

Česká zemědělská univerzita v Praze
Technická fakulta

Katedra materiálů a strojírenské technologie



Houževnatost slinutých karbidů

Diplomová práce

Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Rostislav Chotěborský, Ph.D.

Autor: Bc. Jindřich Škoch

ČESKÁ ZEMĚDĚLSKÁ UNIVERZITA V PRAZE

Technická fakulta

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Bc. Jindřich Škoch

Procesní inženýrství
Technologická zařízení staveb

Název práce

Houževnatost slinutých karbidů

Název anglicky

Toughness of sintered carbides

Cíle práce

Cílem diplomové práce je provést literární rešerši v oblasti zkoušení lomových vlastností křehkých a semi-křehkých materiálů. Výběr vhodných materiálů pro experimentální část diplomové práce, provést měření pomocí Palmquistovy metody, zhodnocení a diskuse s jinými metodami.

Metodika

- 1) Literární rešerše pro oblast zkoušení houževnatosti materiálu se zaměřením na cíle práce.
- 2) Experimentální posouzení houževnatosti vybraných slitin pomocí Palmquistovy metody.
- 3) Stanovení vztahu mezi mikrostrukturou a houževnatostí.
- 4) Diskuse výsledků.
- 5) Závěr.

Doporučený rozsah práce

50-60 stran

Klíčová slova

Houževnatost, slitina, tvrdost, mikrostruktura

Doporučené zdroje informací

- CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. Materials science and engineering. NY: John Wiley & Sons, 2011.
- GARCIA-MATEO, Carlos; CABALLERO, Francisca G. Understanding the Mechanical Properties of Nanostructured Bainite. Handbook of Mechanical Nanostructuring, 2015, 35-65.
- HUANG, Donald D. Fracture-toughness testing of toughened polymers.
- HUANG, Donald D.; WOOD, Barbara A.; FLEXMAN, Edmund A. Toughened Nylons: a fracture mechanics investigation. Advanced Materials, 1998, 10.15: 1207-1211.
- HUME-ROTHERY, William. The structures of alloys of iron: an elementary introduction. Elsevier, 2016.
- LIEBOWITZ, Harold (ed.). Fracture of Metals: An Advanced Treatise. Elsevier, 2013.
- LIU, Alan F. Mechanics and mechanisms of fracture: an introduction. ASM International, 2005.
- PRABHUDEV, K. H. Handbook of heat treatment of steels. Tata McGraw-Hill Education, 1988.
- TOUGHNESS, Fracture-Initiation. Determination of dynamic fracture-initiation toughness using a novel impact bend test procedure. Journal of Pressure Vessel Technology, 1993, 115: 389.

Předběžný termín obhajoby

2020/2021 LS – TF

Vedoucí práce

doc. Ing. Rostislav Chotěborský, Ph.D.

Garantující pracoviště

Katedra materiálu a strojírenské technologie

Elektronicky schváleno dne 30. 1. 2020

prof. Ing. Miroslav Müller, Ph.D.

Vedoucí katedry

Elektronicky schváleno dne 19. 2. 2020

doc. Ing. Jiří Mašek, Ph.D.

Děkan

V Praze dne 21. 02. 2021

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci "Houževnatost slinutých karbidů" jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou citovány v práci a uvedeny v seznamu použitých zdrojů na konci práce. Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že jsem v souvislosti s jejím vytvořením neporušil autorská práva třetích osob.

V Praze dne 11.5.2021

Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval svému vedoucímu diplomové práce panu doc. Ing. Rostislavu Chotěborskému, Ph.D. za skvělé rady, doporučení, a především za odborné vedení práce. Dále bych chtěl poděkovat své rodině, která mě při psaní práce podporovala. V neposlední řadě bych rád poděkoval své přítelkyni Bc. Denise Kloboučnickové (v této chvíli už pravděpodobně Ing.), která mi byla největší oporou.

Houževnatost slinutých karbidů

Abstrakt

Předmětem této diplomové práce je především experimentální měření houževnatosti různých slinutých karbidů podle Palmqvistovy metody. Tato metoda je díky své zdánlivé jednoduchosti hojně využívána pro zjišťování houževnatosti nejen slinutých karbidů, ale všech tvrdých materiálů pojených kovovou maticí jako např. cermety, tvrdokovy apod. Tato metoda spočívá v měření celkové délky trhlin vznikajících v jednotlivých rozích od vtisku diamantového vnikacího tělesa Vickerse do zkoumaného vzorku. Uvažuje se, že zkušební postupy se využijí pouze v laboratorních podmínkách, ne v korozivních, a za pokojové teploty.

Dále se práce věnuje porovnáním výsledků z experimentálního měření a z literární rešerše, odkud bylo čerpáno nejvíce informací. V této práci je podrobně popsána celá metodika experimentu a vysvětleny veškeré potřebné pojmy. Mimo jiné se práce věnuje i dalším postřehům a doporučením, které vyvstaly během experimentu, a které by mohly být přínosem do budoucna pro další měření.

Klíčová slova: Palmqvistova metoda, houževnatost, vnikací těleso, trhlina, slinuté karbidy, keramika

Toughness of sintered carbides

Abstract

The diploma thesis is focused mainly on experimental measurement of toughness of various sintered carbides according to Palmqvist's method. This method is widely used due to its apparent simplicity to determine the toughness not only of sintered carbides, but all hard materials bonded with a metal matrix such as cermets, carbides, etc. This method consists of measuring the total length of cracks initiation in the corners from the indentation of the Vickers diamond indenter to the tested sample. It is intended that the test procedures are used only in laboratory conditions not in corrosion-resistant conditions and at room temperature.

Furthermore, the thesis deals with the comparison of results from experimental measurements and from the literature search from which the most information was drawn. There is the whole methodology of the experiment described in detail and all the necessary concepts are explained in this thesis. Among other things, the thesis deals with other observations and recommendations that arose during the experiment, and which could be beneficial in the future for further measurements.

Keywords: Palmqvist method, toughness, indenter, crack, sintered carbides, ceramics

Obsah

Seznam použitých zkratek	10
1 Úvod	11
2 Cíl práce	12
3 Literární rešerše	13
3.1 Houževnatost.....	13
3.2 Lomová houževnatost	14
3.2.1 Různé materiály	15
3.2.2 Vnitřní mechanismy.....	15
3.2.3 Hodnoty lomové houževnatosti různých materiálů	16
3.3 Tvrdost	16
3.3.1 Tvrdost podle Mohseho	17
3.3.2 Tvrdost podle Brinella	18
3.3.3 Tvrdost podle Rockwella	18
3.3.4 Tvrdost podle Vickerse a Knoopu	19
3.4 Slinuté karbidy	21
3.4.1 Mechanické vlastnosti a lomová houževnatost.....	23
3.5 Keramika.....	25
3.6 Vliv mikrostruktury na tvrdosti a lomové houževnatosti	30
4 Experimentální posouzení houževnatosti vybraných slinutých karbidů pomocí Palmqvistovy metody.....	34
4.1 Výběr vhodného vzorku.....	34
4.1.1 Velikost a tvar vzorku.....	34
4.2 Příprava vzorků	35
4.2.1 Příprava povrchu.....	36
4.2.2 Stav povrchu	38
4.3 Vtisk.....	39
4.3.1 Provádění vtisku	40
4.3.2 Měření vtisku a délky trhliny.....	40
4.4 Výpočet tvrdosti dle Vickerse.....	42
4.5 Výpočet houževnatosti dle Palmqvista	43
4.6 Zkouška platnosti	44
5 Výsledky a diskuse	45
5.1 Mikrostruktura slinutých karbidů.....	45
5.2 Houževnatost podle Palmqvista, tvrdost podle Vickerse.....	47
5.3 Vztah mezi mikrostrukturou a houževnatostí	50

5.4	Diskuze výsledků	53
6	Závěr	55
	Seznam použitých zdrojů	56
	Seznam obrázků.....	61
	Seznam grafů.....	61
	Seznam tabulek	62
	Seznam příloh	62
	Přílohy.....	63

Seznam použitých zkratek

- ASTM* – označení Americké normy (American society for testing and materials)
- BSE* – analýza chemického složení materiálu (back-scattered electrons)
- DIN* – označení Německé normy (Deutsche Industrie-Norm)
- DP* – speciální syntetický karbid ze 2 základních fází (dual phase)
- EDS* – analýza chemického složení materiálu (energy-dispersive x-ray spectroscopy)
- ERS* – proces elektrického odporového slinování (electric resistance sintering)
- FAST* – nová metoda slinování karbidů el. proudem (field assisted sintering)
- HK25* – značka tvrdosti podle Knoop, zatížení 25 g
- HRA* – značka tvrdosti podle Rockwella, vnikací těleso diamantový kužel
- HRB* – značka tvrdosti podle Rockwella, vnikací těleso tvrdokovová kulička
- HRC* – značka tvrdosti podle Rockwella, vnikací těleso diamantový kužel se 120 ° vrcholovým úhlem a rádiusem špičky 0,2 mm
- HV100* – značka tvrdosti podle Vickerse, vnikací těleso jehlan se 136 ° vrcholovým úhlem, zatížení 981 N
- HV25* – značka tvrdosti podle Vickerse, zatížení 245 N
- HV30* – značka tvrdosti podle Vickerse, vnikací těleso jehlan se 136 ° vrcholovým úhlem, zatížení 294 N
- IM* – indentační metoda (měření tvrdosti/houževnatosti)
- JIS* – označení Japonské normy
- K_{IC}* – značka lomové houževnatosti
- K_{Isc}* – značka lomové houževnatosti v korozivním prostředí
- WG* – lomová houževnatost [N·mm⁻¹]
- WK* – lomová houževnatost [MN·m^{-3/2}]
- β* – fáze pojiva v tuhém roztoku na bázi kobaltu

1 Úvod

K tomu, aby uživatel či výrobce mohl určit mechanické vlastnosti různých materiálů, jsou zapotřebí správné zkušební metody. Proto se hodnoty lomové houževnatosti požadují hned ze tří důvodů – za účelem návrhu výrobku a hodnocení jeho provedení, za účelem výběru materiálů a za účelem kontroly a kvality.

První část práce je zaměřena na literární rešerši, která řeší teorii k dané problematice. Jsou zde vysvětleny základní vlastnosti materiálů, jako je houževnatost, tvrdost apod. Dále jsou v literární rešerši popsány způsoby měření tvrdosti a následně i houževnatosti, kde je důležitá především lomová houževnatost podle Palmqvista.

V metodice se práce zaměřuje na detailní popis jednotlivých kroků vedoucích k výsledkům, které se vyznačují minimální chybovostí. Jsou zde zdůrazněny nutné postupy a přípravy vzorků tak, aby byly výsledky co nejpřesnější a tím byla zaručena správnost celého experimentu.

V experimentální části je práce zaměřena na měření několika druhů vzorků slinutých karbidů a vyhodnocení výsledků na základě porovnání naměřených hodnot vůči hodnotám obdržným z literární rešerše.

Na základě potíží při zajišťování stabilních a předem vytvořených trhlin v těchto houževnatých a zároveň velice tvrdých materiálech byla vyvinuta mezinárodní norma k hodnocení houževnatosti tvrdokovů. Zkoušky podle Palmqvista se využívá právě kvůli zjištěné zdánlivé jednoduchosti. Jednotlivé trhliny se tvoří v rozích vtisku vnikajícího tělesa podle Vickerse a lze je následně využít k výpočtu hodnoty houževnatosti povrchu. Hodnoty délky trhlin jsou velice citlivé na metodu měření, a především na přípravu povrchu měřených vzorků.

Existuje několik metod měření lomové houževnatosti tvrdokovů. Výsledky se mohou vyjádřit buď jako faktor intenzity napětí [$MN \cdot m^{-3/2}$] nebo jako povrchová energie lomu [$J \cdot m^{-2}$]. Rozmezí hodnot pro typické WC/Co tvrdokovy je od $7 MN \cdot m^{-3/2}$ do $25 MN \cdot m^{-3/2}$.

2 Cíl práce

Hlavním cílem této diplomové práce je stanovení závislosti mezi lomovou houževnatostí slinutých karbidů a jejich mikrostrukturou, neboli chemickým složením. Dalším cílem je popsat a vysvětlit metodu měření houževnatosti slinutých karbidů i jiných tvrdých materiálů pomocí Palmqvistovy metody. Práce se zaměřuje nejen na literární rešerši, kde je kladen důraz postupy a na získané výsledky z jiných experimentálních měření, ale také na samotné praktické měření, kde je vysvětlen celý nutný postup, a hlavně jsou zde diskutovány a popsány výsledky celého experimentu.

Cílem experimentu je změření celkové délky trhlin a uhlopříček vtisku vnikacího tělesa, zápis těchto výsledků a následná aproximace. Z takto dosažených výsledků je posléze vypočtena houževnatost materiálů podle Palmqvista. Dále budou zhodnoceny výsledky měření a také porovnání s jinými metodami vhodnými pro měření a zjišťování lomové houževnatosti tvrdých materiálů.

Dalším cílem je rozhodně prohloubení si znalostí v oblasti měření a zjišťování tvrdosti a houževnatosti u tvrdých materiálů, jako jsou slinuté karbidy (tvrdokovy), keramika apod. Patříčnou výhodou této metody je fakt, že během celého procesu nemusí být výsledkem pouze houževnatost, ale zároveň s určením houževnatosti je ihned určena i tvrdost daného materiálu dle Vickerse (*HV30* případně *HV100*).

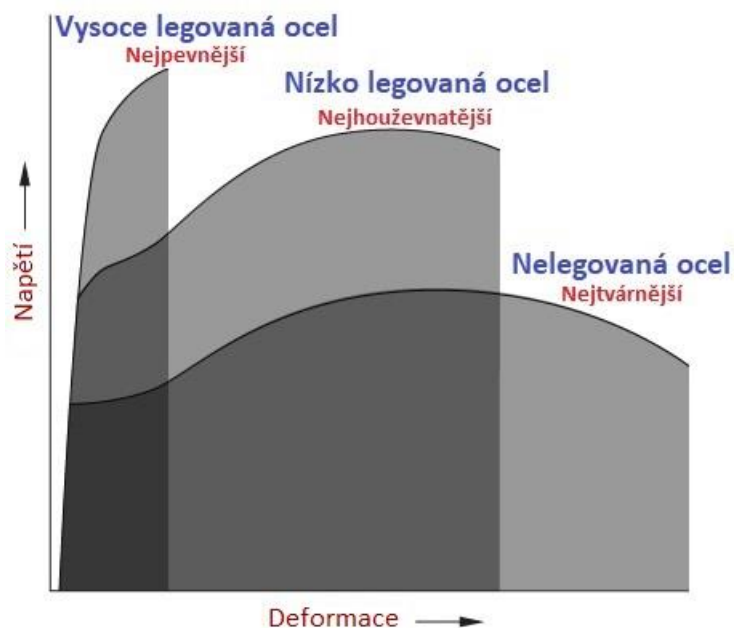
Na základě dostupných informací z literatury a výsledků měření je uvedena souvislost mezi těmito hodnotami, případně vysvětlené odchylky měření a doporučena opatření, které pro budoucí měření tyto chyby odstraní.

3 Literární rešerše

3.1 Houževnatost

Schopnost kovu plasticky se deformovat a absorbovat energii v procesu deformace do lomu se nazývá houževnatost. Důraz této definice by měl být kladen na schopnost absorbovat energii před lomem. Tažnost je měřítkem toho, jak moc se něco plasticky deformuje před lomem, ale to, že je materiál tažný neznámá, že je také houževnatý, jak také ukazuje obrázek č. 1. K dosažení houževnatosti materiálu je zapotřebí dobrá kombinace pevnosti a tažnosti. Materiál s vysokou pevností a vysokou tažností bude mít vyšší houževnatost, než materiál s nízkou pevností a vysokou tažností. Jedním ze způsobů, jak měřit houževnatost, je tedy výpočet plochy pod křivkou napětí-deformace ze zkoušky tahem. Tato hodnota se jednoduše nazývá „statická houževnatost materiálu“, přičemž její fyzikální poměr lze vyjádřit jako velikost energie spotřebované do lomu na jednotku objemu. [1]

Obrázek 1: závislost deformace na napětí pro různě legované oceli [1]



Existuje několik proměnných, které mají zásadní vliv na houževnatost materiálu. Jedná se především o tyto proměnné:

- Rychlost namáhání (rychlost zatížení)
- Teplota
- Velikost vrubu

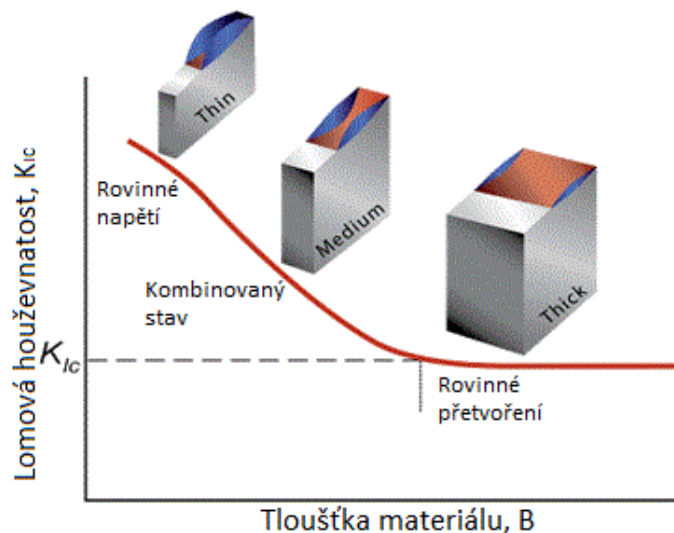
Kov může mít uspokojivou houževnatost při statickém zatížení, ale při dynamickém zatížení nebo nárazu může být křehký. Čím více se zvyšuje rychlost deformace, tak z pravidel tažnosti velmi rychle klesá houževnatost materiálu. Teplota je druhou proměnnou, která má zásadní vliv na houževnatost materiálu. Se snižováním teploty se rovněž snižuje tažnost a houževnatost. Třetí proměnná je velikost vrubu, která souvisí s rozložením napětí. Materiál může vykazovat dobrou houževnatost, když je zatěžován napětím v jedné ose, ale když je vytvořen stav víceosého napětí v důsledku přítomnosti vrubu, materiál nemusí vydržet souvislému působení elastických a plastických deformací v různých směrech. [1, 2]

3.2 Lomová houževnatost

Ve vědě o materiálech je lomová houževnatost kritickým faktorem intenzity napětí ostré trhliny, kde se šíření trhliny náhle stává nestabilním.

Tloušťka součásti ovlivňuje podmínky vazeb na špičce trhliny. U tenkostěnných součástí se jedná o podmínky rovinného napětí a u tlustostěnných součástí o podmínky rovinného přetvoření. Závislost tloušťky materiálu na lomové houževnatosti je ukázána na obrázku č. 2.

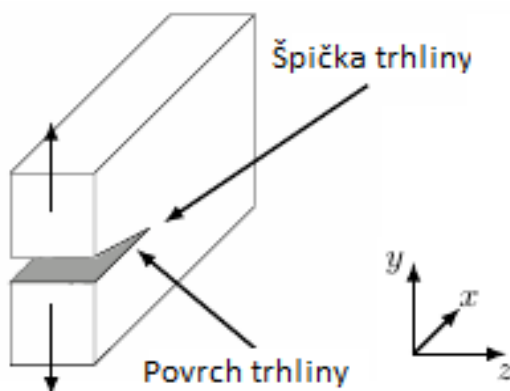
Obrázek 2: závislost tloušťky součásti na lomové houževnatosti [2]



Podmínky rovinného přetvoření nesou nejnížší hodnotu lomové houževnatosti, což je vlastnost materiálu. Kritická hodnota faktoru intenzity napětí v režimu zatížení I , který je znázorněn na obrázku č. 3, a měřená za podmínek rovinného přetvoření, je známá jako lomová houževnatost rovinného přetvoření, označována jako K_{Ic} . Pokud zkouška nesplňuje požadavky

na tloušťku a další požadavky na zkoušku, které jsou nutné pro zajištění podmínek rovinného přetvoření, je výsledná hodnota lomové houževnatosti označována jako K_{Ic} . Lomová houževnatost je kvantitativní způsob vyjádření odolnosti materiálu proti šíření trhlin a standardní hodnoty pro daný materiál jsou obecně dostupné. [1]

Obrázek 3: režim zatížení „I“ [1]



V korozivním prostředí nad prahovou hodnotou K_{Isc} a pod hodnotou K_{Ic} může dojít k pomalému a samovolnému šíření trhlin známému jako praskání koroze pod napětím. K malým přírůstkům prodloužení trhliny může dojít také během růstu únavové trhliny, která po opakovaných cyklech zatěžování může postupně narůstat, dokud nedojde k překročení lomové houževnatosti, a tím k porušení materiálu. [1]

3.2.1 Různé materiály

Lomová houževnatost se u různých materiálů liší přibližně o 4 řády. Kovy mají nejvyšší hodnoty lomové houževnatosti. Trhliny se nemohou snadno šířit v houževnatých materiálech, díky čemuž jsou kovy vysoce odolné proti porušení pod napětím a tím má jejich křivka napětí v závislosti na deformaci velkou oblast plastického tečení. Keramika má nižší lomovou houževnatost, ale vykazuje výjimečné hodnoty lomové pevnosti. Keramika má oproti některým kovům 1,5násobně vyšší hodnoty pevnosti. U kompozitů lomová houževnatost výrazně převyšuje průměrnou lomovou houževnatost základních materiálů. [1]

3.2.2 Vnitřní mechanismy

Vnitřní mechanismy zpevnění jsou procesy, které působí před špičkou trhliny a zvyšují houževnatost materiálu. Ty souvisí se strukturou a soudržností základního materiálu, stejně jako s mikrostrukturálními vlastnostmi a přísadami. Mezi příklady vnitřních mechanismů patří:

- trhliny, pronikající sekundárními fázemi
- rozdělení trhlín v důsledku jemné struktury zrna
- změny v trhlíně způsobené hranicemi zrn

Jakoukoli změnu základního materiálu, která zvyšuje jeho tažnost, lze také považovat za vnitřní houževnatost. [3]

3.2.3 Hodnoty lomové houževnatosti různých materiálů

V následující tabulce č. 1 jsou uvedeny průměrné hodnoty pro základní materiály z různých materiálových skupin. [3, 4]

Tabulka 1: hodnoty lomové houževnatosti pro vybrané materiály [4]

Typ materiálu	Materiál	K _{IC} [MPa·m ^{1/2}]
Kov	Hliník	14-28
	Hliníková slitina (7075)	20-35
	Inconel 718	73-87
	Vysokopevnostní ocel	175
	Ocelová slitina	50
	Titanová slitina	84-107
Keramika	Oxid hlinitý	3-5
	Karbid křemíku	3-5
	Sodnovápenaté sklo	0,7-0,8
	Beton	0,2-1,4
Plast	Polymethylmethakrylát	0,-1,6
	Polystyren	0,7-1,1
Kompozit	Kompozit z procelánových vláken	1,8-3,3
	Křemičité aerogely	0,0008-0,0048

3.3 Tvrdost

Tvrdost je definována jako odolnost materiálu vůči vniknutí cizího tělesa. Termín se může vztahovat na deformace po vtisku, poškrábání nebo řezání. U kovů, keramiky a většiny polymerů je uvažovanou deformací plastická deformace povrchu. Pro elastomery a některé polymery je tvrdost definována na odolnosti proti elastické deformaci povrchu. Nedostatek základní definice tvrdosti naznačuje, že to není základní vlastnost materiálu, ale je to spíše vlastnost složená z několika dalších vlastností, jako např. z meze kluzu, zpevnování, pevnosti v tahu, modulu tahu a dalších faktorů. Měření tvrdosti se široce používá pro kontrolu

kvality materiálů, protože jsou rychlá. Tyto zkoušky se považují za destruktivní, jelikož vrypy nebo prohlubně znehodnocují kvalitu povrchu.

Pro stanovení tvrdosti se používá velké množství metod. Níže jsou uvedeny čtyři nejběžnější metody. [5]

3.3.1 Tvrdost podle Mohseho

Jedná se o jeden z nejstarších způsobů měření tvrdosti, který byl navržen německým mineralogem Friedrichem Mohsem v roce 1812. Mohsova zkouška tvrdosti zahrnuje sledování, zda je povrch materiálu poškrábán látkou známé nebo definované tvrdosti. Hodnota tvrdosti se určuje na základě zkoušky poškrábání jednotlivými minerály z Mohsovy stupnice. Mohsova stupnice tvrdosti sestává z tabulky tvrdostí deseti různých minerálů, kterým Mohse přiřadil tvrdosti libovolné hodnoty (viz tabulka č. 2). Tato metoda měření tvrdosti, i když značně usnadňuje identifikaci minerálů v terénu, není vhodná pro přesné měření tvrdosti průmyslových materiálů, jako je ocel nebo keramika. Pro strojírenské materiály byla v průběhu let vyvinuta řada nástrojů, které poskytují přesné měření tvrdosti. [5, 6]

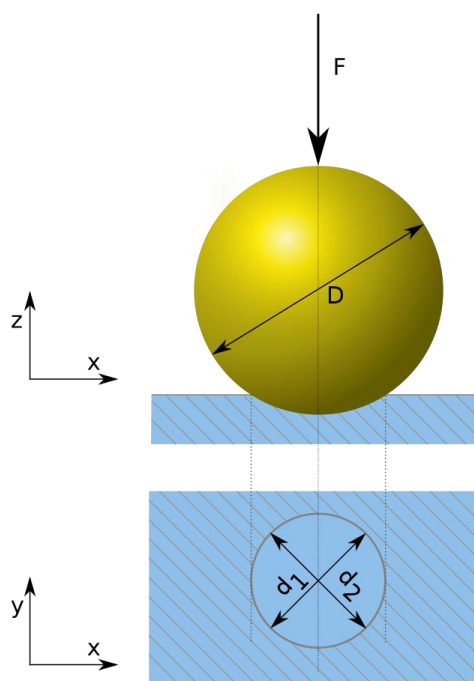
Tabulka 2: Mohsova stupnice tvrdosti (nejtvrđší je diamant) [5]

Mohsova tvrdost	Minerál	Účinek	Absolutní tvrdost
1	mastek	Lze rýpat nehtem	1
2	sádrovec		3
3	kalcit	Lze rýpat měděným plíškem	9
4	fluorit		21
5	apatit	Lze rýpat ocelí	48
6	živec		72
7	křemen	Lze rýpat do skla	100
8	topas		200
9	korund		400
10	diamant		1600

3.3.2 Tvrdost podle Brinella

Nejstarší z metod měření tvrdosti, dnes již běžně používanou zkouškou tvrdosti na technických materiálech, je zkouška tvrdosti podle Brinella. Dr. J. A. Brinell vynalezl zkoušku ve Švédsku v roce 1900. Při této zkoušce se používá certifikovaný tvrdoměr k aplikaci specifikovaného zatížení na tvrdokovovou vnikací kuličku daného průměru. Brinellova tvrdost, nebo jednoduše Brinellovo číslo, se získá dělením použitého zatížení v newtonech a naměřené hodnoty plochy vtisku v milimetrech čtverečních, který vytvořila tvrdokovová kulička na zkušební ploše (viz obrázek č. 4). Brinellova zkouška se často používá k určení tvrdosti pro kovové výkovky či odlitky, které jsou hrubozrné. Brinellova zkouška tvrdosti poskytuje měření na poměrně velké ploše, a proto jsou výsledné hodnoty méně ovlivněny strukturou zrnitosti těchto materiálů než u zkoušek podle Rockwella nebo Vickerse. [5, 8]

Obrázek 4: schéma Brinellovy zkoušky tvrdosti [7]



3.3.3 Tvrdost podle Rockwella

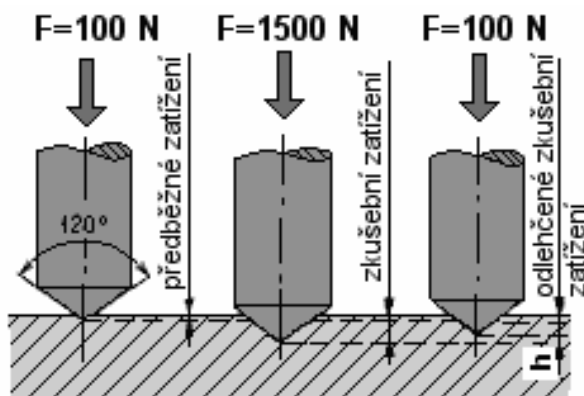
Rockwellova zkouška tvrdosti (jejíž schéma je na obrázku č. 5) také používá tvrdoměr k aplikaci konkrétního zatížení pomocí vnikacího tělesa a poté se změří hloubka výsledného vtisku. Vnikací těleso může být buď ocelová koule se specifikovaným průměrem, nebo kužel se zaobleným diamantovým vrcholem s vrcholovým úhlem 120° a poloměrem špičky hrotu $0,2\text{ mm}$. Nejprve se na materiál vyvine malé zatížení 10 kg , což způsobí malý počáteční průnik k ustavení vnikajícího tělesa a odstranění účinků nerovností povrchu. Poté je číselník nastaven

na nulu a je vyvinuto hlavní zatížení. Po odstranění hlavní zátěže se odečte hloubka, zatímco prvotní předzatížení je stále aktivní. Hodnota tvrdosti lze poté odečíst přímo z tvrdoměru. Tvrdost se označí na základě použitého typu vnikacího tělesa a použitého zkušební zatížení. [5, 6, 8]

Zde v České republice máme normalizovány tři typy zkoušek tvrdosti podle Rockwella. Jednotlivé typy označujeme *HRA*, *HRB* a *HRC*. Volba druhu vnikacího tělesa (Rockwellovy stupnice) je závislá především na předpokládané tvrdosti zkušebního materiálu.

- *HRA* – jedná se o tvrdost určenou diamantovým kuželem při konečném zatížení 600 N. Tato metoda najde své uplatnění především u zkoušení tvrdosti slinutých karbidů a tenkých povrchových vrstev.
- *HRB* – jedná se o tvrdost určenou ocelovou tvrdokovovou kuličkou při konečném zatížení 1000 N. Tato metoda se využívá především pro měkké kovy (25–100 *HRB*)
- *HRC* – jedná se o metodu určenou diamantovým kuželem s vrcholovým úhlem 120 ° a rádiusem špičky 0,2 mm při konečném zatížení 1500 N. U této metody se doporučuje rozsah tvrdosti zkoušeného materiálu mezi 20–67 *HRC*.

Obrázek 5: schéma zkoušky tvrdosti podle Rockwella [5]

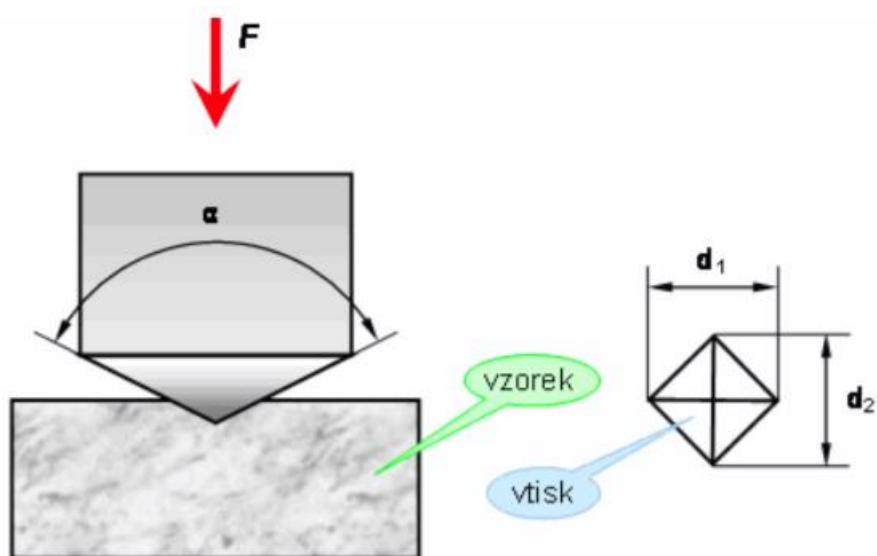


3.3.4 Tvrdost podle Vickerse a Knoopu

Zkoušky tvrdosti podle Vickerse a Knoopu jsou modifikací Brinellovy zkoušky a používají se k měření tvrdosti tenkovrstvých povlaků nebo tvrdosti povrchu cementovaných dílů a tvrdokovů. U těchto zkoušek tvrdosti je do vzorku vtlačeno malé diamantové tělíčko ve tvaru čtyřbokého jehlanu při zatížení, které je mnohem menší než při použití u Brinellovy

zkoušky. Rozdíl mezi Vickersovými a Knoopovými testy je ve tvaru diamantového vnikacího tělíska. Vickersova zkouška používá jehlanový tvar vnikacího tělesa s vrcholovým úhlem 136° (viz obrázek č. 6), který není vhodný pro křehké materiály, jelikož zde hrozí možnost prasknutí zkušebního materiálu. V důsledku toho byl vyvinut Knoopův test využívající vnikací těleso s poměrem stran 7,114:1, který vytváří delší, ale mělký vtisk. Při stejném zatížení je vtisk podle Knoopa asi 2,8krát delší než vtisk podle Vickerse.

Obrázek 6: schéma zkoušky tvrdosti podle Vickerse [9]



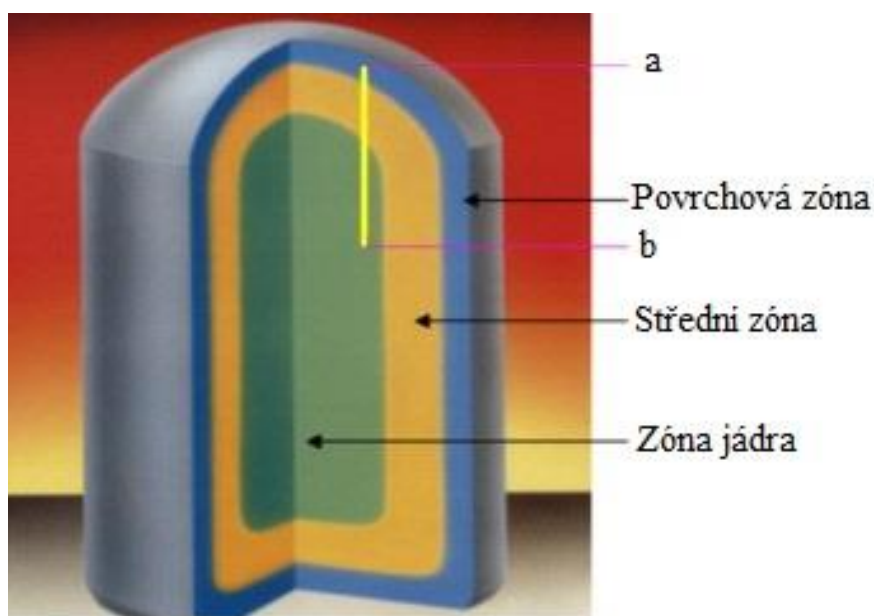
Používá se zatížení v rozmezí od 10 g do 1 000 g. Toto nízké zatížení vytváří velice malý vtisk na zkušebním vzorku, který je třeba měřit pod mikroskopem. Měření tvrdých povlaků, jako je TiN , musí být prováděno při velmi vysokém zvětšení (tj. 1000x a více), protože vtisk vnikacího tělesa je příliš malý. Povrch je obvykle nutné zbrousit a poté vyleštit. Změří se úhlopříčky vtisku a tyto hodnoty se použijí k výpočtu tvrdosti. Zkouška tvrdosti podle Vickerse lze použít k charakterizaci velmi tvrdých materiálů, tvrdost se ale měří ve velmi malé oblasti, což je nevhodné pro nehomogenní materiály, respektive materiály, které mají povahu mít rozdílné chemické složení a tím i vlastnosti v různých částech svého objemu. Hodnoty jsou vyjádřeny jako 2 500 $HK25$ (nebo $HV25$), což znamená 2 500 Knoopova tvrdosti při zátěži 25 g. Hodnoty tvrdosti podle Knoopa a Vickerse se mírně liší, ale u tvrdých povlaků jsou hodnoty dostatečně podobné, aby byly v rámci chyby měření, a lze je zaměnitelně použít. [2, 6, 8]

3.4 Slinuté karbidy

Slinuté karbidy, označované také jako tvrdokovy, jsou materiály široce používané jako řezací, tvářecí a obráběcí nástroje v široké škále průmyslových aplikací. Hlavním důvodem je jejich výjimečná kombinace pevnosti, houževnatosti a odolnosti proti opotřebení, která je přímým důsledkem extrémně odlišné chemické povahy jejich fází – tvrdé keramické částice (obvykle WC) a měkké kovové pojivo (obvykle Co – nebo slitina na bázi Ni). Mechanické vlastnosti těchto keramicko-kovových kompozitů, zejména tvrdost a lomová houževnatost, závisí na fázovém obsahu, efektivní velikosti každé mikrostrukturální složky, typu pojiva a vnitřních vlastnostech karbidů. [10, 11]

Je známo, že vlastnosti slinutých karbidů WC/Co jsou kriticky závislé na jejich konečném složení a struktuře. Mírná odchylka od ideálního obsahu uhlíku vede k výskytu buď grafitu, nebo ternární sloučeniny eta (η). Protože η fáze má obvykle velmi velké WC zrna a je ve slitině distribuována heterogenně, při praktické výrobě konvenčního slinutého karbidu jsou obě tyto fáze nežádoucí, protože mohou mít za následek zhoršení mechanických vlastností a tím řezného výkonu. Intenzivní výzkum fáze η nicméně úspěšně uvedl na trh slinutý karbid s dvojfázovou strukturou (DP – z angličtiny „dual phase“).

Obrázek 7: průřez strukturou slinutého karbidu DP [12]



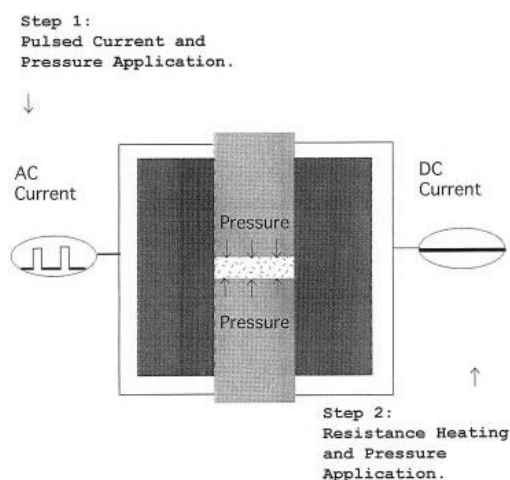
Slinutý karbid DP se vyznačuje třízónovou strukturou, jak je vidět na obrázku č. 7, tj. povrchovou zónou s nízkým obsahem kobaltu, střední zónou se strukturou bohatou na

kobalt, obě se strukturou $WC + \beta$ (fáze pojiva v tuhém roztoku na bázi kobaltu) a vnitřní zónou jádra se strukturou $WC + \beta + \eta$, ve které je přísně kontrolována velikost zrna, distribuce a objemový podíl fáze η . Díky své dokonalé kombinaci vysoké odolnosti proti opotřebení a vysoké houževnatosti se úspěšně používá v moderních nástrojích pro vrtání hornin, minerální řezání, ropné vrtání a v nástrojích pro frézování betonu a asfaltu.

Je dobře prokázáno, že odolnost proti opotřebení běžného slinutého karbidu lze zvýšit pouze pokud je snížena houževnatost a naopak. Lze však dosáhnout vysoké odolnosti proti opotřebení a vysoké houževnatosti povlakováním slinutých karbidů a funkčně řízených slinutých karbidů. Díky existenci η fáze v zóně jádra je dosaženo vysoké houževnatosti slinutého karbidu DP. [12]

Jedním z cílů sledovaných průmyslovým odvětvím je potřeba zavést efektivnější výrobu, než je konvenční tekuté slinování. Techniky slinování za pomoci metody FAST, jejíž schéma je znázorněno na obrázku č. 8, získaly v posledních desetiletích zvláštní zájem z důvodu velmi rychlých procesů – zejména proces elektrického odporového slinování (ERS – z anglického „electric resistance sintering“) jenž spočívá v elektrickém proudu procházejícím práškovou hmotou, která má být slinována v době, kdy je vyvíjen tlak. Jouleův efekt působí na zahřívání a slinování prášků. I přes své potenciální výhody však zůstává cílem řídit proměnné spojené s procesem slinování a také hodnotit a racionalizovat vliv těchto proměnných na fyzikální a mechanické vlastnosti vyráběných vzorků. [13, 14]

Obrázek 8: schéma slinování metodou FAST [14]



3.4.1 Mechanické vlastnosti a lomová houževnatost

Vliv mikrostrukturálních parametrů na chování v provozu byl široce studován vědecko-technickou komunitou, zejména pak mechanický a tribologický výkon. Obsah a fyzické rozměry každé základní fáze jsou nejběžnějšími rysy pro definování mikrostruktury. V této souvislosti jsou hlavními parametry používanými k charakterizaci mikrostruktury tvrdokovů průměrná velikost zrna částic WC (d_{WC}) a obsah pojiva (matrice). Oba parametry se však často mění současně a korelace mezi vlastnostmi a mikrostrukturou vyžaduje další dvoufázové normalizační parametry. Mezi nimi je nejpoužívanější střední dráha pojiva (λ_{Co}), protože se týká střední velikosti kovové fáze. Obecně platí, že zvýšení hodnoty střední dráhy pojiva znamená nárůst lomové houževnatosti materiálu na úkor snížení tvrdosti. Hlavním důvodem je skutečnost, že pro třídy tvrdokovů s vyšším obsahem pojiva a hrubšími mikrostrukturami existují silnější a méně omezené (tj. účinně tvárnější) vazby. Velikost průsečíku pojiva je také vynikajícím mikrostrukturálním parametrem z důvodu jeho vlivu na smykové napětí materiálu (například u druhů řezných nástrojů z tvrdokovů). [13, 15, 16]

Lomová houževnatost je jednou z hlavních materiálových charakteristik, kterou je třeba vzít v úvahu při navrhování nástrojů na tváření kovů z tvrdokovů (WC/Co slinutých karbidů). Je to hlavně kvůli vysokému riziku křehkého lomu u nástrojů vyrobených z těchto materiálů. Na druhou stranu houževnatost jako materiálový parametr historicky přijala různé významy, zejména v oblasti tvrdokovů. Při hodnocení tohoto problému, který Kenny uvedl již téměř před třemi desetiletími, byly zjištěny konkrétní nevýhody všech dosud běžně používaných metod pro hodnocení houževnatosti: citlivost na povrchovou úpravu a příprava povrchu příčného lomu a odolnost proti prasklinám podle Palmqvista (prostřednictvím Vickersova vtisku), stupeň rozptylu testování nárazového lomu a relativně důležitá obecná empirická povaha parametru houževnatosti. Příchod aplikace lomové mechaniky na slinuté karbidy v 70. letech umožnil částečně překonat výše uvedené nedostatky, zejména ten poslední. [16, 17]

Efektivní využití lomové mechaniky vyžaduje vhodnost postupu pro zavádění ostrých předtrhlin do vzorků. Široce se používá několik metod pro měření lomové houževnatosti, přičemž každá z nich zahrnuje různé techniky předzpevnění, konfiguraci geometrie nebo použitý stav napětí (režim zatížení). Žádná z nich však není mezinárodně standardizována pro tvrdé kovy a preference nejsou jednoznačné v závislosti na konkrétních zkušenostech

s hodnocením lomové houževnatosti pokročilých keramických materiálů namísto tvrdých kovů, pro odlišné standardy JIS, DIN nebo ASTM. [16, 18]

Porucha součástí slinutých karbidů často zahrnuje opotřebení nebo jevy související s lomem nebo únavou materiálu. Všechny tyto mechanismy zahrnují praskání jednotlivých zrn WC, což může buď vyvolat šíření existujících vad, nebo vyvolat ztrátu integrity materiálu v případě opotřebení. Hlubkové znalosti o lomové houževnatosti jednotlivých karbidů proto povedou k lepšímu pochopení toho, jak k selhání dochází, a tedy o tom, jak lze zlepšit výkon nástrojů a komponent vyrobených z těchto materiálů. [10]

Metoda, která se obvykle používá k měření lomové houževnatosti v malém měřítku u křehkých materiálů, je metoda označovaná jako metoda indentační mikrofraktury (IM). Je založena na tvorbě trhlin v rozích vtisku vyvolaného po aplikaci zátěže pomocí ostrého vnikacího tělesa, tj. Vickersova nebo Berkovichova. Tyto trhliny se prodlužují až do délky, která může souviset s odolností materiálu proti šíření trhlin. Ostřejší vnikací tělesa vytlačují mnohem větší objem materiálu pro dané zatížení, proto jsou pod nimi vyvolány vyšší hodnoty napětí. V důsledku toho mohou vznikat trhliny při nižším zatížení. Obecně je metoda IM velmi populární a hojně používaná hlavně proto, že je nejen snadná a levná, ale také zvláště užitečná pro získávání dat houževnatosti, pokud jsou splněny všechny předpoklady předepsané jejím použitím.

Kritika metody IM však poukazuje na to, že tato technika není vhodná pro přesné měření lomové houževnatosti, protože pouze měří odolnost proti vtiskovému lomu, která je později kalibrována konstantami na hodnotu K_{Ic} . Navíc pro konkrétní případ zrn WC bylo zjištěno, že tvar trhliny vytvořený vnikacím tělesem se liší od předpokládaného tvaru, což může vést k odchýlkám naměřené hodnoty K_{Ic} . Proto i když lze odhad K_{Ic} provést pomocí metody IM, přesná měření K_{Ic} vyžadují náležitou znalost morfologie trhlin, která závisí na vtisku, geometrii špičky, houževnatosti materiálu a anizotropii krystalů.

Na základě skutečností, že lomovou houževnatost podle Palmqvista lze odvodit z celkové délky trhlin vytvořených v opačných rozích Vickersova vnikacího tělesa, a že bylo prokázáno současnými autory a dalšími autory, že měření profilu tvrdosti může přímo odrážet změnu v mikrostruktuře slinutého karbidu vyvstává otázka, zda u mikrostruktury dochází ke změně houževnatosti. [10, 19]

3.5 Keramika

Díky svým vynikajícím chemickým, fyzikálním, mechanickým a tepelným vlastnostem nachází *SiC* řadu potenciálních aplikací, jako jsou materiály pro polovodiče, topné články pecí, mikrovlnné absorbery, brusiva, výměníky tepla, elektronické obaly atd. *SiC* je považována za vysokoteplotní konstrukční materiál s vysokým potenciálem díky své dobré odolnosti proti oxidaci, korozi a tečení. Ke zlepšení mechanických vlastností *SiC*, jako je pevnost v ohybu a lomová houževnatost, je velmi vhodné použít keramický materiál, který může společně s *SiC* tvořit tuhý roztok. Díky tomu, že *SiC* má kovalentní vazbu, může s ní jiný materiál s kovalentní vazbou, jako je *AlN*, *Al₂O₃*, *BP*, *BeSiN₂*, *MgSiN₂*, tvořit tuhý roztok, protože jejich mřížkové parametry jsou přibližně stejné ($\pm 2\%$). Ve studii J. Dase a kol. je vybrán *AlN* pro slitinu s *SiC*, protože *AlN* má podobný koeficient tepelné roztažnosti jako *SiC*. *AlN* navíc zlepšuje odolnost proti korozi a oxidaci. [20, 21]

SiC-AlN keramika je dobře známý materiál pro aplikace u elektronických obalů. *AlN* má velmi vysokou tepelnou vodivost spolu s velmi vysokým elektrickým odporem, což pomáhá keramice *SiC-AlN* být potenciálním kandidátem pro průmysl elektronických obalů. *AlN* také tvoří bariérovou vrstvu kolem zrn *SiC*, která podporuje distribuci malých velikostí zrn v keramice *SiC-AlN*. Tato distribuce malých velikostí zrn pomáhá zlepšit mechanické vlastnosti, především lomovou houževnatost keramiky *SiC-AlN*.

Tenká a slabá vrstva tuhého roztoku *SiC-AlN* pomáhá při elastických deformacích na rozhraní *SiC* a *AlN*. Tímto procesem pomáhá zlepšovat lomovou houževnatost keramiky *SiC-AlN*. Mechanismus tvorby tuhého roztoku mezi fází *SiC* a *AlN* je široce studován několika výzkumníky. Mezi vědci však existují rozdílné názory na mechanismus tvorby tuhého roztoku mezi fázemi *SiC* a *AlN* na jejich rozhraní. Zatímco někteří vědci poukazují na to, že vzájemné rozpouštění mezi fází *SiC* a *AlN* je zodpovědné za tvorbu vrstvy tuhého roztoku *SiC-AlN*, další naznačují, že za vznik této vrstvy je odpovědná difúze *SiC* ve fázi *AlN*. Na druhou stranu Pan a kol. poukazují na fakt, že depozice vrstvy *AlN* na povrchu částic *SiC* a její následná difúze může být odpovědná za tvorbu vrstvy tuhého roztoku *SiC-AlN*. Všichni vědci se však shodli, že k tuhému roztoku dochází mezi *AlN* a *SiC* fází. [20, 22]

Lomová mechanika byla široce používána ke studiu vysoce pevných kovových materiálů, ale v oblasti keramiky se používala až v posledních desetiletích. Keramika úzce souvisí s vývojem moderní technologie (vesmírná technologie, atomová energie, tepelné

motory atd.), a proto se stává stále důležitějším. Její křehkost však často způsobuje velké problémy, opakovatelnost procesu je špatná, rychlost šíření praskliny je nekontrolovatelná a poškození díky trhlinám jsou vysoké, což brání širokému použití keramických materiálů. Aby bylo možné důkladně studovat jev křehkosti běžný v keramických materiálech, je nutné provést přesné zkoušky lomové houževnatosti na keramických materiálech. Lomová houževnatost K_{Ic} je jedna z nejdůležitějších mechanických vlastností keramiky. Čím vyšší je lomová houževnatost, tím lepší je odolnost proti šíření trhlin.

Při vývoji keramických materiálů je velmi důležité zvýšit jejich houževnatost a zároveň zabránit degradaci pevnosti a dalších mechanických a tepelných vlastností. Dosažení houževnatosti keramických materiálů bylo vždy velice důležitým prvkem pro konstrukční keramické materiály. Běžně používanými keramickými zpevňovacími metodami jsou zejména zpevňování částic, zpevňování fázovou transformací, zpevňování mikrotrhlin, zpevňování vláknů atd. Mezi nimi je obzvláště využívána metoda tvrzení nanočástic díky výhodám nízké ceny, jednoduchého procesu a zjevného kladného efektu při technické aplikaci zpevňování a tvrzení keramických materiálů, jako je např. kompozit z oxidu hlinitého a zirkoničitého. Jako důležité konstrukční materiály jsou široce používány v metalurgii, chemickém průmyslu, letectví a dalších oborech díky svým vynikajícím vlastnostem, jako je odolnost proti vysoké teplotě, odolnost proti korozi, odolnost proti opotřebení, vysoká pevnost a vysoká tvrdost. [23, 24]

Indikátor lomové houževnatosti je hodnota K_{Ic} , která hraje významnou roli při hodnocení houževnatosti materiálů. Má nenahraditelné výhody při vývoji nových materiálů a testování určité části kompozitních materiálů. Proto je smysluplné studovat lomovou houževnatost keramiky. V současné době jsou známy následující metody pro měření lomové houževnatosti keramiky: metoda SENB („single-edge notch beam“), metoda SEPB („single-edge precracked beam“), metoda SEVNB („single-edge V-shaped notch beam“), metoda vtlačování IM („indentation method“), metoda vnikací pevnosti ISB („indentation strength method“), metoda dvojitého zkroucení DT („double twist“), metoda DCB („double cantilever beam“) a metoda CNB („mountain-shaped notched beam“). Metodě vtlačování (IM) byla věnována největší pozornost, jelikož ji lze snadno implementovat a požadované vzorky lze snadno připravit. Povrchové trhliny vytvořené vtlačovací technologií podle Vickerse jsou tedy široce používány k hodnocení lomové houževnatosti keramiky a cermetů. Podle profilu trhliny existují dva hlavní typy trhlin, a to průměrné a Palmqvistovy. První základní výzkum

a experimentální vývoj je založen na Griffith-Irwinově teorii lomu, kterou prozkoumali a diskutovali mnozí vědci. [24, 25, 26]

Lawn a Fuller zjistili, že poloměr praskliny je úměrný zatížení generovanému ve skle jako:

(1)

$$c = kP^{2/3}$$

kde c je poloměr praskliny, k je empirická konstanta a P je zatížení. Marshall a Lawn upravili analýzu na základě experimentálních pozorování a získali tuto rovnici (2):

(2)

$$K_C = \chi P / c^{2/3}$$

kde K_C je lomová houževnatost zkušebního materiálu se střední trhlinou a χ je konstanta určená vzorkovým systémem.

Vtisková metoda u keramických materiálů byla provedena v posledních desetiletích. Evans a Charles prokázali, že lomová houževnatost křehkých materiálů je důsledkem lomu mikrotvrdosti. Provedli širokou škálu výzkumu a úspěšně zavedli lomovou houževnatost z tradičních technických měření do výpočtů vtiskové metody. Využili vztah mezi tvrdostí materiálu a úhlopříčkou vtisku a změnili formu rovnice (2) na:

(3)

$$\frac{K_C \phi}{H a^{1/2}} = g(c/a)^{-3/2}$$

kde ϕ je faktor omezení (≈ 3), H je tvrdost materiálu, g je konstanta ($= 0,48$) a c/a je podíl mezi průměrnou délkou úhlopříček vtisku a sumou délek trhlin. Zjistili však, že lomové testy různých materiálů během experimentu nebyly přesné a konzistentní. Lawn a kol. diskutovali o analýze založené na elasticko-plastickém poli a dospěli k závěru, že hodnota konstanty χ je exponenciální funkcí poměru Youngova modulu k tvrdosti jako:

(4)

$$\chi = \beta_1 (E/H)^m$$

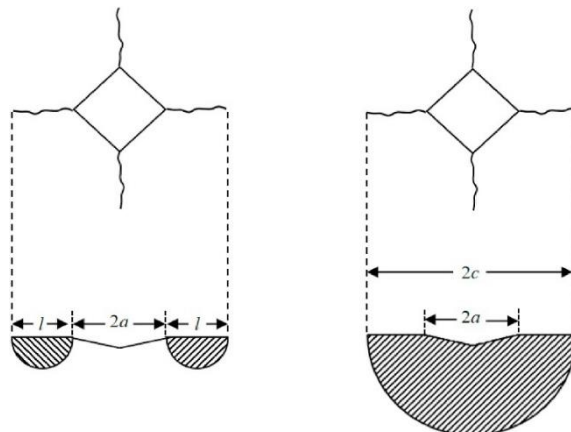
kde β_l je konstanta v závislosti na materiálu. Mnoho vědců určovalo hodnotu m pomocí experimentů. Lawn a kol. považovali $m = 0,5$ a odvodili rovnici (5):

(5)

$$\left(\frac{K_C \phi}{H a^{\frac{1}{2}}}\right) \left(\frac{H}{E}\right)^{\frac{1}{2}} = 0,028 (c/a)^{-3/2}$$

Evans a kol. přišli na řešení lomové mechaniky pro střední trhliny. Zaměřili se na analýzu středních trhlin, ale nevěnovali velkou pozornost dalším možným formám trhlin, jako jsou Palmqvistovy trhliny, jež jsou znázorněny na obrázku 9, které jsou často prezentovány v materiálech s nižší houževnatostí ve srovnání se středními trhlinami u materiálů s vyšší houževnatostí. Metoda rozlišení těchto trhlin spočívá v leštění povrchu trhlin, aby bylo možné sledovat jejich morfologii a strukturu. Většina materiálů má Palmqvistovy praskliny s nízkým poměrem mezi trhlinou a úhlopříčkou vtisku. [24, 25, 26, 27, 28, 29]

Obrázek 9: srovnání trhlin Palmqvista (vlevo) a střední trhliny (vpravo) [24]



Niihara poskytl modelové řešení lomové mechaniky pro trhliny Palmqvista a získal rovnici (8) jako: [29]

(6)

$$K_{1C} = 0,037 (HP/l)^{1/2}$$

kde P je zatížení [N] a l je délka trhlin [mm] Palmqvista. Shetty a kol. prokázali na základě výsledků délek trhlin po vtažení pod zatížením dle Palmqvistových charakteristik,

že u materiálu WC/Co se plně vyvinuly geometrie se středními trhlinami, a vytvořili rovnici: [30]

$$K_{1c} = 0,0446 (HP/l)^{1/2} \quad (7)$$

Blendell získal nový výraz přizpůsobením křivky. Tato metoda kombinuje dvě různá data vtisku s $m = 0,4$, která je použitelná pro oba profily trhlín: [31]

$$\left(\frac{K_{1c} \phi}{Ha^{\frac{1}{2}}} \right) \left(\frac{H}{E\phi} \right) = 0,055 \log(8,4 a/c) \quad (8)$$

Evans také shrnul polynomní rovnici vhodnou pro dva typy profilů trhlín pomocí křivky jako [32]

$$\left(\frac{K_{1c} \phi}{Ha^{\frac{1}{2}}} \right) \left(\frac{H}{E} \right)^{0,4} = 10^y \quad (9)$$

kde

$$y = -1,59 - 0,34x - 2,02x^2 + 11,23x^3 - 24,97x^4 + 15,32x^5 \quad (10)$$

(11)

$$x = \log(c/a)$$

Lankford spojil analýzy středních trhlín a Palmqvistových trhlín a získal další formu rovnice pomocí křivky pomocí různých materiálů jako: [33]

$$\left(\frac{K_{1c} \phi}{Ha^{\frac{1}{2}}} \right) \left(\frac{H}{E\phi} \right)^{0,4} = 0,142 (c/a)^{-1,56} \quad (12)$$

Doposud bylo učiněno mnoho pokusů o výpočet lomové houževnatosti materiálů pomocí vlačovací metody a byly shrnuty různé typy vzorců, většina z nich byla ověřena na jednofázových keramických materiálech. Nevýhody jednofázové keramiky jsou však v náročných pracovních podmínkách stále zřetelnější. Proto jsou kompozity oblíbené pro svůj vynikající komplexní výkon. Mezitím vyžaduje vývoj materiálů ekonomickou a spolehlivou metodu hodnocení odolnosti. [24]

3.6 Vliv mikrostruktury na tvrdosti a lomové houževnatosti

V práci Ivanova a kol. byly připraveny cermety na bázi Mo_2FeB_2 s různými koncentracemi Ni , Cr a C . Vliv Ni , Cr a C na fázové složení a mikrostrukturu byl zkoumán skenovací elektronovou mikroskopií (SEM), energeticky disperzní rentgenovou analýzou (EDS) a rentgenovou difrakcí (XRD). Byla také měřena tvrdost (HRA) a lomová houževnatost (K_{IC}). Vysoká koncentrace legujících prvků hraje zásadní roli při dosahování optimálních parametrů mikrostruktury z hlediska mechanických vlastností. Bohužel neexistují spolehlivé údaje o vlivu chromu a niklu na vlastnosti cermetů legovaných vysokým obsahem uhlíku.

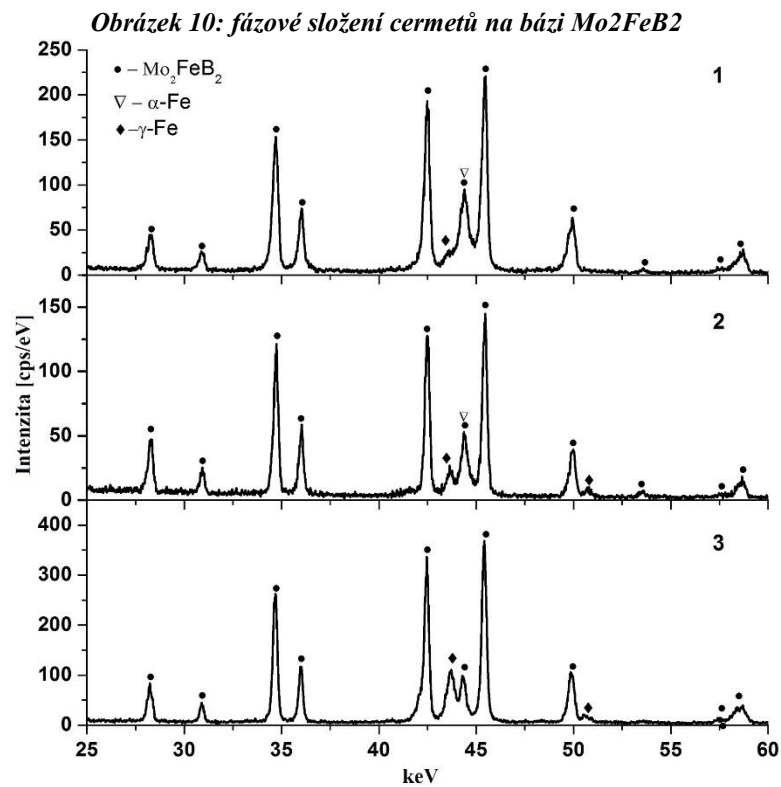
V této práci byl zkoumán vliv fázového složení a mikrostruktury cermetů na bázi Mo_2FeB_2-Fe na vztah mezi tvrdostí a lomovou houževnatostí v závislosti na legování niklem, chromem a uhlíkem. [35]

V tabulce č. 3 jsou uvedena složení navržených slitin cermetů Mo_2FeB_2-Fe s různými úrovněmi obsahu Cr , Ni a C .

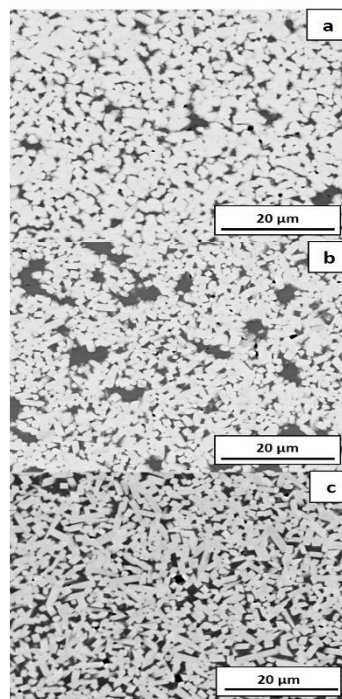
Tabulka 3: složení cermetů na bázi Mo_2FeB_2 (hmotn. %) [35]

Slitina / prvek [hmotn. %]	Mo	Fe	Cr	Ni	B	C	Si	jiný
1	55,0	33,5	2,0	2,0	7,0	-	0,28	0,22
2	55,0	31,5	2,0	4,0	7,0	-	0,28	0,22
3	55,0	31,5	3,0	3,0	7,0	-	0,25	0,25
4	54,7	20,7	-	16,0	6,3	1,7	0,22	0,38
5	54,7	22,1	2,6	12,0	6,3	1,7	0,28	0,32
6	54,7	23,4	5,2	8,0	6,3	1,7	0,34	0,36
7	54,7	24,7	7,8	4,0	6,3	1,7	0,39	0,41
8	54,7	26,0	10,4	-	6,3	1,7	0,46	0,44

Obr. 10 ukazuje spektrum jednotlivých fází a obr. 11 ukazuje mikrostrukturu bezuhlíkatých (slitiny 1, 2 a 3) cermetů s různými obsahy *Cr* a *Ni*. Všechny zkoumané cermety obsahují tvrdou fázi Mo_2FeB_2 a fázi železného pojiva.

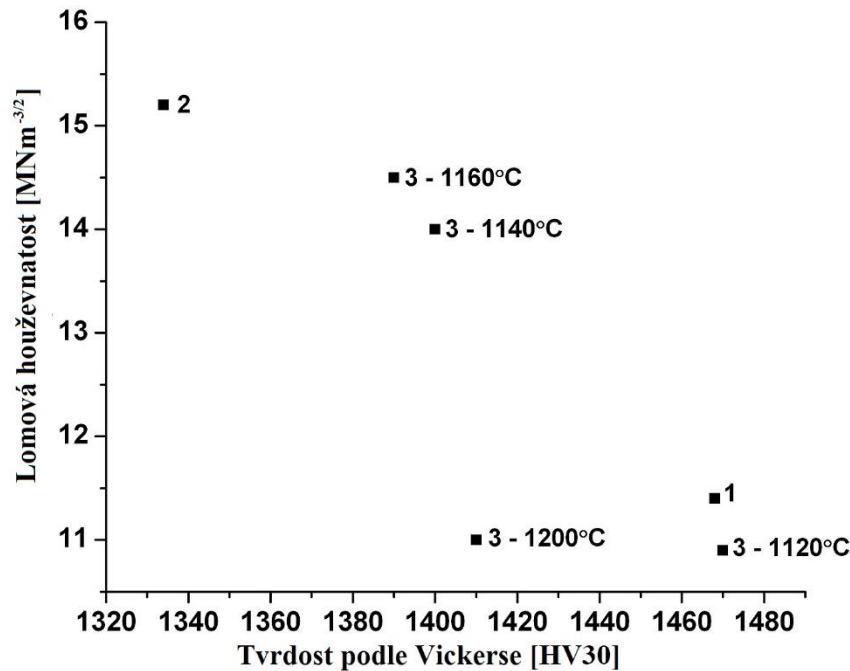


Obrázek 11: mikrostruktura slinutých karbidů [35]



Obr. 12 ukazuje srovnání tvrdosti a lomové houževnatosti slinutých bezuhlíkatých slitin. Jak je vidět, nejvyšší hodnota lomové houževnatosti odpovídá cermetu 2, přičemž pojivo je plně zastoupeno austenitem a mikrostruktura je charakterizována přítomností „ostrůvků“ bez tvrdých částic.

Obrázek 12: lomová houževnatost vs. tvrdost u cermetů legovaných Ni a Cr [35]



K určení lomové houževnatosti zkoumaných materiálů byla použita Palmqvistova metoda. Mezi vtisky byla dodržena vzdálenost 1 mm, aby se zabránilo efektu překrytí. Zatížení vtisku bylo 588 N. Délky trhlin byly měřeny optickým mikroskopem. [36]

Z experimentálních údajů je patrné, že přidání Cr může zlepšit vlastnosti keramiky založené na Mo_2FeB_2 rafinováním zrna a zesílením tuhého roztoku. Bylo na to poukázáno v práci Hu a kol., že tvrdost a příčná pevnost v tahu cermetů na bázi Mo_2FeB_2 se zlepšují se zvyšováním obsahu Cr. [37]

Přidání Ni zlepšilo vlastnosti cermetů, především vlastnosti pojivové fáze. Takagi a kol. uvedl, že u cermetů legovaných 2,5 % Ni bylo pozorováno maximum pevnosti v příčném lomu. [35, 38]

Protichůdné údaje o vlivu uhlíku na mikrostrukturu, fázové složení a mechanické vlastnosti cermetů jsou uvedeny v literatuře. Yu H. a kol. zjistili, že uhlík má pozitivní vliv

na zmenšení velikosti částic a vede k transformaci feritové matrice na martenzitickou. Ale jak příčná pevnost v tahu, tak lomová houževnatost se monotónně snižují se zvyšováním obsahu uhlíku. [35, 39]

Vysoký objemový podíl karbidů v cermetech na bázi Mo_2FeB_2 legovaných uhlíkem vede k vysoké tvrdosti materiálů. Avšak u materiálů s vysokým obsahem boru (6,3 hmotn. %) a uhlíku (1,7 hmotn. %) absence chromu dramaticky snižuje tvrdost pouze u cermetů s austenitickým pojivem.

Ivanov uvedl, že houževnatost a tvrdost cermetů s různými substitucemi železa niklu a chromu jsou určovány hlavně fázovým složením pojiva, např. přítomností a objemovým podílem austenitu. Méně legovaná (slitina 1) s Ni a Cr tedy vykazuje nejvyšší tvrdost, zatímco více legované (slitiny 2 a 3) jsou o dost houževnatější. Tvrdost zkoumaných materiálů závisí spíše na přidání chromu než niklu. Cermet s vyšším obsahem Cr (slitina 3) je tvrdší než ten s Ni (slitina 2) při zachování stejné celkové úrovně legování a stejného složení fáze pojiva (austenit).

Existují však opačná data pro cermety na bázi bez wolframu (konkrétně na bázi Ti (C, N)). Ukázalo se, že ultra jemnozrný cermet na bázi TiC a nikl-molybdenového pojiva je mnohem tvrdší, ale zároveň je o něco houževnatější než jemnozrný cermet.

V této práci se ukazuje, že tvrdost přirozeně klesá se zvětšením velikosti zrn, ale současně se zvyšuje lomová houževnatost. K tomuto jevu dochází v důsledku otupení špičky trhliny. Je zřejmé, že nejvyšší hodnoty lomové houževnatosti cermetů na bázi karbonitridu titanu jsou spojeny s dalším vývojem přemostění trhlin. [35]

4 Experimentální posouzení houževnatosti vybraných slinutých karbidů pomocí Palmqvistovy metody

Měření probíhalo dle platné mezinárodní normy ČSN ISO 28079. Tato norma se používá k měření houževnatosti pojmenované jako houževnatost podle Palmqvista, která se vypočítá z celkové délky trhlin vycházejících z rohů vtisku tvrdosti podle Vickerse a je určena k využití u karbidů a karbonitridů s kovovým pojivem – cermety, slinuté karbidy. Uvažuje se, že zkušební postupy navržené v této mezinárodní normě se využijí za okolních teplot. Zkušební postupy navržené v této mezinárodní normě jsou rovněž určeny pro použití v běžných laboratorních podmínkách. [34]

Aby bylo měření platné podle normy ČSN ISO 28079 je třeba dodržet několik kritérií. Tyto kritéria se týkají především prostředí, teploty a stavu vzorků, ve kterém dochází ke vniku vnikacího tělesa a také následného měření délek trhlin a úhlopříček vtisku.

4.1 Výběr vhodného vzorku

Tvrdých materiálů, které pojí kovová matrice je velké množství, avšak ne ke všem je snadné se dostat, jelikož většina z nich je velice drahá a ve většině případů se nedá koupit jen malé množství, například pro experimenty, jako tento. Proto zde byla volba jasná. Pro tento experiment byly zvoleny slinuté karbidy ve formě vyměnitelných břitových destiček sloužící k obrábění kovů. Z hlediska rozdělení byly zvoleny tři základní typy – slinutý karbid určený pro soustružení, slinutý karbid určený pro frézování a slinutý karbid určený pro vrtání. Každý jeden z těchto typů má zaručeně rozdílné složení, co se poměru WC/Co a dalších složek jako je např. Mo , Fe , Cr , Ni , Si aj. Je tedy velice pravděpodobné, že výsledky budou u jednotlivých typů různé.

4.1.1 Velikost a tvar vzorku

Podle normy ČSN ISO 28079 je specifikován tvar a velikost vzorku takto: „Pokud lze zkušební těleso připravit s rovným povrchem a rovnou protilehlou čelní plochou vytvoření vtisku, může se využít jakýkoliv jeho tvar“. Doporučuje se vzorek alespoň o velikost 10 mm x 10 mm kvůli dostatečně velké ploše, aby bylo možné na jednom vzorku provést několik vtisků a tím co nejvíce snížit chybovost celého experimentu. [34]

Dále je v disertační práci M. Heinonena specifikována minimální tloušťka vzorku. Navrhuje se, aby tloušťka zkušebního tělesa dosahovala alespoň desetinásobku délky trhliny. V případě nedodržení této podmínky může dojít ke zkreslení měření, a proto tyto výsledky nejsou považovány za reprezentativní. Hlavním důvodem je bezpochyby fakt, že stav napjatosti závisí na množství materiálu tvořícího podporu vtisku a s ním spojené trhliny. [40]

Pro tento konkrétní experiment byly zvoleny vzorky různých tvarů – trojúhelník, čtverec a kosočtverec. Nejmenší vzorek – tvar trojúhelníku – je velký přibližně 10 mm x 10 mm x 4 mm. Největší vzorek – tvar čtverce – je velký přibližně 25 mm x 25 mm x 12 mm. Od každého typu a tvaru byly vybrány minimálně dva vzorky, aby se celé měření zpřesnilo a bylo co nejvíce vtisků k porovnání.

Obrázek 13: vzorek tvaru čtverce [vlastní zpracování]



4.2 Příprava vzorků

Před samotným měřením je třeba vzorky řádně připravit. Jelikož tyto vzorky slinutých karbidů jsou všechny určeny primárně pro obrábění kovů, mají na sobě povlak – zlatý CVD ($TiCN + Al_2O_3 + TiN$), tmavý PVD ($AlTiN$ nebo $TiAlN$). Povlak je pro obrábění žádoucí, neboť díky němu je slinutý karbid odolnější vůči vysokým teplotám a vůči otěru. Nicméně pro měření houževnatosti je zapotřebí tento povlak odstranit a mít tak výbrus surového karbidu.

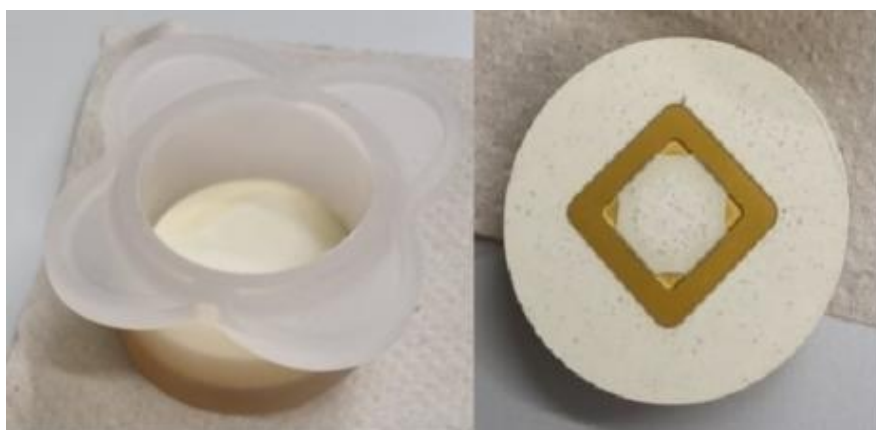
4.2.1 Příprava povrchu

Aby bylo měření platné je zapotřebí připravit rovný povrch vzorku. K tomu je třeba dosáhnout určité rovinnosti – tedy rovnoběžnosti protilehlých čel. Jelikož jsou vzorky velice malé, nelze je dobře brousit ručně, a proto se využilo strojního zařízení.

Pro zjednodušení manipulace a broušení se doporučuje vzorky zalít ve formě pryskyřici. Po zalití pryskyřicí je jedna strana vzorku viditelná (obrázek č 14 vpravo) a druhá je plně zalitá (obrázek č. 14 vlevo). Zalitá strana vzorku je potřeba ručně obrousit tak, aby druhé čelo vzorku bylo téměř viditelné. Tento krok je velice důležitý, jelikož je třeba, aby dosedací plocha byla dostatečně pevná při vtisku vnikacího tělesa a zároveň zajistila potřebnou rovinnost. Pokud by se tato strana nezbrousila a jako dosedací plocha by zůstala pouze pryskyřice, pravděpodobně by nastaly tyto problémy:

- a) Při vtisku vnikacího tělesa by pryskyřice praskla a nebylo by dosaženo požadovaného zatížení na vzorek
- b) Při vtisku vnikacího tělesa by pryskyřice nepraskla, avšak díky nedokonalé rovinnosti plochy a čela vtisku by Vickersův jehlan nebyl kolmý na měřený vzorek a měření by tak bylo neplatné

Obrázek 14: vzorek zalitý v pryskyřici [vlastní zpracování]



Po vytvrzení (cca 5-10 min) lze takto připravený vzorek v pryskyřici začít brousit. Ke zbroušení největší vrstvy je doporučeno použít ruční broušení se zrnitostí brusného papíru 200. Ruční broušení končí ve chvíli, kdy se začíná objevovat čelo vzorku. V takovém případě je již vzorek připraven na strojní broušení strany, která je zcela viditelná.

Tímto způsobem se připraví veškeré vzorky. Před strojním broušením je vhodné vzorky řádně očistit od prachu z pryskyřice a osušit. Pro strojní broušení se zde využila laboratorní bruska Tegramin – 30 značky Struers (viz obrázek č. 15), která disponuje patřičnými programy a funkcemi pro přípravu a broušení takovýchto vzorků. Zde je třeba dbát pokynů normy pro odstupňování jednotlivých drsností brusných kotoučů. Broušení se má provádět za mokra na 40 μm kovově pojených kotoučích napuštěných diamantem, jelikož kotouče s karbidem křemíku vnášejí vyšší zbytková napětí než kotouče diamantové. Etapa broušení poskytuje rovné povrchy, které je pak třeba ještě vyleštit. Minimální doporučená posloupnost diamantových abrasiv je alespoň 30 μm po níž následuje 6 μm a 1 μm .

Obrázek 15: laboratorní bruska Struers Tegramin – 30 [vlastní zpracování]



Důležitým faktem je, že v případě, že jsou etapy leštění dostatečně dlouhé na to, aby odstranily veškeré poškození povrchu po broušení, pak lze jednoznačně říct, že touto činností nevzniká jakékoliv povrchové napětí.

Jak již bylo uvedeno, je nutné připravit ideálně rovný povrch tak, aby vtisk měl pravidelnou geometrii. Doporučuje se, aby se rovinnost po provedení vtisku tvrdosti podle Vickerse ověřovala měřením úhlopříček v navzájem kolmých směrech. Pokud odlišnost úhlopříček dosahuje 1 %, pak povrch není dostatečně rovný a zkouška se v takovémto případě považuje za neplatnou.

4.2.2 Stav povrchu

Správně připravený povrch je zrcadlově lesklý (jako je vidět na obrázku č. 16) bez viditelných škrábanců či vrypů způsobených předešlým broušením. Ukazuje se, že k tomu, aby se dosáhlo odpovídajících výsledků měření, je zapotřebí mít vzorek absolutně zbaven povrchového napětí. Tuto skutečnost popsal ve své práci Exner. Vysvětluje v ní, že bez pracných a systematických měření, jež se nedají provést na obvyklém základě, nemůže zaručit žádný postup leštění povrch bez napětí. Ve smyslu studie zveřejněné Exnerem se zkušební tělesa obvykle leští tak, aby se mohla pozorovat jejich mikrostruktura a následně se tělesa žíhají při 800 °C po dobu alespoň 1 h ve vakuu. [41]

U novějších jakostí materiálů je dokázáno, že obsahují velice jemná zrna WC – ve většině případech menších než 8 μm (rozměry byly zjištěny pomocí lineárně průsečíkovou metodou na vyleštěných a naleptaných výbrusech). U těchto nově vyvinutých materiálů Exner popisuje, že mají pravděpodobně ještě vyšší zbytkové povrchové napětí než materiály stávající. Proto se u těchto materiálů může vyžadovat delší žíhací časy či vyšší žíhací teploty. Zde je nutné podotknout, že žíhání sice zbavuje vzorek zbytkových povrchových napětí, nicméně zhoršuje kvalitu (broušeného a leštěného) povrchu. [41]

V tomto případě se práce dále nezabývá zbytkovými povrchovými napětí, jelikož byl zvolen takový postup, kde jsou tyto napětí zanedbatelná – především díky použitým brusným a leštícím materiálům nové generace.

Obrázek 16: připravené vyleštěné vzorky [vlastní zpracování]

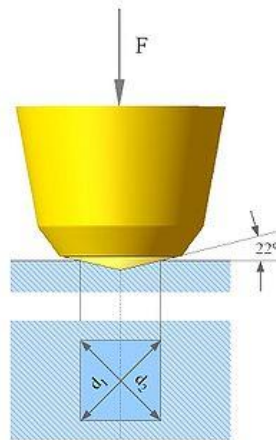


4.3 Vtisk

Jak je již několikrát v práci zmíněno, aby bylo docíleno odpovídajících výsledků, je třeba použít zkoušky dle Vickerse v souladu s normou ISO 3878, která popisuje metodu zkoušky a přesný postup ověřování tvrdoměru. Zároveň je doporučeno použít takové vnikající těleso, které je ověřené a akreditované národním orgánem.

Zkouška dle Vickerse spočívá ve vnikání zkušební tělesa (indentoru) do zkoumaného materiálu – v tomto případě slinutý karbid. Jako vnikací těleso se používá diamantový čtyřboký jehlan, který má vrcholový úhel 136° . Tento úhel jehlanu je volen proto, aby hloubka vtisku byla co nejméně ovlivněna třením. Na tvrdoměru se nastaví určité zatížení (nejčastěji 294 N), které se promítne v síle vnikání vnikacího tělesa do materiálu. Pro vyhodnocení výsledků tvrdosti se měří úhlopříčky d_1 a d_2 vzniklého vtisku (viz obrázek č. 14), které se následně dosadí do vztahu: $HV = 0,189 \cdot \frac{F}{u^2}$, kde F je síla zatížení [N] a u je průměrná velikost úhlopříčky [mm]. [42]

Obrázek 17: schéma vnikacího tělesa [42]



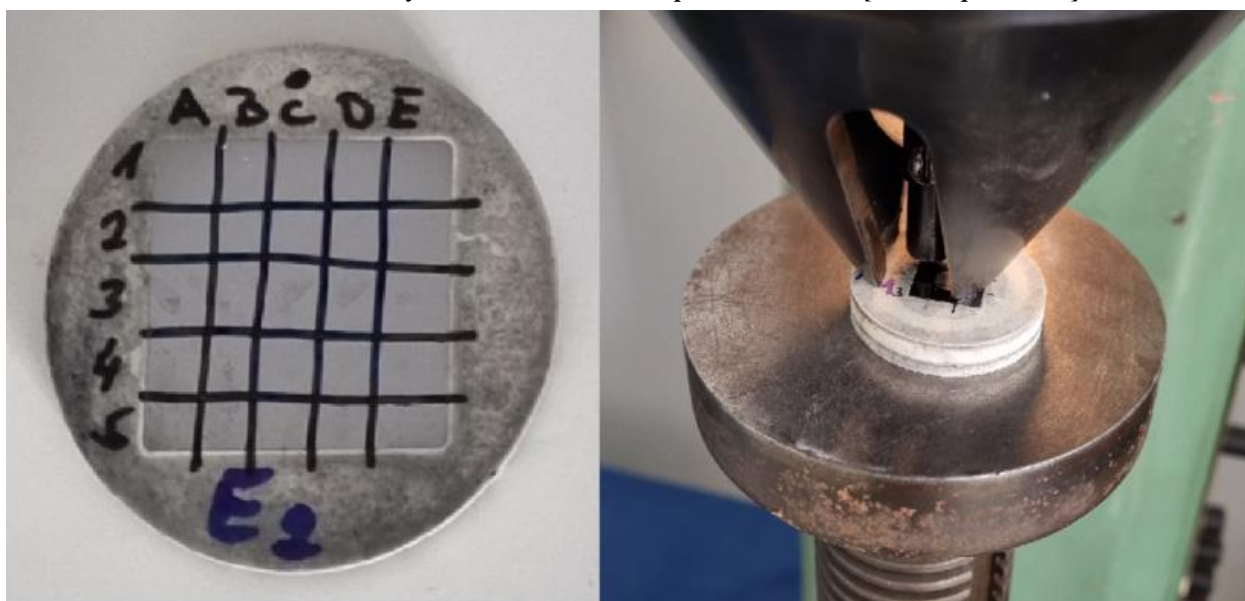
Před samotným vtiskem je dobré si na jednotlivé vzorky načrtnout pravidelné mřížky s rozestupy cca 5 mm (jako je na obrázku č. 18 vlevo). Každý vzorek se označí tak, aby mohl být identifikován, a hlavně aby se pak hodnoty měření mohly vnášet do tabulky k příslušným vzorkům. Vzniklá šachovnice se očísluje a tečkou se naznačí směr, kterým je vzorek vkládán do tvrdoměru – toto zajistí stejné polohování při měření vtisků na mikroskopu. Nastaví se počáteční zatížení dle normy, které je 294 N a do každého vzorku se do rohu udělá zkušební vtisk. Nejprve se veškeré zkušební vtisky změří na mikroskopu, respektive se změří délky trhlin, vycházejících z rohů vtisku. Jestliže není patrná žádná trhlina, je nutné zvýšit zatížení na 981 N a zkušební měření opakovat.

4.3.1 Provádění vtisku

Po označení vzorků a vytvoření šachovnice je možné začít provádět vtisky. Důležité je, že se vtisky musí provádět na zařízení s přímým zatížením, a které je kalibrováno alespoň jednou za rok. Doporučuje se, jak již bylo uvedeno, provádět vtisky pomocí diamantového vnikajícího tělesa dle Vickerse. Zároveň by se mělo jednat o jedno zatížení, nikoli o řadu zatížení. Pokud při zatížení 981 N není stále patrná žádná trhlina, norma tuto skutečnost považuje za neplatné měření.

Do každého jednoho čtverce na šachovnici vzorku se vytvoří vtisk vnikacím tělesem na tvrdoměru (viz obrázek č. 18 vpravo). Čím více vtisků na stejných vzorcích je vytvořeno, tím je zaručena menší chybovost celého měření. Při zatížení je třeba dodržet pauzu 20-30 sekund, kde trhliny tzv. relaxují – v případě nedodržení této prodlevy je pravděpodobné, že trhliny se rozvinou nedostatečně a bude tak ovlivněno měření a celkové výsledky.

Obrázek 18: označený vzorek se šachovnicí a provádění vtisku [vlastní zpracování]



4.3.2 Měření vtisku a délky trhliny

Jakmile jsou vytvořeny všechny vtisky ve všech vzorcích, následuje měření úhlopříček vtisku a délky jednotlivých trhlin, které vychází z každého rohu vtisku. Dle normy je doporučeno, aby se úhlopříčky vtisku a délky trhlin měřily opticky na zařízení, které je kalibrováno pomocí mřížky s metrologickou návazností. Minimální zvětšení je 500x.

Při měření pod mikroskopem by se mělo dodržet polohování a vložit vzorek stejným směrem, jako při zatěžování na tvrdoměru.

Na vzorku se pozoruje každý vtisk zvlášť a pokud je to možné technicky, promítá se na měřicí obrazovku, kde se vytvoří a uloží snímek každého vtisku. Každý snímek se uloží pod názvem, jak je označen vzorek a včetně souřadnic zkoumaného vtisku – např. na obrázku 6 označíme fotku zvětšeného vtisku levého horního rohu takto: E2_1_A.

Vzhledem k tomu, že laboratoř Technické fakulty na ČZU disponuje mikroskopem značky Zeiss, který je navíc vybaven o barevnou kameru s vysokým rozlišením Axiocam 305, byla práce měření poměrně jednoduchá, avšak časově náročná.

Existují dvě různé metody měření délky trhlin. Na základě dostupných informací z měření Roebucka, Bennetta, Laye a Morrella nezáleží, která z nich se použije, výsledky budou vždy stejné. [43]

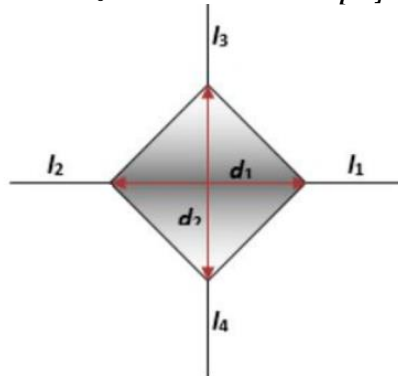
a) Metoda A:

U trhlin se měří vzdálenost od čela k čelu v obou diagonálních směrech. Celková délka trhliny je pak sumou obou těchto hodnot, od které se odečte součet úhlopříček vtisku. Tato metoda má však velkou nevýhodu – v případě zvětšení 100x je vzdálenost trhliny od čela k čelu příliš velká na to, aby se celá vešla na jedno zobrazení a musí se tak přestavovat pozice na mikroskopu. [34]

b) Metoda B:

Tato metoda byla využita při zpracování této diplomové práce. Zde se každá trhlina měří zvlášť od rohu vtisku až po její čelo při celkovém zvětšení 100x.

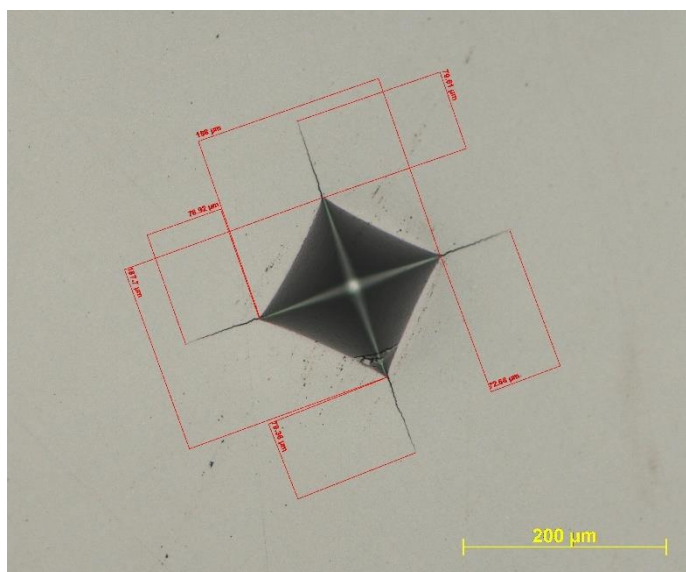
Obrázek 19: schéma vtisku [44]



Jejich suma tvoří celkovou délku trhliny. V případě, že se kořen trhliny neshoduje s koncem úhlopříčky vtisku, měří se délka trhliny u okraje vtisku z místa její předpokládané iniciace. [34]

Jelikož byla použita druhá metoda, měřily se jednotlivé trhliny od kořene k čelu, které se značí l_1 , l_2 , l_3 a l_4 . Dále byly samostatně změřeny délky úhlopříček vtisku, d_1 a d_2 (viz obrázek č. 19 a 20). Tyto hodnoty jsou potřeba pro konečně výpočty jak tvrdosti podle Vickerse, tak pro houževnatosti podle Palmqvista.

Obrázek 20: reálný vtisk vnikacího tělesa včetně kót trhlín a úhlopříček [vlastní zpracování]



4.4 Výpočet tvrdosti dle Vickerse

Zkouška dle Vickerse je rozšířenou metodou pro slinuté karbidy, především z důvodu homogenity tohoto materiálu a poměrně malých zrn. Pokud by zkušební vzorek byl hrubozrný či by nebyl materiál vzoru homogenní a skládal by se z několika fází, mohl by vtisk být vytvořen právě v zrně nebo by mohl proniknout do jiné fáze a tím by nebylo měření přesné – výsledek by nevypovídal o celkové tvrdosti vzorku.

Jistou výhodou zkoušky je, že je možno ji použít pro měkké a zároveň i velice tvrdé materiály a již má pro ně vytvořenou jednoduchou stupnici. Vtisky po vnikacím tělese jsou zanedbatelně velké, a tudíž nedochází k znehodnocení zkoušené součásti. U této zkoušky je třeba dodržet několik důležitých parametrů, aby byla zaručena správnost výsledků. Povrch zkoušených vzorků musí být jemně broušený, ideálně však leštěný, čistý bez výskytu cizích těles a bez mazadel. Jakékoli rázy či chvění, které působí na tvrdoměr, jsou nežádoucí.

Zkoušku je nutné provést za teploty od +10 °C do 35 °C – pro arbitrážní případy uvádí norma teplotu 23 ± 5 °C. [45]

Jakmile jsou zaznamenány všechny výše zmíněné hodnoty všech vtisků, je možné vypočítat tvrdost podle Vickerse kde vzorec: [34]

(13)

$$HVx = \frac{1,8544 \cdot P}{[(d_1 + d_2) \cdot \frac{1}{2}]^2} [kgf]$$

Kde: x značí hodnotu zatížení na tvrdoměru (981 N pro vzorek D, 294 N pro zbylé vzorky)

P určuje hodnotu zatížení na tvrdoměru

4.5 Výpočet houževnatosti dle Palmqvista

Dle Palmqvista je možné vypočítat dva různé druhy houževnatosti – houževnatost podle Palmqvista, která se značí W_G (na tu je zaměřena tato práce) a lomová houževnatost podle Palmqvista označena jako W_K . Následující rovnice popisuje houževnatost podle Palmqvista při využití metody jediného vtiskového zatížení. [34]

(14)

$$W_G = \frac{P}{T} [N \cdot m^{-1}]$$

Kde T se vypočítá jako:

(15)

$$T = l_1 + l_2 + l_3 + l_4 [m]$$

Třetí rovnice, která popisuje lomovou houževnatost podle Palmqvista, je využívána při druhé metodě, tedy metodě vícenásobného vtisku.

(16)

$$W_K = A\sqrt{HV} \cdot \sqrt{W_G} [MN \cdot m^{-3/2}]$$

U metody vícenásobného zatížení je hodnota poměru P/T inverzní hodnotou směrnice závislosti délky trhliny na zatížení. Tvrdost podle Vickerse se vyjadřuje v $N \cdot mm^{-2}$ a A je rovno

hodnotě 0,0028. Této metodě se práce však dále nevěnuje a pracuje pouze s první metodou – jedno vtiskové zatížení. [34]

Výsledky se musí uvádět vždy pouze na tři platné číslice, toto platí pro obě výše zmíněné metody.

4.6 Zkouška platnosti

Zkouškou nebo zkouškami platnosti se rozumí porovnání hodnot z jednotlivých částí experimentu s tolerancemi těchto hodnot. Pokud jsou naměřené hodnoty mimo tyto tolerance, je měření považováno za neplatné a musí se opakovat.

- a) Jestliže z rohu vtisku vychází více trhlin, doporučuje se tento vtisk ignorovat a měření považovat za neplatné
- b) Pokud celková délka trhliny nedosahuje $40 \mu m$, je potřeba brát v úvahu skutečnost, že měření je zatíženo větší nejistotou. Do protokolu je nutné uvést zvláštní poznámku ohledně této nejistoty.
- c) Jestliže rozdíl úhlopříček vtisku, který byl získán při zatížení $294 N$, je větší než $4 \mu m$, pak není povrch vzorku dostatečně rovný a zkouška je neplatná ($4 \mu m$ při zvětšení 500x jsou $2 mm$). [34]

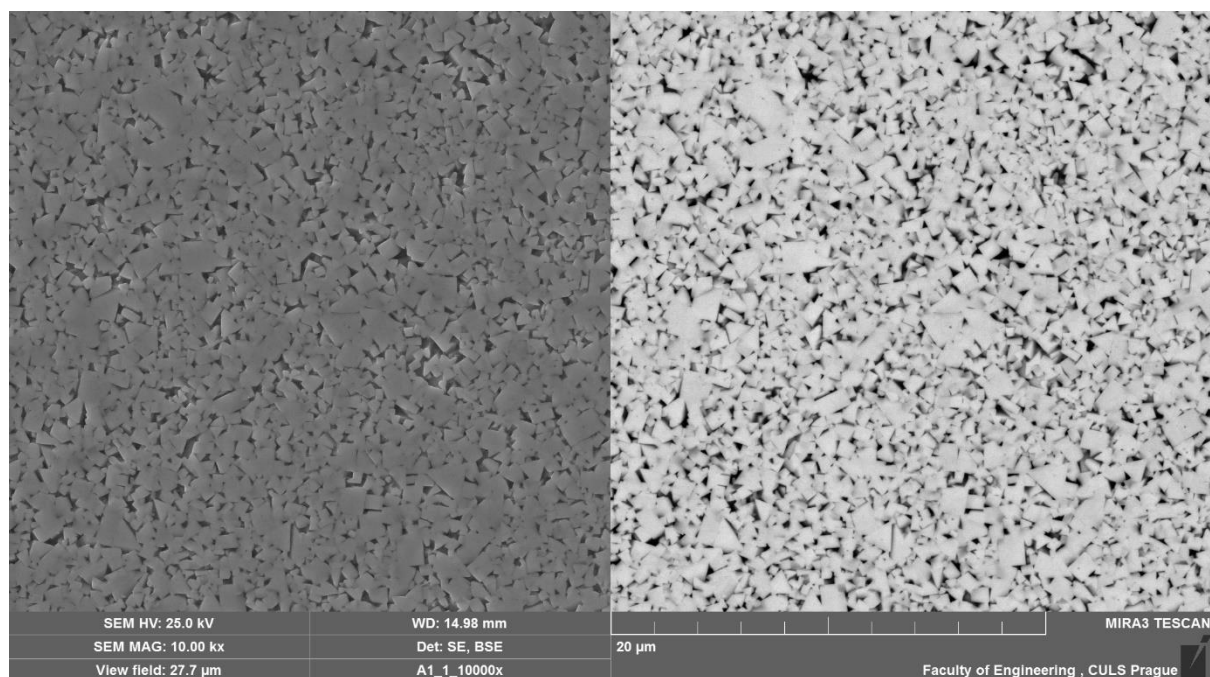
5 Výsledky a diskuse

5.1 Mikrostruktura slinutých karbidů

Mikrostruktura, neboli chemické složení jednotlivých slinutých karbidů má významný vliv na mechanické vlastnosti materiálu, jako je lomová houževnatost nebo tvrdost. Veškeré zkoumané vzorky byly analyzovány pomocí EDS metody (energy–dispersive X-ray spectroscopy), která je založena na principu detekce energie rentgenového záření. Díky této metodě lze určit jednotlivé chemické prvky, které jsou v materiálu zastoupeny.

Další použitou analýzou byla metoda BSE (back-scattered electrons), pomocí které se určí atomární hmotnost zastoupených prvků (viz. obrázek č. 21) ve stupních šedi. Tato metoda je založena na principu odrazu elektronů od povrchu materiálu. Díky jedinečnosti atomárního čísla každého prvku se na základě této metody vykreslí povrch materiálu. Světlá barva značí těžký prvek (karbid) a tmavá značí prvek lehký (matrici). Snímky SE a BSE ostatních testovaných slinutých karbidů jsou přiloženy jako přílohy práce.

Obrázek 21: SE a BSE slinutého karbidu při zvětšení 10000x vzorku A [vlastní zpracování]



Využitím analýzy EDS bylo zjištěno chemické složení všech zkušebních slinutých karbidů, které je uvedeno v tabulce č. 4:

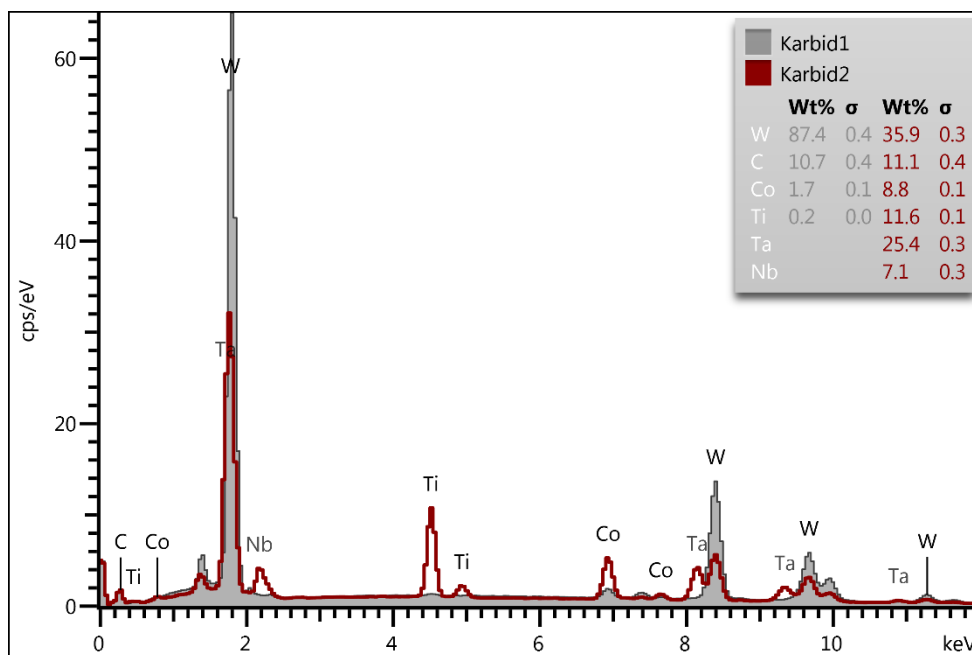
Tabulka 4: chemické složení testovaných slinutých karbidů [vlastní zpracování]

Vzorek / prvek [hmotn. %]		C	Ti	Cr	Fe	Co	Nb	Ta	W
Vzorek A	Karbid	10,1	-	0,25	-	3,43	-	-	86,3
	Matrice	7,40	-	2,10	-	36,0	-	-	54,5
Vzorek B	Karbid 1	10,7	0,21	-	-	1,68	-	-	87,4
	Karbid 2	11,1	11,6	-	-	8,76	7,11	25,5	35,9
	Matrice	14,0	24,7	-	-	13,4	0,76	3,15	43,9
Vzorek C	Karbid 1	9,42	0,53	-	-	1,85	-	-	88,2
	Karbid 2	11,9	20,4	-	-	2,11	7,93	14,8	42,9
	Matrice	5,36	8,10	-	0,23	20,5	1,13	8,66	56,0
Vzorek D	Karbid 1	9,69	-	-	-	0,89	-	-	89,4
	Karbid 2	9,73	17,7	-	-	2,25	0,22	41,5	28,6
	Matrice	5,21	1,59	-	0,14	50,7	-	5,14	37,2
Vzorek E	Karbid 1	10,5	0,43	-	-	1,21	-	-	87,9
	Karbid 2	12,3	16,1	-	-	4,47	7,5	13,0	46,6
	Matrice	4,73	9,92	-	-	25,6	2,38	9,32	48,1
Vzorek F	Karbid 1	9,21	0,49	-	-	1,32	-	0,63	88,4
	Karbid 2	11,0	16,6	-	-	5,89	6,74	14,8	44,9
	Matrice	4,59	1,71	-	0,27	43,1	0,58	1,76	48,0

Všechny vzorky, až na vzorek A, jsou složeny ze tří základních fází – karbidu 1 (karbid WC), karbidu 2 (karbid s příměsí titanu (Ti), niobu (Nb) a tantalu (Ta)) a matrice (převážně tvořenou kobaltem (Co)). Vzorek A je tvořen pouze dvěma základními fázemi – karbid 1 (karbid WC) a matrice. Zároveň jako jediný vzorek obsahuje chrom (Cr).

Kromě textury povrchu a chemického složení slinutých karbidů je dalším výstupem metody EDS spektrum, na kterém je vidět rozdíl množství odražených elektronů pro jednotlivé prvky zastoupené v daném slinutém karbidu. Příklad spektra vzorku B je vidět na následujícím obrázku č. 22, kde je vidět u hodnoty 1,8 na ose x tzv. peak. V tomto případě se jedná o velké množství wolframu (W), který je obsažen v karbidu 1 a velké množství tantalu (Ta) obsaženého v karbidu 2. Hodnoty zobrazené v pravém horním rohu obr. 22 jsou vidět v předchozí tabulce č. 4. Spektra ostatních slinutých karbidů jsou součástí příloh na konci této práce.

Obrázek 22: porovnání EDS spektra karbidů vzorku B [vlastní zpracování]



5.2 Houževnatost podle Palmqvista, tvrdost podle Vickerse

Aby bylo možné stanovit vztah mezi houževnatostí a mikrostrukturou, je potřeba vypočítat houževnatost podle Palmqvista. Pro výpočet tvrdosti materiálu podle Vickerse byla použita rovnice (13) z kapitoly 4.4. Na základě naměřených hodnot byla vypočtena houževnatost podle Palmqvista, kde hlavním parametrem pro výpočet je celková délka trhlin, tedy suma čtyř naměřených hodnot každého vtisku. Pro výpočet lomové houževnatosti podle Palmqvista byly použity rovnice (14) a (16), viz kapitola 4.4.

Tabulka 5: vtiskové parametry [vlastní zpracování]

Odkaz	Popis	Komentář
Příprava povrchu	Pouze leštěný nebo leštěný a žíhaný	Leštěný
Postup zkoušky	Metoda 1: jediné vtiskové zatížení	294 N / vzorek D 981 N
	Metoda 2: vícenásobné vtiskové zatížení	Nevyužitá
	Počet vtisků	186
	Prostředí	Pokožová teplota, vzduch
	Měřicí metoda délky trhliny	Optická, 100x (kalibrovaná)
	Měřicí metoda úhlopříčky vtisku	Optická, 100x (kalibrovaná)
Platnost zkoušky	Konzistence tvaru vtisku	Ano, platná zkouška
	Celková délka trhliny > 40 μm	Ano, platná zkouška
	Vícenásobné rohové trhliny	Ne, platná zkouška

V předchozí tabulce č. 5 jsou uvedeny vtiskové parametry, které jsou platné pro všechny vzorky. Výjimku tvoří pouze vzorek D, u kterého bylo potřeba použít zatěžovací sílu 981 N, aby byly jasně viditelné a dostatečně dlouhé trhliny.

V následujících 7 tabulkách jsou výsledné hodnoty. Všechny hodnoty jsou průměrné a veškeré základní naměřené a vypočtené hodnoty jsou v tabulkách v příloze, která je součástí této diplomové práce. Jak je uvedeno výše, u vzorku D je hodnota tvrdosti *HV100*, kdežto u všech ostatní vzorků bylo použito zatížení 294 N a jsou proto uvedeny hodnoty tvrdosti *HV30*. Houževnatost podle Palmqvista je uvedena ve dvou různých jednotkách – $W_G [N \cdot mm^{-1}]$ a $W_K [MN \cdot m^{-3/2}]$.

Tabulka 6: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku A [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV30	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	<i>s</i>	W_K MN·m ^{-3/2}	<i>s</i>
Vzorek A	1606	988	±87,8	11,2	±0,60
^a Na tři platné číslice, <i>s</i> (směrodatná odchylka)					

Tabulka 7: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku B [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV30	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	<i>s</i>	W_K MN·m ^{-3/2}	<i>s</i>
Vzorek B	1366	2761	±719	17,1	±2,03
^a Na tři platné číslice, <i>s</i> (směrodatná odchylka)					

Tabulka 8: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku C [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV30	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	<i>s</i>	W_K MN·m ^{-3/2}	<i>s</i>
Vzorek C	1533	819	±75,5	10,0	±0,53
^a Na tři platné číslice, <i>s</i> (směrodatná odchylka)					

Tabulka 9: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku D [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV100	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	s	W_K MN·m ^{-3/2}	s
Vzorek D	2121	2061	±346	15,2	±1,91
^a Na tři platné číslice, s (směrodatná odchylka)					

Tabulka 10: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku E1 [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV30	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	s	W_K MN·m ^{-3/2}	s
Vzorek E1	1435	1488	±298	12,9	±1,28
^a Na tři platné číslice, s (směrodatná odchylka)					

Tabulka 11: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku E2 [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV30	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	s	W_K MN·m ^{-3/2}	s
Vzorek E2	1511	849	±115	10,1	±0,78
^a Na tři platné číslice, s (směrodatná odchylka)					

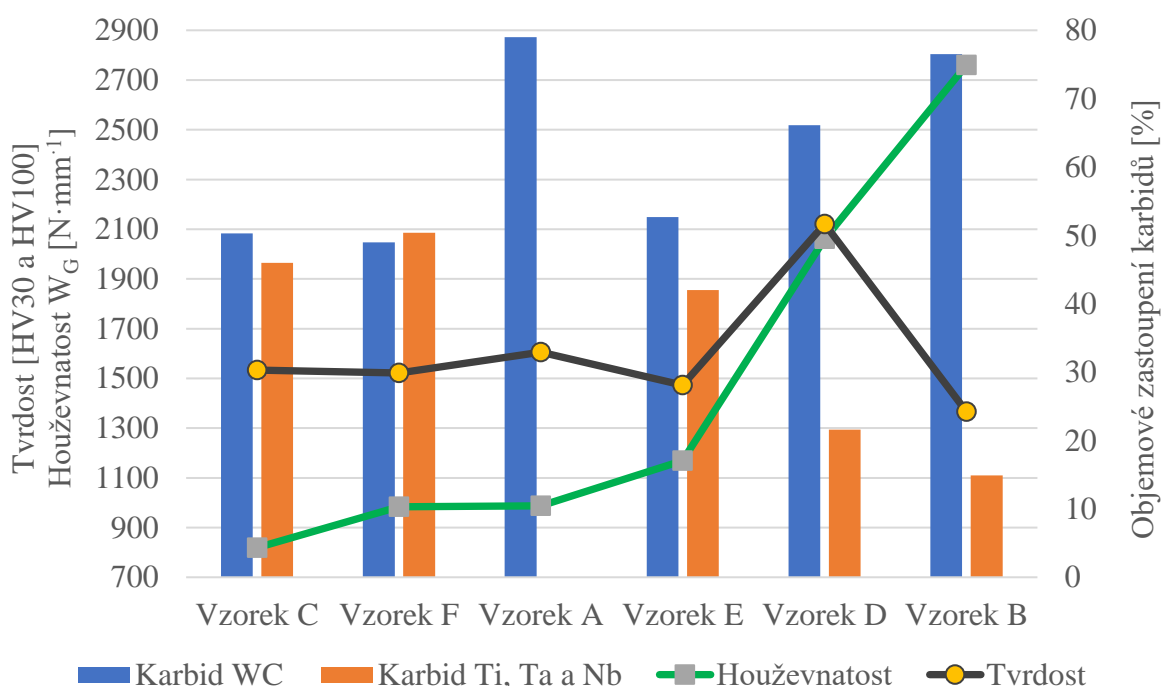
Tabulka 12: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku F [vlastní zpracování]

Kód vzorku	Průměrná hodnota tvrdosti HV30	Houževnatost podle Palmqvista ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	s	W_K MN·m ^{-3/2}	s
Vzorek F	1522	984	±268	10,8	±1,43
^a Na tři platné číslice, s (směrodatná odchylka)					

5.3 Vztah mezi mikrostrukturou a houževnatostí

Hlavním cílem této práce je stanovit vztah mezi mikrostrukturou testovaných slinitých karbidů a jejich houževnatostí. Jelikož vzorky byly složeny hlavně ze tří, respektive ze dvou složek, je houževnatost vztažena na tyto složky. Z naměřených a vypočtených hodnot je vytvořen následující graf č. 1, kde na ose x jsou jednotlivé vzorky, na hlavní ose y je vynesena houževnatost a tvrdost a na vedlejší ose y je objemové zastoupení karbidů v jednotlivých vzorcích.

Graf 1: závislost houževnatosti na mikrostruktuře z naměřených a vypočtených hodnot [vlastní zpracování]



V následujících tabulkách č. 13 a 14 je vidět efekt, který má karbid WC a karbid Ti, Ta a Nb na houževnatost a tvrdost. Kladné číslo hodnoty efektu znamená, že se zvýšením objemového zastoupení daného karbidu se bude zvyšovat i houževnatost, respektive tvrdost. Pro záporné hodnoty platí opak. Toto tvrzení je závislé na pravděpodobnosti, která např. u houževnatosti dosahuje u obou typů slinitých karbidů téměř 99 %. V případě kladné hodnoty u vzájemné interakce je jasné, že v případě zvyšování objemového zastoupení obou typů karbidů se bude zvyšovat i houževnatost, respektive tvrdost. V případě houževnatosti je vidět, že pokud by se zvýšilo objemové zastoupení obou slinitých karbidů, je 98,3 % pravděpodobnost, že se zvýší houževnatost materiálu. V případě tvrdosti chybí hodnoty vzájemné interakce, a to proto, protože by byly výsledky zavádějící. Hodnotu tvrdosti nelze

vztáhnout pouze na chemické složení materiálu, ale je potřeba vzít v úvahu i další faktory, kterým se tato práce nevěnovala a bez dalšího měření není možné tyto hodnoty získat. Všechny hodnoty byly vypočteny pomocí analytického nástroje – ANOVA: dva faktory bez opakování.

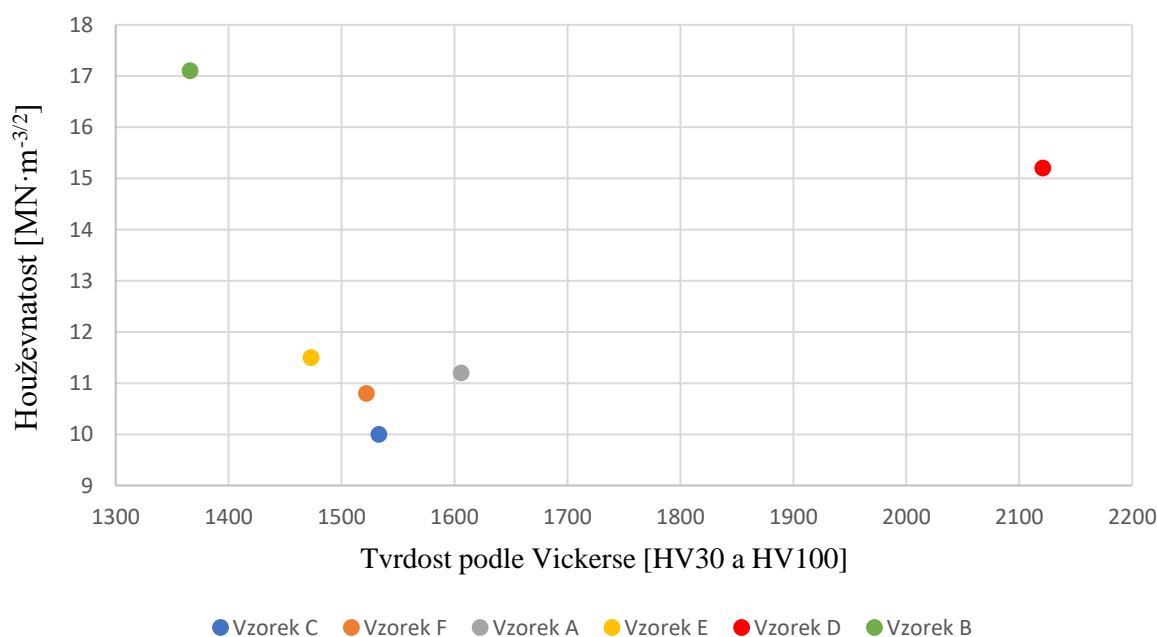
Tabulka 13: hodnoty vlivu jednotlivých karbidů na změnu hodnoty houževnatosti [vlastní zpracování]

Faktor	Efekt	Směrodatná odchylka	t (2)	P
Průměr/ab. č.	2017	104,6	19,3	0,003
Karbid WC	5270	643,5	8,19	0,015
Karbid Ti, Ta a Nb	5157	720,1	7,16	0,019
Vzájemná interakce	2168	288,6	7,51	0,017
Index determinace: $R^2 = 0,991$				

Tabulka 14: hodnoty vlivu jednotlivých karbidů na změnu hodnoty tvrdosti [vlastní zpracování]

Faktor	Efekt	Směrodatná odchylka	t (2)	P
Průměr/ab. č.	1450	29,93	48,5	< 0,001
Karbid WC	-740	255,1	-2,90	0,1011
Karbid Ti, Ta a Nb	-592	205,0	-2,89	0,1019
Index determinace: $R^2 = 0,809$				

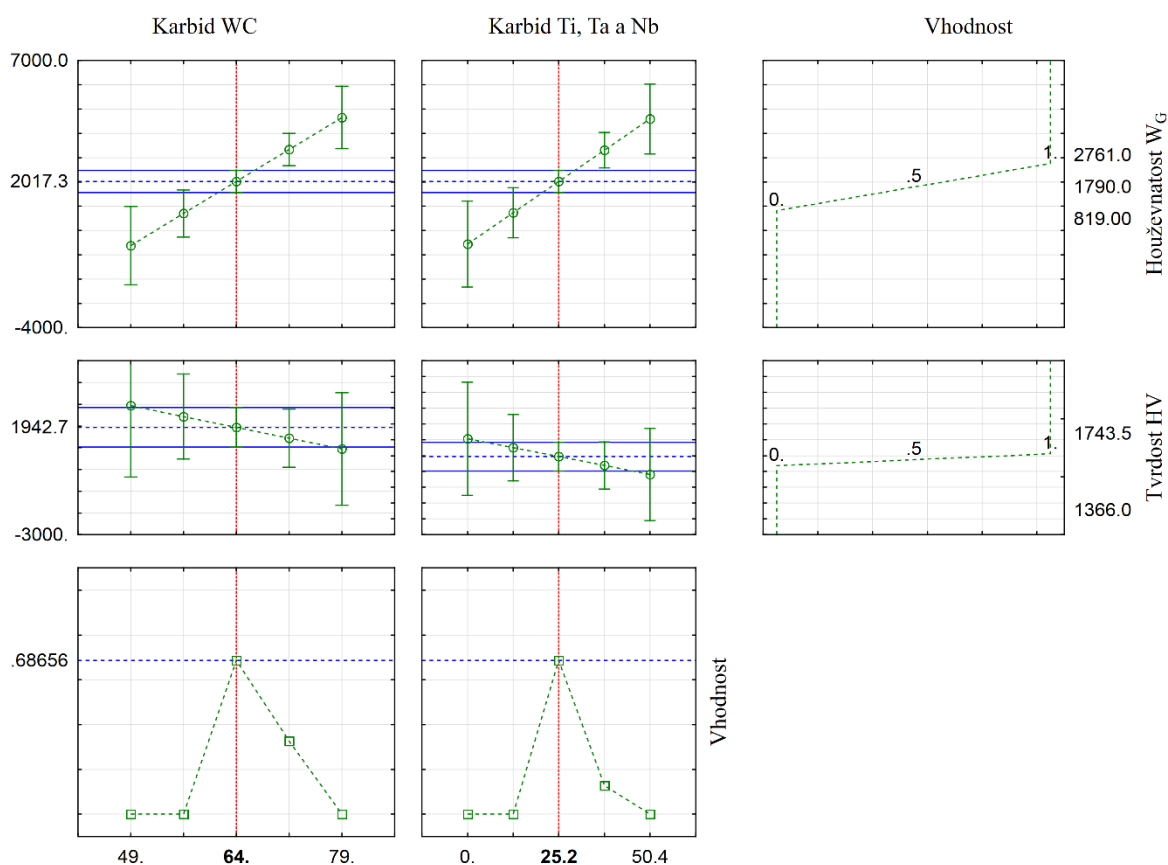
Graf 2: závislost houževnatosti na tvrdosti naměřených hodnot [vlastní zpracování]



V uvedeném grafu č. 2 je znázorněna závislost mezi houževnatostí a tvrdostí slinutých karbidů na základě naměřených hodnot. Tomuto grafu se práce více věnuje v diskusi výsledků s literaturou.

V níže znázorněném maticovém grafu je na ose x uvedeno objemové zastoupení jednotlivých karbidů, respektive u dvou grafů vpravo vhodnost. Na ose y je vynesena houževnatost, respektive tvrdost a vhodnost. Tento graf zobrazuje závislost mezi jednotlivými karbidy a houževnatostí, respektive tvrdostí. Vhodností se rozumí objemové zastoupení karbidu WC (dole vlevo) a objemové zastoupení karbidu Ti , Ta a Nb (dole vpravo) takovým způsobem a poměrem, kdy je dosaženo nejvyšší houževnatosti a zároveň tvrdosti jednoho materiálu. V tomto případě je vidět, že pro dosažení nejvyšší houževnatosti společně s tvrdostí je dle výpočtu potřeba vyrobit takový slinutý karbid, který bude mít objemové zastoupení karbidu WC 64 % a karbidu Ti , Ta a Nb 25,2 %.

Graf 3: maticový graf závislosti karbidů na houževnatosti, resp. tvrdosti [vlastní zpracování]



5.4 Diskuze výsledků

Z chemické analýzy je vidět, že vzorek A jako jediný obsahuje *Cr* a navíc je složen pouze ze dvou fází – karbidu *WC* a matrice *Co*. Hu a kol. popsali ve své práci, že přidáváním chromu do testovaného materiálu, mělo výrazný vliv na zvýšení tvrdosti. Pokud porovnáme testované prvky v této práci, je vidět, že vzorek A má druhou nejvyšší tvrdost po vzorku D. Na vzorku D bylo použito zatížení 981 *N*, což je pro toto porovnání zavádějící a lze říci, že z porovnatelných materiálů má vzorek A nejvyšší tvrdost, a to především díky obsahu chromu a absenci druhé fáze karbidu.

Z grafu č. 2 je patrné, že vzorky E, F, C a A mají podobné hodnoty houževnatosti i tvrdosti. Toto je dáno především chemickým složením jednotlivých materiálů, které bylo získáno pomocí analýzy EDS. V tabulce č. 4 je uvedeno chemické složení těchto vzorků a lze jednoznačně říci, že hodnoty objemového zastoupení chemických prvků těchto čtyř vzorků jsou velmi podobné. V případě zvyšování objemového zastoupení karbidu *WC* nebo karbidu *Ti*, *Ta* a *Nb* nebo zvyšování objemového zastoupení obou karbidů najednou je patrné, že se tímto zvyšuje houževnatost materiálu, což je vidět na grafu 1. Toto tvrzení je zároveň potvrzeno v tabulce 13 a také v tabulce 14. Z obou tabulek lze vyčíst, že v případě zvyšování objemového zastoupení karbidu *WC* respektive karbidu *Ti*, *Ta* a *Nb* je 98,5 % respektive 98,1 % pravděpodobnost, že se zvýší houževnatost materiálu. Zároveň s tím je na grafu 2 vidět klesající trend v případě tvrdosti. Toto opět potvrzuje tabulka 14, kde je vidět, že v případě zvyšování objemového zastoupení jednoho či druhého typu karbidu je cca 90 % pravděpodobnost, že klesne hodnota tvrdosti. Je tedy jasné, že nelze vyrobit takový materiál určitého chemického složení, který by vyhovoval ve všech směrech mechanických vlastností. Vzorek D vykazuje nejlepší výsledky v poměru houževnatost/tvrdost. Nicméně je potřeba znovu podotknout, že tento vzorek byl zatížen vyšší silou kvůli jeho odporu při vnikací zkoušce.

Práce Ivanova popisuje velmi podobné výsledky ač na rozdílných materiálu, jako tato práce. Tvrdost se zvyšuje přidáním *Cr*. V případě zastoupení většího počtu dalších chemických prvků, jako např. *Ni*, *Si* aj. ve vyšších objemových podílech prudce klesá tvrdost materiálu a zároveň s tím se zvyšuje jeho houževnatost. Toto potvrdila i tato práce, kde v případě vyššího objemového zastoupení karbidů byla vyšší houževnatost a tvrdost

se snižovala. Tyto fakta jsou prokazatelná na podobných výsledcích práce Ivanova a této diplomové práce – viz. obrázek č. 12 a graf č. 2.

Závislost houževnatosti na tvrdosti nelze jednoznačně určit, což je vidět i na grafu 1. V případě tvrdosti záleží ještě na dalších faktorech, které nebyly předmětem této práce, a proto závislost těchto parametrů je pouze ilustrativní a nevypovídá o správnosti.

Všechny výše uvedené fakta a hypotézy potvrzuje maticový graf, kde je znázorněna pravděpodobnost závilosti mikrostruktury testovaných vzorků na houževnatosti, respektive tvrdosti. Opět je vidět, že v případě zvýšení karbidu 1 či 2 nebo obou, zvýší se houževnatost a naopak. V tomto grafu je také znázorněna 68,5 % pravděpodobnost (graf vlevo dole a uprostřed), že v případě dodržení objemového zastoupení karbidu 1 (64 %) a karbidu 2 (25,2 %) při výrobě nového materiálu lze dosáhnout optimálního poměru houževnatosti a tvrdosti.

6 Závěr

Hlavním cílem této práce bylo stanovit závislost mezi mikrostrukturou a houževnatostí slínutých karbidů. K dosažení tohoto cíle byla použita Palmqvistova metoda pro zjištění lomové houževnatosti křehkých materiálů, která je založena na vtiskové metodě měření mikrotvrdomosti podle Vickerse. Na základě naměřených hodnot byla vypočtena tvrdost podle Vickerse a hlavně lomová houževnatost podle Palmqvista. Veškeré potřebné výpočetní vzorce byly využity z mezinárodní normy ČSN ISO 28079. Tyto výsledky byly dále zpracovány formou grafů a tabulek, ze kterých se následně v diskusi jasně stanovila stěžejní závislost mezi mikrostrukturou a lomovou houževnatostí tvrdých a křehkých materiálů, což byl hlavní cíl.

V literární rešerši práce vysvětluje základní a zásadní problematiku, která je nutná ke stanovení hypotéz a předpokladů. Věnuje se zde především obecně houževnatosti a tvrdosti materiálů a metodám, používaným pro jejich zjištění. Dále se literární rešerše zabývá studií Ivanova a kol., kde se řeší stejná problematika s jinými druhy materiálů. Na základě této práce je v diskusi výsledků porovnání, které prohlubuje správnost výsledků a tvrzení této práce v souvislosti se závislostí tvrdosti a houževnatosti na mikrostruktuře různých materiálů. Literární rešerše splnila další cíl, kterým bylo prohloubení si znalostí v dané problematice.

Metodika práce obsahuje kompletní postup včetně doporučení, nutný k provedení měření lomové houževnatosti. V této části práce jsou také obrázky (fotky), které byly pořízeny v průběhu experimentální části této práce, a které pomáhají k porozumění a dovysvětlení postupu měření. Kromě experimentální části jsou zde uvedeny veškeré vzorce, které jsou nutné k dosažení výše uvedených výsledků.

V závěrečné části jsou veškeré výsledky v podobě vypočtených hodnot v tabulkách a grafech. Práce dále diskutuje výsledky s předchozími hypotézami a také s výsledky dosažených v práci Ivanova. Práce tímto splnila všechny cíle, které byly stanoveny na počátku tohoto experimentu. Potvrdila hypotézy a lze říct, že podobnost výsledků s jinými experimenty tohoto typu není náhodná.

Seznam použitých zdrojů

- [1] SURESH, S. Fatigue of Materials. 2. doplněné vydání. Cambridge, Spojené Království: CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS, 2006, 704 s. ISBN 9780521578479.
- [2] PLUHAŘ, Jaroslav. Nauka o materiálech. SNTL – Státní nakladatelství technické literatury, 1989. ISBN 04-205-89.
- [3] WEI, Robert P. Fracture Mechanics: Integration of Mechanics. Illustrated edition. Cambridge, Spojené Království: CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS, 2010, 704 s. ISBN 978-0521194891.
- [4] KAUFMAN a J. GILBERT. KNOVEL. Alloy Database [online]. [cit. 2021-03-06]. Dostupné z: <https://app.knovel.com/kn>
- [5] DORAZIL, Eduard. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ. STROJNÍ FAKULTA. Nauka o materiálu I: Zkoušky tvrdosti. Praha: SNTL-Nakladatelství technické literatury, 1983, 168 s.
- [6] JAREŠ, Vojtěch. Základní zkoušky kovů a jejich teorie. Praha: Academia, 1966.
- [7] Zkouška tvrdosti podle Brinella: Schéma Brinellovy zkoušky [online]. [cit. 2021-03-07]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka_tvrdosti_podle_Brinella
- [8] SKÁLOVÁ, J., KOVAŘÍK, R. a BENEDIKT, V. Základní zkoušky kovových materiálů. Plzeň: [s.n.], 2005. 178 s. ISBN 80-7043-417-1.
- [9] VOJVODÍK, Petr. Ověření vlastností školního tvrdoměru Meopta Poldi-Vickers. Zlín, 2007. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Vedoucí práce Ing. Josef Hrdina.
- [10] ORTIZ-MEMBRADO, L., N. CUADRADO, D. CASELLAS, J.J. ROA, L. LLANES a E. JIMÉNEZ-PIQUÉ. Measuring the fracture toughness of single WC grains of cemented carbides by means of microcantilever bending and micropillar splitting. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials [online]. 2021, 2001, 98(3), 213-218 [cit. 2021-03-12]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ijrmhm.2021.105529
- [11] EXNER, H.E., 1979. Physical and chemical nature of cemented carbides. International Metals Reviews, 24(1), pp. 149-170.
- [12] ZHANG, Li, Yuan-jie WANG, Xian-wang YU, Shu CHEN a Xiang-jun XIONG. Crack propagation characteristic and toughness of functionally graded WC–Co cemented carbide. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials [online]. 2008, (26/4), 295-300 [cit. 2021-03-12]. ISSN 0263-4368. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263436807000613>
- [13] ASTACIO, Raquel, José María GALLARDO, Jesús CINTAS, Juan Manuel MONTES, Francisco G. CUEVAS, Leo PRAKASH a Yadir TORRES. Fracture toughness of cemented carbides obtained by electrical resistance sintering. International Journal of

Refractory Metals and Hard Materials [online]. 2019, 2001, 80(3), 259-269 [cit. 2021-03-13]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.02.002

[14] GROZA, Joanna R a Antonios ZAVALIANGOS. *Sintering activation by external electrical field: Materials Science and Engineering* [online]. 2000, (287/2), 171-177 [cit. 2021-03-14]. ISSN 0921-5093. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509300007711>

[15] SHEIKH, Saad, Rachid M'SAOUBI, Petr FLASAR, Martin SCHWIND, Tomas PERSSON, Jing YANG a Luis LLANES. Fracture toughness of cemented carbides: Testing method and microstructural effects. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2015, 2001, 49(3), 153-160 [cit. 2021-03-14]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ijrmhm.2014.08.018

[16] TORRES, Y, Rachid M'SAOUBI, Petr FLASAR, Martin SCHWIND, Tomas PERSSON, Jing YANG a Luis LLANES. Fracture toughness evaluation of hardmetals: influence of testing procedure. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2001, 2001, 19(1), 27-34 [cit. 2021-03-20]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi:10.1016/S0263-4368(00)00044-5

[17] KENNY, P., D CASELLAS, M ANGLADA a L LLANES. THE APPLICATION OF FRACTURE MECHANICS TO CEMENTED TUNGSTEN CARBIDES. *Powder Metallurgy* [online]. 2014, 2001, 14(27), 22-38 [cit. 2021-03-20]. ISSN 0032-5899. Dostupné z: doi:10.1179/pom.1971.14.27.002

[18] ROEBUCK, B., M. G. GEE, R. MORRELL a L LLANES. Developments in Testing and Mechanical Properties of Hard Materials. *Powder Metallurgy* [online]. 2013, 2001, 39(3), 213-218 [cit. 2021-03-20]. ISSN 0032-5899. Dostupné z: doi:10.1179/pom.1996.39.3.213

[19] JANG, Jae-il a G.M. PHARR. Influence of indenter angle on cracking in Si and Ge during nanoindentation. *Acta Materialia* [online]. 2008, 56(16), 4458-4469 [cit. 2021-03-21]. ISSN 13596454. Dostupné z: doi: 10.1016/j.actamat.2008.05.005

[20] DAS, Jiten, Pankti PATEL, J. Janardhana REDDY a V.V. Bhanu PRASAD. Microstructure and mechanical properties of a SiC containing advanced structural ceramics. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2019, 84(16), 4458-4469 [cit. 2021-03-27]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.105030

[21] RAFANIELLO, William, Kurn CHO, Anil V. VIRKAR a V.V. Bhanu PRASAD. Fabrication and characterization of SiC-AIN alloys. *Journal of Materials Science* [online]. 1981, 16(12), 3479-3488 [cit. 2021-03-27]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1007/BF00586311

[22] PAN, Yu-bai, Jian-hui QIU, Makoto KAWAGOE, Mikio MORITA, Shou-hong TAN a Dong-liang JIANG. SiC-AIN Particulate Composite. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 1999, 19(9), 1789-1793 [cit. 2021-03-27]. ISSN 09552219. Dostupné z: doi:10.1016/S0955-2219(98)00280-5

- [23] YE, Yinping, Jiangong LI, Huidi ZHOU, Jianmin CHEN, Shou-hong TAN a Dong-liang JIANG. Microstructure and mechanical properties of yttria-stabilized ZrO₂/Al₂O₃ nanocomposite ceramics. *Ceramics International* [online]. 2008, 34(8), 1797-1803 [cit. 2021-03-28]. ISSN 02728842. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ceramint.2007.06.005
- [24] CHAI, Jianlong, Yabin ZHU, Tielong SHEN, et al. Assessing fracture toughness in sintered Al₂O₃-ZrO₂(3Y)-SiC ceramic composites through indentation technique. *Ceramics International* [online]. 2020, 46(17), 27143-27149 [cit. 2021-03-28]. ISSN 02728842. Dostupné z: doi: 10.1016/j.ceramint.2020.07.194
- [25] LAWN, Brian, Rodney WILSHAW, Tielong SHEN, et al. Indentation fracture: principles and applications. *Journal of Materials Science* [online]. 1975, 10(6), 1049-1081 [cit. 2021-04-05]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1007/BF00823224
- [26] LAWN, B. R., E. R. FULLER, Tielong SHEN, et al. Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture: principles and applications. *Journal of Materials Science* [online]. 1975, 10(12), 2016-2024 [cit. 2021-04-05]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1007/BF00557479
- [27] EVANS, A. G., E. A. CHARLES, J. SHEN, et al. Fracture Toughness Determinations by Indentation: principles and applications. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1976, 59(7-8), 371-372 [cit. 2021-04-05]. ISSN 0002-7820. Dostupné z: doi:10.1111/j.1151-2916.1976.tb10991.x
- [28] LAWN, B. R., A. G. EVANS, D. B. MARSHALL, et al. Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1980, 63(9-10), 574-581 [cit. 2021-04-05]. ISSN 0002-7820. Dostupné z: doi:10.1111/j.1151-2916.1980.tb10768.x
- [29] NIIHARA, K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. *Journal of Materials Science Letters* [online]. 1983, 2(5), 221-223 [cit. 2021-04-05]. ISSN 0261-8028. Dostupné z: doi:10.1007/BF00725625
- [30] SHETTY, D. K., I. G. WRIGHT, P. N. MINCER a A. H. CLAUER. Indentation fracture of WC-Co cermets. *Journal of Materials Science* [online]. 1985, 20(5), 1873-1882 [cit. 2021-04-05]. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1007/BF00555296
- [31] BLENDELL, J. E. (1979). The origins of internal stresses in polycrystalline Al₂O₃ and their effects on mechanical properties. *Massachusetts Institute of Technology*, 123(1), 617. Retrieved from www.scopus.com
- [32] EVANS, AG, I. G. WRIGHT, P. N. MINCER a A. H. CLAUER. Fracture Toughness: The Role of Indentation Techniques. *Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials* [online]. 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1979, 20(5), 112-112-24 [cit. 2021-04-06]. ISBN 978-0-8031-0365-8. ISSN 0022-2461. Dostupné z: doi:10.1520/STP36630S
- [33] LANKFORD, James, I. G. WRIGHT, P. N. MINCER a A. H. CLAUER. Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method. *Journal of Materials Science Letters* [online]. 100 Barr Harbor

Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1982, 1(11), 493-495 [cit. 2021-04-05]. ISBN 978-0-8031-0365-8. ISSN 0261-8028. Dostupné z: doi:10.1007/BF00721938

[34] ÚŘAD PRO TECHNICKOU NORMALIZACI, METROLOGIE A STÁTNÍ ZKOUŠEBNICTVÍ. Tvrdokovy – Zkouška houževnatosti podle Palmqvista. Praha, 2010, 16 s.

[35] IVANOV, Maxim B., Tatiana N. VERSHININA a Victor V. IVANISENKO. The effect of composition and microstructure on hardness and toughness of Mo₂FeB₂ based cermets. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2019, 763 [cit. 2021-04-10]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2019.138117

[36] SHEIKH, Saad, Rachid M'SAOUBI, Petr FLASAR, Martin SCHWIND, Tomas PERSSON, Jing YANG a Luis LLANES. Fracture toughness of cemented carbides: Testing method and microstructural effects. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2015, 49, 153-160 [cit. 2021-04-10]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijrmhm.2014.08.018

[37] HU, B., Y.J. PAN, Q.F. WANG a H. ZHOU. Influence of addition element Cr and V on microstructure and properties of Mo₂FeB₂ based cermet: *Heat Treat. Met.* [online]. 2011, (36), 29-32 [cit. 2021-04-10].

[38] TAKAGI, K., M. KOMAI, T. IDE, T. WATANABE a Y. KONDO. Effect of Ni on the mechanical properties of Fe, Mo boride hard alloys: *Int. J. Powder Metall.* [online]. 1987, (23), 157-161 [cit. 2021-04-17].

[39] YU, Haizhou, Wenjun LIU a Yong ZHENG. Effect of carbon content on the microstructure and mechanical properties of Mo₂FeB₂ based cermets. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [online]. 2011, 29(6), 724-728 [cit. 2021-04-17]. ISSN 02634368. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijrmhm.2011.06.001

[40] HEINONEN, M. Comparison of Fracture Toughness Values for Cermet materials, MSc Thesis, 1996, UMIST, Manchester, UK

[41] EXNER, H.E. The influence of sample preparation on Palmqvist's method for toughness testing of cemented carbides. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, 245, pp. 677–683

[42] Zkoušky tvrdosti: Vickersova zkouška [online]. Plzeň: ZČU [cit. 2021-04-18]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/Zkousky_tvrdosti.pdf

[43] ROEBUCK, B., BENNETT, E.G., LAY, L.A. and MORRELL, R. NPL (GPG)009, JUNE 1998. *The Measurement of Palmqvist Toughness for Hard and Brittle Materials*

[44] FABIJANIĆ, Tamara Aleksandrov, Danko ĆORIĆ, Mateja Šnajdar MUSA a Matija SAKOMAN, PUCKNETT, Kevin, ed. Vickers Indentation Fracture Toughness of Near-Nano and Nanostructured WC-Co Cemented Carbides. *MDPI* [online]. Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture, University of Zagreb, Ivana Lučića 5, 10000 Zagreb, Croatia, 2017, 4 [cit. 2021-04-23]. Dostupné z: <https://www.mdpi.com/2075-4701/7/4/143/htm>

[45] SKÁLOVÁ, J., KOVAŘÍK, R. a BENEDIKT, V. Základní zkoušky kovových materiálů. Plzeň: [s.n.], 2005. 178 s. ISBN 80-7043-417-1.

Seznam obrázků

<i>Obrázek 1: závislost deformace na napětí pro různě legované oceli [1]</i>	13
<i>Obrázek 2: závislost tloušťky součásti na lomové houževnatosti [2]</i>	14
<i>Obrázek 3: režim zatížení „I“ [1]</i>	15
<i>Obrázek 4: schéma Brinellovy zkoušky tvrdosti [7]</i>	18
<i>Obrázek 5: schéma zkoušky tvrdosti podle Rockwella [5]</i>	19
<i>Obrázek 6: schéma zkoušky tvrdosti podle Vickerse [9]</i>	20
<i>Obrázek 7: průřez strukturou slinutého karbidu DP [12]</i>	21
<i>Obrázek 8: schéma slinování metodou FAST [14]</i>	22
<i>Obrázek 9: srovnání trhlin Palmqvista (vlevo) a střední trhliny (vpravo) [24]</i>	28
<i>Obrázek 10: fázové složení cermetů na bázi Mo₂FeB₂ [35]</i>	31
<i>Obrázek 11: mikrostruktura slinutých karbidů [35]</i>	31
<i>Obrázek 12: lomová houževnatost vs. tvrdost u cermetů legovaných Ni a Cr [35]</i>	32
<i>Obrázek 13: vzorek tvaru čtverce [vlastní zpracování]</i>	35
<i>Obrázek 14: vzorek zalitý v pryskyřici [vlastní zpracování]</i>	36
<i>Obrázek 15: laboratorní bruska Struers Tegramin – 30 [vlastní zpracování]</i>	37
<i>Obrázek 16: připravené vyleštěné vzorky [vlastní zpracování]</i>	38
<i>Obrázek 17: schéma vnikacího tělesa [42]</i>	39
<i>Obrázek 18: označený vzorek se šachovnicí a provádění vtisku [vlastní zpracování]</i>	40
<i>Obrázek 19: schéma vtisku [44]</i>	41
<i>Obrázek 20: reálný vtisk vnikacího tělesa včetně kót trhlin a úhlopříček [vlastní zpracování]</i>	42
<i>Obrázek 21: SE a BSE slinutého karbidu při zvětšení 10000x vzorku A [vlastní zpracování]</i>	45
<i>Obrázek 22: porovnání EDS spektra karbidů vzorku B [vlastní zpracování]</i>	47

Seznam grafů

<i>Graf 1: závislost houževnatosti na mikrostruktuře z naměřených a vypočtených hodnot [vlastní zpracování]</i>	50
<i>Graf 2: závislost houževnatosti na tvrdosti naměřených hodnot [vlastní zpracování]</i>	51
<i>Graf 3: maticový graf závislosti karbidů na houževnatosti, resp. tvrdosti [vlastní zpracování]</i>	52

Seznam tabulek

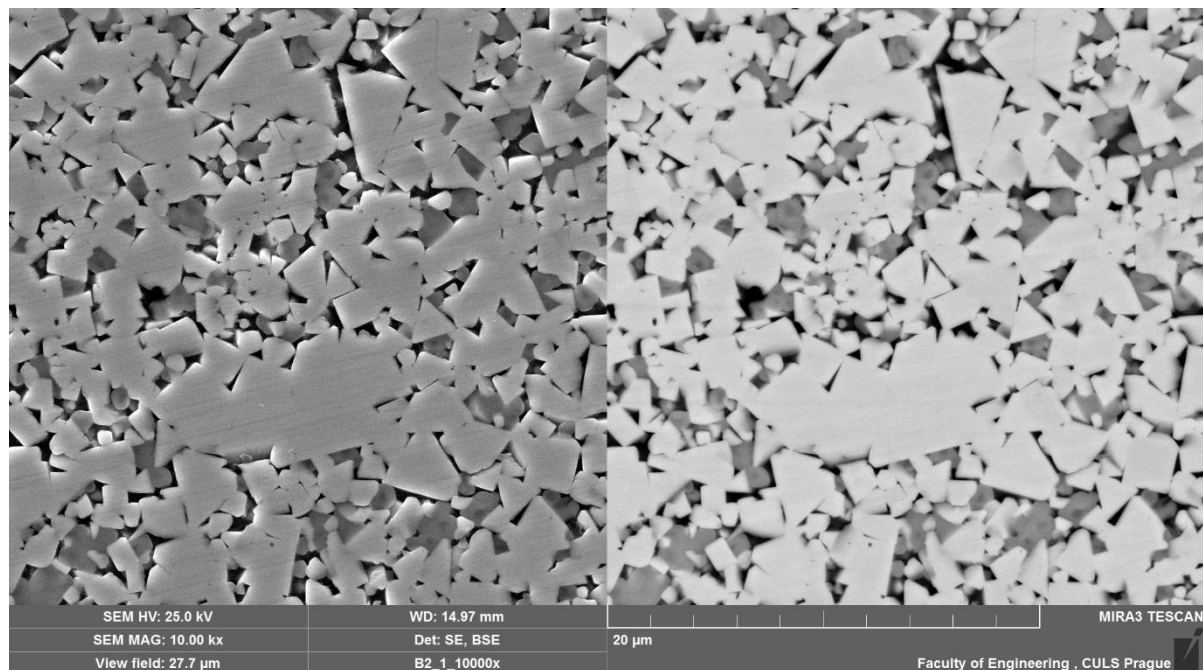
<i>Tabulka 1: hodnoty lomové houževnatosti pro vybrané materiály [4]</i>	16
<i>Tabulka 2: Mohsova stupnice tvrdosti (nejtvrdší je diamant) [5]</i>	17
<i>Tabulka 3: složení cermetů na bázi Mo₂FeB₂ (hmotn. %) [35]</i>	30
<i>Tabulka 4: chemické složení testovaných slinutých karbidů [vlastní zpracování]</i>	46
<i>Tabulka 5: vtiskové parametry [vlastní zpracování]</i>	47
<i>Tabulka 6: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku A [vlastní zpracování]</i>	48
<i>Tabulka 7: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku B [vlastní zpracování]</i>	48
<i>Tabulka 8: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku C [vlastní zpracování]</i>	48
<i>Tabulka 9: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku D [vlastní zpracování]</i>	49
<i>Tabulka 10: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku E1 [vlastní zpracování]</i>	49
<i>Tabulka 11: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku E2 [vlastní zpracování]</i>	49
<i>Tabulka 12: hodnoty houževnatosti a tvrdosti vzorku F [vlastní zpracování]</i>	49
<i>Tabulka 13: hodnoty vlivu jednotlivých karbidů na změnu hodnoty houževnatosti [vlastní zpracování]</i>	51
<i>Tabulka 14: hodnoty vlivu jednotlivých karbidů na změnu hodnoty tvrdosti [vlastní zpracování]</i>	51

Seznam příloh

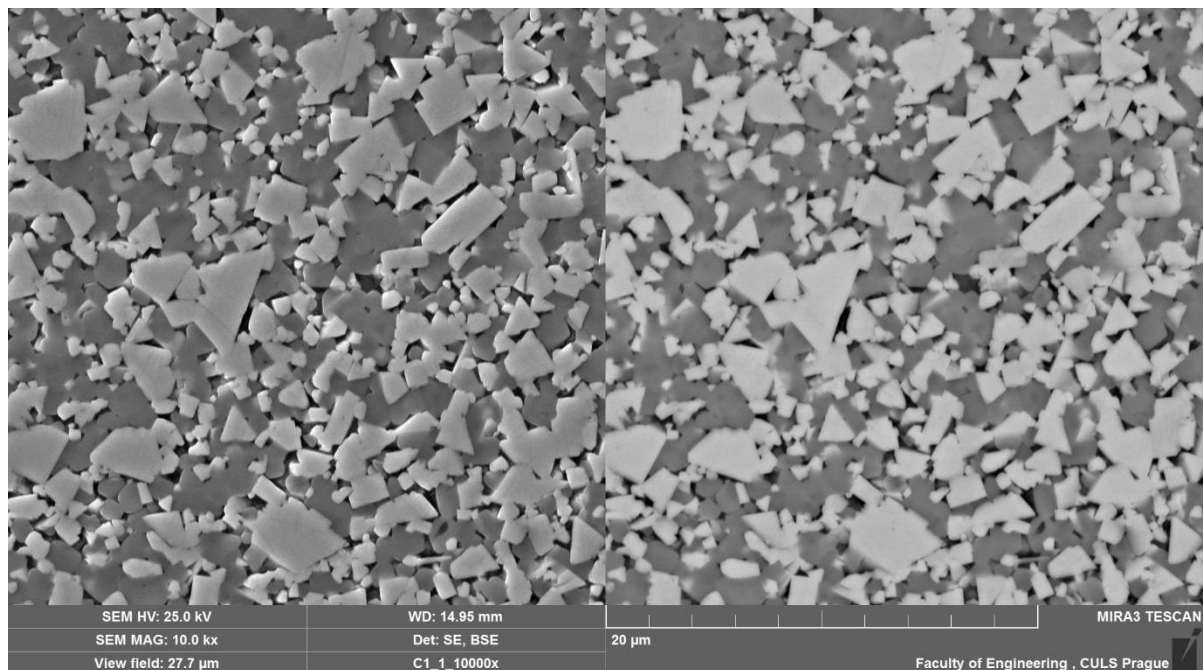
<i>Příloha 1: analýza SE a BSE vzorku B při zvětšení 10 000x</i>	63
<i>Příloha 2: analýza SE a BSE vzorku C při zvětšení 10 000x</i>	63
<i>Příloha 3: analýza SE a BSE vzorku D při zvětšení 10 000x</i>	64
<i>Příloha 4: analýza SE a BSE vzorku E při zvětšení 10 000x</i>	64
<i>Příloha 5: analýza SE a BSE vzorku F při zvětšení 10 000x</i>	65
<i>Příloha 6: spektrum a chemické složení karbidu vzorku A</i>	65
<i>Příloha 7: spektrum a chemické složení karbidu vzorku C</i>	66
<i>Příloha 8: spektrum a chemické složení karbidu vzorku D</i>	66
<i>Příloha 9: spektrum a chemické složení karbidu vzorku E</i>	67
<i>Příloha 10: spektrum a chemické složení karbidu vzorku F</i>	67
<i>Příloha 11: naměřené hodnoty vzorku A</i>	68
<i>Příloha 12: naměřené hodnoty vzorku B</i>	69
<i>Příloha 13: naměřené hodnoty vzorku C</i>	70
<i>Příloha 14: naměřené hodnoty vzorku D</i>	71
<i>Příloha 15: naměřené hodnoty vzorku E1</i>	72
<i>Příloha 16: naměřené hodnoty vzorku E2</i>	73
<i>Příloha 17: naměřené hodnoty vzorku F</i>	74

Přílohy

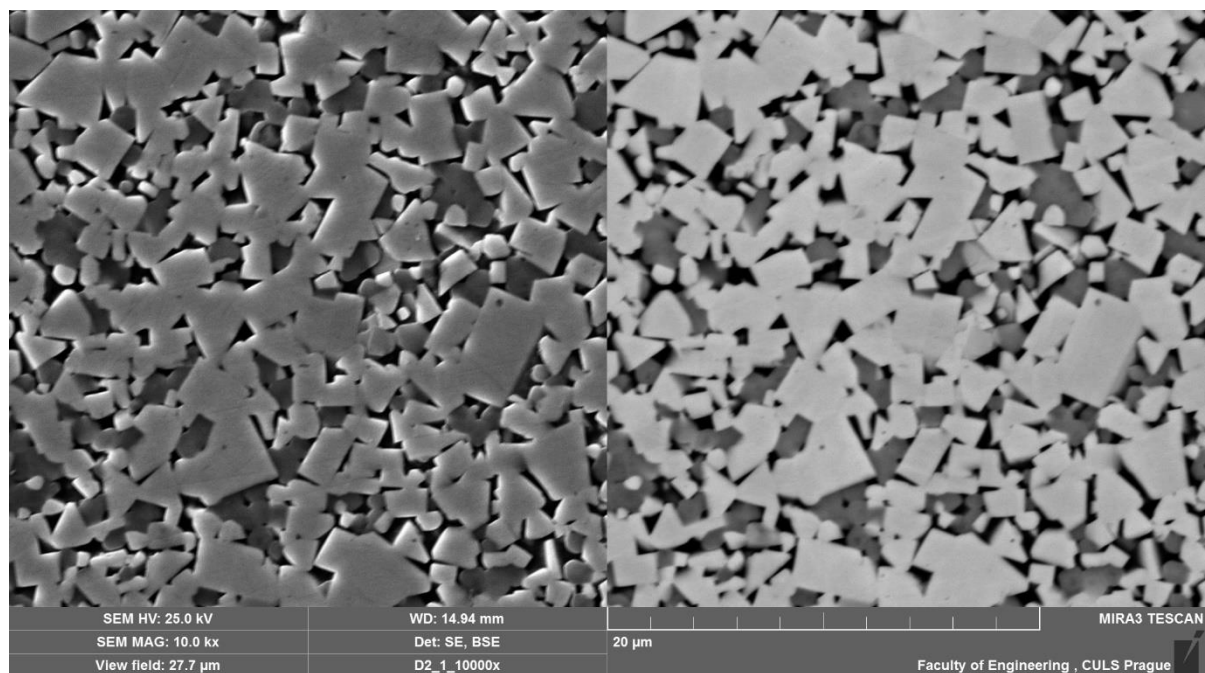
Příloha 1: analýza SE a BSE vzorku B při zvětšení 10 000x



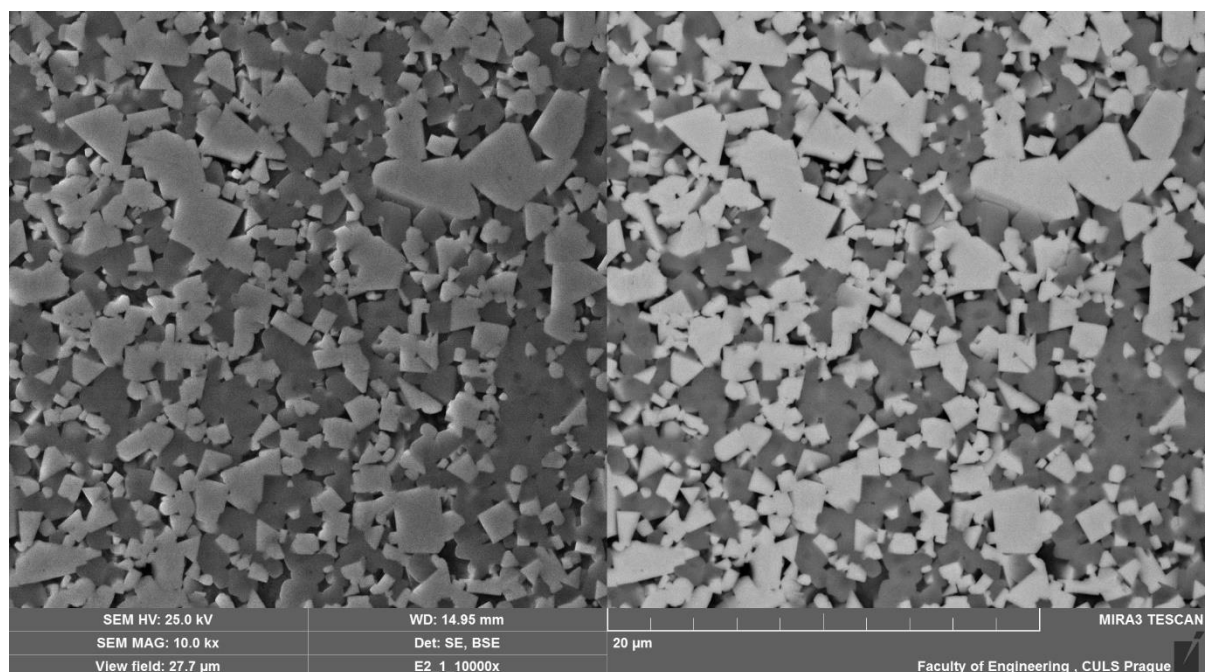
Příloha 2: analýza SE a BSE vzorku C při zvětšení 10 000x



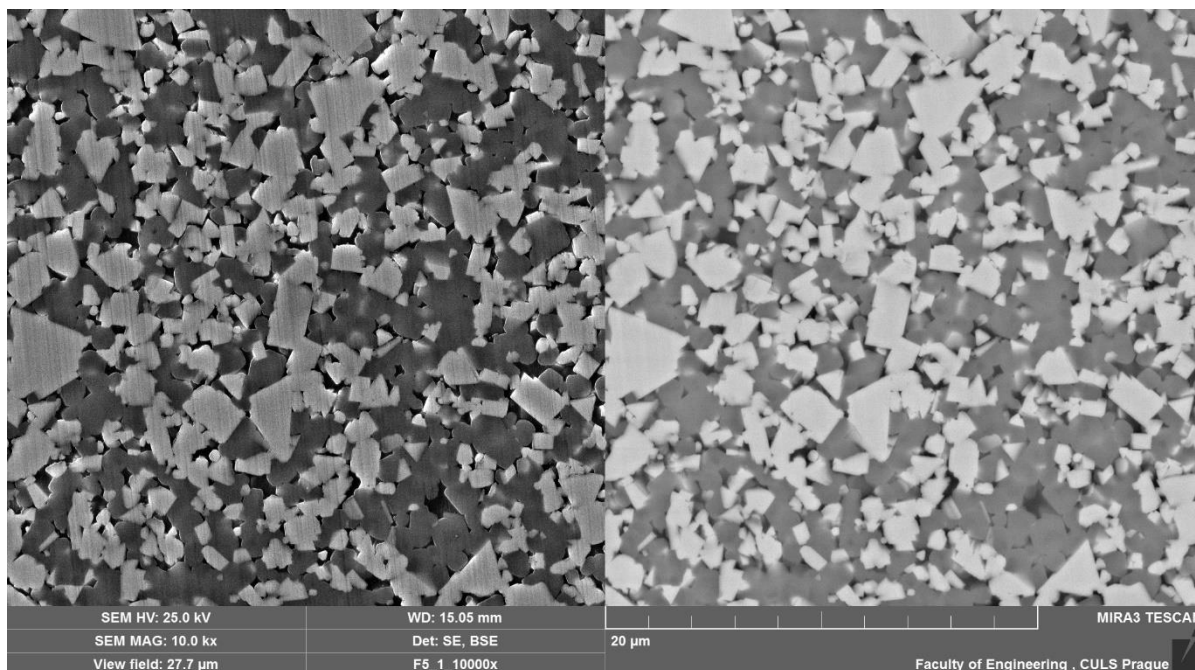
Příloha 3: analýza SE a BSE vzorku D při zvětšení 10 000x



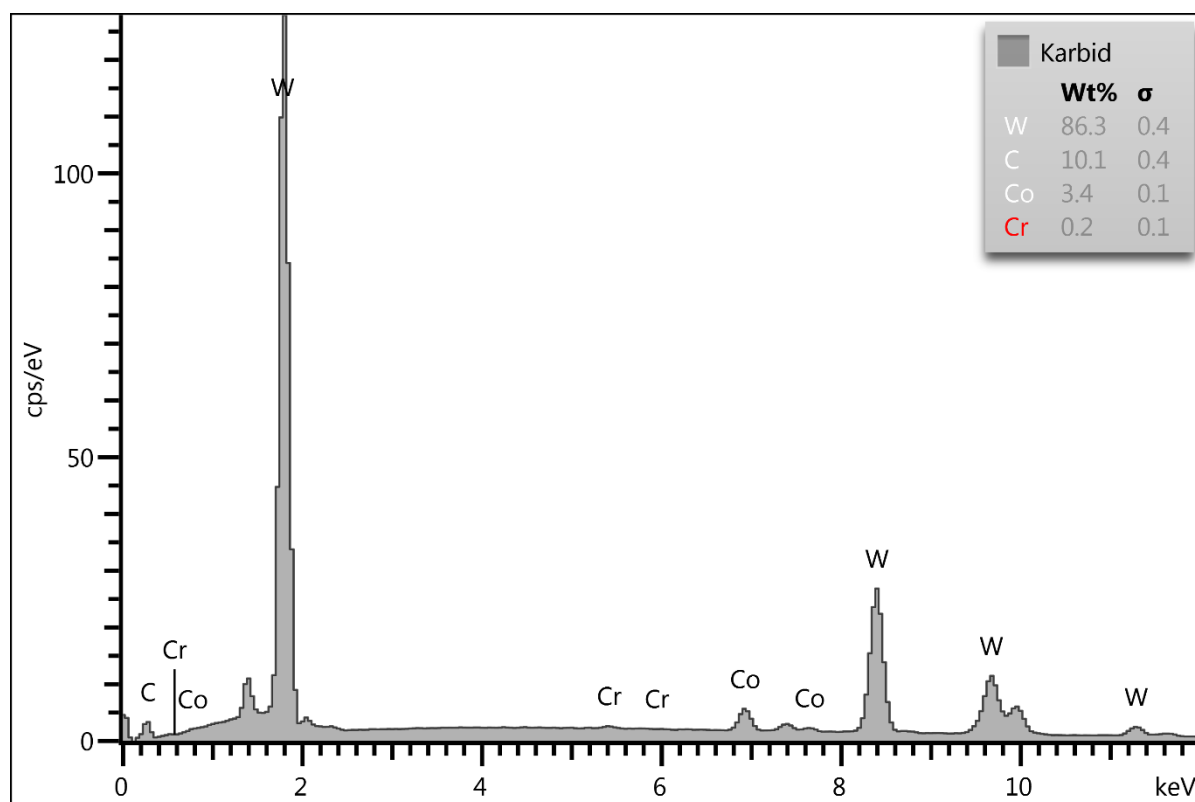
Příloha 4: analýza SE a BSE vzorku E při zvětšení 10 000x



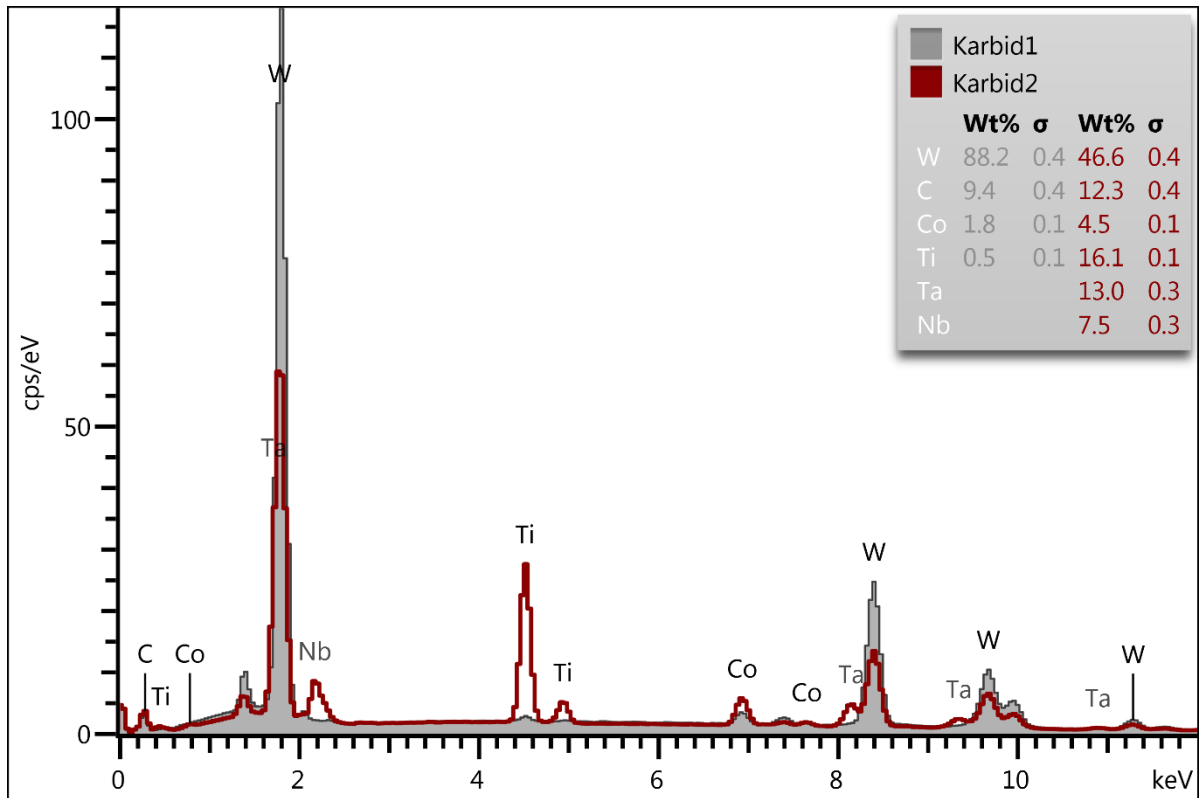
Příloha 5: analýza SE a BSE vzorku F při zvětšení 10 000x



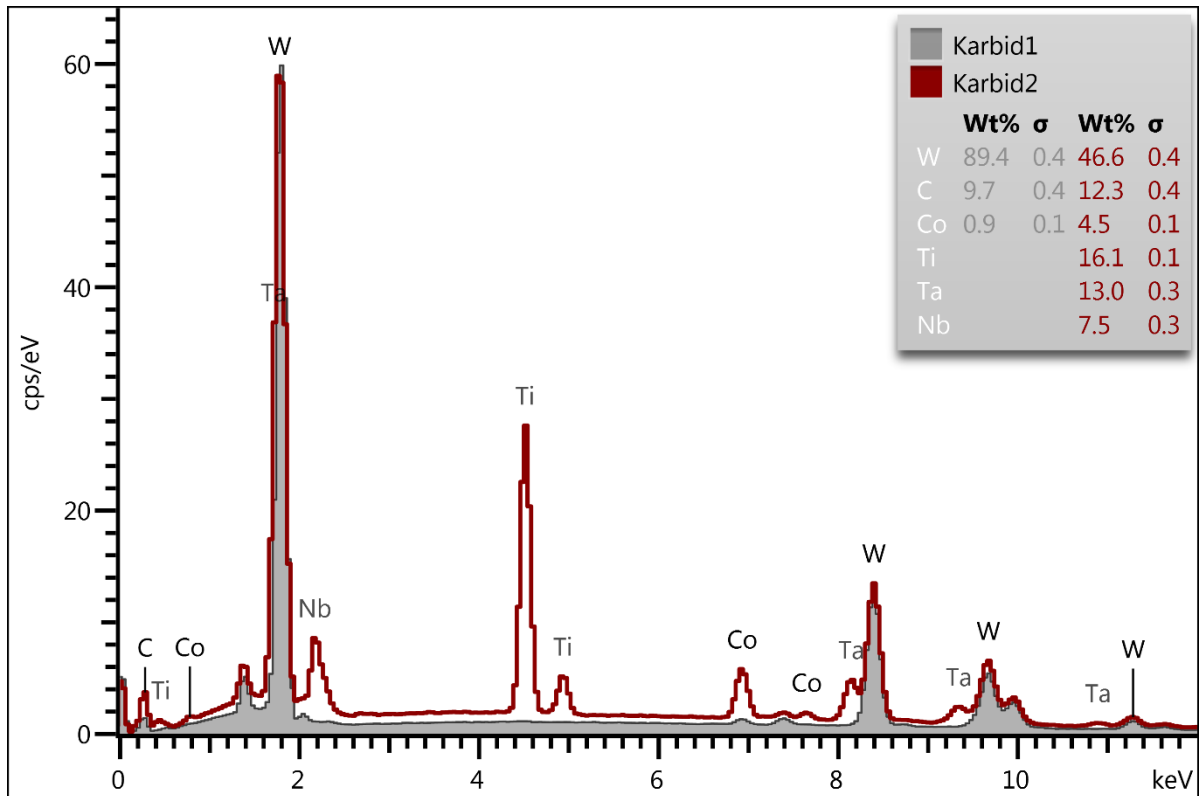
Příloha 6: spektrum a chemické složení karbidu vzorku A



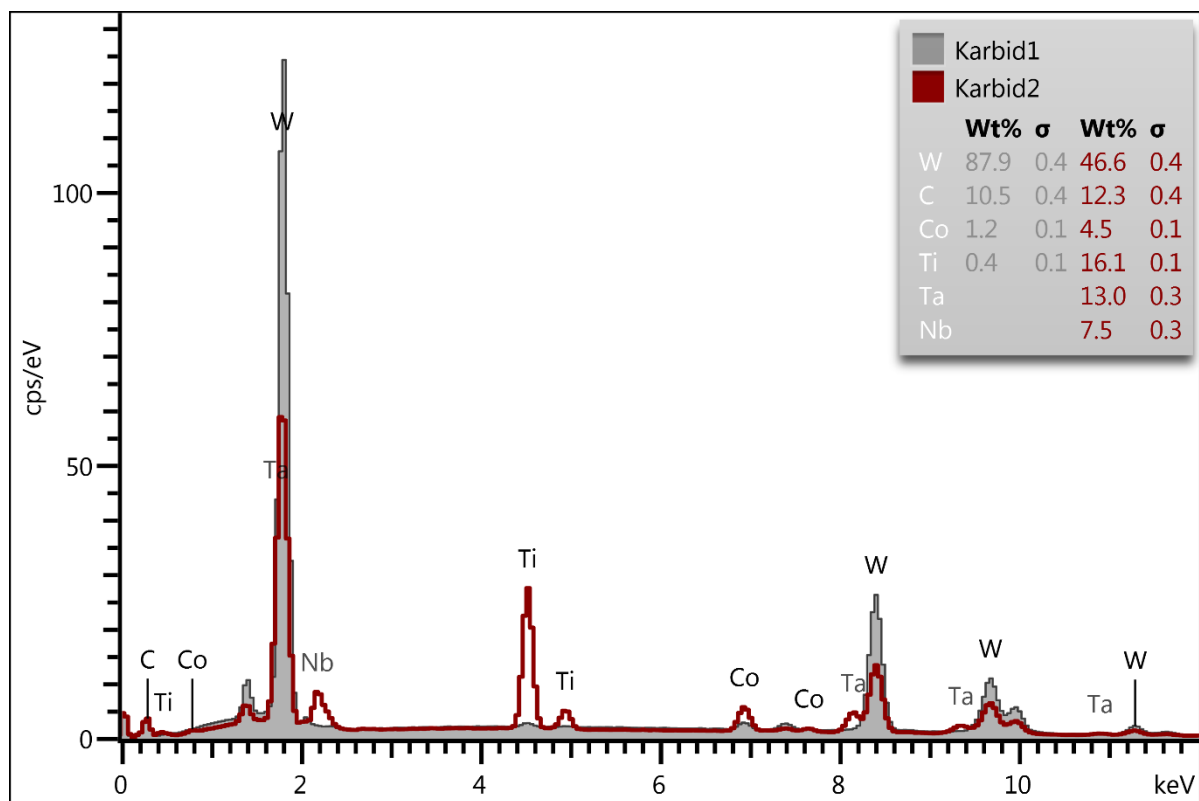
Příloha 7: spektrum a chemické složení karbidu vzorku C



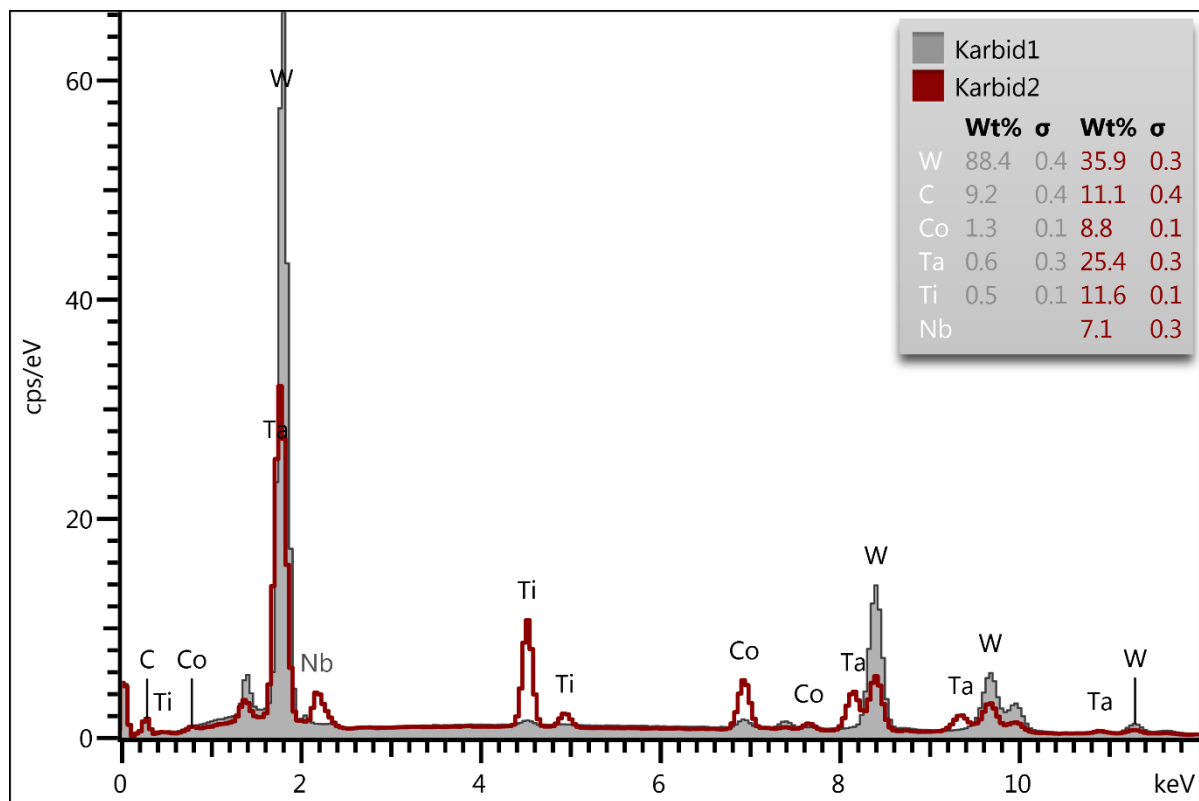
Příloha 8: spektrum a chemické složení karbidu vzorku D



Příloha 9: spektrum a chemické složení karbidu vzorku E



Příloha 10: spektrum a chemické složení karbidu vzorku F



Příloha 11: naměřené hodnoty vzorku A

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV30	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
A1_1_A	192	193	192	1502	336	877	10,2
A1_1_B	188	188	188	1577	309	953	10,9
A1_1_C	186	186	186	1615	292	1009	11,4
A1_2_A	185	183	184	1640	282	1044	11,6
A1_2_C	185	185	185	1624	285	1034	11,5
A1_3_A	184	183	184	1648	290	1013	11,5
A1_3_B	188	188	188	1576	340	866	10,4
A1_3_C	186	186	186	1615	294	1002	11,3
A2_1_A	189	187	188	1575	312	942	10,8
A2_1_B	186	185	186	1613	346	850	10,4
A2_1_C	187	186	186	1603	306	961	11,0
A2_2_A	180	180	180	1722	267	1102	12,3
A2_2_C	186	185	185	1619	316	932	10,9
A2_3_A	186	187	187	1599	312	942	10,9
A2_3_B	187	188	187	1587	342	860	10,4
A2_3_C	183	182	183	1665	291	1011	11,5
A3_1_A	189	192	190	1541	285	1033	11,2
A3_1_B	187	188	187	1586	283	1041	11,4
A3_1_C	183	183	183	1659	245	1200	12,5
A3_2_A	187	190	188	1566	316	930	10,7
A3_2_C	185	186	186	1610	258	1140	12,1
A3_3_A	189	189	189	1557	317	929	10,7
A3_3_B	185	184	185	1633	268	1098	11,9
A3_3_C	186	186	186	1613	310	950	11,0

^a U tří vzorků, 8 měření/vzorek

^b Na tři platné číslice

Příloha 12: naměřené hodnoty vzorku B

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV30	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
B1_1_A	199	203	201	1380	-	-	-
B1_1_C	199	203	201	1376	-	-	-
B1_2_A	198	203	201	1380	-	-	-
B1_2_B	203	205	204	1338	-	-	-
B1_2_C	196	202	199	1406	-	-	-
B1_3_A	198	203	200	1387	97	3024	18,2
B1_3_B	204	208	206	1311	92	3204	18,2
B1_3_C	202	211	206	1308	-	-	-
B2_1_A	200	205	202	1357	-	-	-
B2_1_B	198	205	202	1366	-	-	-
B2_1_C	203	213	208	1290	-	-	-
B2_2_A	200	206	203	1352	127	2321	15,8
B2_2_B	199	202	201	1383	106	2763	17,4
B2_2_C	201	209	205	1326	62	4762	22,4
B2_3_A	200	203	201	1375	96	3068	18,3
B2_3_B	204	208	206	1307	135	2183	15,0
B2_3_C	202	210	206	1316	-	-	-
B3_1_A	194	196	195	1460	-	-	-
B3_1_B	204	205	204	1331	-	-	-
B3_1_C	197	199	198	1420	-	-	-
B3_2_A	198	200	199	1402	139	2115	15,3
B3_2_B	199	202	201	1379	101	2901	17,8
B3_2_C	199	203	201	1374	136	2163	15,3
B3_3_A	194	198	196	1449	115	2548	17,1
B3_3_B	200	206	203	1351	142	2075	14,9
B3_3_C	199	203	201	1373	-	-	-

^a U tří vzorků, 9 měření/vzorek

^b Na tři platné číslice

Příloha 13: naměřené hodnoty vzorku C

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV30	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
C1_1_A	184	185	184	1635	332	886	10,7
C1_1_B	190	192	191	1523	374	787	9,74
C1_1_C	192	195	194	1479	388	758	9,42
C1_2_A	187	188	188	1582	336	877	10,5
C1_2_C	192	194	193	1497	392	751	9,43
C1_3_A	187	187	187	1588	341	862	10,4
C1_3_B	189	192	190	1535	368	800	9,86
C1_3_C	191	193	192	1507	397	741	9,40
C2_1_A	189	192	191	1527	379	776	9,68
C2_1_B	191	193	192	1512	428	688	9,07
C2_1_C	191	192	192	1515	364	808	9,84
C2_2_A	188	187	187	1586	354	830	10,2
C2_2_C	191	192	192	1516	364	808	9,84
C2_3_A	189	189	189	1557	292	1009	11,1
C2_3_B	189	190	190	1547	325	906	10,5
C2_3_C	190	192	191	1525	292	1007	11,0
C3_1_A	190	190	190	1544	353	833	10,1
C3_1_B	191	194	193	1499	398	738	9,36
C3_1_C	190	190	190	1535	371	794	9,82
C3_2_A	188	188	188	1580	354	831	10,2
C3_2_C	191	193	192	1517	390	755	9,52
C3_3_A	191	191	191	1523	357	823	10,0
C3_3_B	191	193	192	1514	368	800	9,79
C3_3_C	197	196	196	1447	371	793	9,53

^a U tří vzorků, 8 měření/vzorek

^b Na tři platné číslice

Příloha 14: naměřené hodnoty vzorku D

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV100	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
D1_1	366	372	369	1364	417	2349	15,9
D1_2	353	361	357	1455	396	2475	16,9
D1_3	262	267	265	2643	-	-	-
D1_4	251	255	253	2895	-	-	-
D1_5	202	206	204	4456	-	-	-
D1_6	149	151	150	8227	-	-	-
D1_7	226	236	231	3476	-	-	-
D1_8	228	236	232	3446	-	-	-
D1_9	229	239	234	3384	-	-	-
D1_10	294	297	295	2124	337	2910	22,1
D1_11	313	315	314	1878	-	-	-
D1_12	359	360	360	1434	334	2935	18,2
D1_13	199	199	199	4686	-	-	-
D1_14	367	372	370	1356	462	2122	15,1
D1_15	369	374	372	1344	451	2173	15,2
D1_16	367	372	370	1358	485	2022	14,7
D2_1	369	374	372	1343	638	1538	12,8
D2_2	367	371	369	1363	599	1637	13,3
D2_3	362	364	363	1406	592	1657	13,6
D2_4	345	353	349	1519	486	2019	15,6
D2_5	350	356	353	1491	513	1913	15,0
D2_6	339	345	342	1584	436	2250	16,8
D2_7	360	361	361	1426	489	2007	15,0
D2_8	365	365	365	1390	489	2004	14,8
D2_9	369	369	369	1361	487	2012	14,7
D2_10	366	368	367	1377	508	1931	14,5
D2_11	367	372	370	1357	593	1655	13,3
D2_12	368	372	370	1353	492	1993	14,6
D2_13	368	373	371	1351	510	1923	14,3
D2_14	368	376	372	1339	542	1809	13,8
D2_15	374	373	373	1332	523	1875	14,1
D2_16	368	374	371	1351	450	2182	15,3

^a U dvou vzorků, 16 měření/vzorek

^b Na tři platné číslice

Příloha 15: naměřené hodnoty vzorku E1

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV30	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
E1_1_A	193	197	195	1459	123	2384	16,6
E1_1_B	198	198	198	1420	192	1529	13,1
E1_1_C	198	200	199	1405	230	1278	11,9
E1_1_D	197	202	199	1399	215	1370	12,3
E1_1_E	197	200	199	1407	157	1876	14,5
E1_2_A	193	199	196	1452	150	1961	15,0
E1_2_B	195	197	196	1450	205	1434	12,8
E1_2_C	193	195	194	1475	220	1337	12,5
E1_2_D	191	193	192	1514	237	1243	12,2
E1_2_E	195	200	198	1422	226	1301	12,1
E1_3_A	196	197	196	1444	174	1692	13,9
E1_3_B	194	198	196	1449	237	1243	11,9
E1_3_C	196	198	197	1437	229	1284	12,1
E1_3_D	198	201	200	1397	281	1049	10,8
E1_3_E	196	201	198	1413	176	1674	13,7
E1_4_A	193	195	194	1478	175	1684	14,0
E1_4_B	195	199	197	1440	227	1294	12,1
E1_4_C	197	198	197	1428	252	1166	11,5
E1_4_D	195	197	196	1447	268	1099	11,2
E1_4_E	199	203	201	1379	207	1421	12,5
E1_5_A	198	197	197	1429	181	1628	13,6
E1_5_B	194	197	196	1451	175	1681	13,9
E1_5_C	195	196	196	1455	232	1269	12,1
E1_5_D	196	199	198	1425	179	1645	13,6
E1_5_E	199	201	200	1391	178	1656	13,5
^a U pěti vzorků, 5 měření/vzorek							
^b Na tři platné číslice							

Příloha 16: naměřené hodnoty vzorku E2

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV30	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
E2_1_A	185	188	187	1597	228	1292	12,8
E2_1_B	190	193	192	1514	332	887	10,3
E2_1_C	188	189	189	1566	313	941	10,8
E2_1_D	186	188	187	1589	325	904	10,7
E2_1_E	187	189	188	1571	277	1062	11,5
E2_2_A	191	195	193	1493	343	857	10,1
E2_2_B	190	194	192	1511	359	819	9,89
E2_2_C	190	192	191	1524	379	777	9,68
E2_2_D	186	186	186	1607	322	913	10,8
E2_2_E	189	191	190	1544	346	849	10,2
E2_3_A	193	196	195	1469	370	795	9,61
E2_3_B	189	194	192	1514	361	814	9,88
E2_3_C	192	194	193	1489	346	850	10,0
E2_3_D	190	191	191	1528	348	846	10,1
E2_3_E	191	193	192	1505	354	830	9,94
E2_4_A	195	197	196	1448	386	763	9,35
E2_4_B	195	198	197	1437	380	774	9,38
E2_4_C	190	194	192	1510	392	751	9,47
E2_4_D	193	194	193	1489	383	769	9,51
E2_4_E	189	194	192	1515	345	853	10,1
E2_5_A	192	196	194	1477	359	820	9,79
E2_5_B	193	197	195	1462	392	750	9,31
E2_5_C	197	196	196	1442	407	723	9,08
E2_5_D	190	192	191	1528	367	802	9,85
E2_5_E	195	198	197	1441	380	774	9,39
^a U pěti vzorků, 5 měření/vzorek							
^b Na tři platné číslice							

Příloha 17: naměřené hodnoty vzorku F

Jednotlivé údaje ^a Kód vzorku	Úhlopříčka vtisku ^b			Tvrdost HV30	Celková délka trhliny ^b μm	Houževnatost podle Palmqvista ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	průměr μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
F1_1	190	190	190	1544	372	791	9,83
F1_2	194	196	195	1467	388	759	9,39
F1_3	197	201	199	1407	358	822	9,57
F1_4	191	191	191	1530	365	806	9,88
F1_5	192	192	192	1508	306	960	10,7
F1_6	193	192	193	1499	238	1234	12,1
F2_1	189	190	190	1545	407	723	9,40
F2_2	191	193	192	1506	334	882	10,2
F2_3	187	187	187	1586	200	1472	13,6
F2_4	189	191	190	1545	267	1100	11,6
F2_5	187	183	185	1630	188	1568	14,2
F2_6	187	187	187	1587	204	1441	13,4
F3_1	193	194	194	1484	371	793	9,65
F3_2	190	193	191	1522	316	932	10,6
F3_3	188	189	188	1568	354	832	10,2
F3_4	190	192	191	1526	302	974	10,8
F3_5	190	191	190	1536	381	771	9,68
F3_6	187	189	188	1570	373	788	9,89
F4_1	194	195	195	1467	401	733	9,22
F4_2	190	189	190	1548	295	999	11,1
F4_3	192	192	192	1507	181	1629	13,9
F4_4	190	191	190	1540	204	1441	13,2
F4_5	194	192	193	1494	239	1231	12,1
F4_6	190	190	190	1542	351	838	10,1
F5_1	195	195	195	1461	332	887	10,1
F5_2	197	194	196	1455	336	875	10,0
F5_3	193	192	192	1504	364	808	9,80
F5_4	188	188	188	1573	350	840	10,2
F5_5	196	195	196	1454	387	761	9,35
F5_6	189	189	189	1554	360	817	10,0

^a U pěti vzorků, 6 měření/vzorek

^b Na tři platné číslice