

KEEMIA- JA MATERJALITEHNOLOOGIA TEADUSKONNA MATERJALIÜRINGUTE TEADUSKESKUSE TEADUS- JA ARENDUSTEGEVUSE AASTAARUANNE 2011

1. Keskuse struktuur

Keskuse juhataja Urve Kallavus

- Materjaliuuringute õppetool, Chair of Materials Research, Urve Kallavus
- Materjaliuuringute teadus- ja katselaboratoorium, Laboratory for Materials Research

2. Keskuse teadus- ja arendustegevuse (edaspidi T&A) iseloomustus

(NB! punktid 2.1- 2.6 täidab struktuuriüksus)

2.1 struktuuriüksuse koosseisu kuuluvate uurimisgruppide

2.1.1 teadustöö kirjeldus (*inglise keeles*)

1. Investigation of thin films, multilayered structures, fine particles and powders; feature analysis and crystallographical orientation of fine structures (Valdek Mikli, M.S.Nat.Sci. PhD nat.Sci).
2. Investigation of hard sintered materials, their formation and structural characterization, metallographical structures, computer-aided feature analysis (Mart Viljus, M.S.Nat.Sci. PhD.Nat.Sci).
3. Investigation of lignocellulosic materials (wood, cellulose, paper, structure timber), natural and man-made stone, and their degradation by natural and artificial causes; objects of cultural heritage, archaeology, art and their conservation problems (Urve Kallavus, Dr.Habil.Chem.).
4. Investigation of the indoor climate influence to the biodeterioration of materials. (Urve Kallavus, Dr.Habil.Chem.).

4.1.1 aruandeaastal saadud tähtsamad teadustulemused (*inglise keeles*).

Results for 2011

The XRD measurements were performed in the study of Calcium hydroxyapatites of different compositions and various specific surface areas (SSA).

The microstructure of the two types of superstrate glass/ITO/CdS/CdTe PV were investigated what were prepared by high vacuum evaporation technique with (i) activation of CdS layer and CdS/CdTe bi-layer structure step-by-step and (ii) activation of CdS/CdTe bi-layer structure. Obtained layers and structures were characterized using the XRD, SEM and I-V methods.

Geometrical parameters of the surface of TiN, TiAlN and AlTiN coatings were evaluated by means of atomic force microscopy (AFM). The roughness of the WC-Co substrate R_a ranged from 0.05 to 0.2 μm and the coating thickness was $2.3 \pm 0.2 \mu\text{m}$.

Structure and composition of CuInS_2 thin films before and after annealing were studied by XRD, EDS. As-sprayed films were low-crystalline, showed uniform distribution of elements in film thickness and no oxygen content. Cu_xS phase in sprayed CIS films promotes the crystallite growth but retards the formation of chalcopyrite phase during H_2S treatment.

The mineralogical and chemical composition of phosphorite concentrates from Tunisia, Estonia (from the Kabala and Toolse deposits), Uzbekistan (Dzheroi-Sardara) and Kazakhstan (Dzhanatas) as well as their apatite structures were studied before and after mechanical activation in a planetary mill for 5 to 240 min. The changes in the physical and chemical

properties following mechanical activation depend mainly on the mineralogical composition of phosphorite concentrates and on the structural characteristics of the apatite.

Bulk superconducting (SC) ceramics containing BPSCCO and LPMO (Lanthanum/Lead – manganite phase) have been analysed by scanning electron microscopy (SEM) and by the method of energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX).

The performance of different cermet grades was investigated by the SEM combined with EDS and XRD analysis. Three types of material performance maps were constructed: oxidation rate maps, wear rate maps and maps showing the effect of oxidation on abrasion.

The mineralogical and chemical composition of phosphorite concentrates from Tunisia, Estonia (from the Kabala and Toolse deposits), Uzbekistan (Dzheroi-Sardara) and Kazakhstan (Dzhanatas) as well as their apatite structures were studied before and after mechanical activation in a planetary mill for 5 to 240 min. The solubility of phosphorus increased proportionally with the size of the apatite crystallites.

Phase composition in the mixtures of binary precursors and KI was determined by X-ray diffraction in the study of $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$ monograin formation in molten KI starting from binary chalcogenides.

The wear tracks of the worn compositions blocks abraded at low-load and high-load conditions were analyzed by scanning electron microscopy (SEM). Abrasive wear mechanisms are similar for different cermets, depending mainly on the material/abrasive relative hardness and loading value.

The microbiological damage of the constructive materials and quality of indoor climate was analysed in Estonian living houses and the damage types were classified.

2.2 Uurimisgrupi kuni 5 olulisemat publikatsiooni läinud aastal.

Gruselle, M.; Kanger, T.; Thouvenot, R.; Flambard, A.; Kriis, K.; **Mikli, V.**; **Traksmaa, R.**; Maaten, B.; Tõnsuaadu, K. (2011). Calcium Hydroxyapatites as Efficient Catalysts for the Michael CC Bond Formation. *ACS Catalysis*, 1729 - 1733.

Lille, Harri; Kõo, Jakob; Gregor, Andre; Ryabchikov, Alexander; Sergejev, Fjodor; **Traksmaa, Rainer**; Kulu, Priit (2011). Comparison of curvature and X-Ray methods for measuring of residual stresses in hard PVD coatings. *Materials Science Forum*, 681, 455 - 460.

Podgursky, V.; Adoberg, E.; Surženkov, A.; Kimmari, E.; **Viljus, M.**; **Mikli, V.**; Hartelt, M.; Wäsche, R.; Š?ma, M.; Kulu, P. (2011). Dependence of the friction coefficient on roughness parameters during early stage fretting of (Al,Ti)N coated surfaces. *Wear*, 271(5-6), 853 - 858.

Kärber, E.; Katerski, A.; Oja Acik, I.; **Mikli, V.**; Mere, A.; Krunks, M. (2011). Effect of H₂S treatment on properties of CuInS₂ thin films deposited by chemical spray pyrolysis at low temperature. *Thin Solid Films*, 519(21), 7180 - 7183.

Stoyanova-Ivanova, A.; Staneva, A.; Shoumarova, J.; Blagoev, B.; Zaleski, A.; **Mikli, V.**; Dimitriev, Y. (2011). Microstructure and superconductivity of bulk BPSCCO/LPMO composite. *Philosophical Magazine Letters*, 91(3), 190 - 199.

2.3 Loetelu struktuuriüksuse töötajate rahvusvahelistest tunnustustest.

2.4 Loetelu struktuuriüksuse töötajatest, kes on välisakadeemiate või muude oluliste T&A-ga seotud välisorganisatsioonide liikmed.

2.5 Aruandeaasta tähtsamad T&A finantseerimise allikad.

Projekt	Vastutav täitja	Põhitäitja	Number	Lepingu liik	Ajavahemik
Synthesis and structural investigations of multifunctional materials	Valde Mikli	Rainer Traksmaa	VA428	välisleping	01.01.09 - 31.12.12
Maaelamute sisekliima, ehitusfüüsika ja energiasääst I		Urve Kallavus	Lep10132	siseriiklik leping	16.12.10 - 01.01.11
Eesti erinevates piirkondades aastatel 1990-2010 kasutusele võetud korterelamute kaardistamine		Urve Kallavus	Lep10067	siseriiklik leping	30.06.10 - 31.03.12
Eesti eluasemefondi puidust korterelamute ehitustehniline seisukord ning prognoositav eluiga		Urve Kallavus	Lep9066	siseriiklik leping	20.06.09 - 31.03.11
Healthy and energy-efficient Living in Traditional Rural Houses		Urve Kallavus	VIR473	välisleping, Interreg IVA	01.05.10 - 30.04.13
CdTe kile rekristallisatsioon tahkes faasis ja legeerivate elementide mõju kile omadustele	Valdek Mikli	Mart Viljus, Rainer Traksmaa	ETF7608	ETF	01.01.08 - 31.12.11
Developing novel methods to enhance the reliability of WC-Co and TiC-NiMo cermets		Mart Viljus	ETF8817	ETF	01.01.11 - 31.12.13
Mitmefaasiliste tribomaterjalide arendamine ja tehnoloogia		Mart Viljus, Valdek Mikli, Rainer Traksmaa	SF0140062s08 SF		01.01.08 - 31.12.13
PECVD tehnoloogia spetsiifiliste lisanditega teemantpinnete sadestamiseks		Mart Viljus	F11022	EAS toetus	01.03.11 - 31.05.11
Development of flexible single and tandem II-VI based high efficiency thin film solar cells		Valdek Mikli	VFP432	välisleping, VII raamprogramm	01.10.09 - 30.09.13
Kõvapinded ja pinnatehnika		Valdek Mikli	SF0140091s08 SF		01.01.08 - 31.12.13
Katalüsaatorid hüdroksiülapatiidil baseeruvatest hübriidmaterjalidest		Rainer Traksmaa	ETF8207	ETF	01.01.10 - 31.12.13

2.6 Soovi korral lisada aruandeaastal saadud T&A-ga seotud tunnustusi (va punktis 2.3 toodud tunnustused), ülevaate teaduskorralduslikust tegevusest, teadlasmobiilsusest ning anda hinnang oma teadustulemustele.

2.6.1. Mobiilsus

15.08.2011	MIKLI	VALDEK	vanemteadur	Saksamaa	Zeiss esindus	Füüsika Instituut	7.08-14.08	SEM kasutamise väljaõpe
31.08.2011	MIKLI	VALDEK	vanemteadur	Saksamaa	Frankfurt	Bruker	5.09-6.09	AFMi uurimine
19.09.2011	MIKLI	VALDEK	vanemteadur	Bulgaria			23.09-1.10	konverents
10.01.2011	KALL AVUS	URVE	professor	Belgia	Brüssel	Euroopa Komisjon	9.01-16.01	foorum

14.02.2011	KALL AVUS	URVE	professor	Belgia	Brüssel	Euroopa Komisjon	14.02- 18.02	forum
17.06.2011	KALL AVUS	URVE	professor	Saksamaa	Frankfurt	Euroopa Komisjon	19.06- 23.06	forum
26.10.2011	VILJU S	MART	vanemteadur	Leedu	Kaunas	Kaunase Tehnikaülikool	26.10- 28.10	konverents

2.6.2. Teaduskorralduslik tegevus

<i>Isik</i> (ees- ja perekonnani mi)	<i>Nimetus</i> (organisatsioonide, komisjonide jm täisnimetus)	<i>Tegevus</i>	<i>Tase</i>
Valdek Mikli	Materjaliuuringute keskuse Nõukogu	liige	Ülikool
Mart Viljus	Materjaliuuringute keskuse Nõukogu	liige	Ülikool
Valdek Mikli	Keemia- ja materjalitehnoloogia teaduskonna nõukogu	liige	Ülikool
Mart Viljus	Keemia- ja materjalitehnoloogia teaduskonna nõukogu	liige	Ülikool
Urve Kallavus	TTÜ materjaliuuringute keskuse nõukogu	esimees	Ülikool
Urve Kallavus	Kaunas University of Technology, Academy of Sciences of Lithuania "Materials Science - Medziagotyra" Editorial Board	liige	Rahvusvaheline
Urve Kallavus	Keemia- ja materjalitehnoloogia teaduskonna nõukogu	liige	Ülikool
Urve Kallavus	Kaitseministeeriumi teadusnõukogu	liige	Siseriiklik
Urve Kallavus	Euroopa Komisjon	7 raamprogrammi ekspert	Rahvusvaheline

2.6.3. Tunnustused

2011, Urve Kallavus; Kaitseministeeriumi hõberinnamärk

2.6.4. Hinnang teadustulemustele

Keskuses jätkati edukalt eelnevate aastate teadustööd. Uusi teemasid ei alustatud. Suurenes välislepingutest osavõtt. Jätkuvalt on kõrge publikatsioonide arv.

	2008	2009	2010	2011
Publikatsioonid (CC)	20 (9)	32(13)	21 (8)	25 (15)
Kaitsmised	1 magistritöö	1 magistritöö	1 magistritöö	0

Keskuse Nõukogu otsustas hinnata keskuse 2011.a. teadustöö tulemused hindegaga "4".

2.7 Keskuse teadus- ja arendustegevuse teemade ja projektide nimetused (*Eesti Teadusinfosüsteemi, edaspidi ETIS, andmetel*)

- Haridus- ja Teadusministeerium

sihtfinantseeritavad teemad:

- T191, Kõvapinded ja pinnatehnika , Mikli Valdek
- T162, Mitmeefaasiliste tribomaterjalide arendamine ja tehnoloogia, Viljus Mart

baasfinantseerimise toetusfondist rahastatud projektid (sh TTÜ tippkeskused):
riiklikud programmid:

- Teiste ministriumide poolt rahastatavad riiklikud programmid:
- Uuriija-professori rahastamine:
- SA Eesti Teadusfond

grandid:

- ETF7608, CdTe kile rekristallisatsioon tahkes faasis ja legerivate elementide mõju kile omadustele, Mikli Valdek

ühisgrandid välisriigiga:

järeldoktorite grandid (SA ETF ja Mobilitas):

tippteadlase grandid (Mobilitas):

- Ettevõtluse Arendamise SA

eeluuringud:

arendustoetused:

- SA Archimedesega sõlmitud lepingud

infrastruktuur (nn „mini-infra“, „asutuse infra“):

Eesti tippkeskused:

riiklikud programmid:

muud T&A lepingud:

- SA Keskkonnainvesteeringute Keskusega sõlmitud lepingud:
- Siseriiklikud lepingud:
- EL Raamprogrammi projektid:
- Välisriiklikud lepingud:
 - VA428, Synthesis and structural investigations of multifunctional materials, Mikli Valdek

2.8 Struktuuriüksuse töötajate poolt avaldatud sihtfinantseeritava teadusteema taotlemisel arvestatavad eelretsenseeritavad teaduspublikatsioonid (*ETIS klassifikaatori alusel 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2, 3.1, 3.2, 3.3, 4.1 ja 5.1*).

1.1

Gruselle, M.; Kanger, T.; Thouvenot, R.; Flambard, A.; Kriis, K.; Mikli, V.; Traksmäa, R.; Maaten, B.; Tõnsuaadu, K. (2011). Calcium Hydroxyapatites as Efficient Catalysts for the Michael CC Bond Formation. ACS Catalysis, 1729 - 1733.

Lille, Harri; Kõo, Jakub; Gregor, Andre; Ryabchikov, Alexander; Sergejev, Fjodor; Traksmäa, Rainer; Kulu, Priit (2011). Comparison of curvature and X-Ray methods for measuring of residual

stresses in hard PVD coatings. *Materials Science Forum* , 681, 455 - 460.

Jarkov, A.; Bereznev, S.; Laes, K.; Volobujeva, O.; Traksmaa, R.; Öpik, A.; Mellikov, E. (2011). Conductive polymer PEDOT:PSS back contact for CdTe solar cell. *Thin Solid Films*, 519(21), 7449 - 7452.

Leinemann, I.; Kaljuvee, T.; Traksmaa, R.; Raudoja, J.; Grossberg, M.; Altosaar, M.; Meissner, D. (2011). Copper zinc tin selenide monograin formation in molten sodium iodide starting from binary chalcogenides . *Journal of Alloys and Compounds*, xx - xx. [ilmumas]

Podgursky, V.; Adoberg, E.; Surženkov, A.; Kimmari, E.; Viljus, M.; Mikli, V.; Hartelt, M.; Wäsche, R.; Š?ma, M.; Kulu, P. (2011). Dependence of the friction coefficient on roughness parameters during early stage fretting of (Al,Ti)N coated surfaces. *Wear*, 271(5-6), 853 - 858.

Kärber, E.; Katerski, A.; Oja Acik, I.; Mikli, V.; Mere, A.; Krunks, M. (2011). Effect of H₂S treatment on properties of CuInS₂ thin films deposited by chemical spray pyrolysis at low temperature. *Thin Solid Films*, 519(21), 7180 - 7183.

Adhikari, N.; Bereznev, S.; Laes, K.; Kois, J.; Volobujeva, O.; Raadik, T.; Traksmaa, R.; Tverjanovich, A.; Öpik, A.; Mellikov, E. (2011). High-Vacuum Evaporation of n-CuIn₃Se₅ Photoabsorber Films for Hybrid PV Structures. *Journal of Electronic Materials*, 40(12), 2374 - 2381.

Tõnsuaadu, K.; Kaljuvee, T.; Petkova, V.; Traksmaa, R.; Kirsimäe, K.; Bender, V. (2011). Impact of mechanical activation on physical and chemical properties of phosphorite concentrates. *International Journal of Mineral Processing*, 100(3-4), 104 - 109.

Stoyanova-Ivanova, A.; Staneva, A.; Shoumarova, J.; Blagoev, B.; Zaleski, A.; Mikli, V.; Dimitriev, Y. (2011). Microstructure and superconductivity of bulk BPSCCO/LPMO composite. *Philosophical Magazine Letters*, 91(3), 190 - 199.

Antonov, M.; Hussainova, I.; Kübarsepp, J.; Traksmaa, R. (2011). Oxidation-abrasion of TiC-based cermets in SiC medium. *Wear*, 273(1), 23 - 31.

Juhani, K.; Pirso, J.; Letunovitš, S.; Viljus, M. (2011). Phase evolution, microstructure characteristics and properties of Cr₃C₂-Ni cermets prepared by reactive sintering. *International Journal of Materials and Product Technology*, 40(1-2), 75 - 91.

Kärber, E.; Raadik, T.; Dedova, T.; Krustok, J.; Mere, A.; Mikli, V.; Krunks, M. (2011). Photoluminescence of spray pyrolysis deposited ZnO nanorods. *Nanoscale Research Letters*, 6(359/April), 1 - 7.

Dimova, L.; Petrov, O.; Kadiyski, M.; Lihareva, N.; Stoyanova-Ivanova, A.; Mikli, V. (2011). Preparation and Rietveld refinement of Ag-exchanged clinoptilolite. *Clay Minerals*, 46(2), 205 - 212.

Klavina, I.; Kaljuvee, T.; Timmo, K.; Raudoja, J.; Traksmaa, R.; Altosaar, M.; Meissner, D. (2011). Study of Cu₂ZnSnSe₄ monograin formation in molten KI starting from binary chalcogenides . *Thin Solid Films*, 519, 7399 - 7420.

Pirso, J.; Viljus, M.; Letunovitš, S.; Juhani, K.; Joost, R. (2011). Three-body abrasive wear of cermets. *Wear*, 271(11-12), 2868 - 2878.

1.2

Kübarsepp, J.; Klaasen, H.; Viljus, M.; Traksmäa, R. (2011). Behaviour of carbide composites in different operation conditions. Powder metallurgy progress, 11(3-4), 258 - 264.

Veinthal, R.; Sergejev, F.; Yaldiz, C. E.; Mikli, V. (2011). Impact Wear Performance of Thin Hard Coatings on TiC Cermets. Journal of ASTM International, 8(7), 10 pp.

Kalamees, T.; Arumägi, E.; Just, A.; Kallavus, U.; Mikli, L.; Thalfeldt, M.; Klõšeiko, P.; Agasild, T.; Liho, E.; Haug, P.; Tuurmann, K.; Liias, R.; Öiger, K.; Langeproon, P.; Orro, O.; Välja, L.; Suits, M.; Kodi, G.; Ilomets, S.; Alev, Ü.; Kurik, L. (2011). Eesti eluasemefondi puidust korterelamute ehitustehniline seisukord ning prognoositav eluiga. Tallinn Technical University Press

Kalamees, T.; Alev, Ü.; Arumägi, E.; Ilomets, S.; Just, A.; Kallavus, U. (2011). Maaelamute sisekliima, ehitusfüüsika ja energiasääst I. Uuringu I etapi lõpparuanne. Tallinna Tehnikaülikool

3.1

Pirso, J.; Viljus, M.; Juhani, K.; Letunovitš, S. (2011). Abrasion of cermets . Victoria M. Petrova (Toim.). Advances in Engineering Research (397 - 426).Nova Science Publishers

Laurmaa, V.; Kers, J.; Tall, K.; Mikli, V.; Goljandin, D.; Vilsaar, K.; Peetsalu, P.; Saarna, M.; Tarbe, R.; Zhang, L. (2011). Mechanical recycling of electronic wastes for materials recovery. Zhang, L.; Krumdick, G.K. (Toim.). Recycling of Electronic Waste II: Proceedings of the Second Symposium (3 - 10). Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley & Sons Ltd

Kommel, L.; Mikli, V.; Traksmäa, R.; Saarna, M.; Pokartilov, A.; Pikker, S.; Kommel, I. (2011). Influence of the SPD Processing Features on the Nanostructure and Properties of a Pure Niobium. In: Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: NanoSPD5: 5th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation held in Nanjing, China on March 21-25, 2011. (Toim.) Jing Tao Wang, Roberto B. Figueiredo, Terence G. Langdon. Trans Tech-Scitech Publications Ltd, 2011, (Materials Science Forum ; 667-669), 785 - 790.

Valdna, V.; Grossberg, M.; Hiie, J.; Kallavus, U.; Mikli, V.; Raadik, T.; Traksmäa, R.; Viljus, M. (2011). ZnCdSeTe Semiconductor Compounds: Preparation and Properties. In: Symposium U – Nuclear Radiation Detection Materials : MRS 2011 Spring Meeting, San Francisco, CA, April 25-29, 2011. (Toim.) Michael Fiederle. Cambridge University Press, 2011, (MRS Proceedings; 1341), u07 - 15.

3.2

Tsinjan, A.; Klaasen, H.; Kübarsepp, J.; Adoberg, E.; Talkop, A.; Viljus, M. (2011). Performance of tool steels strengthened by PVD coatings in adhesion and cyclic loading wear conditions. Proceedings of EURO PM 2011 Congress & Exhibition, October 9-12, 2011, Barcelona, Spain (1 - 6). Shrewsbury, UK: European Powder Metallurgy Association [ilmumas]

Kalamees, T.; Öiger, K.; Kõiv, T-A.; Liias, R.; Kallavus, U.; Mikli, L.; Lehtla, A.; Kodi, G.; Arumägi, E. (2011). Technical condition of Prefabricated Concrete Large Panel Apartment

Buildings in Estonia. In: XII International Conference on Durability of Building Materials and Components, Proceedings: XII International Conference on Durability of Building Materials and Components; Portugal, Porto, April 2011.: Porto, Portugal:, 2011, 973 - 981.

2.9 Struktuuriüksuses kaitstud doktoriväitekirjade loetelu (*NB! struktuuriüksus lisab struktuuriüksuse töötaja juhendamisel mujal kaitstud doktoriväitekirjade loetelu*)

2.10 Struktuuriüksuses järeldoktorina T&A-s osalenud isikute loetelu (*ETIS-e kaudu esitatud taotluste alusel*)

2.11 Struktuuriüksuses loodud tööstusomandi loetelu

5. Struktuuriüksuse infrastruktuuri uuendamise loetelu