamond powders were studied (different size of grains, different coating thickness, mono or polycrystalline grains). More than 15 different materials (varied diamond powder, sintering technology and gradient structure) were produced. Materials were tested in impact-abrasive conditions and their performance is analysed. The patent is foreseen.

The paper was published as the result of the research on combined wear-corrosion studies: Baroninš, J.; Podgursky, V.; Antonov, M.; Bereznev, S.; Hussainova I. (2017). Electrochemical behaviour of TiCN and TiAlN gradient coatings prepared by lateral rotating cathode arc PVD technology. Key Engineering Materials, 721, 414–418.

#### uurimisrühma liikmete koostöö teiste T&A asutuste ja ettevõtetega (sh välisriikidest);

M.Rosinski (GeniCore, Pooala); I.Y.Konyashin (E6 GmbH); J.Huang (Shine Peak Tools Co., LTD., Hiina); V.Andrianov (Eesti Maaülikool)

#### 3 olulisemat aruandeaastal ilmunud artiklit

1. Hussainova, I.; Baronins, J.; Antonov, M.; Drozdova, M. (2016). Wear performance of hierarchically structured alumina reinforced by hybrid graphene encapsulated alumina nanofibers. Wear, 368-369, 287–295, 10.1016/j.wear.2016.09.028.
2. Yung, D.-L.; Antonov, M.; Hussainova, I. (2016). Spark plasma sintered ZrC-Mo cermets: Influence of temperature and compaction pressure. Ceramics International, 42 (11), 12907–12913, 10.1016/j.ceramint.2016.05.059.
3. Yung, D.-L.; Antonov, M.; Veithal, R.; Hussainova, I. (2016). Wear behaviour of doped WC-Ni based hardmetals tested by four methods. Wear, 352-353, 171–179, 10.1016/j.wear.2016.02.015.

#### **1.4 Uued läbindustehnoloogiad ja allmaatööd (NeTTUN)**

#### **New technologies for Tunnelling and Underground Works (NeTTUN)**

Juhit: Renno Veinthal, professor (2012-2016), Maksim Antonov, vanemteadur (2016-2017)

##### Liikmed:

Irina Hussainova, professor;

Marek Tarraste, nooremteadur, doktorant;

Dmitri Katušin, doktorant;

Der-Liang Yung, doktorant.

##### uurimisrühma teadustöö ülevaade (kokku kuni 1,5 lehekülge eesti ja inglise keeles)

##### teadustöö lühikirjeldus (eesti keeles)

NeTTUn on mahukas ja interdiitsiplinaarne teadus- ja arendusprojekt, mille eesmärk on uute tehnoloogiate arendamine läbindus- ja allmaatööde jaoks. Projekti käivitus 2012 a septembrist ning selle rahastamine toimub EL 7. raamprogrammi raames. Projektis osaleb 21 partnerit 9 Euroopa riigist.

TTÜ uurimisrühm osaleb projektis kitsamas lõigus, mille eesmärgiks on läbinduskombaini lõikeinstrumentide kulumis- ja purunemiskindluse (püsivuse) suurendamine. Nende osade püsivuse suurendamine on väga oluline selleks, et vähendada miinimumini läbinduskombaini remondi- ja hooldusaegasid ja hoolduspersoonali jaoks äärmiselt kõrge riskiga seotud lõiketerade asendamisega seotud tööoperatsioone.

##### teadustöö lühikirjeldus (inglise keeles)

NeTTUN is a collaborative integrated R&D project, aiming at developing New Technologies for Tunnelling and UNderground works. Since Sept. 2012, it is funded by the 7<sup>th</sup> Framework Programme of the European Commission. It involves 21 partners (from universities, SME and large companies) from 9 European countries.

In this project, a work package (where TTÜ is involved) is dedicated to increasing the lifetime of the drag bits used on Tunnel Boring Machines (TBM). The wear of such parts represents a significant cost and waste of production time because of the related maintenance operations, with associated personnel risks that NeTTUN aims at reducing.

##### aruandeaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (eesti keeles)

Eesmärkide saavutamises:

- Teostati väga põhjalik lõikeinstrumentide kulumis- ja purunemispõhjuste analüüs, mis aitas välja selgitada nii terastest lõikeinstrumentide kui ka nende tugevdamiseks kasutatavate kövasulamplaatide valdavad purunemise põhjused ja purunemise mehhaniisi ja sõnastada projekteerimispõhimõtted, mida järgides oleks võimalik suurema tööriista püsivuseni.
- Kasutades erinevaid simulatsioonivahendeid (nii diskreetsed meetodid kui lõplike elementide meetod) uuriti nii teoreetiliselt kui katseliselt läbinduskilbi ees ja sellega kontaktis oleva materjali liikumist eesmärgiga optimeerida lõikeinstrumentide kuju ja paigutust läbinduskilbil.
- Uuriti ja analüüsiti erinevaid lähenemisviise kulumise ja purunemiskindluse seisukohast optimaalse koostisega kövasulamplaatide saamiseks. Vaadeldi erineva koostise, osiselise koostise ja morfoloogiaga armeeriva faasi kasutamise võimalusi, katsetati erinevaid sideaineid ja sideaine armeerimise võimalusi. Selleks prooviti erinevaid paagutus-tehnoloogiaid ja varieeriti mahukates eksperimentides paagutuse režiime. Püüti saavutada maksimaalsed purunemissitkuse näitajad alandamata materjali kövadusnäitajaid.
- Saadu duute materjalidega viidi läbi erinevaid mehaanilis ja triboloogilis katseid. Katseprogrammi kuuluvad materjalid läbisid mitmeid erinevaid abrasiivse, lõögilise ja korrosiivse möjuga katseid, mis aitasid piisava kindlusega välja arendada läbindustöödeks sobivaimad uued kövasulamid.

Projekti töölöigu eesmärgiks on välja arendada kövasulam (ja selle tootmistehnoloogia), mis tagaks võrreldes seni kasutatava kövasulamiga vähemalt 20% suurema tööriista püsivuse (seda ühtaegu nii kulumis- kui purunemiskindluse mõttes). Projekti lõppfaasis katsetatakse loodud uusi materjale reaalsetes tingimustes läbinduskombainil.

WC armatuuril põhinevaid uusi kövasulameid katsetati erinevates abrasiiv- ja lõökkulumise katsetes laboratoorsetes tingimustes, võrreldi tulemusi etalonmaterjalidega, ühtlasi püüdes välja selgitada ka

kulumise mehhanisme. Selles projekti etapis jõuti tulemuseni, kus mõnedes katsetes olid meie loodud uued materjalid võrreldes etalonidega (seni könealuses rakenduses kasutuses olev materjal) 50% suurema kulumiskindlusega.

Projekti lõppfaasis toimuvad 2017. a väljakutsete Singapuri metroo ühe lõigu läbindamisel (Thomson East Coast Line rajatav 43 km pikkune lõik), ning selgub loodud uute materjalide tegelik kulumiskindlus.

Projekti käigus loodud leitust on kaitstud Euroopa patentiga ja selle komertsialiseerimiseks on konsortsiumi kolme partneri vahel sõlmitud vastav leping.

#### aruandeaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (inglise keeles)

To achieve this goal, we combine different tasks related to:

- the analysis of damaged drag bits for the understanding of the phenomena that occur in the carbide inserts and body of the drag bits, in order to guide the development of materials that will overcome these phenomena;
- the numerical modelling of the material flow around a drag bit and of the contact between the drag bit and the ground (by FEM and DEM), in order to optimize the geometric shape and arrangement of drag bits on the cutter head;
- the strategy of development of new optimised materials with improved wear resistance, by working on mixing different hard phase types, improving the binder behaviour, using new sintering techniques in order to find ways to violate the law of nature concerning the relationships between hardness and toughness;
- the tribological testing of the newly developed materials, in comparison with existing materials, in order to understand the wear phenomena, to rank the materials, and to further improve the development of materials.

The final goal is to develop improved drag bits that would exhibit a lifetime extended by at least 20% over current drag bits. These new drag bits are tested on a TBM at the end of the project.

New materials based on WC were produced and tested in laboratory, to understand their tribological behaviour and compare their wear resistance in abrasion and in impact-abrasion to reference material. During this part of the project, we were able to find a material with an improvement of performance of up to 50% in some conditions, compared to the reference material.

The field test of the advanced TBM drag bits will be conducted on the Metro-line construction at Thomson East Coast Line in Singapore with the overall length of 43 km.

An invention – “Method of making a double-structured bimodal tungsten cemented carbide composite material” made by the research group resulted in PCT application. The co-ownership agreement was signed by three partners on commercialization of the invention.

#### 3 olulisemat aruandeaastal ilmunud artiklit

1. Effect of coarse-to-fine wc grain ratio on mechanical properties and abrasive wear of WC-8Co cemented carbides, Der-Liang Yung, Maksim Antonov, Irina Hussainova, Renno Veinthal, Sture Hogmark, Tribologia, 265, 2016, 103-115
2. Wear behaviour of doped WC–Ni based hardmetals tested by four methods, Der-Liang Yung, Maksim Antonov, Renno Veinthal, Irina Hussainova, Wear 352-353 (2016) 171–179
3. Effect of erodent particle impact energy on wear of cemented carbides, M. Antonov, D-L.Yung, D. Goljandin, V. Mikli, I. Hussainova <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2016.11.032> , (trükis)

#### **1.5 Keraamika kiudude nanovõrgustik sihitute funktsioonidega (PUT1063)**

**Nanonet of ceramic fibers with targeted functionalities**

Juht: Irina Hussainova, professor;

Liikmed:

Marina Aghayan, nooremteadur, doktorant.

Maria Drozdova, nooremteadur, doktorant.

Roman Ivanov, nooremteadur, doktorant.

Nikhil Kumar Kamboj, doktorant.

Le Liu, doktorant.

Tatevik Minasyan, doktorant.

Ali Saffar Shamshirgar, doktorant.

Masoud Taleb, doktorant.

#### uurimisrühma teadustöö ülevaade (kokku kuni 1,5 lehekülge eesti ja inglise keeles)

##### teadustöö lühikirjeldus (eesti keeles)

Kaasaegne teadus keskendub uute struktuuride lähenemiste ja võimaluste leidmisele. Töö eesmärgiks on uue kiudude nanovõrgustiku arendus ning valideerimine. Nanovõrgustik on nanoskaalas kõrgelt orienteeritud oksiidkeraamilised nanokiud ja nende modifikatsioonid. Eesmärgiks on leida võimalused omavahel sobivate sidemetega ühendatud võrgustike tekitamiseks, mis ühelt poolt säilitaks modifitseeritud kiudude individuaalsed unikaalsed omadused ja teisalt kannaks need üle makroskoopilisele skaalale. Antud töös keskendutakse eeskätt 1. võrgustiku suunatud koostise, geomeetria ja hukkumise arengule, 2. võimalustele seda soovitud suunas modifitseerida, 3. võimalike rakenduste leidmisele. Valmistatakse 2 turule-suunatud prototüpi: hierarhiliste struktuuridega kõrgjuhtiv komposiit ning 3D-skaffold. Võrgustiku tekitamine reaalsetes toodetes võimaldab oluliselt parandada materjalide omadusi soovitud suunas, mis omakorda viib uute omadustega toodete valmistamistehnoloogiate arendamiseni.

##### teadustöö lühikirjeldus (inglise keeles)

The proposal focuses on development, optimization and validation of novel nanonet consisting an assembly of nanoscaled self-aligned ceramic nanofibers. The nanonet allows consistent and integrated production of multi-materials cross-level (from nano to macro) structures by utilizing functional properties advancement via engineered structural and compositional features and making an added value to the nanonet to be embedded later in a variety of final products. Targeted functionalities are achieved by appropriate functionalization and/or attachment of nanoscale objects. The research concentrates on (i) development of a nanonet with targeted composition, geometry and entanglement; (ii) functionalization to satisfy specific needs; and (iii) potential applications of nanonet. Two highly demanded market-oriented demonstrators will be produced: (1) highly conductive hierarchically structured ceramic composites, and (2) three-dimensional fibrous scaffolds and membranes.

##### aruandeaastal saadud kõige olulisemad teadustulemused (inglise keeles)

The main distinguishing results of the research are (1) developed method for catalyst-free CVD functionalization by graphene, graphite or graphene/CNT; (2) developed method for chemical functionalization by wet-combustion; (3) developed novel approach to electroconductive ceramics filled by graphene covered nanofibers; (4) tested graphene encapsulated nanofibers as nanofillers for otherwise insulator materials; (5) proved applicability of the graphenated nanonets as scaffolds for bio-applications.

Based on results of the research, there are four (4) patents pending.

##### 3 olulisemat aruandeaastal ilmunud artiklit

1. Taleb, Masoud; Ivanov, Roman; Bereznev, Sergei; Kazemi, Sayed Habib; Hussainova, Irina. Novel approach to ultrasensitive electrochemical detection of ascorbic acid. *Microchimica Acta*, 2017, 184 (3), pp. 897-905; doi: 10.1007/s00604-017-2085-7; IF = 5
2. Stamatin, Serban N.; Hussainova, Irina; Ivanov, Roman; Colavita, Paula E. Quantifying graphitic edge exposure in graphene based materials and its role in oxygen reduction reactions. *ACS Catalysis*, 2016, 6, pp.5215 – 5221; doi: 10.1021/acscatal.6b009453; IF = 9.3
3. Kazantseva J.; Ivanov, R.; Gasik, M.; Neuman, T.; Hussainova, I. Graphene-augmented nanofiber scaffolds demonstrate new features in cells behavior. *Nature: Scientific reports*, 2016, 6, 30150; doi: 10.1038/srep30150; IF = 5.52

## **2. Täiendavad andmed**

**2.1 Loetelu struktuuriüksuse töötajate olulisematest siseriiklikest ja välisriiklikest T&A-ga seotud tunnustustest (*näidates töötaja nime, allüksuse ja ametikoha ning tunnustuse*).**

**2.2 Loetelu struktuuriüksuse töötajatest, kes on riiklike T&A-ga seotud otsustuskogude liikmed (*näidates töötaja nime, allüksuse ja ametikoha ning otsustuskoogu nimetuse*).**

1.Jakob Kübarsepp, metallide tehnoloogia õppetool, professor, Eesti Teaduste Akadeemia, Informatika ja tehnikateaduste osakonna juhataja.

2.Priit Kulu, materjaliõpetuse õppetool, professor, ETAG loodus- ja tehnikateaduste ekspertkomisjon, ekspert.

3.Irina Hussainova, metallide tehnoloogia õppetool, juhtiv teadur, Research Potential (REGPOT-2012-2013-1), FP7, EU: SINTERCER Projekt; Projekti juht Eesti poolt.

**2.3 Loetelu struktuuriüksuse töötajatest, kes on välisriikide akadeemiate või muude oluliste T&A- ga seotud välisorganisatsioonide liikmed (*näidates töötaja nime, allüksuse ja ametikoha ning välisakadeemia või muu olulise T&A-ga seotud välisorganistatsiooni nimetuse*).**

1. Irina Hussainova, materjalitehnika instituudi metallide tehnoloogia õppetool, juhtivteadur  
 - Ekspert-referent, the Research Council of Norway.  
 - Expert/rapporteur for the European Commission Research Executive Agency REA/C/04 under scheme of the Horizon 2020 - the work programme H2020-LEIT-Space 2014-2015: H2020-COMPET-2015; H2020-EO-2015; and H2020-PROTEC-2015.  
 - Ekspert, Swiss National Science Foundation.

**2.4 Struktuuriüksuses järeldoktorina T&A-s osalenud isikute loetelu (*nii ETIS-e kaudu esitatud taotluste alusel kui muude meetmete alusel TTÜ-sse saabunud näidates ära järeldoktori nime, allüksuse ja ametikoha, perioodi, päritolumaa ja asutuse ning meetme, mille alusel järeldoktorit rahastatakse.*) Eraldi tuuakse loetelu TTÜ-st järeldoktorantuuri suundunud struktuuriüksuse töötajatest (*nii ETIS-e kaudu esitatud taotluste alusel kui muude meetmete alusel TTÜ-st välja suundunud näidates ära järeldoktori nime, allüksuse ja ametikoha, perioodi, siatkoha riigi ja asutuse ning meetme, mille alusel järeldoktorit rahastatakse.*)**

**2.5 Soovi korral esitatakse muu informatsioon aruandeaasta T&A tegevuse kohta, sh saadud T&A-ga seotud tunnustused (va punktis 2.2 toodud tunnustused), ülevaade teaduskorralduslikust tegevusest, teadlasmobiilsusest ning hinnang struktuuriüksuse teadustulemustele, arengukava täitmisele vm.**