



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

OBRÁBĚNÍ KERAMICKÝCH TĚLES POMOCÍ CAD-CAM

MACHINING OF CERAMIC BODIES USING CAD-CAM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Lukáš Kaplan

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jaroslav Kaštyl, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Lukáš Kaplan**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Jaroslav Kaštyl, Ph.D.**
Akademický rok: 2019/20

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Obrábění keramických těles pomocí CAD–CAM

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Obrábění keramických těles je v současnosti silně se rozvíjející oblastí keramické technologie. Práce bude zaměřena na vypracování rešerše a studium obrábění keramických těles. V případné experimentální části by mohla být obrobena keramická tělesa pomocí CAD–CAM systému a dle podmínek zvolených na základě rešerše.

Cíle bakalářské práce:

Cílem práce je vypracování rešerše na dané téma. Pokud bude provedena i experimentální část, měl by student obrobit keramické polotovary pomocí 3D CNC frézky a zhodnotit povrch obrobku (drsnost) pomocí kontaktní profilometrie.

Seznam doporučené literatury:

KASTYL, J., Z. CHLUP, P. STASTNY and M. TRUNEC. Machinability and properties of zirconia ceramics prepared by gelcasting method. *Advances in Applied Ceramics* [online]. 2019, 1-9 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1080/17436753.2019.1675402. ISSN 1743-6753. Dostupné z: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/17436753.2019.1675402>

FILSER, F., P. KOCHER and L. J. GAUCKLER. Net-shaping of ceramic components by direct ceramic machining. *Assembly Automation* [online]. 2003, 23(4), 382-390 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1108/01445150310501217. ISSN 0144-5154. Dostupné z: <https://www.emerald.com/insight/content/doi/10.1108/01445150310501217/full/html>

WANG, H., M. N. ABOUSHELIB and A. J. FEILZER. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dental Materials* [online]. 2008, 24(5), 633-638 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1016/j.dental.2007.06.030. ISSN 01095641. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0109564107001765>

MOHANTY, S., A. P. RAMESHBABU, S. MANDAL, B. SU and S. DHARA. Critical issues in near net shape forming via green machining of ceramics: A case study of alumina dental crown. *Journal of Asian Ceramic Societies* [online]. 2018, 1(3), 274-281 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1016/j.jascer.2013.06.005. ISSN 2187-0764. Dostupné z: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1016/j.jascer.2013.06.005>

DHARA, S. and B. SU. Green Machining to Net Shape Alumina Ceramics Prepared Using Different Processing Routes. *International Journal of Applied Ceramic Technology* [online]. 2005, 2(3), 262-270 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1111/j.1744-7402.2005.02021.x. ISSN 1546-542X. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1744-7402.2005.02021.x>

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2019/20

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Bakalářská práce se v literární části zabývá keramickými materiály na bázi Al_2O_3 a ZrO_2 , metodami přípravy vzorků pro následné obrábění, metodami obrábění keramiky, a to především technologií CNC frézování v neslinutém a slinutém stavu s jejich porovnáním. V práci jsou uvedeny možné příklady použití keramických dílů. Experimentální část práce se zabývá obrobením keramiky na bázi ZrO_2 za použití různých druhů prášku, metody přípravy a volbou slinovací teploty v návaznosti na její vlastnosti. Nejlepších výsledků dosáhl materiál SZ-3Y slinovaný při teplotě $1550\text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 2 hodin, hodnoty pevnosti zde byly 1203 MPa, drsnost R_a 126 nm, velikost zrna 382 nm.

Klíčová slova

ZrO_2 , CAD-CAM, pevnost, drsnost, velikost zrna, slinování

Abstract

The literature part of bachelor's thesis deals with ceramic materials based on Al_2O_3 and ZrO_2 , methods of sample preparation for consequent machining, different methods of machining, especially the technology of CNC machining in non-sintered and sintered state with their comparison. The thesis presents possible examples of the use of ceramic parts. The experimental part of the thesis deals with the machining of ceramic based on ZrO_2 using different types of ceramic powders, methods of preparation and the choice of the sintered temperature in relation to its properties. The best results were achieved with SZ-3Y ceramic material sintered at $1550\text{ }^\circ\text{C}$ for 2 hours, strength values were 1203 MPa, roughness of surface R_a was 126 nm a grain size was 382 nm.

Keywords

ZrO_2 , CAD-CAM, strength, roughness, grain size, sintering

Bibliografická citace

KAPLAN, Lukáš. *Obrábění keramických těles pomocí CAD-CAM*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/125380>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Ing. Jaroslav Kaštyl, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma **Obrábění keramických těles pomocí CAD-CAM** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou součástí této práce.

V Brně dne:

Podpis:

Poděkování

Rád bych poděkoval svému vedoucímu panu Ing. Jaroslavu Kaštylovi, Ph.D. za cenné rady, vedení a trpělivost při zpracovávání této bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval pracovníkům ze skupiny RG-02 Pokročilé keramické materiály CEITEC VUT, paní Ing. Zdence Skálové a panu prof. Ing. Martinu Truncovi, Dr. za přípravu ZrO_2 polotovarů a také laboratořím CEITEC nano za možnost využití laboratorní techniky (Dektak XT, Leica EM ACE600, Verios 460L). Děkuji panu Ing. Zdenku Chlupovi, Ph.D. z Ústavu fyziky materiálů, AVČR za provedení testů biaxiální pevnosti v ohybu a svým blízkým za podporu během studia.

Obsah

1	Úvod	1
2	Literární rešerše	2
2.1	Příprava keramických těles pro obrábění	2
2.1.1	Materiály používané pro polotovary k obrábění	2
2.1.2	Příprava keramických těles pro obrábění.....	3
2.2	Technologie CAD-CAM frézování keramik.....	5
2.2.1	Nástroje pro CNC frézky	6
2.2.2	Obráběcí podmínky.....	7
2.2.3	Frézování v neslinutém stavu	8
2.2.4	Frézování ve slinutém stavu	9
2.2.5	Použití keramických dílů	13
2.2.6	Hodnocení keramických součástí.....	15
3	Cíl práce	21
4	Experimentální část	22
4.1	Použité materiály a příprava vzorků.....	22
4.1.1	Obrábění zkušebních vzorků	22
4.1.2	Režimy žihání a slinování.....	23
4.2	Metody hodnocení	24
4.2.1	Hustota	24
4.2.2	Mikrostruktura a velikost zrna.....	24
4.2.3	Drsnost slinutých vzorků	25
4.2.4	Pevnost v ohybu	25
5	Výsledky a diskuze.....	26
5.1	Mikrostruktura a střední velikost zrn.....	26
5.2	Drsnost.....	29
5.3	Mechanické vlastnosti	31
6	Závěr.....	33
7	Reference.....	34

1 Úvod

Pokročilá keramika je na poli materiálového inženýrství poměrně známým materiálem, její výzkum a výroba sahá už do druhé poloviny minulého století. V tomto období byla zkoumána vhodná chemická složení keramických materiálů a s tím spojené i jejich mechanické, elektricky a tepelně vodivé vlastnosti. Nicméně zájem o tento technický materiál je na vzrůstu až poslední dvě desetiletí. Kdy díky nově objeveným technologiím přípravy a tvarování keramických výrobků mohou vznikat složitější díly s lepší geometrickou přesností než dříve. Podstatným objevem byla technologie tvarování keramik gelcasting zdokonalená v 90. letech, která umožnila vyrábět tvarově složitější výrobky [1]. Uplatnění pokročilá keramika nachází v automobilovém, strojním, vojenském, leteckém, kosmickém, elektrotechnickém průmyslu a v neposlední řadě také v medicíně, kde je její užívání na velkém vzestupu, hlavně v oblasti dentálních náhrad.

Požadavky na ještě větší tvarovou složitost a geometrickou přesnost si žádala řešení a tímto řešením se stalo právě obrábění keramiky. Technologie obrábění keramických materiálů se dělí na frézování v neslinitém, frézování ve slinitém stavu a broušení. Frézování je v dnešní době prováděno na počítačem řízených CNC frézkách, které umožňuje díky přesnému naprogramování rozměrů v CAD/CAM softwaru a drah rezného nástroje (frézy) vyrobit požadovaný výrobek. 3D model vytvořený v CAD systému zajišťuje snadnější možnost úprav a umožňuje opakovanou výrobu. Tento model může být nakreslen v CAD systému, nebo nasnímán pomocí 3D scanneru [2], například při replikaci zubních můstků. Kvůli velké tvrdosti lze keramické materiály obrábět výhradně nástrojem s diamantovým povlakem. Na téma, zda frézovat materiál ve slinitém, nebo neslinitém stavu se stále provádějí studie a nové závěry [2-5]. Každá z těchto dvou technologií má své klady a zápory. Pokud je zvolen proces broušení keramik využívají se brusné kotouče s diamantovými částicemi, případně diamantové pasty na leštění.

Tato bakalářská práce je rozdělena do dvou hlavních částí, literární a experimentální. V literární části jsou popsány keramické materiály, metody přípravy a tvarování keramiky pro následné obrábění. Jednotlivé metody obrábění, jejich podmínky a použití těchto keramických materiálů. Experimentální část se soustředí na frézování materiálů na bázi ZrO_2 připravených z rozdílných prášků a slinuté na různé teploty. Tato část se dále zabývá vyhodnocením mikrostruktury, mechanických vlastností a drsnosti obroběných vzorků. Výsledky jsou shrnuty v závěru bakalářské práce.

2 Literární rešerše

2.1 Příprava keramických těles pro obrábění

Dnešní pokročilá keramika se povětšinou připravuje z předem připravených keramických prášků, které jsou následně slinovány v peci na požadovanou teplotu. Přípravu lze rozdělit do čtyř základních bodů.

1. Úprava keramických prášků
2. Tvarování
3. Tepelné zpracování
4. Slinování

Nejprve dochází k promísení keramického prášku s pojivou, případně smáčedly, a to za sucha nebo za mokra. K důkladnému promísení dochází za pomoci mlecího mlýnu. Následuje tvarování, nejčastěji prováděné za studena, ale jsou i případy, kdy se používá tvarování za tepla. Vzniká tzv. green body. Nejčastěji používanými metodami jsou CIP (Cold Isostatic Pressing), slipcasting a gelcasting. Tepelné zpracování vytvarovaného tělesa se provádí v peci, této operaci se říká žíhání a dochází při ní k odstranění pojiva. Po dokončení této operace se keramické těleso označuje jako brown body a je možné ho obrábět. Obvykle je finálním krokem slinování, kdy je keramické těleso zahříváno na dostatečně velkou teplotu, narůstá pevnost, tvrdost, dochází ke snížení pórovitosti a co největší hustoty. [6, 7]

2.1.1 Materiály používané pro polotovary k obrábění

Keramické materiály lze rozdělit na dvě základní skupiny, keramiky oxidové a neoxidové. Z oxidových keramik se nejčastěji používá keramika na bázi oxidu hlinitého nebo oxidu zirkoničitého. Speciálním typem oxidových keramik je piezokeramika. Příkladem neoxidových keramik je například karbid křemíku nebo nitrid křemíku.

Al₂O₃

Keramika na bázi oxidu hlinitého se může vyskytovat v 7 různých krystalografických fázích, avšak nejběžnější je fáze alfa. V přírodě se vyskytuje oxid hlinitý v podobě bauxitu. Pro přípravu keramických těles se používá v podobě prášku, a to s co nejmenšími částicemi, ideálně menšími než jeden mikrometr.

Mechanické vlastnosti materiálu z čistého oxidu hlinitého mohou dosahovat hodnot pevnosti v ohybu 500 MPa a lomové houževnatosti 4,5 MPa·m^{1/2}. Uvedené hodnoty lze zlepšit přidáním určité přísady. Přísadovým materiálem může být oxid zirkoničitý, následným transformačním zhouževnutím dochází ke zlepšení mechanických hodnot až na 780 MPa u pevnosti v ohybu a 6 MPa·m^{1/2} u lomové houževnatosti [6]. Druhým typem je zhouževnutím pomocí whiskerů karbidů křemíku. Třetím typem je přidání oxidu titanu, nitridu křemíku nebo karbidu boru. [6, 8]

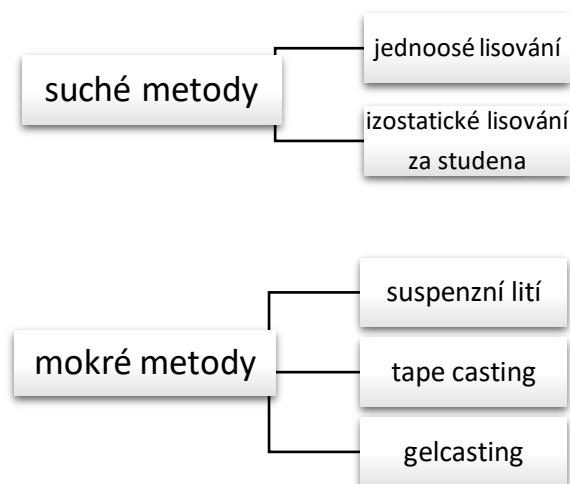
ZrO₂

Keramika na bázi oxidu zirkoničitého vyniká především svojí vysokou pevností a lomovou houževnatostí. Těchto vlastností se dá dosáhnout transformačním zhouževnatěním částečně stabilizovaného oxidu zirkoničitého. Modifikace se provádí přidáním některého z žáruvzdorného oxidu, kterým je třeba oxid vápenatý, yttritý, hořečnatý nebo ceritý. Přidáním modifikátoru se dosahuje vysoké lomové houževnatosti.

Oxid zirkoničitý se v čisté formě může vyskytovat ve třech modifikacích a to monoklinické (pokojová teplota – 1700 °C), tetragonální (1170 – 2300 °C), kubické (více než 2370°C). Transformace z tetragonální struktury na monoklinickou je martenzitická, při níž dochází k nárůstu objemu asi o 4 %. Takto je téměř nemožné připravovat keramické výrobky z čistého oxidu zirkoničitého. Přidáním některého žáruvzdorného oxidu dojde ke stabilizaci tetragonální struktury ZrO₂, díky stabilizaci může existovat při pokojové teplotě v metastabilním stavu a je vhodný pro výrobu keramických dílů. V důsledku vnitřního pnutí, které je způsobené prasklinami v keramickém materiálu se transformuje tetragonální fáze na fázi monoklinickou, dochází k nárůstu objemu a tím k zastavení růstu trhlin. Zastavením růstu trhlin se keramika zhouževnatí. [6, 8]

2.1.2 Příprava keramických těles pro obrábění

Metody přípravy lze rozdělit do 4 hlavních skupin, a to na suché metody, mokré metody, plastické tvarování a tvarování bez forem. Pokud se uvažuje o následném obrábění, využívají se suché a mokré metody tvarování keramických dílů, viz Obr. 2.1. Z uvedených metod v Obr. 2.1 se převážně používá izostatické lisování za studena (CIP), slipcasting a gelcasting. [9]

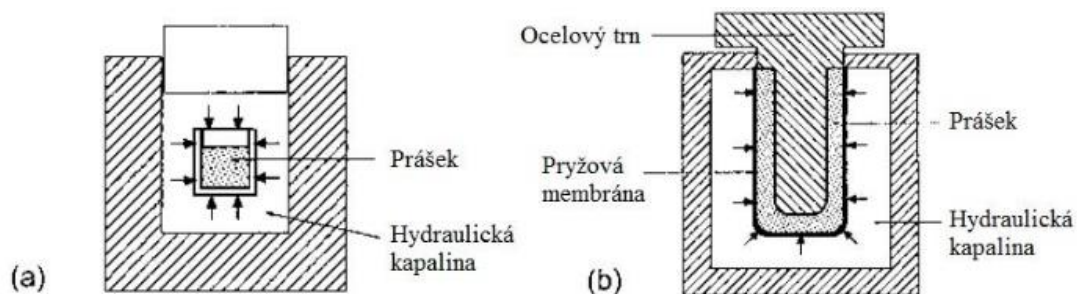


Obr. 2.1 Rozdělení metod přípravy keramických těles

Cold isostatic pressing (CIP)

Izostatické lisování za studena patří do skupiny suchých metod tvarování keramických prášků. Při této metodě dochází ke stlačování keramického prášku za rovnoměrného tlaku, nejčastěji v rozsahu 100–600 MPa. Dochází ke zpevnění keramického prášku a lze dosáhnout až 95 % teoretické hustoty materiálu. Pro stlačování se používá kapalné médium, přes které se vzorek nejčastěji v gumovém pouzdře stlačuje. Je jednou z nejpoužívanějších metod pro

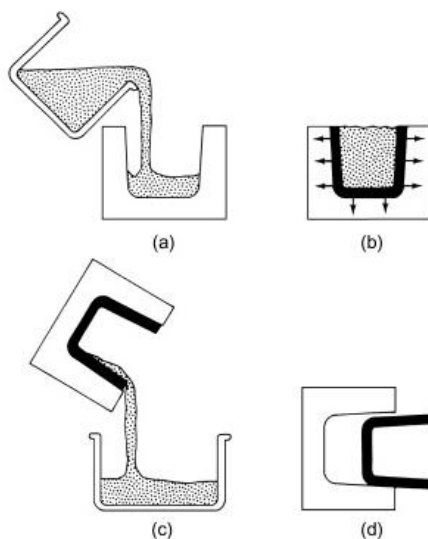
stlačování keramiky, umožňuje získání optimálních vlastností, zefektivňuje výrobu a snižuje cenu. Nevýhodou je špatná rozměrová přesnost následného výrobku. Díky izostatického tlaku pomocí kapaliny dochází k rovnoměrné hustotě a homogenitě vzniklého green body. Rozlišujeme dva typy CIP, mokrý a suchý vak, viz Obr. 2.2. [6]



Obr. 2.2 Schéma metody CIP a) mokrý vak, b) suchý vak [10]

Slipcasting

Slipcasting neboli suspenzní lití je mokrá metoda přípravy keramiky. Spočívá v přípravě suspenze, keramický prášek rozpuštěný v kapalném roztoku. Odlití připravené suspenze do porézní formy, nejčastěji sádrové, která pomocí kapilárních tlaků odvádí část kapaliny. Díky tomuto procesu se na stěnách formy vytváří polotvrdá vrstva keramického materiálu požadované tloušťky. Poté je zbytek suspenze z formy vylit. Pokud je požadován plný keramický díl suspenze se nalévá, dokud je potřeba. Keramický díl se nechá ve formě částečně vyschnout a následně se vypálí viz Obr. 2.3 [11]



Obr. 2.3 Princip metody slipcasting a) nalití suspenze do formy, b) odvod tekutiny póry ve formě, c) vylití přebytečné suspenze, d) vyjmutí odlitku [12]

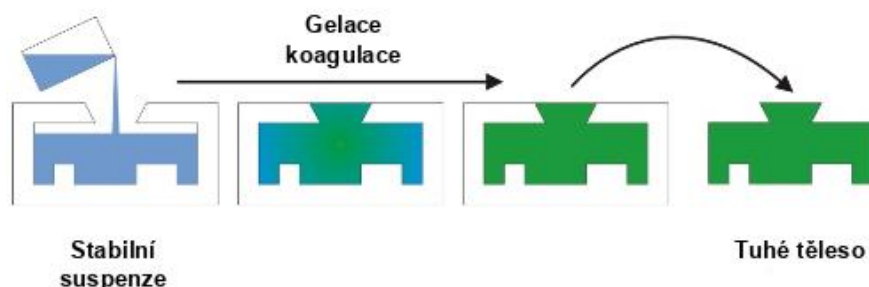
Suspenzní lití je převážně výhodné na výrobu tenkostěnných výrobků a komplexních tvarů. Kromě klasické metody je možné použít i její speciální modifikace, a to tlakové nebo odstředivé lití. [6, 11]

Gelcasting

Nejčastěji se však používá metoda gelcasting, jedná se o poměrně novou metodu přípravy pokročilé keramiky, která byla objevena v 60. letech 20. století, ale plně zdokonalena až v polovině 90. let. [1, 9]

Jedná se o proces přípravy, který umožňuje výrobu vysoce kvalitních, přesných a především tvarově složitých keramických dílů. Funguje na principu disperze keramického prášku ve vodném roztoku a následné gelace vzniklé suspenze v gumové formě. Gelace může probíhat v různých prostředích, kde nejlepšího výsledku dosahuje atmosféra s N_2 . Následně se vzorek vysuší, dojde k vypálení zbytkového pojiva a slinuje se. Vzorek má dobrou manipulační pevnost i v neslinitém stavu. [9]

Metoda gelcasting na Obr. 2.4 umožňuje výrobu složitých tvarů, kde hlavní výhodou je možnost výroby tenko i silnostěnných výrobků a zajišťuje dobrou pevnost keramického polotovaru.[9]



Obr. 2.4 - Princip metody gelcasting [13]

2.2 Technologie CAD-CAM frézování keramik

Pokročilá keramika je obecně tvrdým materiálem, to ji řadí do skupiny těžkoobrobitelných materiálů. V Tab. 2.1 je uvedeno srovnání keramického materiálu Al_2O_3 a nízkouhlíkové oceli C15D.

Tab. 2.1 Porovnání mechanických vlastností keramického materiálu Al_2O_3 s C15D ocelí [4]

Materiál	AD- 998 Alumina	C15D ocel
Maximální teplota ($^{\circ}C$)	1750	1515
Hustota (g/cm^3)	3,92	7,87
Mez kluzu (GPa)	370	200
Mez pevnosti (MPa)	2500	380
Tvrdość (Knoop (kp/mm^2))	1000	150
Pevnost v tahu (MPa)	248	380

Není-li potřebná vysoká přesnost keramického dílu, lze vcelku přesně součásti vyrobit lisováním, nebo odléváním do forem. Pokud je požadována vysoká rozměrová a geometrická přesnost lze jí dosáhnout právě obráběním. Příkladem jsou aplikace v lékařství, jako kloubní náhrady, zubní protézy.

Kvůli špatné obrobiteľnosti dochází v procesu obrábění ke značnému opotrebení obráběcího nástroje, takže je tento proces i velmi nákladný. Proto je v podstatě jediným použitelným materiálem na obrábění PKD (polykrystalický diamant). Keramika se obrábí především frézováním a broušením. A to ve vyžíhaném, ale neslinutém stavu, nebo ve stavu slinutém.

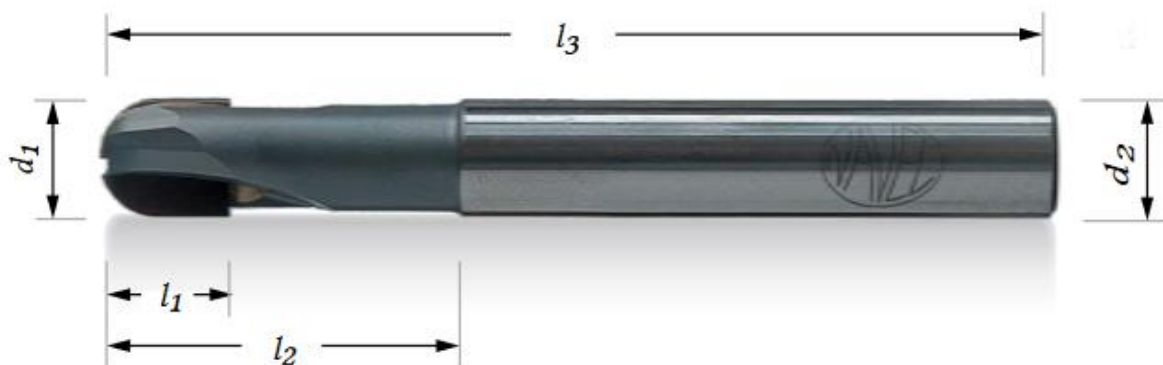
CNC (Computer Numerical Control) je stroj, který je ovládaný řídicím systémem pomocí napsaného programu. Řízení probíhá pomocí číselných údajů a příkazů. Obráběcími stroji ovládanými pomocí CNC jsou nejčastěji soustruhy a frézky. Frézky jde programovat i přímo pomocí CAD-CAM systémů, kdy odpadá nutnost naprogramovat dráhy a rychlosti nástroje. Z výkresu vytvořeného v CAD systému a 3D modelu si sám vygeneruje předepsané hodnoty, které následně zpracuje pomocí CAM modulu. Informace nutné k obrobení součásti jsou informace o rozměrech součásti, informace o posuvu, otáčkách a pomocné informace (zapnutí chladicí kapaliny). [14]

2.2.1 Nástroje pro CNC frézky

Nejčastěji se používají tři typy nástrojů s diamantovým povlakem (PKD, polykrystalický diamant) nebo případně s povlakem ze slinutých karbidů. Jedná se o dvou- a vícebřité nástroje, vyměnitelné destičky nebo kompozitní nástroje (diamantová nebo karbidická zrna v matrici). [15]

Dvou- a vícebřité PKD nástroje

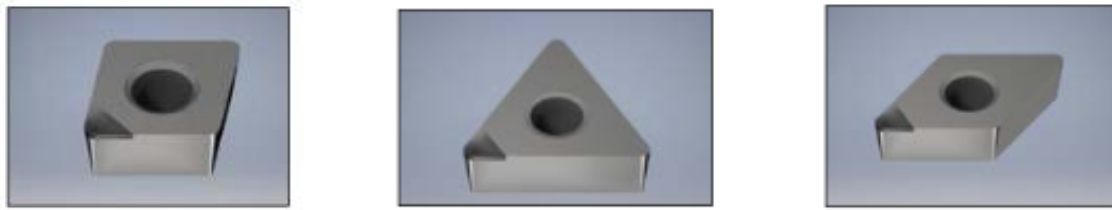
PKD břity jsou vyrobeny ze syntetických diamantů s polykrystalickou strukturou. Jemné krystaly diamantu jsou spojovány slinováním za vysokého tlaku a teploty. [16] Těla nástrojů jsou povětšinou vyrobená z karbidu wolframu s tenkou diamantovou vrstvou. [17] Nástroje se poté dělí podle tvaru čela, příklad je na Obr. 2.5.



Obr. 2.5 Dvoubřítá fréza (kulové čelo) z PKD [18]

Vyměnitelné destičky

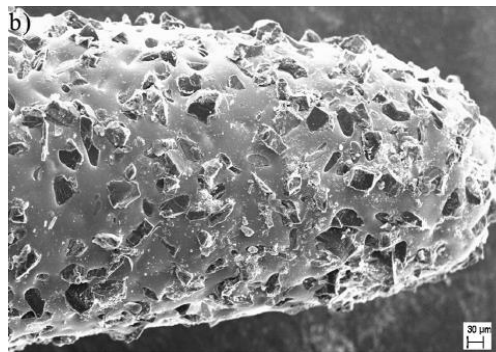
Diamantový nástroj v podobě destičky je buď pevně uchycen do těla nástroje (viz Obr. 2.6), který je vyrobený ze slinutého karbidu, nebo je na něj napájen (řezný plátek). Nástroj nesmí překročit teplotu 600 °C v oblasti řezání během frézování, jinak by mohlo dojít k jeho poškození. Proto musí být aktivně chlazen, což v některých případech obrábění keramiky není možné splnit, viz níže obrábění v neslinutém stavu.



Obr. 2.6 Vyměnitelné PKD destičky Navel [19]

Kompozitní nástroje

Do této kategorie nástrojů patří např. nástroj, jehož tělo je vyrobeno ze slitiny s matricí Ni (94 hm. %)-Fe (6 hm. %), na které je následně pomocí spékání nanesen diamant v podobě jemných granulí (Obr. 2.7). Důležitá je velikost granulí diamantu, protože ta má poté vliv na kvalitu obrobeneho povrchu, životnost nástroje a vyštípávání hran. [3]



Obr. 2.7 Hrot kompozitního nástroje s matricí ze slitiny Ni-Fe s diamantovými granulemi [2]

2.2.2 Obráběcí podmínky

Základními obráběcími podmínkami pro daný obráběcí nástroj jsou řezná rychlost v_c [$m \cdot \min^{-1}$], posuvová rychlost v_f [$mm \cdot \min^{-1}$] a posuv na zub f_z [mm]. [9]

Řeznou rychlost je možné vypočítat ze vztahu:

$$v_c = D \cdot \pi \cdot n \cdot 10^{-3} [m \cdot \min^{-1}], \quad (1)$$

kde D je průměr nástroje [mm] a n je počet otáček vřetene [\min^{-1}].

Rychlost posuvu lze vypočítat ze vztahu:

$$v_f = f_z \cdot z \cdot n [mm \cdot \min^{-1}], \quad (2)$$

kde f_z je posuv na zub [mm], z je počet zubů [-] a n je počet otáček vřetene [\min^{-1}].

Posuv na zub spočteme podle vztahu:

$$f_z = \frac{v_f}{z \cdot n} \text{ [mm]} \quad (3)$$

kde v_f je rychlost posuvu [$\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$], z je počet zubů [-] a n je počet otáček vřetene [min^{-1}]

Pro výpočet úběru materiálu Q (nebo také značeno jako MMR – z angl. *Material Removal Rate*) je možné použít vztah:

$$Q = \frac{a_e \cdot a_p \cdot v_f}{1000} \text{ [cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}] \quad (4)$$

kde a_e je šířka řezu [mm] a a_p je hloubka řezu [mm]

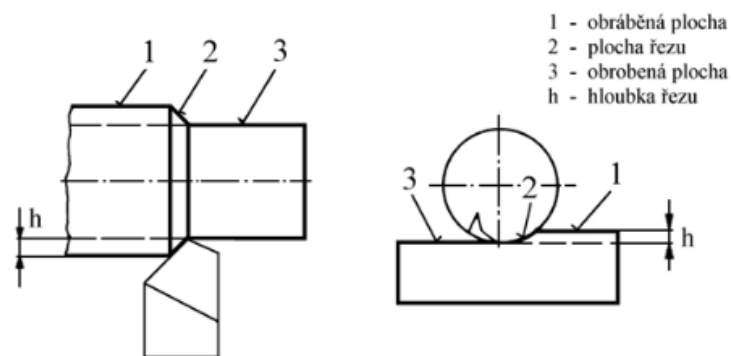
2.2.3 Frézování v neslinutém stavu

Jedná se o frézování polotovarů po dokončení kroku tvarování bez tepelného zpracování (tzv. „green body“) nebo po žíhání na vhodné teploty (kolem 800 - 1000 °C, tzv. „brown body“). Tento způsob obrábění keramiky je preferován v případech potřeby odebrání většího množství materiálu. Dále slouží pro výrobu keramických prototypů. Využívá se např. v lékařských aplikacích, jako jsou kloubní implantáty a zubní fazety, korunky nebo jiné implantáty. Obrábění v neslinutém stavu je oproti obrábění ve slinutém stavu daleko méně energeticky náročné a menší je i opotřebení rezného nástroje [20]. Výhodou je možnost automatizované výroby z CAD/CAM souborů, tím je zaručena i vysoká rozměrová přesnost a použití i jiných nástrojů než PKD, díky nižší tvrdosti obráběných neslinutých polotovarů. [21] Během frézování v neslinutém stavu není obrobek ani nástroj aktivně chlazen chladicí kapalinou, tak jako je to běžné např. u frézování kovů. Pouze je odsáván anebo ofukován obráběný prach z obrobku, což může přispívat k chlazení nástroje. Důvodem nepoužití chladicí kapaliny je poréznost keramického obrobku v neslinutém stavu. V případě, že by se chladicí kapalina dostala do pórů mezi keramickými částicemi, nebylo by (kromě rizika rozpadnutí obrobku) možné chladicí kapalinu z obrobku po obrábění vyextrahovat, a tedy ani slinovat bez destrukce keramického tělesa. Dále musí být kladen důraz na opatrnou manipulaci a upínání obrobku. Protože keramika je ve stavu „green body“ poměrně křehká. Parametry obrábění musí být vhodně zvoleny, aby nedocházelo ke vzniku prasklin, nebo zlomení součásti. Kvůli abrazivnímu charakteru dochází k rychlému opotřebení nástroje. Obrobený materiál se může v podobě keramického prachu nachytávat na obráběný vzorek, což ještě zvyšuje opotřebení nástroje [5]. S tímto jevem souvisí i následná přesnost finálního obrobku.

Protože se po obrábění bude vzorek ještě slinovat, je možné odstranit případné mikrotrhliny a pnutí uvnitř materiálu díky smrštění, které při něm nastává.

U této metody je požadované kvality dosaženo už po prvním kroku, to výrazně snižuje časové i finanční náklady ve srovnání s metodou frézování ve slinutém stavu [3]. U frézování však často dochází ke štěpení hran, na které je keramika obzvláště náchylná.

Frézování je způsob obrábění, při kterém dochází k odběru materiálu pomocí břitového nástroje, tzv. fréz. Odběr materiálu je znázorněn v Obr. 2.8. Základními podmínkami frézování jsou otáčky vřetene, řezná rychlost, rychlost posuvu a posuv na zub. [9]



Obr. 2.8 Schéma odběru materiálu při frézování [22]

Frézování je prováděno pomocí počítačem řízené CNC frézky. Tyto frézky lze programovat i pomocí CAD/CAM systému. CAM modul je schopen zpracovat data z CAD výkresu a podle nich navolit dráhy nástroje.

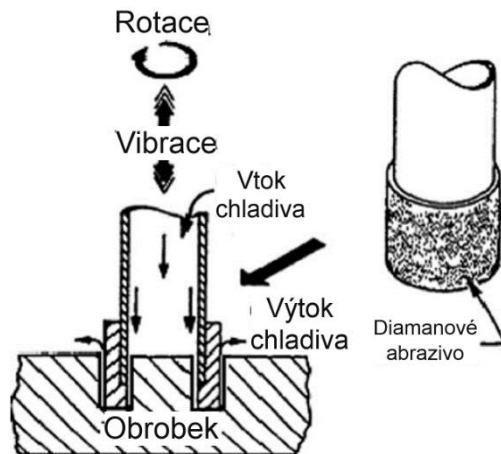
2.2.4 Frézování ve slinutém stavu

Jedná se o metodu, kdy je keramický vzorek plně slinut a dosahuje tedy vysoké tvrdosti. Frézování je v tomto stavu velmi obtížné a dochází k velkému opotřebení nástroje, protože slinutý materiál je tvrdší než většina řezných nástrojů. Je možné pomocí nástroje z PKD při dobře zvolených podmínkách. Diamant je nejtvrdší a nejvíce otěruvzdorný materiál na světě. [23] Ale případné porušení povrchu snižuje pevnost součásti a musely by být přidány další kroky pro zlepšení kvality povrchu. Na obrábění specifických materiálů lze využít metod nekonvenčního obrábění, kam patří obrábění elektrickým výbojem, laserovým paprskem, ultrasonické a elektrochemické obrábění. Všechny tyto metody mají omezené použití a jsou značně nákladné. Více se proto využívají abrazivní operace, jako je např. broušení. [9]

Ve slinutém stavu se dá obrábět za pomoci velmi výkonného laseru, který ohřívá místo těsně před konvenčním řezným nástrojem. Díky zvýšené teplotě se keramický materiál stává měkký a jeho obrábění je značně rychlejší než v případě, kdy není laser použit. [24]

Lze obrábět také pouze pomocí laseru, kdy je roztavený materiál odfukován pryč pomocí supersonického proudu plynu. Pomocí této metody se dají v keramickém materiálu dělat díry, drážky, případně jiné značky nebo nápisy. Nevýhody této metody zahrnují především zbytkové napětí, následnou tvorbu trhlin a nepříliš velkou přesnost obrobených dílů. [25]

Netradičním typem obrábění je RUM (Rotary Ultrasonic Machining), jedná se o metodu, která spojuje vlastnosti ultrasonického obrábění a rotačního pohybu. Při RUM rotující vrták s diamantovým povlakem ultrasonicky vibruje v axiálním směru a pohybuje se proti obráběné součásti konstantní rychlostí posuvu. Chladící medium, které se pumpuje mezi vrták a součást odplavuje třísku, chladí vrták a předchází zadření vrtáku (viz Obr. 2.9). Metoda RUM je až 10krát rychlejší, vrtání je snadnější a dosahuje se větších geometrických přesností v porovnání s klasickou ultrasonickou metodou obrábění. [26]



Obr. 2.9 Schéma RUM vrtání děr [26]

Tento postup obrábění plně slinutého keramického materiálu (Al_2O_3) zkusil tým profesora Jiancheng Lia. Snahou bylo zajistit vyšší geometrickou přesnost dílu, protože při slinování dochází zhruba k 2% smrštění, což může vést i k deformaci dané součásti. Pro obrábění byl vyroben speciální nástroj za pomoci chemické depozice z plynu (CVD), při tomto procesu byl na nástroj z karbidu wolframu nanesen diamantový povlak. [4] Při CVD dochází pomocí spolupůsobení tepla (až $2200\text{ }^\circ\text{C}$) a vakua k rozkladu methanu na atomy vodíku a uhlíku, atomy uhlíku po tomto kroku začnou nukleovat a rostou v malé krystalky diamantů, které následně vytvoří diamantový povlak. [27]

Obrábělo se na klasické tříosé CNC frézce, při různých řezných rychlostech, rychlostech posuvu a šířce odběru materiálu. Ve výsledcích obrábění pomocí této metody se hodnotila kvalita povrchu obrobku, opotřebení obráběcího nástroje, rychlost odběru materiálu a řezná síla. Keramický materiál byl zvolen od firmy CoorsTek, jednalo se o 99,8% alfa fázi Al_2O_3 s mezí pružnosti 370 GPa a mezí pevnosti 2500 MPa (viz. Tab. 1). [4]

Z CoorsTek materiálu byly vyrobeny bloky o průřezu $6,35 \times 12,7\text{ mm}$ a $101,6\text{ mm}$ dlouhé. [4] Byly provedeny dvě sady testů. První sada testů byla provedena za použití čelní toroidní frézy o průměru $6,35\text{ mm}$ se zaoblením čela nástroje o poloměru $1,57\text{ mm}$. Jednalo se o frézu z karbidu wolframu s diamantovým povlakem tloušťky $10\text{-}15\text{ }\mu\text{m}$. Detail toroidní frézy je zobrazen na Obr. 2.10. Rychlost otáček byla zvolena 6000 otáček/min , řezná rychlost byla $119,68\text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$, hloubka řezu $a_p 0,254\text{ mm}$. [4]



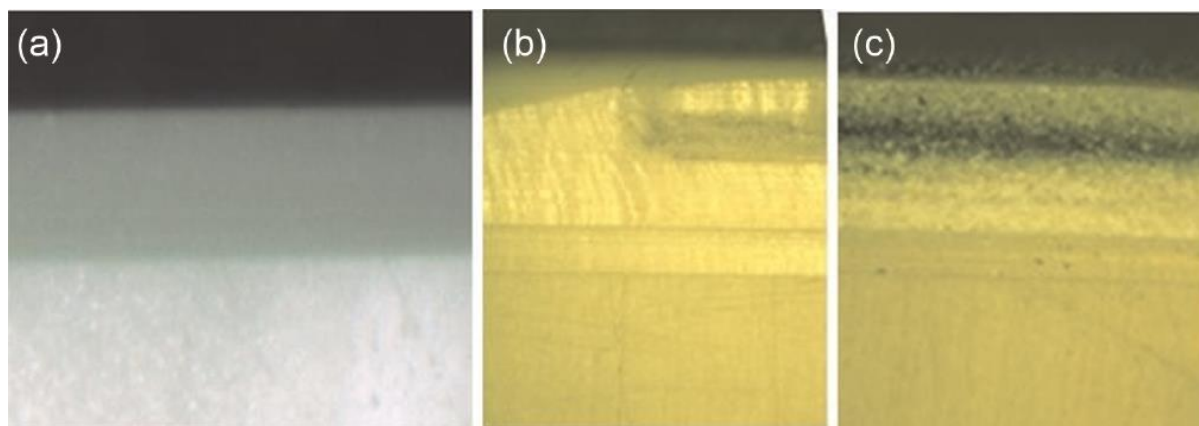
Obr. 2.10 Čelní toroidní fréza s diamantovým povlakem [4]

Tab. 2.2 Přehled řezných podmínek a parametrů při obrábění frézou na Obr.2.10 [4]

Šířka řezu a_e (mm)	Ra (μm)	MRR ($\text{mm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$)	Rychlost posuvu ($\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$)	poznámky
0,25	0,47	0,7	11,98	nejlepší kvalita povrchu
	0,77	1,1	17,99	
	0,57	1,4	22,49	
2,03	-	5,9	11,98	rýhy na povrchu
	0,57	8,9	17,99	
2,54	1,05	7,4	11,98	odřeni diamantové vrstvy
	-	11,6 ^a	17,99	
3,81	2,03	11,6 ^a	11,98	selhání nástroje

^a Hodnoty dopočítány podle rovnice (4), jelikož nebyly v článku [4] uvedeny.

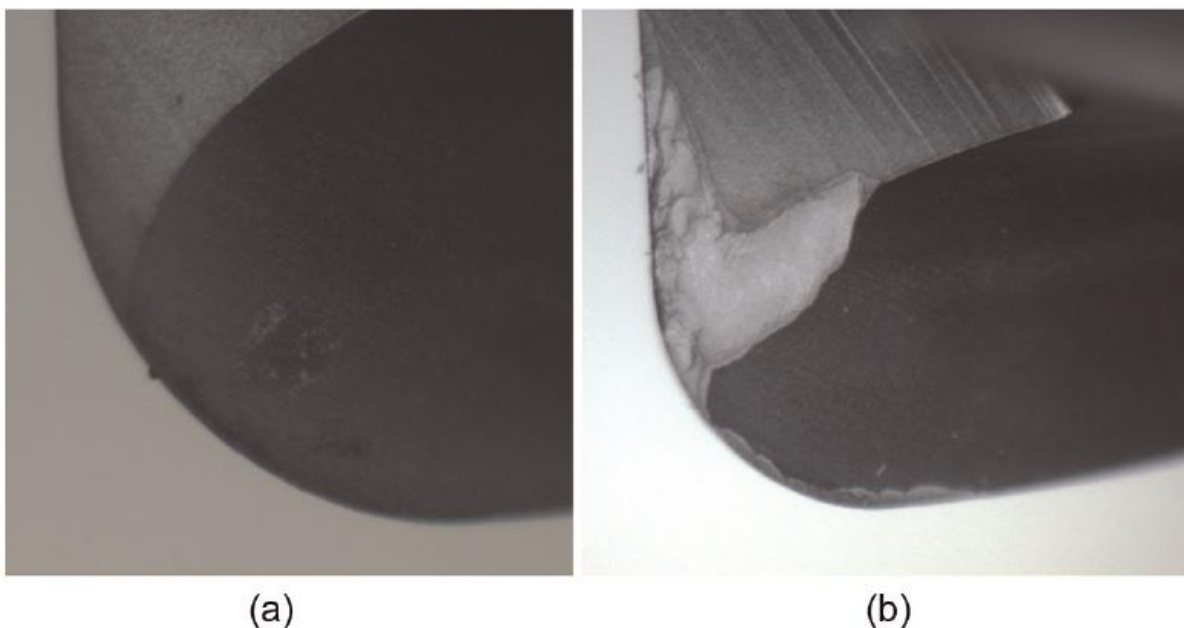
V Tab. 2.2 jsou popsány jednotlivé podmínky, při kterých bylo obráběno. Obrábění vzorků při rychlosti obrábění $17,99 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ s měnícím se parametrem šířky řezu (zvýrazněno v Tab. 2.2) je porovnáno na Obr. 2.11 níže.



Obr. 2.11 Povrch obrobeneho Al_2O_3 při rychlosti posuvu a) nejlepší kvalita, b) rýhy na povrchu součásti, c) odřeni diamantové vrstvy z frézy [4]

Nejlepších hodnot drsnosti bylo dosaženo při šířce řezu 0,25 mm. Hodnoty drsnosti pro jednotlivé rychlosti jsou uvedeny v Tab. 2.2. Tímto bylo dokázáno, že se zvyšující se rychlostí posuvu se nezvyšuje drsnost povrchu, jako je tomu například u konvenčního obrábění [4].

V druhé sadě testů byl použit nástroj o průměru 12,7 mm, zde se nepodařilo dosáhnout uspokojivých výsledků, docházelo k velkému opotřebení nástroje, jeho vyštípávání, či otěru diamantového povlaku, toto opotřebení je zobrazeno na Obr. 2.12. [4]

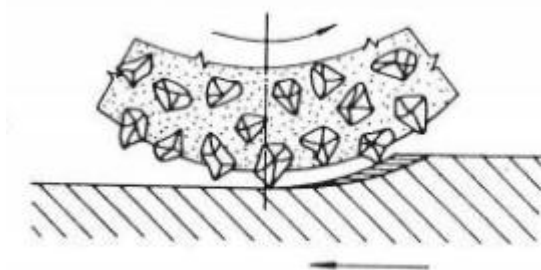


Obr. 2.12 Porovnání ostří nového (a) a vyštípnutého nástroje (b) [4]

Broušení

Nejrozšířenější konvenční metodou obrábění keramiky je právě broušení. Operace broušení zahrnuje rotační pohyb brusného kotouče s diamantovými zrn, při tomto pohybu dochází k odběru materiálu z jeho povrchu díky lokálnímu porušení křehkým lomem. Broušením dochází pouze k malému odběru materiálu, proto je tato metoda časově i finančně náročná. Schéma broušení keramiky brusným kotoučem je zobrazeno na Obr. 2.13 níže. Dalším omezením je možnost vytvářet broušením pouze pravidelné geometrické tvary. [28]

Při broušení keramiky dochází v materiálu k defektům, proto musí být následně použito ještě lapování povrchu, případně leštění. K tomu je následně použito jemných brusných kotoučů a brusné pasty, která obsahuje drobné diamantové částičky. [9, 29]

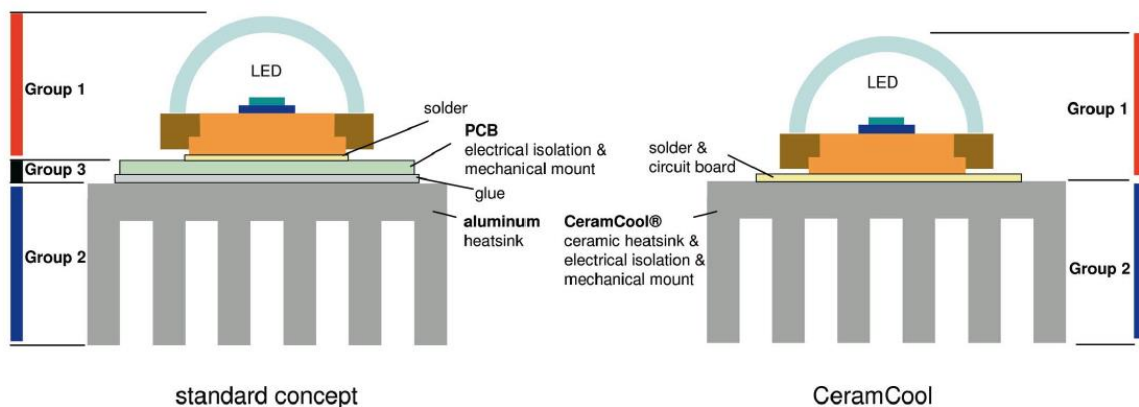


Obr. 2.13 Schéma broušení keramiky [30]

2.2.5 Použití keramických dílů

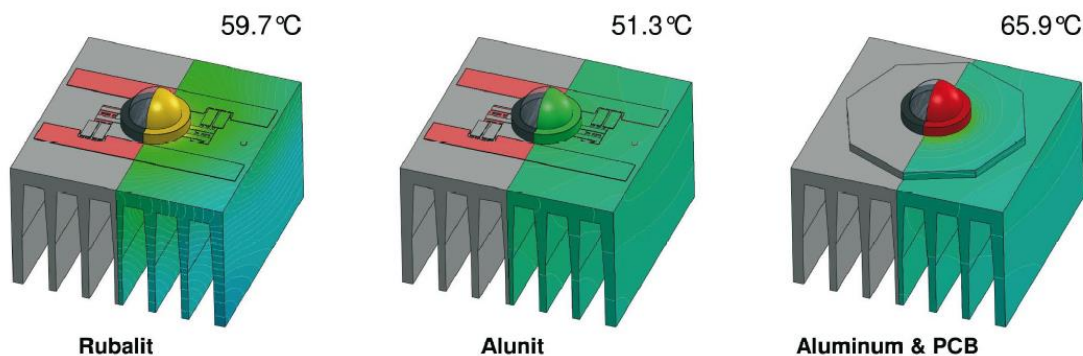
Užívání keramických materiálů ve všech možných odvětvích průmyslu, lékařství nabírá na vzestupu. A právě obráběním těchto dílů se dá dojít k velmi přesným geometrickým a rozměrovým tolerancím.

Příkladem použití keramických materiálů je CeramCool od firmy CeramTech. Jedná se o keramický chladič použitý k odvodu tepla z LED světel. Na Obr. 2.14 je porovnání nového typu chladiče firmy CeramTech oproti standartně užívanému chladiči. Tento typ chladičů je vyráběn ve dvou variantách, na každou je použit jiný materiál. Prvním je Rubalit 708 (96% Al_2O_3), který má pevnost v ohybu více než 500 MPa a tepelnou vodivost $\geq 22 \text{ W/mK}$. Druhé provedení je z materiálů Alunit (AlN), které dosahuje výrazně lepších hodnot tepelné vodivosti $\geq 170 \text{ W/mK}$ a pevnosti v ohybu $\geq 320 \text{ MPa}$. Pro srovnání hodnota tepelné vodivosti hliníku je 237 W/mK a mědi 389 W/mK , hodnoty jsou uvedené při teplotě $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Hlavní výhodou použití chladiče CeramCool spočívá ve zmenšení celkových rozměrů celého LED světla odstraněním některých částí jako je vodič, který předává teplo z LED diody, lepidla a daného plošného spoje. Obvod je v případě CeramCool provedení přímo nanesen na chladič a zároveň je na něj namontována dioda LED. [31]



Obr. 2.14 Porovnání standartního chladiče s chladičem CeramCool [31]

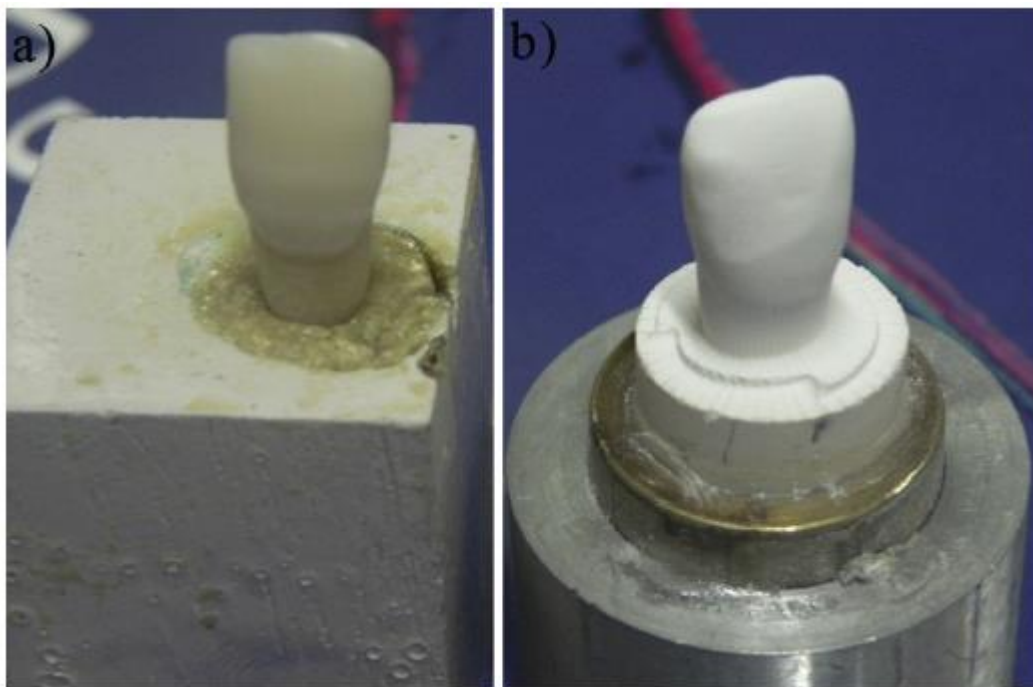
Toto provedení přispívá k lepšímu odvodu tepla a tím i k delší životnosti. Při použití Rubalitu jsou teploty nižší o 13 %, při použití Alunitu až o 33 % než při použití standartního hliníkového chladiče. Na Obr. 2.15 níže je porovnání teplot při použití 4 W LED diody. [31]



Obr. 2.15 Porovnání teplot při použití různých materiálu na chladič [31]

Dále se obrábění hojně využívá v lékařství na přípravu keramických kloubů a zubních náhrad (zubní fazety nebo korunky). [3] Tuto problematiku řešil tým S. Mohantyho při výrobě zubní korunky z Al_2O_3 . Frézování probíhalo v neslinutém stavu, aby nedocházelo k nadměrnému opotřebení nástroje. Byl vybrán nástroj s Ni-Fe matricí impregnovaný diamantovými granulemi (viz Obr. 2.7). [2]

Obrábění bylo provedeno CNC frézkou, pomocí předem naskenovaného 3D modelu zubní korunky. Pro výrobu zubní korunky bylo použito dvou krokové obrábění, aby bylo možné vyvinout komplexní zakřivení a topografii, jak na bocích, tak i vrchní straně zubu. Na Obr. 2.16 je srovnání zubní korunky z Al_2O_3 s lidským zubem. Obráběcí podmínky byly stanoveny na volitelné otáčky 4500-15000 za minutu, posuv v ose x a y 50 mm/s a posuv v ose z 30 mm/s. Kvůli absenci více os byla celá operace provázána několika komplikacemi. Kónické zakřivení nástroje pomohlo snížit jeho opotřebení. Celá operace obrábění trvala jeden a půl hodiny. Následně byl vzorek umístěn do elektrické pece a slinován při teplotě 1550 °C po dobu dvou hodin. Bylo dosaženo drsnosti povrchu zubní korunky $0,35 \pm 0,03 \mu\text{m}$ a $0,18 \pm 0,07 \mu\text{m}$. [2]



Obr. 2.16 Schématický pohled na a) řezák odebraný z mrtvoly a b) řezák obroběný v “green stavu” na CNC frézce pomocí kónicky tvarovaného nástroje s diamantovými granulemi [2]

Keramické díly (Al_2O_3 , Si_3N_4) vyrobené obráběním nachází i využití u součástí odolných proti otěru, kde se vyžaduje především povrch s vysokými tolerancemi, vysoká tvrdost, houževnatost a chemická a korozní odolnost. Další aplikací jsou např. ložiska z Si_3N_4 ; požaduje se především odolnost proti únavě, korozi a ztrátě mazných vlastností a také vysoká a tepelná odolnost. Pancéřování vozidel či neprůstřelných vest také využívá keramický materiál, kde je důraz kladen na pevnost a houževnatost.

2.2.6 Hodnocení keramických součástí

Na keramických součástech se hodnotí zejména jejich pevnost, tvrdost a drsnost povrchu. Dále se může hodnotit modul pružnosti, fázové složení, průsvitnost nebo jiné charakteristiky, které jsou blízké zamýšlené aplikaci keramické součásti.

Pevnost

Pevnost keramických konstrukčních materiálů se nejčastěji zjišťuje pomocí statické zkoušky ohybem, a to právě u křehkých materiálů, u tvárných materiálů nemá moc velký význam, protože často nedojde ke zlomení zkušební tyče. [32]

Pevnost v ohybu se určuje ze vztahu:

$$R_{mo} = \frac{M_{Omax}}{W_O} [MPa] \quad (5)$$

kde W_O je modul průřezu v ohybu, platí pro obdélníkové těleso:

$$W_O = \frac{h \cdot b^2}{6} [mm^3] \quad (6)$$

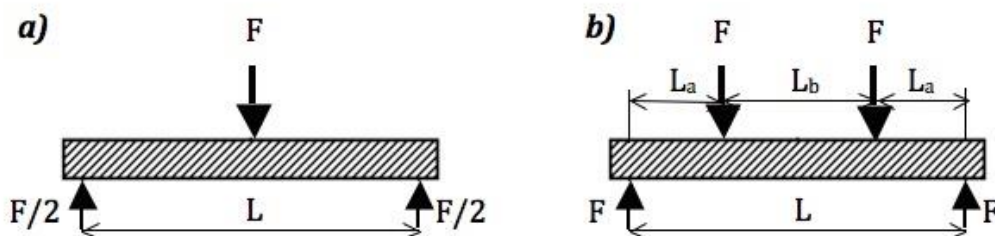
M_{Omax} je největší ohybový moment v průřezu pod působící silou, ten je dále určen vztahem:

$$M_{Omax} = F_{max} \cdot \frac{l}{4} [N \cdot mm] \quad (7)$$

kde F_{max} je síla v okamžiku lomu a l – vzdálenost podpěr

3- a 4bodový ohyb

U keramických materiálů se pevnost testuje převážně tří- a čtyřbodovým ohybem, kde dochází k jednoosému stavu napjatosti. Porovnání těchto dvou metod je uvedeno na Obr. 2.17. Hlavní výhodou této metody je jednoduchost jejího provedení a snadná příprava vzorků. Za posledních pár desetiletí, kdy se keramické materiály testují v tří- nebo čtyřbodovém ohybu, se tyto metody staly standardem pro testování keramik. [33]



Obr. 2.17 a) schéma 3bodového ohybu, b) schéma 4bodového ohybu [34]

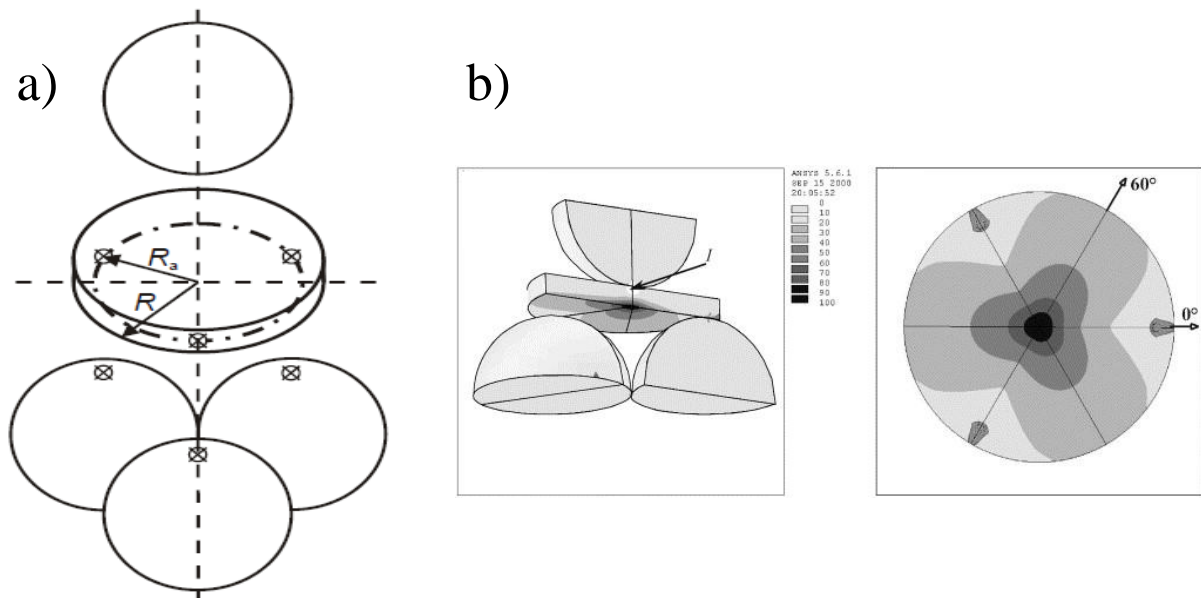
Pro třibodový (σ_{3PB}) nebo čtyřbodový (σ_{4PB}) ohyb a zkušební těleso obdélníkového tvaru se pevnost σ_i spočítá podle vztahu:

$$\sigma_{3PB} = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_{max} \cdot l}{b \cdot h^2} [MPa], \quad \sigma_{4PB} = \frac{6 \cdot F_{max} \cdot m}{2 \cdot b \cdot h^2} [MPa], \quad (8), \quad (9)$$

kde m je vzdálenost podpory a síly, b a h jsou rozměry obdélníkového tělesa

Biaxiální ohybová pevnost - Ball on three Balls (B3B) test

Keramika je v běžném použití zatížena ve více osách (např. teplotní změny), při tomto stavu napjatosti se více projeví defekty než při jednoosém zatížení. [35] Zkušebním vzorkem je při B3B metodě disk nebo vzorek s obdélníkovým či čtvercovým půdorysem. Podstatou B3B zkoušky je umístění testovaného povrchu zkušebního disku (tahová strana) na tři vzájemně se dotýkající koule a následné symetrické zatížení tlakové strany vzorku čtvrtou koulí (viz Obr. 2.18).



Obr. 2.18 a) Schéma uspořádání vzorku a podpěr při B3B testu [36] a b) příklad napěťového pole v disku pro typické zatížení vzorku v B3B (je znázorněno procento maximální složky tahového napětí na disku (0–100%)) [37]

Maximální napětí je rozloženo do přibližného trojúhelníku, který je vytvořen mezi místy kontaktu třech koulí se vzorkem. Při zkoušení dochází k daleko menšímu tření než při běžném zkoušení ohybem, proto je možné testovat i plně slinuté dílce a velmi malé vzorky (1 mm^3) [36]. Výpočet pevnosti (maximálního tahového napětí) ve zkušebním vzorku tvaru disku může být proveden dle rovnice [37]:

$$\sigma_{max} = -\frac{3 \cdot F}{4 \cdot \pi \cdot t^2} \cdot (\xi - \lambda), \quad (10)$$

kde F je zatěžující síla a t je tloušťka vzorku

Pro výpočet parametrů ξ a λ se použijí následující vztahy:

$$\xi = (1 + \nu) \cdot \ln \left(\frac{b}{R} \right)^2 + \frac{(1-\nu)}{2} \cdot \left(\frac{b}{R} \right)^2, \quad (11)$$

$$\lambda = (1 + \nu) \cdot \left[1 + \ln \left(\frac{R_a}{R} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \cdot \left(\frac{R_a}{R} \right)^2, \quad (12)$$

kde ν je Poissonovo číslo pro materiál tvaru disku, b je radius zatěžování plochy, R je radius disku a R_a je radius podpory

Weibullovo rozdělení

Jelikož je pevnost keramické součásti silně ovlivněna nahodile se vyskytujícími se defekty, je nutné pevnost keramik vyhodnocovat statistickým přístupem. [38] Variabilitu pevností keramických materiálů dobře vyjadřuje Weibullovo rozdělení. Hustota pravděpodobnostní funkce dvouparametrového Weibullova rozdělení pro náhodnou spojitou proměnnou x (kterou je např. pevnost) má tvar:

$$P(x) = \left(\frac{m}{\beta} \right) \cdot \left(\frac{x}{\beta} \right)^{m-1} \exp \left[- \left(\frac{x}{\beta} \right)^m \right] \quad x > 0, \quad (13)$$

$$f(x) = 0 \quad x > 0, \quad (14)$$

kde m je Weibullův modul a β – parametr stupnice (> 0).

Tento vztah platí, pokud je náhodná proměnná x větší než nula. Pokud je menší než nula, je hustota pravděpodobnosti rovna nule. Integrací hustoty pravděpodobnosti se získá vztah pro kumulativní distribuční funkci:

$$F(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\beta}\right)^m}. \quad (15)$$

Weibullova charakteristická pevnost je hodnota pevnosti s pravděpodobností porušení 0,632. Pokud je náhodná proměnná, která představuje pevnost zkoušeného tělesa charakterizována výše uvedenou rovnicí, pak je pravděpodobnost, že zkoušené těleso nenese jmenovité napětí σ_f , tj. že má jmenovitou pevnost $\sigma_f = \sigma_{nom}$, určenou kumulativní rozdělovací funkcí [38]:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad pro \quad \sigma_f > 0, \quad (16)$$

kde P_f je pravděpodobnost porušení (-) a σ_0 je charakteristická pevnost (MPa).

Poskytuje nestranný odhad parametrů základního rozdělení pevnosti souboru keramických zkušebních těles určených k vyhodnocení rozptylu základního souboru. Jako nejefektivnější byla nalezena metoda maxima pravděpodobnosti. Spolehlivost odhadu se zvyšuje s počtem zkoušek, doporučuje se více než 30. [ČSN EN 843-5 Weibull]

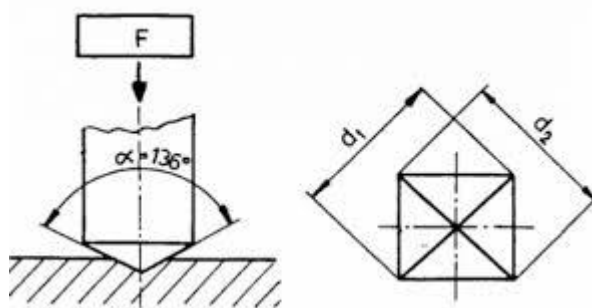
Tvrдост

Zkoušky tvrdosti jsou jednou z nejpoužívanějších metod zkoušení materiálů, jejich největší výhodou je rychlé, snadné provedení a zkoušení hotových součástí bez jejich znehodnocení. [39, 40] Z tvrdosti lze často predikovat i další mechanické vlastnosti materiálu, jako je např. pevnost v tahu, případně obrobitelnost. [32] Tvrдост je odolnost materiálu proti vnikání cizího tělesa. Posuzuje se velikost trvalé deformace, kterou vtlačované cizí těleso vyvolá. Zátěžná síla působí kolmo k povrchu zkoušeného tělesa, ta postupně narůstá na požadovanou hodnotu, na které se určuje po stanovenou dobu. [32]

Pro keramické materiály se používají převážně dvě metody měření mikrotvrдостi. První metoda podle Vickerse, indentorem je čtyřboký diamantový jehlan o vrcholovém úhlu 136° , rozsah zatížení se zde pohybuje od několika málo Newtonů do 9,8 N, doba zatěžování musí být 10 až 15 s. Po následném odlehčení se měří délka úhlopříček d_1 a d_2 při vtisku a určí se jejich aritmetický průměr d . Schéma metody je uvedeno na Obr. 2.19 níže. Jedná se o velmi přesnou metodu měření tvrdosti, je zde však požadavek na hladký povrch zkoušeného tělesa a přesné změření délky úhlopříček (mikroskop). [41] Tvrдост podle Vickerse je určena vztahem:

$$HV = \frac{F}{A} = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2} [N \cdot mm^{-2}], \quad (17)$$

kde F je zátěžná síla [N] a A je povrch vtisku [mm^2]



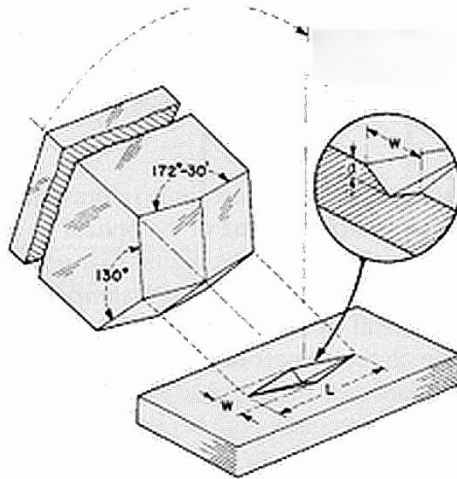
Obr. 2.19 Schéma metody Vickers [42]

Druhou používanou metodou je zkouška podle Knoop (Obr. 2.20), indentorem je zde diamantový jehlan s kosočtvercovou podstavou, vrcholové úhly $172^\circ 30'$ a 130° , zatížení se pohybuje od 0,98 N do 19,6 N. Oproti Vickersově metodě je zde hloubka vtisku daleko menší při stejném zatížení, odpovídá 1/30 délky delší úhlopříčky. V porovnání s Vickersovou metodou je složitější, je zde i přes delší úhlopříčku velmi těžké odhadnout přesný začátek a konec úhlopříčky vtisku. Bylo prokázáno, že při této metodě dochází k menší iniciaci trhlin a následnému praskání. [41, 43]

Tvrdość podle Knoopa se vypočítá podle vztahu:

$$HK = 1,451 \cdot \frac{F}{D^2} [kp \cdot mm^{-2}], \quad (18)$$

kde F je zatěžující síla [N] a D je délka delší úhlopříčky [mm]



Obr. 2.20 Schéma metody Knoop [43]

Drsnost

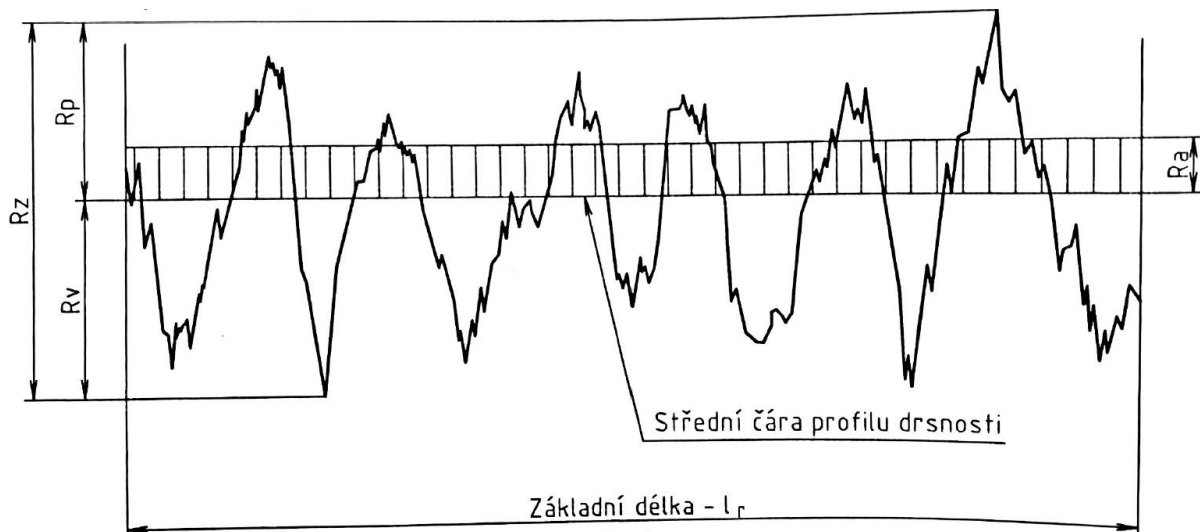
Po obrábění vznikají na povrchu součástí určité povrchové nerovnosti, které jsou uspořádány ve 3D a jejich následné hodnocení je poměrně obtížné. K jejich hodnocení se používá převážně normalizovaná metoda, při které se hodnotí profil nerovností v rovině řezu kolmého k povrchu součástí (2D). Struktura povrchu se dělí na různé složky podle rozteče daných nerovností. Můžeme je rozdělit do třech základních složek pomocí filtrace. Drsnost povrchu je složka s nejmenší roztečí nerovností, poté je zde složka vlnitost povrchu a složka s největší roztečí nerovností určená základním profilem. [44]

Z těchto profilů povrchu se následně pomocí přístrojů odvodí profil drsnosti (R-profil), profil vlnitosti (W-profil) a profil základního profilu (P-profil). Textura povrchu tvořena součtem těchto profilů má velký vliv na vlastnosti a provozní podmínky součástí. [45]

Parametr drsnosti R_a zobrazený na Obr. 2.21 je parametr drsnosti povrchu ve směru výšky. Průměrná aritmetická odchylka profilu R_a lze vyjádřit pomocí aritmetického průměru absolutních hodnot pořadnic $Z(x)$ a rozsahu základní délky l_r ve směru osy x podle vztahu:

$$R_a = \frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} \frac{|Z(x)|}{dx}. \quad (19)$$

Profil R_p je výška nejvyššího výstupku profilu, R_v je hloubka nejnižší prohlubně a součtem těchto dvou hodnot je největší výška profilu R_z .



Obr. 2.21 Schéma posuzovaného povrchu [45]

Velikost zrna

Hodnocení může podle české normy ČSN EN ISO 643, nebo americké normy ASTM E1382 probíhat více způsoby. Níže popsané metody se řídí podle ČSN EN ISO 643. První z metod, kterou je možno použít je metoda srovnávání velikosti zrn s normovanými zobrazeními velikosti zrn, vyhodnocuje se, které normované zrno se nejvíce blíží zrnu na vzorku.

Druhou používanou metodou je lineární průsečiková metoda, zde se zjišťuje počet zachycených úseků zrn, nebo počet protnutých zrn zkušební čarou o známé velikosti např. na mikroskopii, monitoru. Měřicí čára má být podle normy přímka. Tyto čáry se mohou volit ručně, nebo mohou být použity příložné rastry. Při využití přímky začíná zkušební čára vždy uprostřed zrna a počítá se za 0,5 zrna, každé protnutí hranice zrna se počítá za 1 a pokud zkušební přímka prochází trojným bodem (místo styku tří zrn) počítá se za 1,5. Poté se zapíše hodnota délky zkušební přímky a počet protnutých zrn, na každé fotce by mělo být napočítáno minimálně 50 zrn [46]. A následnými výpočty se spočítá výsledná průměrná velikost zrna na dané fotce.

Velmi podobnou je metoda kruhová průsečiková, kde se využívá rastru, který se skládá z jedné, nebo více soustředných kružnic. U tří kružnic musí být celková délka 500 mm, u jedné kružnice je to 250 mm. Průměry kružnic musí být voleny tak, aby daný tří kružnicový rastr zachytil 40 až 50 úseků zrn. U jedné kružnice je podmínka minimálně 25 úseků zrn. U této metody se musí trojný bod započít jako dva průsečíky místo 1,5 kvůli nižšímu počtu průsečíků než u metody lineární [47].

Další je metoda planimetrická, zde se počítá počet celých a protnutých zrn na ploše vymezené kružnicí o poloměru 79,8 mm. Celá zrna se počítají za 1, počet zrn protnutých se dělí dvěma, tyto hodnoty se následně sečtou. [47]

3 Cíl práce

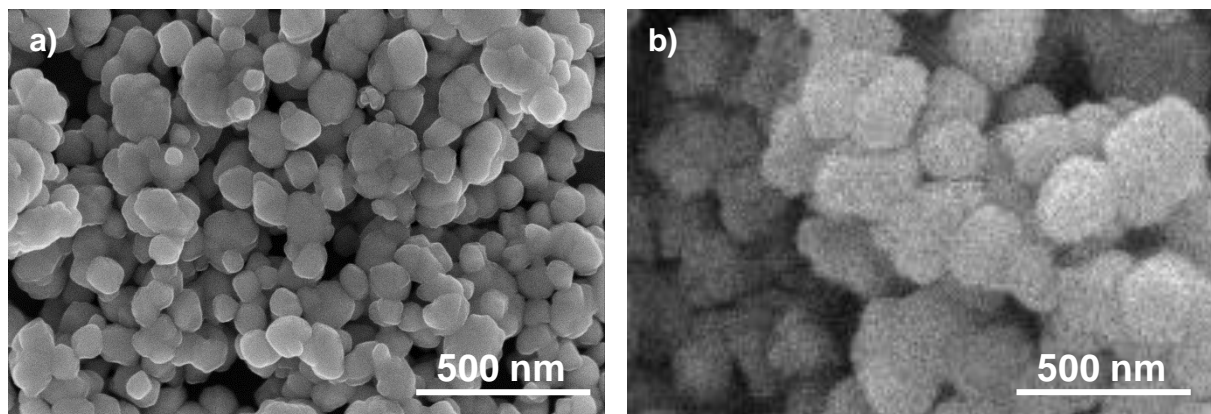
Cílem práce bylo vypracování řešení na téma *Obrábění keramických těles pomocí CAD-CAM*. V experimentální části bylo cílem zhodnocení vlastností polotovarů ZrO_2 v závislosti na slinovací teplotě a to na slinutých vzorcích, které byly obráběny v předslinutém stavu.

4 Experimentální část

V experimentální části práce byly hodnoceny polotovary z mezoporezního nanoprášku ZrO_2 připravené metodou gelového lití pracovníky z výzkumné skupiny *Pokročilé keramické materiály* výzkumného institutu *CEITEC VUT*. Pro srovnávací účely byly také hodnoceny polotovary připravené z komerčního nanoprášku ZrO_2 . Samotná příprava polotovarů nebyla studijním cílem této bakalářské práce. Detailní postup přípravy polotovarů je popsán v článku [48] a diplomové práci [9]. Z těchto polotovarů byly připraveny zkušební vzorky, na kterých se po slinování určovala velikost zrn, hustota, biaxiální ohybová pevnost a drsnost obrobeneho povrchu po slinutí.

4.1 Použité materiály a příprava vzorků

Pro přípravu polotovarů metodou gelového lití [48] byl zvolen mezoporezní keramický nanoprášek ZrO_2 stabilizovaný 3 mol. % Y_2O_3 (SZ-3Y, JiangXi Size Materials Co., Ltd., Čína). Druhý typ polotovarů byl stejnou metodou gelového lití připraven z keramického nanoprášku ZrO_2 stabilizovaného 3 mol. % Y_2O_3 (TZ-3YS-E, Tosoh Corp., Japonsko), který je v keramické technologii považován za standard pro ZrO_2 keramiky. Tvary částic a velikosti keramických prášků jsou patrné z Obr. 4.1. Z těchto prášků a organických aditiv byly gelovým litím připraveny polotovary ve tvaru disků o rozměrech D 30.0 mm a h 5.5 mm.



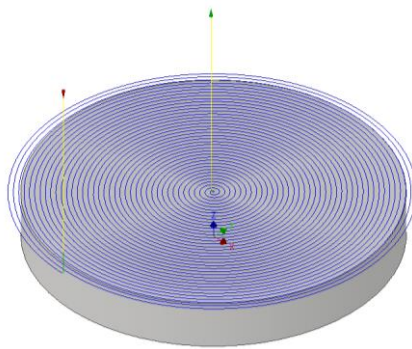
Obr. 4.1 Velikost a tvar částic a) mezoporezního prášku ZrO_2 (SZ-3Y) a b) standartního prášku ZrO_2 (TZ-3YS-E).

4.1.1 Obrábění zkušebních vzorků

Disky byly před obráběním vyžhánány na teplotu 1000 °C (disky SZ-3Y) a 900 °C (disky TZ-3YS-E) v obou případech s výdrží 1 hodiny. Na obrábění disků byla použita CNC frézka HWT E-442 CNC TROLL (AZK, Česká republika). Pro návrh obráběcích drah a generování CNC kódu byl použit software Autodesk Inventor Professional 2020 s modulem Autodesk HSM Ultimate 2020. Pro generování CNC kódu byl použit postprocesor přizpůsobený firmou CAD Studio (Česká republika) přímo pro daný typ frézky.

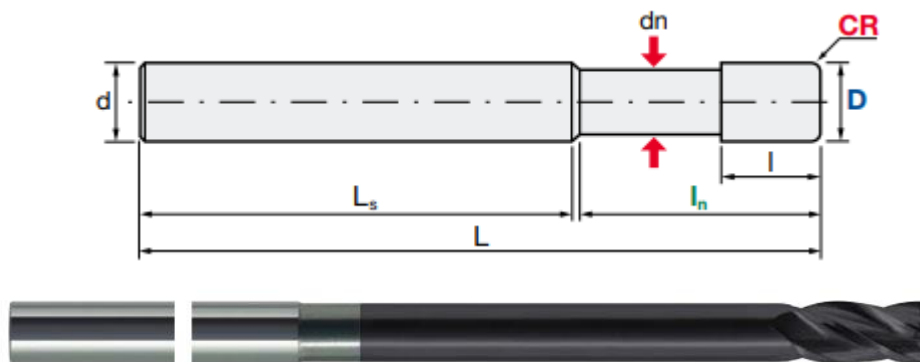
Disky byly sousledně frézovány pomocí spirálové strategie, jež je znázorněna na Obr. 4.2. Obráběcí podmínky byly následující:

- otáčky vřetene 20000 ot/min,
- pracovní posuv 600 mm/min,
- hloubka řezu a_p 0.1 mm,
- šířka řezu a_e 0.4 mm.



Obr. 4.2 Spirálová strategie pro obrobení testovací plochy disku.

Jako obráběcí nástroj byla použita diamantem povlakovaná dvoubřitá toroidní fréza o průměru 2 mm (D-EPDR-2020-20-02, MOLDINO Tool Engineering, Ltd.). Foto frézy a její rozměry jsou dle schématu na Obr. 4.3 následující: $D = 2$ mm, $d = 4$ mm, $d_n = 1,92$ mm, $l_n = 20$ mm, $L = 60$ mm a $l = 3$ mm.



Obr. 4.3 Schéma a foto dvoubřité frézy D-EPDR-2020-20-02.

Protože bylo naplánováno obrobení několika sad testovacích vzorků (viz tabulka 4.1), byla na obrábění vždy použita nová fréza, a to pro každou sadu vzorků.

4.1.2 Režimy žhání a slinování

Obrobené polotovary do tvaru disků tak, aby jejich tloušťka po slinování byla 3.0 mm, byly slinovány na různé teploty ve vysokoteplotní peci HT-1600-M (CLASIC CZ, spol. s r.o., Řevnice, Česká republika). Režim slinování byl následující: ohřev z pokojové teploty rychlostí 10 °C/min na teplotu 780 °C, poté ohřev rychlostí 5 °C/min na slinovací teplotu (viz tabulka

4.1), kde byl vzorek ponechán po dobu 2 hodin. Poté byl vzorek řízeně chlazen nastavenou rychlostí 5 °C/min do teploty 800 °C. Pak již následovalo volné chlazení v peci až do laboratorní teploty (23 °C). Od obou typů prášků bylo pro komplexní hodnocení ponecháno několik vzorků pouze ve vyžíhaném stavu.

Tabulka 4.1 Přehled značení vzorků, žíhacích a slinovacích teplot.

Vzorek	Typ prášku ZrO ₂	Teplota / výdrž žíhání (°C / hod)	Teplota / výdrž slinování (°C / hod)	Počet vzorků*
SZ-3Y 1000/1	SZ-3Y	1000 / 1	neslinuto	6
SZ-3Y 1350/2			1350 / 2	22
SZ-3Y 1450/2			1450 / 2	30
SZ-3Y 1550/2			1550 / 2	35
TZ-3YS-E 900/1	TZ-3YS-E	900 / 1	neslinuto	10
TZ-3YS-E 1450/2			1450 / 2	20

* Jedná se o počty vzorků použité na mechanické zkoušky.

4.2 Metody hodnocení

4.2.1 Hustota

Stanovení hustoty neslinutých vzorků bylo provedeno na základě metody nasákavosti (ČSN EN 623-2, [49]). Tělesa byla vážena tak, že se nejdříve určila hmotnost m_1 vzorku vysušeného pod infralampou (110 °C po dobu 1 hod.). Potom se vzorek umístil do vakuovatelného exsikátoru. Evakuovaný vzorek se nechal nasáknout destilovanou vodou se smáčedlem a při ponoření do stejné kapaliny na vahách se určila jeho zdánlivá hmotnost m_2 . Následně se vzorek jemně otřel pro zbavení kapaliny ulpělé na povrchu a poté se stále nasáknutý smáčecí kapalinou zvažil na vzduchu, hmotnost otřeného vzorku m_3 .

Z těchto tří hmotností byla stanovena relativní hustota vzorků ρ_{rel} , dle vztahu:

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{H_2O}}{\rho_{teor}} \cdot \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100 [\%] \quad (20)$$

Hustota slinutých vzorků byla stanovena podle Archimedovy metody (ČSN EN 623-2). Vzorky byly váženy s přesností 0,1 mg na vahách Mettler AG 64 (Mettler Toledo, SRN). Pro teoretickou hustotu byla použita hodnota $\rho_{teor} = 6.08 \text{ g.cm}^{-3}$ pro keramiku ZrO₂ + 3 mol. % Y₂O₃.

4.2.2 Mikrostruktura a velikost zrna

Vyleštěné vzorky byly tepelně leptány kvůli zvýraznění hranic zrn na teplotě o 50 °C nižší, než byla teplota slinování, a to po dobu 10 min. Pro zvodivění povrchu leštěných vzorků, byly vzorky naprášeny 20 nm silnou vrstvou uhlíku (Leica EM ACE600, Leica microsystems,

Švýcarsko). Mikrostruktura prášků a vzorků byla studována pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM, Verios 460L, FEI s.r.o., Česká republika).

Pomocí lineární průsečkové metody (dle ASTM E1282 normy, [46]) byla stanovena střední velikost zrn slinutých keramických vzorků ze snímků pořízených pomocí SEM.

4.2.3 Drsnost slinutých vzorků

Profilometrie vyžíhaných a slinutých vzorků byla stanovena s využitím kontaktního profilometru DektakXT (Bruker Corporation, USA) v souladu s normami EN ISO [50, 51]. Hrot profilometru byl 2 μm . Směr zaznamenaného profilu drsnosti byl vždy kolmý ke směru dráhy po obráběcím nástroji. Data získaná profilometrem byla zpracována softwarem Gwyddion [52] s cut-off parametrem 0.8 a byly vyhodnoceny parametry drsnosti R_a , R_v , R_p a R_z .

4.2.4 Pevnost v ohybu

Pevnost v ohybu byla určena s využitím univerzálního testovacího stroje (8862, Instron, USA) v konfiguraci biaxiálního ohybu pomocí B3B metody, kdy byly použity ocelové kuličky o průměru 17,463 mm. Rychlost zatěžování byla 0,5 mm/min. V článku [37] je uveden detailní popis metody B3B. Weibullové parametry pevnosti byly vypočteny v souladu s normou EN 843-5 [53].

5 Výsledky a diskuze

5.1 Mikrostruktura a střední velikost zrn

Po obrobení a slinutí vzorků SZ-3Y na různých teplotách byly vzorky tepelně naleptány, aby se zvýraznily hranice zrn a poté zvodivěny, aby bylo možné pozorovat jejich mikrostrukturu pomocí SEM. Na obrázcích 5.1 až 5.4 jsou zachyceny mikrostruktury jednotlivých vzorků. Tyto a další snímky byly podkladem pro určení střední velikosti zrna lineární průsečkovou metodou. V tabulce 5.1 jsou uvedeny střední velikosti zrn vzorků SZ-3Y, TZ-3YS-E 1450/2 a také střední velikosti zrn keramik ZrO₂ + 3 mol. % Y₂O₃ jiných autorů.

Tabulka 5.1 Střední velikost zrn slinutých 3Y-TZP keramik

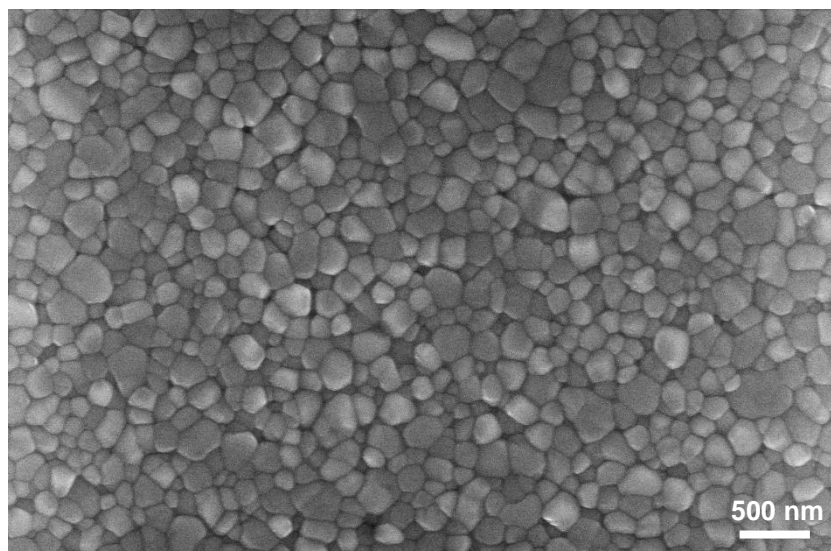
Vzorek	Slinovací teplota / výdrž (°C / hod)	Velikost zrna* (nm)	Zdroj, poznámky
SZ-3Y 1350/2	1350 / 2	146 ± 7	tato práce
SZ-3Y 1450/2	1450 / 2	210 ± 8	tato práce
SZ-3Y 1550/2	1550 / 2	382 ± 18	tato práce
TZ-3YS-E 1450/2	1450 / 2	290 ± 13	tato práce
Copran YZ	1450 / 2	130 ± 12	[54], práce neuvádí ¹
Ceramill Zi	1450 / 2	120 ± 10	[54], práce neuvádí ¹
ZR Disc CIP	1550 / 3	300 ± 51	[54], připraveny metodou CIP
TZ-3YB	1550 / 2	400 ⁺	[55], připraveny metodou CIP

* Velikost zrna je udána s 95% konfidenčním intervalem.

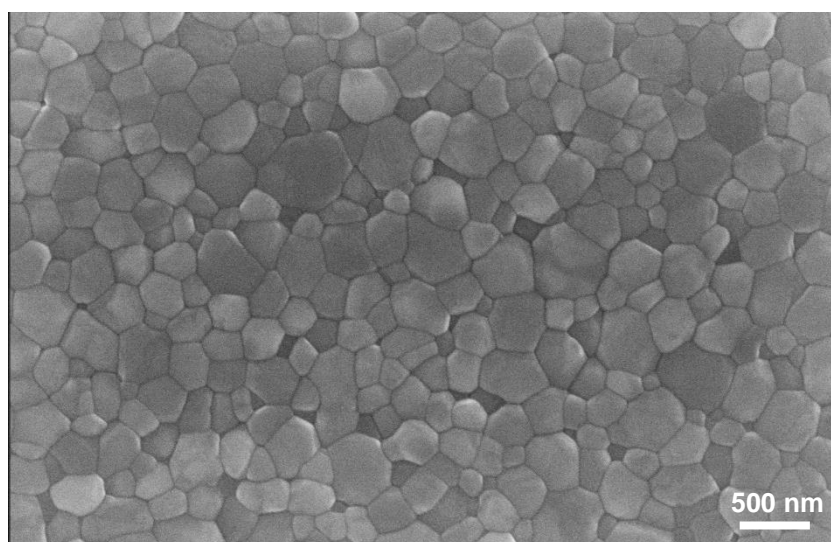
⁺ Konfidenční interval nebo jiné vyjádření chyby měření autor v práci [55] neuvádí.

¹ Podle stránek výrobců se jedná nejspíše o metodu CIP

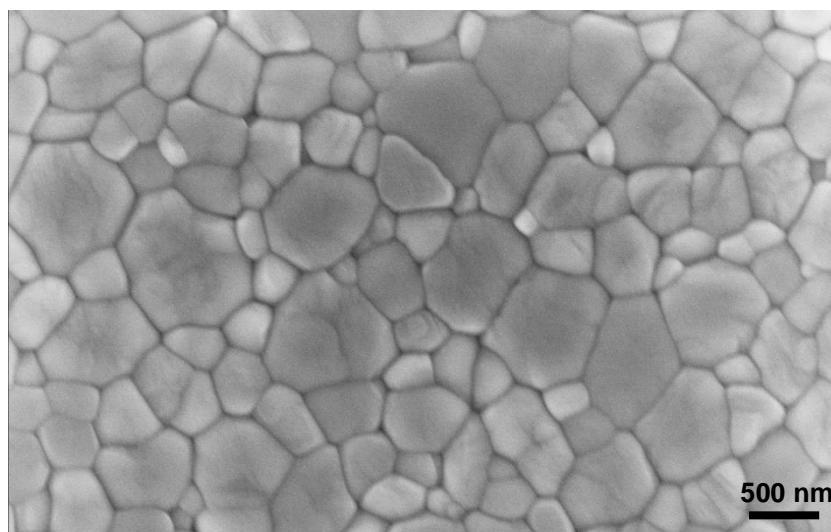
U vzorků SZ-3Y docházelo se zvyšující se teplotou slinování k nárůstu počtu zrn, při teplotě slinování 1350 °C byla průměrná velikost zrna 146 nm, při teplotě slinování 1450 °C došlo k nárůstu na 210 nm. Největší rozdíl byl mezi teplotami 1450 °C a 1550 °C, kde došlo k více než 80% nárůstu na hodnotu 382 nm. Při přímém srovnání vzorků SZ-3Y 1450/2 a TZ-3YS-E 1450/2, které byly připraveny totožně pouze z prášku jiného výrobce, dosáhl lepších hodnot vzorek SZ-3Y, zrna byla o zhruba 28 % menší při stejné teplotě slinování. Komerční vzorky z práce [54] Copran YZ a Cermill Zi dosahovaly hodnot velikosti zrn o 43 % a 39 % menších v porovnání se vzorkem SZ-3Y, všechny vzorky byly slinovány při teplotě 1450 °C po dobu dvou hodin. Zdroje [56, 57] uvádí, že menší velikosti zrna vedou k vyšší stabilitě tetragonální fáze v keramických materiálech. Vzorek SZ-3Y slinovaný při teplotě 1550 °C připravený metodou gelcasting dosáhl hodnot velikosti zrna 382 nm, vzorek TZ-3YB byl slinován za stejných podmínek, ale jinou metodou přípravy (CIP) dosáhl velikosti zrna 400 nm, největšího rozdílu bylo dosaženo u vzorku ZR Disc CIP připraveného metodou CIP, slinovaného při teplotě 1550 °C po dobu tří hodin dosahoval hodnot průměrné velikosti zrna 300 nm, ostatní vzorky byly slinovány pouze po dobu dvou hodin. Dá se předpokládat, že rozdílný prášek a doba výdrže na slinovací teplotě měly za následek zhruba 33% rozdíl ve velikosti zrna.



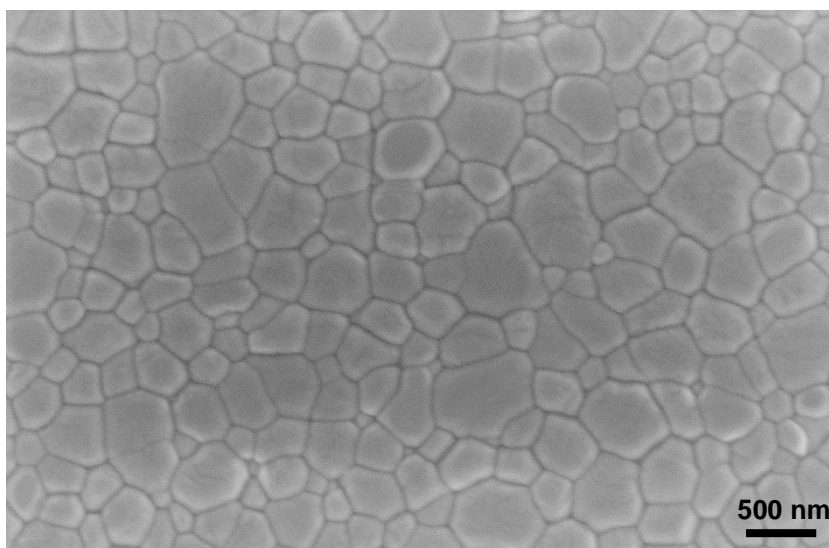
Obr. 5.1 Mikrostruktura vzorku SZ-3Y 1350/2.



Obr. 5.2 Mikrostruktura vzorku SZ-3Y 1450/2.

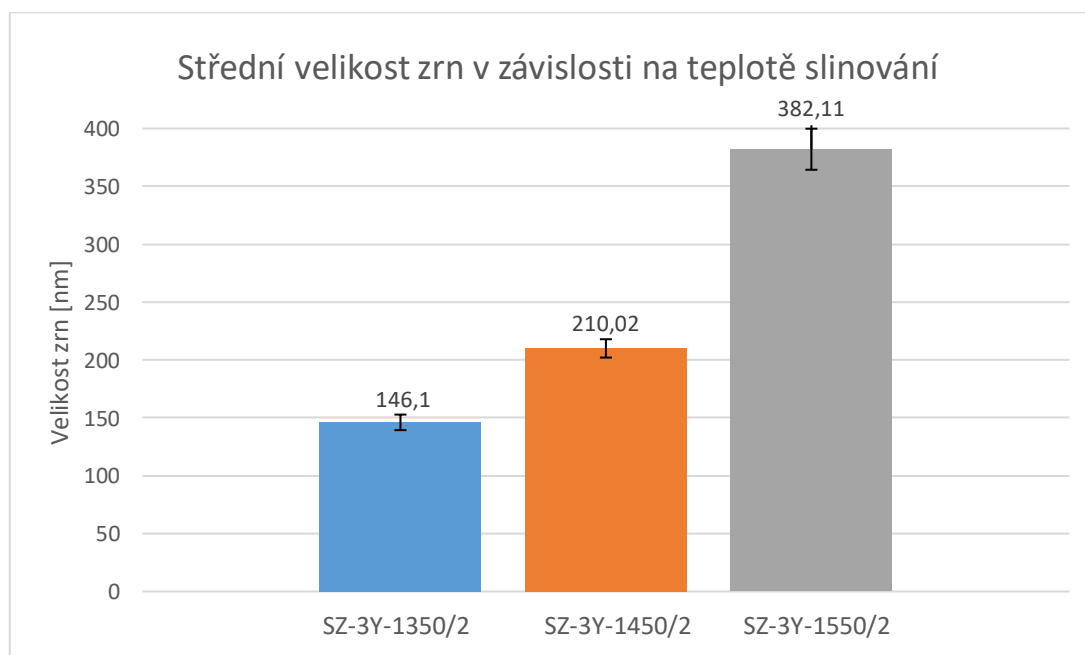


Obr. 5.3 Mikrostruktura vzorku SZ-3Y 1550/2.



Obr. 5.4 Mikrostruktura vzorku TZ-3YS-E 1450/2.

Z grafu na obrázku 5.5 je zřejmé, že se velikost zrna vzorků SZ-3Y významně měnila v závislosti na teplotě slinování. S rostoucí teplotou rostla i střední velikost zrn, přičemž zrna vzorku SZ-3Y 1550/2 byla větší přibližně 2,6krát oproti vzorku SZ-3Y 1350/2.



Obr. 5.5 Střední velikosti zrn v závislosti na slinovací teplotě. Chybové úsečky vyjadřují 95% konfidenční intervaly.

Dále byla na všech vzorcích stanovena hustota metodou nasákavosti (neslinuté vzorky s otevřenou pórovitostí) a Archimedovou metodou (slinuté vzorky s případnou uzavřenou pórovitostí). Relativní hustoty jsou uvedeny v tabulkách 5.2 a 5.3.

Tab. 5.2 Hustota neslinutých vzorků

Vzorek	Relativní hustota (% t. h.)
SZ-3Y-5 1000/1	54,66
TZ-3YS-E 900/1	50,75

Tab.5.3 Hustota slinutých vzorků

Vzorek	Relativní hustota (% t. h.)
SZ-3Y 1350/2	99,55 ± 0,41
SZ-3Y 1450/2	99,82 ± 0,48
SZ-3Y 1550/2	100,2 ± 0,23
TZ-3YS-E 1450/2	99,3 ± 0,15

*Relativní hustota je udána s 95% konfidenčním intervalem.

Při slinování u obou vzorků došlo vlivem slinování ke skoro 50% nárůstu hustoty. Vzorek SZ-3Y-5 měl pouze po vyžhání na 1000 °C o zhruba 5 % vyšší hustotu než vzorek TZ-3YS-E vyžháný na 900 °C. Při zvýšení teploty slinování docházelo už pouze ke zvýšení hustoty v desetinách procent. Nejvyšší hustoty bylo dosaženo u vzorku SZ-3Y při teplotě slinování 1550 °C.

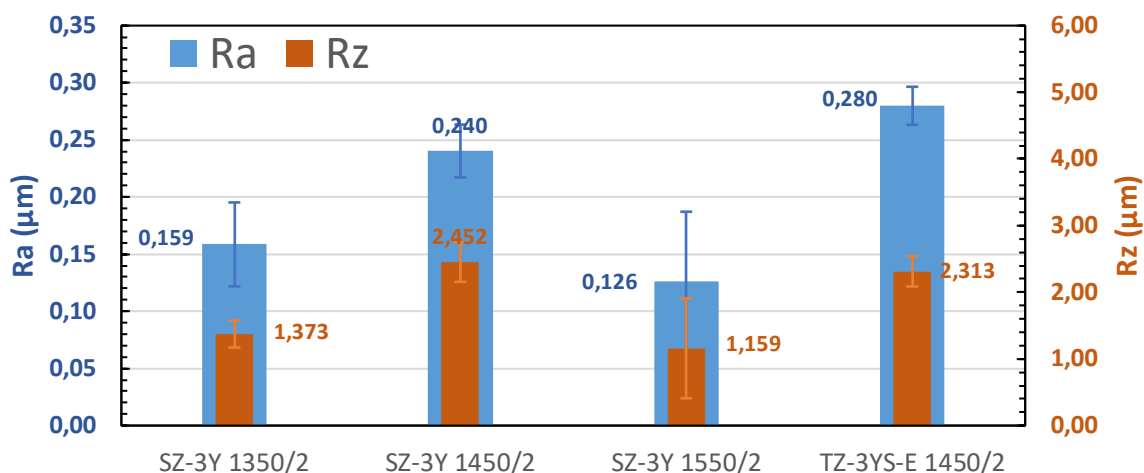
5.2 Drsnost

Hodnoty drsnosti povrchu naměřené pomocí kontaktní profilometrie jsou uvedeny v Tab. 5.4 níže. Zvýrazněné hodnoty drsnosti Ra a Rz s jejich konfidenčními intervaly pro jednotlivé teploty slinování byly zaneseny do grafu 5.2 a porovnány s materiálem vyrobeným z komerčně dostupného prášku ZrO₂ (TZ-3YS-E) od firmy Tosoh Corp.

Tab. 5.4 Naměřené hodnoty profilu drsnosti a jejich konfidenční intervaly.

Vzorek	Ra (nm)	Rv (μm)	Rp (μm)	Rz ISO (μm)
SZ-3Y-5 1000/1	205 ± 37	1,052 ± 0,197	0,856 ± 0,178	1,445 ± 0,202
SZ-3Y 1350/2	159 ± 23	1,025 ± 0,371	1,062 ± 0,530	1,373 ± 0,295
SZ-3Y 1450/2	240 ± 61	1,510 ± 0,436	2,275 ± 1,020	2,452 ± 0,749
SZ-3Y 1550/2	126 ± 17	0,755 ± 0,171	1,241 ± 0,643	1,159 ± 0,226
TZ-3YS-E 900/1	141 ± 31	0,555 ± 0,010	0,743 ± 0,247	1,175 ± 0,202
TZ-3YS-E 1450/2	280 ± 71	1,396 ± 0,138	1,777 ± 0,800	2,313 ± 0,244

Hodnoty uvedeny vč. 99% konfidenčního intervalu.



Graf 5.2 Porovnání parametru drsnosti Ra a nejvyšší výšky profilu Rz u slinutých vzorků z prášku ZrO_2 (SZ-3Y) a komerčně dostupného prášku ZrO_2 (TZ-3YS-E).

Při porovnání hodnot drsností jednotlivých vzorků z Tab. 5.2 dosahuje nejlepších výsledků s hodnotou Ra 126 ± 17 nm a Rz $1,159 \pm 0,226$ μm vzorek SZ-3Y slinutý při teplotě 1550 °C, z těchto hodnot můžeme usoudit, že pokud požadujeme co nejlepší povrch vzorku, je vhodné slinovat právě při teplotě 1550 °C. Naopak nejhorších hodnot bylo dosaženo u vzorku SZ-3Y i vzorku TZ-3YS-E při teplotě slinování 1450 °C, kde došlo k výraznému nárůstu hodnoty drsnosti, není zcela jasné, jestli byly dodrženy stejné podmínky obrábění jako u teplot 1350 °C a 1550 °C, z dosavadních výsledků se při požadavku co nejmenší drsnosti jeví jako nevhodná. U vzorku SZ-3Y při teplotě slinování 1450 °C byly hodnoty Ra 240 ± 61 nm a Rz $2,452 \pm 0,749$, u vzorku TZ-3YS-E Ra 280 ± 71 a Rz $2,313 \pm 0,244$ μm . Lepších výsledků se dosáhlo při teplotě slinování 1350°C.

Ze vzorků, které byly pouze vyžihány, dosáhl dobrých výsledků vzorek TZ-3YS-E vyžiháný na teplotu 900 °C, konkrétní hodnoty Ra 141 ± 31 nm a Rz $1,175 \pm 0,202$ μm . Tento výsledek byl druhý nejlepší v celém měření. Vzorek SZ-3Y, který byl vyžiháný na teplotu 1000 °C nedosáhl dobrých výsledků. Důvodem horších parametrů drsnosti u vzorku SZ-3Y 1000/1 oproti vzorku TZ-3YS-E 900/1 může být vyšší pevnost neslinutého keramického polotovaru, (což je diskutováno v další kapitole této práce). Právě vyšší pevnost neslinutého obrobku může zapříčinit, že při odebrání materiálu z obrobku dojde k vyštípávání většího objemu keramických zrníček, která jsou mnohem soudržnější a celá struktura je tedy pevnější, než je tomu u polotovarů vyžiháných na nižší teplotu [48].

5.3 Mechanické vlastnosti

Pevnost byla měřena pomocí biaxiálního ohybu metodou B3B a následně k ní byly dopočítány Weibullové parametry.

Tabulka 5.5 Pevnost neslinitých vzorků

Vzorek	n	Průměrná pevnost (MPa)
SZ-3Y 1000/1	6	27 ± 6
TZ-3YS-E 900/1	10	18 ± 3

Pevnost uvedena vč. 95% konfidenčního intervalu.

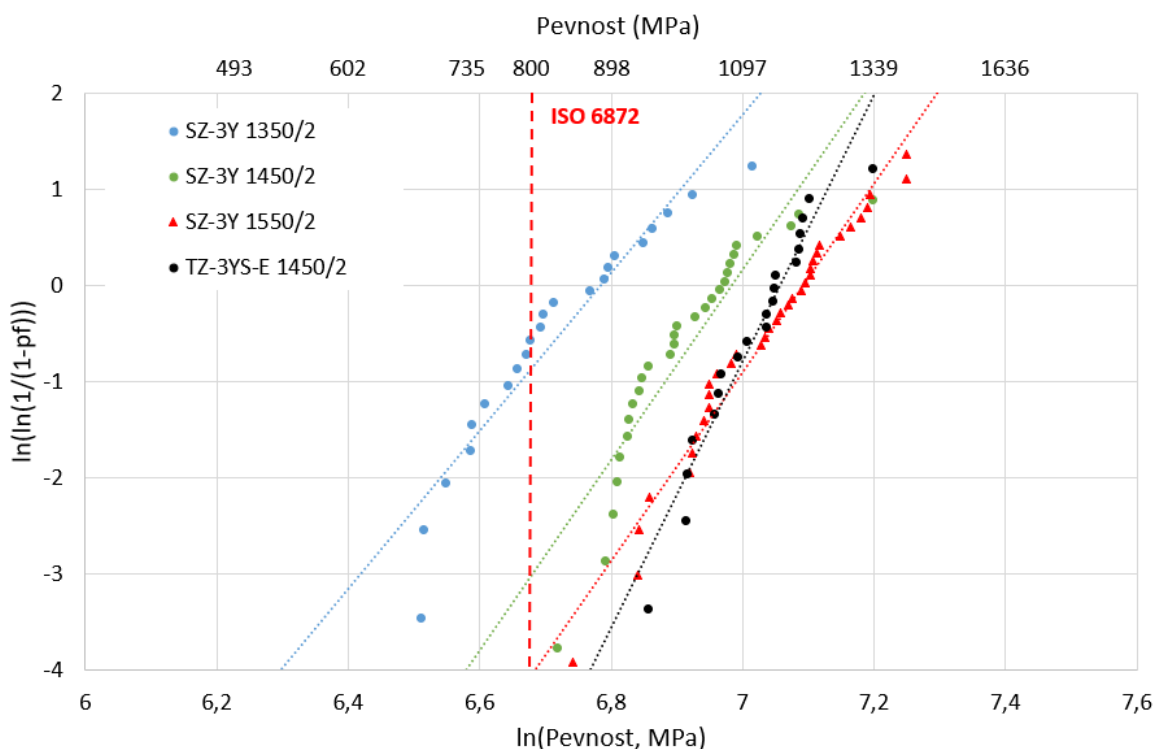
Při porovnání pevnosti neslinitých vzorků dosahoval vzorek SZ-3Y 1000/1 zhruba o 50 % vyšších hodnot, a to konkrétně 27 ± 6 MPa. Tato vyšší hodnota oproti vzorku TZ-3YS-E 900/1 byla nejspíše velmi ovlivněna jinou žíhací teplotou u obou vzorků.

Tabulka 5.6 Pevnost slinitých vzorků

Vzorek	n	Průměrná pevnost (MPa)	Weibullové charakteristiky	
			Modul m (-)	Char. pevnost σ_0 (MPa)
SZ-3Y 1350/2	22	835 ± 51	6.92 ^{+2.89} _{-2.12}	886 ⁺⁶³ ₋₆₀
SZ-3Y 1450/2	33	1001 ± 46	8.26 ^{+2.86} _{-2.21}	1063 ⁺⁵³ ₋₅₂
SZ-3Y 1550/2	35	1184 ± 37	9.01 ^{+2.88} _{-2.21}	1203 ⁺⁵⁰ ₋₄₉
TZ-3YS-E 1450/2	20	1120 ± 43	11.7 ^{+5.30} _{-3.70}	1162 ⁺⁵¹ ₋₄₉

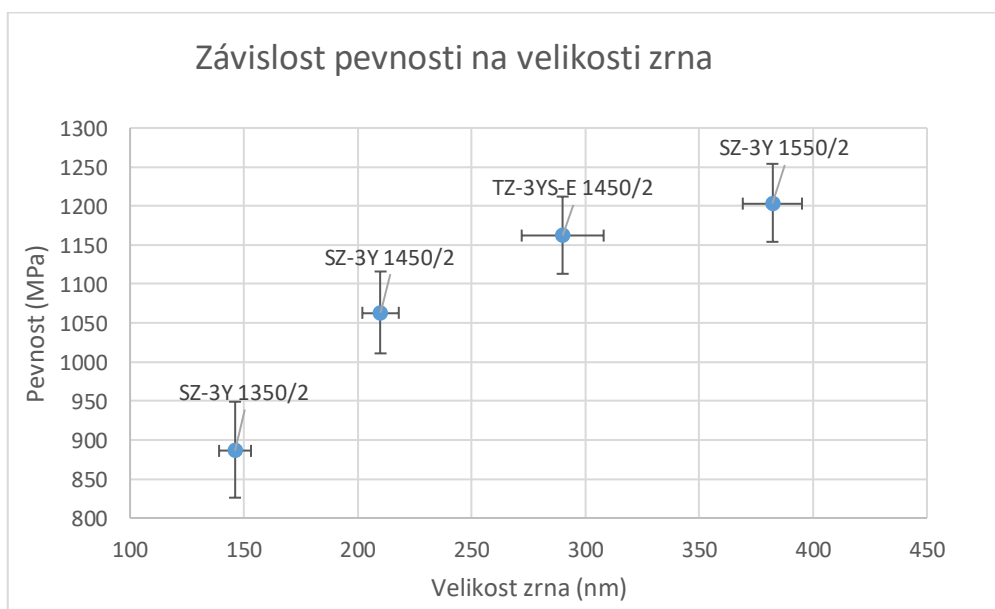
Pevnost uvedena vč. 95% konfidenčního intervalu.

Porovnáním pevností slinitých vzorků z Tab. 5.6 je patrné, že se zvyšující se slinovací teplotou roste pevnost vzorku. U vzorku SZ-3Y se pevnost postupně zvyšovala a maximální hodnoty charakteristické pevnosti 1203 MPa bylo dosaženo při teplotě slinování 1550 °C a výdrži na této teplotě po dobu dvou hodin. Při srovnání vzorků SZ-3Y a TZ-3YS-E slinovaných při teplotě 1450 °C po dobu dvou hodin vykazoval větší charakteristickou pevnost vzorek TZ-3YS-E a to konkrétně 1162 MPa, tato hodnota byla o 100 MPa vyšší než u vzorku SZ-3Y. Tento rozdíl byl způsobem rozdílnými prášky pro přípravu těchto vzorků.



Graf. 5.3 Porovnání pevností jednotlivých vzorků

Z grafu 5.3 je možné vyčíst jednotlivé pevnosti vzorků, graf je upraven o minimální hodnotu 800 MPa, která je podle normy ISO 6872 [58] minimální pevností pro přípravu zubních můstků o čtyřech a více členech (počet nahrazených zubů v můstku). Některé vzorky SZ-3Y slinované při teplotě 1350 °C po dobu dvou hodin tomuto požadavku nevyhověly, proto je důležité slinovat na vyšších teplotách.



Graf 5.4 Závislost pevnosti na velikosti zrna, doplněno o konfidenční intervaly

V grafu 5.4 je uveden vliv pevnosti vzorku na velikosti zrna, z tohoto grafu je patrné, že se zvyšující se průměrnou velikostí zrna se zvyšuje i charakteristická pevnost.

6 Závěr

Z dosažených výsledků velikosti zrn můžeme říct, že se zvyšující se teplotou slinování roste velikost zrna. Nejvyšších hodnot dosahovaly vzorky slinuté na 1550 °C. U vzorku SZ-3Y došlo při zvednutí teploty slinování z 1350 °C na 1550 °C k nárůstu velikosti zrn 2,6krát. U komerčních materiálů (Copran YZ a Ceramill Zi) studovaných v práci [54] a slinutých při stejné teplotě (1450 °C), byla velikost zrna kolem 130 nm, zatímco vzorky SZ-3Y zkoumané v této práci měly při stejné teplotě slinování velikost zrna 210 nm. Nižších hodnot velikosti zrna dosáhl také materiál ZR DISK CIP [54], který byl oproti ostatním vzorkům slinovaný na teplotě 1550 °C, ale po dobu 3 hodin, ostatní vzorky 2 hodiny. Z dosažených výsledků v porovnání s komerčními materiály lze říct, že na velikost zrna má také podstatný vliv metoda přípravy. Vzorky vyrobené pro tuto práci byly připraveny pomocí metody gelcasting, většina vzorků, s kterými bylo porovnáváno a výrobce to uváděl byly vyrobeny pomocí metody CIP. U mikrostruktury byla měřena hustota vzorků před a po slinování. Vzorky v neslinutém stavu se vyznačovaly zhruba 50% teoretickou hustotou. Po slinování vzorky dosahovaly téměř 100% teoretické hustoty.

Nejlepších hodnot drsnosti $Ra\ 126 \pm 17\ \text{nm}$ dosahoval vzorek SZ-3Y slinutý při teplotě 1550°C. Opět zde platilo, že s vyšší slinovací teplotou bylo dosaženo lepších výsledků u všech vzorků. Zvláštní chování bylo pozorováno při teplotách slinování 1450 °C, kdy došlo k nárůstu hodnot drsnosti, příčina tohoto jevu není známa. U vyžíhaných a neslinutých vzorků dosáhl vyšších hodnot drsnosti vzorek TZ-3YS E vyžíhaný na 900 °C i přes nižší žíhací teplotu, než byla zvolena pro vzorek SZ-3Y.

Pevnost byla měřena u neslinutých a slinutých vzorků. V neslinutém stavu dosáhl vyšších hodnot vzorek SZ-3Y o 50 % oproti vzorku TZ-3YS E, tento rozdíl vedl k lepší manipulační pevnosti vzorku SZ-3Y. Opět bylo možné pozorovat závislost pevnosti na slinovací teplotě. Největší charakteristické pevnosti dosáhl vzorek SZ-3Y slinutý na 1550 °C, konkrétní hodnota byla 1203 MPa. Při porovnání vzorků SZ-3Y a TZ-3YS E dosáhl druhý zmíněný vzorek při teplotě slinování 1450 °C vyšších hodnot charakteristické pevnosti o 100 MPa. Z naměřených výsledků a grafů vyplývá, že se zvyšující se velikostí zrna dochází k nárůstu pevnosti.

7 Reference

- [1] GILISSEN, R., ERAUW, J. P., SMOLDERS, A., VANSWIJGENHOVEN, E., LUYTEN, J. Gelcasting, a near net shape technique, *Materials & Design*, [online]. 2000, 21 (4), 251-257 [cit. 2020-16-6]. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(99\)00075-8](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(99)00075-8). ISSN 0261-3069. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306999000758>
- [2] MOHANTY, S., RAMESHBABU, A. P., MANDAL, S., SU, B., DHARA, S. Critical issues in near net shape forming via green machining of ceramics: A case study of alumina dental crown, *Journal of Asian Ceramic Societies*, [online]. 2013, 1(3), 274-281 [cit. 2020-3-3]. DOI: 10.1016/j.jascer.2013.06.005. ISSN 2187-0764. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2187076413000419>
- [3] MOHANTY, S., RAMESHBABU, A. P., DHARA, S. Net shape forming of green alumina via CNC machining using diamond embedded tool, *Ceramics International*, [online]. 2013, 39(8), 8995-8993 [cit. 2020-3-3]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2013.04.099. ISSN 0272-8842. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884213005002>
- [4] LIU, J., CAMFIELD, R. Machinability experimental study of sintered alumina (Al₂O₃) ceramics material by chemical vapor deposition diamond coating milling tools, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, [online]. 2014, 229(9), 1535-1546 [cit. 2020-6-11]. DOI: 10.1177/0954405414539496. ISSN 0954-4054. Dostupné z: <https://doi.org/10.1177/0954405414539496>
- [5] NG, S. H., HULL, J. B., HENSHALL, J. L. Machining of novel alumina/cyanoacrylate green ceramic compacts, *Journal of Materials Processing Technology*, [online]. 2006, 175(1), 299-305 [cit. 2020-6-11]. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2005.04.055. ISSN 0924-0136. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013605004097>
- [6] PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu II*; 2., opr. a rozš. vyd. ed.; Brno : CERM: Brno, 2002, 392 s. : il. ; 25 cm. ISBN 80-7204-248-3.
- [7] CALLISTER, W. D. *Fundamentals of materials science and engineering : an integrated approach : international student version*; 5th edition. ed.; Singapore : John Wiley & Sons: Singapore, 2016, 960 s. ISBN 978-1-119-24925-2.
- [8] CALLISTER, W. D. *Fundamentals of materials science and engineering : an integrated approach*; 4th ed. ed.; Hoboken, N.J. : John Wiley & Sons: Hoboken, N.J., 2012, ISBN 978-1118061602.
- [9] RÁČKOVÁ, J. In *Optimalizace obrábění keramických polotovarů*; Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství: 2018.
- [10] PRAJZLER, V. In *Rychlé slinování pokročilých keramických materiálů*; Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství: 2015.
- [11] RING, T. A. In *Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis*; RING, T. A., Ed.; Academic Press: San Diego, 1996, p 961, ISBN 978-0-12-588930-8.
- [12] TRUNEC, M., MACA, K. *Chapter 7 - Advanced Ceramic Processes*; Butterworth-Heinemann: Oxford, 2014, 123 s. ISBN 978-0-12-394619-5.
- [13] TRUNEC, M. *Technologie nekovových materiálů*, 2010, [cit. 2020-03-13]
- [14] BLAŽEK, M. In *CNC technologie obrábění*; Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství: 2014.
- [15] *Trendy v povlakování slinutých karbidů. MM spektrum* [online]. [cit. 2020-4-23]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/trendy-v-povlakovani-slinutych-karbidu.html>
- [16] BUKÁČEK, Z. In *Technologie obrábění tvrdých materiálů nástroji s definovanou geometrií břitu*; Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství: 2009.
- [17] PLÁNIČKA, F. *PKD a CBN nástroje* [online]. [cit. 2019-11-30]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/pkd-a-cbn-nastroje.html>

- [18] *Katalog PDF frézy Navel CZ. Navel* [online]. [cit. 2020-4-23]. Dostupné z: <https://navel.cz/wp-content/uploads/2019/05/Katalog-PKD-fr%C3%A9zy-Navel-CZ.pdf>
- [19] *Speciální PKD, CBN a diamantové nástroje* [online]. [cit. 2019-11-30]. Dostupné z: <https://navel.cz/wp-content/uploads/2019/05/Katalog-PKD-fr%C3%A9zy-Navel-CZ.pdf>
- [20] JANSSEN, R., SCHEPPOKAT, S., CLAUSSEN, N. Tailor-made ceramic-based components—Advantages by reactive processing and advanced shaping techniques, *Journal of the European Ceramic Society*, [online]. 2008, 28(7), 1369-1379 [cit. 2020-6-23]. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.12.022. ISSN 0955-2219. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221907006115>
- [21] DHARA, S., SU, B. Green Machining to Net Shape Alumina Ceramics Prepared Using Different Processing Routes, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, [online]. 2005, 2(3), 262-270 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1111/j.1744-7402.2005.02021.x. ISSN 1546-542X. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1744-7402.2005.02021.x>
- [22] PAVLŮ, O. In *Obrábění keramiky VŠB - Technická universita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra obrábění a montáže*, 2009.
- [23] ZENG, W., LI, Z., XU, X., PEI, Z. J., LIU, J., PI, J. Experimental Investigation of Intermittent Rotary Ultrasonic Machining, *Key Engineering Materials - KEY ENG MAT*, [online]. 2008, 359-360, 426-430 [cit. 2020-6-21]. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.359-360.425. Dostupné z: <https://www.scientific.net/KEM.359-360.425>
- [24] CHRYSSOLOURIS, G., ANIFANTIS, N., KARAGIANNIS, S. Laser Assisted Machining: An Overview, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, [online]. 1997, 119(4B), 766-769, [cit. 2020-6-15]. DOI: 10.1115/1.2836822. ISSN 1087-1357. Dostupné z: <https://doi.org/10.1115/1.2836822>
- [25] DAHOTRE, N., HARIMKAR, S. Laser Fabrication and Machining of Materials, *Laser Fabrication and Machining of Materials*, by N.B. Dahotre and S. Harimkar. Berlin: Springer, 2008. ISBN: 978-0-387-72343-3, 2008
- [26] LI, Z. C., JIAO, Y., DEINES, T. W., PEI, Z. J., TREADWELL, C. Rotary ultrasonic machining of ceramic matrix composites: feasibility study and designed experiments, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, [online]. 2005, 45(12), 1402-1411 [cit. 2020-3-13]. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2005.01.034. ISSN 0890-6955. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0890695505000441>
- [27] KARNER, J., PEDRAZZINI, M., REINECK, I., SJOSTRAND, M. E., BERGMANN, E. CVD diamond coated cemented carbide cutting tools, *Materials Science and Engineering: A*, [online]. 1996, 209(1), 405-413 [cit. 2020-6-16]. DOI: 10.1016/0921-5093(95)10140-3. ISSN 0921-5093. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0921509395101403>
- [28] BIFANO, T. G., DOW, T. A., SCATTERGOOD, R. O. Ductile-Regime Grinding: A New Technology for Machining Brittle Materials, *Journal of Engineering for Industry*, [online]. 1991, 113(2), 184-189 [cit. 2020-6-16]. DOI: 10.1115/1.2899676. ISSN 0022-0817. Dostupné z: <https://doi.org/10.1115/1.2899676>
- [29] KRESA, J. In *Studie obrábění keramických materiálů broušením; Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství*: 2014.
- [30] MENČÍK, J. *Pevnost a lom skla a keramiky*; Vyd. 1. ed.; Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury: Praha, 1990, 389 s. : obr., čb. fot., tabulky, grafy. ISBN 80-03-00205-2.
- [31] LED professional review : trends & technologie for future lighting solutions, *LED professional review : trends & technologie for future lighting solutions.*, [online]. 2009, 12 [cit. 2020-3-13]. ISSN 1993-890X. Dostupné z: <https://www.led-professional.com/downloads>
- [32] DORAZIL, E. *Nauka o materiálu I : přednášky*; Vyd. 2., nezměn. ed.; Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury: Praha, 1986, 247 s. : obr, tabulky, grafy.

- [33] NUNOMURA, S., NAKAYAMA, J., ABE, H., KAMIGAITO, O., TAKAHARA, K., MATSUSUE, K. In *Advanced Technical Ceramics*; SŌMIYA, S., Ed.; Academic Press: 1989, 223-258 s. ISBN 978-0-12-654630-9.
- [34] BĚHÁLEK, L. *Polymery publi.cz*, 2015, ISBN 978-80-88058-68-7.
- [35] SHETTY, D., ROSENFELD, A. R., MCGUIRE, P., BANSAL, G. K., DUCKWORTH, W. H. Biaxial Flexure Test for Ceramics, *Am. Ceram. Soc. Bull.; (United States)*, [online]. 2002, 59(12), [cit. 2020-6-16]. Dostupné z: <https://www.researchgate.net/publication/236381914>
- [36] DANZER, R., HARRER, W., SUPANCIC, P., LUBE, T., WANG, Z., BOERGER, A. The Ball on Three Balls Test–Strength and Failure Analysis of Different Materials, *Journal of the European Ceramic Society*, [online]. 2007, 27, 1481-1485 [cit. 2020-6-17]. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2006.05.034. ISSN 0955-2219. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221906003669>
- [37] BÖRGER, A., SUPANCIC, P., DANZER, R. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc, *Journal of the European Ceramic Society*, [online]. 2002, 22 (9), 1425-1436 [cit. 2020-6-10]. DOI: 10.1016/S0955-2219(01)00458-7. ISSN 0955-2219. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221901004587>
- [38] WEIBULL, W. *A Statistical Theory of the Strength of Materials*; Generalstabens litografiska anstalts förlag, 1939, ISSN 0368-069X.
- [39] BOTHE, O. *Strojírenská technologie II*; SNTL: Praha, 1982; Vol. Druhé vydání, ISBN 04-202-82.
- [40] HLUCHÝ, M. *Strojírenská technologie 1. 1. díl, Nauka o materiálu*; 4. revidované vydání. ed.; Praha : Scientia: Praha, 2007, 266 s. ISBN 978-80-86960-26-5.
- [41] QUINN, G. Hardness testing of ceramics, *Advanced Materials and Processes*, [online]. 1998, 154, 23-27 [cit. 2020-6-20]. Dostupné z: <https://www.researchgate.net/publication/285641328>
- [42] RUŽBAŠAN, J. In *Vliv aplikovaného zatížení na hodnoty tvrdosti*; VŠB - Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství: 2017.
- [43] *Zkouška tvrdosti podle Knoopu. Hanyko Praha* [online]. [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: <https://www.hanyko-praha.cz/produkty/tvrdomery/co-je-tvrдост-a-jak-se-meri/zkouska-tvrdsti-podle-knoopu/>
- [44] TYKAL, M. *Normalizace struktury povrchu, současný stav a trendy vývoje* [online]. [cit. 2020-05-23]. Dostupné z: http://gps.fme.vutbr.cz/STAH_INFO/41_Tykal_TNK7.pdf.
- [45] SVOBODA, P. *Základy konstruování*; Doplněné vydání. ed.; Brno : Akademické nakladatelství CERM: Brno, 2016, 230 stran : ilustrace. ISBN 978-80-7204-921-9.
- [46] ASTM E1382-97(2015), Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, www.astm.org.
- [47] ČSN EN ISO 643:2013 *Ocel - Mikrografické stanovení velikosti zrn. Červenec 2013*.
- [48] KASTYL, J., CHLUP, Z., STASTNY, P., TRUNEC, M. Machinability and properties of zirconia ceramics prepared by gelcasting method, *Advances in Applied Ceramics*, 2019, 1-9 [cit. 2019-11-06]. DOI: 10.1080/17436753.2019.1675402. ISSN 1743-6753. Dostupné z: <https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/17436753.2019.1675402>
- [49] ČSN EN ISO 623-2:1995 *Speciální technická keramika - Monolitická keramika - Všeobecné a strukturální vlastnosti - Část 2: Stanovení hustoty a pórovitosti. Září 1995*.
- [50] EN ISO 4287:1997, Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Terms, definitions and surface texture parameters, Geneva: International Organisation for Standardization, 1998

- [51] EN ISO 4288:1998, Geometric Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Rules and procedures for the assessment of surface texture, Geneva: International Organisation for Standardization, 1998.
- [52] *Gwyddion software (GNU GPL license), version 2.49*. Dostupné z: <http://gwyddion.net/>.
- [53] ENV 843-5:1995, Advanced technical ceramics - Monolithic ceramics- Mechanical tests at room temperature - Part 5: Statistical analysis. Brussels : CEN, November 1996.
- [54] STAWARCZYK, B., EMSLANDER, A., ROOS, M., SENER, B., NOACK, F., KEUL, C. Zirconia ceramics, their contrast ratio and grain size depending on sintering parameters, *Dental materials journal*, [online]. 2014, 33, 441-448 [cit. 2020-6-24]. DOI: 10.4012/dmj.2014-056. Dostupné z: <https://www.researchgate.net/publication/263712212>
- [55] TRUNEC, M. Effect of grain size on mechanical properties of 3Y-ZTP ceramics *Ceramics-Silikáty*, [online]. 2008, 52(3), 165-171 [cit. 2020-6-24]. ISSN 1804-5847. Dostupné z: https://www.irsm.cas.cz/materialy/cs_content/2008/Trunec_CS_2008_0000.pdf
- [56] STAWARCZYK, B., ÖZCAN, M., HALLMANN, L., ENDER, A., MEHL, A., HÄMMERLET, C. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio, *Clinical oral investigations*, [online]. 2012, 17, 269-274 [cit. 2020-6-25]. DOI: 10.1007/s00784-012-0692-6. Dostupné z: <https://www.researchgate.net/publication/221854990>
- [57] MASAKI, T. Mechanical Properties of Y2O3-Stabilized Tetragonal ZrO2 Polycrystals After Aging at High Temperature, *Journal of the American Ceramic Society*, [online]. 2005, 69, 519-522 [cit. 2020-4-12]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1986.tb04786.x. Dostupné z: <https://www.researchgate.net/publication/230411852>
- [58] STANDARDIZATION, I. O. F., TECHNICAL COMMITTEE ISO/TC 106, D. *Dentistry: Ceramic Materials (ISO 6872:2015)*; European Committee for Standardization, 2015.