

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS AND SCIENCE

NÍZKOTEPLTNÍ ZKOUŠKY A LOMOVÁ HOUŽEVNATOST VYBRANÝCH KERAMICKÝCH MATERIÁLŮ

LOW TEMPERATURE TESTS AND FRACTURE TOUGHNESS OF SELECTED CERAMIC
MATERIALS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTERS'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. BRANISLAV BECK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. ZDENĚK CHLUP, Ph.D.

BRNO 2015

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2014/15

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Branislav Beck

který/která studuje v **magisterském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

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 diplomové práce:

Nízkoteplotní zkoušky a lomová houževnatost vybraných keramických materiálů

v anglickém jazyce:

Low temperature tests and fracture toughness of selected ceramic materials

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Nově vyvíjený materiál na bázi Si₃N₄ pro použití jako materiál válce válcovací stolice bude zkoumán v rámci evropského projektu RoLiCer z pohledu jeho nízkoteplotního lomového chování. Práce budou orientovány na vývoj metodiky zkoušek do -50°C, hodnocení lomové houževnatosti a interpretaci získaných výsledků. Dalším materiálem, který může být hodnocen, je karbid křemíku, ze kterého jsou firmou CERAMTEC vyráběny některé komponenty určené pro nízkoteplotní aplikace. Jeho zahrnutí do diplomové práce bude záviset na nasazení a pokroku diplomanta.

Cíle diplomové práce:

Cílem práce bude vyvinout a realizovat postup zkoušení keramik při nízkých teplotách a provést základní interpretaci získaných výsledků.

Seznam odborné literatury:

- [1] Dlouhy I. et al. Kovové materiály, 1994, 32, 3-13.
- [2] Anderson, T.L.: Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, 3rd ed., 2005, CRC Press, 2005.
- [3] Chlup Z. et al., Zpráva pro CERAMTEC, Šumperk, 2013

Vedoucí diplomové práce: Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2014/15.

V Brně, dne 10. 2. 2015



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katoňický, Ph.D.
děkan

ABSTRAKT

Diplomová práca sa zaoberá určovaním lomovej húževnatosti sintrovaného karbidu kremíka a liateho čadiča za využitia vzoriek s rovným vrubom (SEVNB) a chevronovým vrubom (CNB) pri izbovej a znížených teplotách. Úvodné kapitoly teoretickej časti práce rozdeľujú keramické materiály do základných skupín a charakterizujú ich použitie. V nasledujúcich kapitolách sú popísané základy lomovej mechaniky keramických materiálov a skúšanie lomovej húževnatosti týchto materiálov rôznymi metódami. Posledná kapitola teoretickej časti práce sa zaoberá popisom štruktúry a vlastností karbidu kremíka. Experimentálna časť diplomovej práce sa v úvode zaoberá použitými metódami charakterizácie vybraných materiálov z hľadiska ich mikroštruktúry a lomového chovania. Detailne popisuje prípravu vzoriek ako aj priebeh skúšania a vyhodnocovania lomovej húževnatosti sintrovaného karbidu kremíka a liateho čadiča pri izbovej teplote a najmä pri teplote $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Diskusia sa zameriava na zhodnotenie nadobudnutých výsledkov s ohľadom na možné nepresnosti meraní a vplyvu použitej metódy skúšania. Bolo zistené, že zníženie teploty vykonávania skúšok je sprevádzané rozdielom v hodnotách lomovej húževnatosti. Tento rozdiel je závislý jednak na použitej metóde hodnotenia lomovej húževnatosti a aj na študovanom materiáli. V závere práce sú sumarizované zásadné výsledky získané v priebehu experimentálnych prác.

KLÚČOVÉ SLOVÁ

Lomová húževnatosť, trhlina, keramika, karbid kremíka, liaty čadič, znížená teplota, fraktografia

ABSTRACT

Diploma thesis deals with the determination of fracture toughness values of sintered silicon carbide and casted basalt using both the Single Edge V-Notch Beam (SEVNB) and the Chevron Notched Beam (CNB) methods at room and cryogenic temperatures. The first part of this thesis offers general overview and categorization of ceramic materials. Fracture mechanics of the ceramic materials and available fracture toughness testing methods are discussed in following chapters. The last section in the theoretical part is aimed to the microstructure and properties of the silicon carbide. Experimental part of the work summarizes methods used for characterization of selected materials from the microstructural and fracture point of view. Preparation of samples for microstructural observation and samples for fracture toughness determination are described in details. The results of the fracture toughness data for sintered silicon carbide and cast-basalt obtained at room temperature and at $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ are displayed. Consideration of possible measurements errors and application of various fracture toughness testing methods are discussed in the next chapter of this work. The difference in the fracture toughness values with the decrease of testing temperature was found. The difference depends on both, the used method of fracture toughness determination and the material used for the tests. The most important results gained during the experimental work are summarized in the chapter "Conclusions".

KEYWORDS

Fracture toughness, flaw, ceramics, silicon carbide, cast basalt, low temperature, fractography

BIBLIOGRAFICKÁ CITÁCIA

BECK, B. *Nízkoteplotní zkoušky a lomová houževnatost vybraných keramických materiálů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2015. 99 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

PREHLÁSENIE

Prehlasujem, že som diplomovou práci na tému *Nízkoteplotní zkoušky a lomová houževnatost vybraných keramických materiálů* vypracoval samostatne s použitím odbornej literatúry a prameňov, uvedených v zozname, ktorý tvorí prílohu tejto práce.

V Brne dňa: 29.5.2015

.....

Bc. Branislav Beck

POĎAKOVANIE

Rád by som sa poďakoval vedúcemu svojej diplomovej práce Ing. Zdeňku Chlupovi Ph.D. za pomoc a ochotu pri riešení tejto diplomovej práce. Takisto by som sa chcel poďakovať aj Skupine krehkého lomu na ÚFM AV ČR v Brně za poskytnutie zázemia, prístrojového vybavenia a pomoci pri realizácii mojej diplomovej práce. Poďakovanie patrí v neposlednom rade aj mojej rodine, ktorá ma podporovala počas celého štúdia.

OBSAH

1	ÚVOD.....	13
2	TEORETICKÁ ČASŤ.....	15
2.1	HISTÓRIA VYUŽITIA KERAMICKÝCH MATERIÁLOV.....	15
2.2	ROZDELENIE KERAMICKÝCH MATERIÁLOV.....	16
2.2.1	<i>Rozdelenie keramických materiálov na základe využitia.....</i>	<i>16</i>
2.2.2	<i>Rozdelenie keramických materiálov na základe chemického zloženia.....</i>	<i>17</i>
2.3	LOM KERAMICKÝCH MATERIÁLOV.....	20
2.3.1	<i>Griffithova teória.....</i>	<i>20</i>
2.3.2	<i>Faktor intenzity napätia a lomová húževnatosť.....</i>	<i>22</i>
2.4	SKÚŠANIE LOMOVEJ HÚŽEVNATOSTI KERAMÍK.....	25
2.4.1	<i>Ohybové skúšky telies s mechanicky vytvoreným vrubom.....</i>	<i>25</i>
2.4.2	<i>Ohybové skúšky telies s indentačne vytvorenou počiatočnou trhlinou.....</i>	<i>29</i>
2.4.3	<i>Indentačné skúšky založené na meraní dĺžky povrchovej trhliny.....</i>	<i>32</i>
2.5	ZMENA VLASTNOSTÍ VPLYVOM ZMIEN TEPLoty.....	34
2.5.1	<i>Odolnosť voči teplotným šokom.....</i>	<i>36</i>
2.6	RAST PODKRITICKY DLHEJ TRHLINY.....	37
2.7	KARBID KREMÍKA.....	39
2.7.1	<i>Štruktúra karbidu kremíka.....</i>	<i>39</i>
2.7.2	<i>Chemické vlastnosti karbidu kremíka.....</i>	<i>41</i>
2.7.3	<i>Teplné a teplotné vlastnosti karbidu kremíka.....</i>	<i>41</i>
2.7.4	<i>Mechanické vlastnosti karbidu kremíka.....</i>	<i>41</i>
2.7.5	<i>Použitie karbidu kremíka.....</i>	<i>42</i>
2.7.6	<i>Degradácia karbidu kremíka vplyvom rôznych prostredí.....</i>	<i>42</i>
3	CIELE PRÁCE.....	45
4	EXPERIMENTÁLNA ČASŤ.....	47
4.1	MATERIÁL.....	47
4.1.1	<i>Karbid kremíka.....</i>	<i>47</i>
4.1.2	<i>Tavený čadič.....</i>	<i>47</i>
4.1.3	<i>Príprava výbrusov.....</i>	<i>48</i>
4.1.4	<i>Pozorovanie mikroštruktúry.....</i>	<i>49</i>
4.2	SKÚŠKY LOMOVEJ HÚŽEVNATOSTI.....	49
4.2.1	<i>Vzorky s rovným vrubom (SEVNB).....</i>	<i>49</i>
4.2.2	<i>Vzorky s chevronovým vrubom (CNB).....</i>	<i>53</i>
4.2.3	<i>Odolnosť karbidu kremíka voči teplotným šokom.....</i>	<i>55</i>
5	VÝSLEDKY.....	59
5.1.1	<i>Materiál.....</i>	<i>59</i>
5.1.2	<i>Lomová húževnatosť.....</i>	<i>64</i>
5.1.3	<i>Fraktografia.....</i>	<i>71</i>

6	DISKUSIA	73
6.1	ANALÝZA VPLYVOV PRÍPRAVY SKÚŠOBNÝCH TELIES	73
6.1.1	<i>Kvalita skúšobných telies</i>	73
6.1.2	<i>Príprava vrubov</i>	73
6.2	ANALÝZA NEISTÔT PRI SKÚŠKACH	75
6.2.1	<i>Vplyv teploty skúšky</i>	75
6.2.2	<i>Parametre skúšky a vyhodnocovanie</i>	75
6.3	VPLYV TEPLoty SKÚŠKY NA LOMOVÉ CHOVANIE	75
6.3.1	<i>Karbid kremíka</i>	75
6.3.2	<i>Čadič</i>	78
6.4	FRAKTOGRAFIA	81
7	ZÁVER.....	83
	ZOZNAM POUŽITÝCH ZDROJOV.....	85
	ZOZNAM POUŽITÝCH SKRATIEK A SYMBOLOV	88
	INDEXY	88
	ZOZNAM PRÍLOH.....	89
	PRÍLOHY	91

1 ÚVOD

Keramické materiály sú anorganické nekovové materiály, ktoré obsahujú kovové a nekovové prvky viazané prevažne iónovými, kovalentnými alebo zmiešanými iónovo-kovalentnými väzbami. Tieto materiály môžu mať ako kryštalickú, tak aj amorfnú štruktúru. V štruktúre kryštalických keramických materiálov sú atómy veľmi presne usporiadané na dlhé vzdialenosti zatiaľ čo v prípade amorfných keramických materiálov je ich štruktúra prednostne neusporiadaná a usporiadanie štruktúry je možné len na krátke vzdialenosti. Keramické materiály a ich kompozity sú z pohľadu budúcej aplikácie veľmi perspektívnymi materiálmi. Medzi ich základné charakteristiky patrí predovšetkým vysoká pevnosť, vysoká tvrdosť, nízka hustota, pomerne slabá elektrická a tepelná vodivosť zapríčinená neprítomnosťou vodivostných elektrónov v štruktúre, vysoká chemická odolnosť v mnohých nepriaznivých prostrediach, vysoká teplota topenia, žiaruvzdornosť (schopnosť materiálu znášať vysoké teploty), žiarupevnosť (schopnosť materiálu zachovať svoje mechanické vlastnosti za pomerne vysokých teplôt). Čo však brzdí ďalšie, ešte širšie využitie keramických materiálov je ich inherentná krehkosť. Ďalšou z významných charakteristík týchto materiálov je výrazný rozdiel medzi ich pevnosťnými charakteristikami v ťahu a v tlaku. Pri zaťažovaní v tlaku môžu keramické materiály dosahovať až 10-násobne lepšie vlastnosti v porovnaní s vlastnosťami pri zaťažovaní v ťahu. Z toho vyplýva, že všetky komponenty navrhované a vyrábané z keramických materiálov by mali byť prednostne vystavované tlakovým zaťaženiam [1-4].

2 TEORETICKÁ ČASŤ

2.1 História využitia keramických materiálov

Keramické materiály sú súčasťou ľudskej spoločnosti od nepamäti. Najstaršie dôkazy využívania keramiky na báze ílov a hlíny boli nájdené v oblastiach života pôvodnej Harappskej, Čínskej, Gréckej a mnohých ďalších civilizáciách. Tabuľka 1 prináša stručný prehľad dôležitých historických udalostí vo vývoji a aplikácii keramických materiálov [3].

Tabuľka 1 Prehľad dôležitých historických udalostí vo vývoji a aplikácii keramických materiálov [5].

Obdobie	Vývoj
24 000 p.n.l.	Hlinené figúrky využívané pre ceremoniálne účely
14 000 p.n.l.	Prvé dlaždice vyrobené v Mezopotámii a Indii
9 000 – 10 000 p.n.l.	Začiatok výroby hrnčiarskych výrobkov
5 000 – 8 000 p.n.l.	Glazúry pochádzajúce z Egypta
1 500 p.n.l.	Začiatok výroby sklenených výrobkov
~ 1 550	Syntetické žiaruvzdorné materiály pre pece na výrobu ocele, skla, keramiky
~ 1 850	Porcelánové elektrické izolanty (napr. v žiarovkách)
~ 1 920	Vysokopevnostné kryštálové porcelánové izolanty, zapaľovacie sviečky na báze Al_2O_3 , sklenené okná pre automobily
~ 1 940	Kondenzátory a magnetické ferity
~ 1 960	Izolanty na báze Al_2O_3 pre napätia nad 220 kV, použitie karbidov a nitridov
~ 1 970	Vysokovýkonné porézne keramické substráty pre katalyzátory a filtre pevných častíc pre dieselové motory
~ 1 980	Vysokoteplotné supravodiče

Z novodobej histórie využitia keramických materiálov je veľkým medzníkom nástup 20. storočia, ktorý so sebou priniesol nástup masovej výroby a využitia elektroniky. Veľmi dôležitým objavom tejto doby bolo vynájdenie tranzistorov, ktoré si rýchlo našli široké uplatnenie. S nástupom nových technológií nielen v elektronike sa zvýšilo aj využívanie keramických materiálov. Keramika ako jediná skupina materiálov dokázala poskytnúť potrebné vlastnosti pre novo rozvíjajúce sa odvetvia ľudskej spoločnosti [6].

Súčasný, pokrokový, keramický materiál využívajú ako svoj základ materiály oxidového a neoxidového (karbidy, boridy, nitridy, silikáty) charakteru. Mnohé pokrokové keramické materiály vznikajú vzájomným miešaním oxidových a neoxidových materiálov za účelom získania špecifických vlastností výsledného materiálu. Moderné keramické materiály sú spoločnosťou používané každodenne v najrôznejších aplikáciách od elektroniky, chemického, automobilového, leteckého, vesmírneho priemyslu až po vysoko sofistikované biologicky kompatibilné keramické materiály [7].

2.2 Rozdelenie keramických materiálov

2.2.1 Rozdelenie keramických materiálov na základe využitia

Keramické materiály je možné rozdeliť do dvoch základných skupín a to tradičná keramika a inžinierska keramika. Zásadné rozdiely medzi týmito dvoma skupinami keramických materiálov sú v ich využití a spôsobe, respektíve zložitosti ich výroby. Kým tradičná keramika vyrábaná z ílov poprípade oxidu kremičitého (SiO_2) sa vyznačuje nízkymi výrobnými nákladmi, inžinierska resp. pokročilá keramika je vyrábaná z mimoriadne čistých keramických práškov. Podstatou vytvárania pokročilých keramických materiálov je získanie výborných mechanických vlastností, odolnosť voči oxidácii a korózii alebo iných elektrických, optických či magnetických vlastností. Vlastnosti pokročilých keramických materiálov závisia napríklad od typu keramického prášku (napríklad jemnosti častíc a rovnomernosti ich rozloženia v prípade viaczožkových keramických materiálov), spôsobu jeho spracovania a v neposlednej rade od mikroštruktúry výsledného produktu [3,4].

Inžinierske keramické materiály je možné rozdeliť do dvoch, pomerne veľkých, základných skupín, a to:

- konštrukčné
- funkčné

Pri konštrukčných keramických materiáloch sú dôležité obzvlášť ich mechanické vlastnosti a správanie sa za rôznych podmienok namáhania, v prípade funkčných keramických materiálov sú dôležité najmä špecifické elektrické, optické či magnetické vlastnosti týchto materiálov [1,3,4].

2.2.1.1 Konštrukčné keramické materiály

Kritickou vlastnosťou konštrukčných keramických materiálov je ich spoľahlivosť, respektíve odolnosť ich mikroštruktúry voči širokej škále podmienok a okolitých prostredí pri namáhaní. Tieto materiály musia byť vzhľadom na aplikáciu odolné napríklad voči opotrebovaniu, schopné odolať zaťaženiu pri vysokých či nízkych teplotách, poprípade musia byť schopné bez poruchy odolať nárazom. V niektorých prípadoch je dôležitá ich odolnosť voči pomalým či prudkým zmenám teploty a dobrá odolnosť voči chemickej alebo elektrochemickej korózii. Ďalšími požiadavkami kladenými na tieto keramické materiály môžu byť napríklad určitá teplota topenia, hustota, tepelná vodivosť, teplotná rozťažnosť, tuhosť, húževnatosť, tvrdosť, odolnosť voči tečeniu pod zaťažením za zvýšených teplôt a mnohé ďalšie štruktúrne, mechanické alebo fyzikálne vlastnosti [8].

2.2.1.2 Funkčné keramické materiály

Funkčné keramické materiály sú také materiály, ktoré vynikajú obzvlášť svojimi elektrickými (vodivosť, vlastnosti polovodičov, piezoelektrické vlastnosti), magnetickými poprípade optickými (priehľadnosť, priesvitnosť) vlastnosťami. Veľmi dôležité sú takisto biokeramické materiály (napr. Al_2O_3 , ZrO_2), ktoré sú využívané jednak pre svoju biokompatibilitu, ale aj pre možnosť dosiahnutia požadovaných mechanických vlastností. Tieto materiály môžu byť využívané ako v objemovej forme, tak aj vo forme povlakov [1,4].

2.2.2 Rozdelenie keramických materiálov na základe chemického zloženia

Konštrukčné keramické materiály je možné rozdeliť podľa chemického zloženia do viacerých kategórií [3,8]:

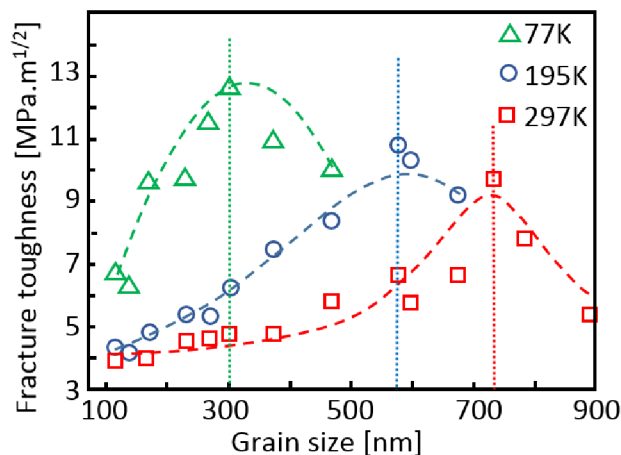
- oxidové
- neoxidové
- kompozitné materiály s keramickou maticou

2.2.2.1 Oxidové konštrukčné keramické materiály

Jednozložkové oxidy

Príkladom jednozložkových oxidových materiálov je oxid hlinitý Al_2O_3 . Oxid hlinitý má najvyššiu tvrdosť spomedzi oxidových keramických materiálov a preto je vo veľkej miere využívaný na výrobu súčiastok odolných voči opotrebeniu (erózia, abrázia atď.). Al_2O_3 je vo veľkej miere využívaný vo vysokoteplotných aplikáciách (napr. žiaruvzdorné komponenty používané pri výrobe ocelí), ale napríklad aj ako základový materiál pri výrobe v pancierov [3,8].

Oxid zirkoničitý ZrO_2 je pre svoju vysokú teplotu topenia využívaný ako žiaruvzdorný materiál. Pri izbovej teplote má oxid zirkoničitý monoklinickú kryštálovú štruktúru. So zvyšujúcou sa teplotou transformuje monoklinická mriežka tohto oxidu na tetragonálnu (pri približne $1170\text{ }^\circ\text{C}$) a pri teplotách nad $2370\text{ }^\circ\text{C}$ transformuje ďalej tetragonálna štruktúra ZrO_2 na kubickú mriežku. K čiastočnej alebo úplnej stabilizácii tetragonálnej a kubickej štruktúry ZrO_2 môžu byť využívané rôzne ďalšie oxidové materiály (Y_2O_3 , CaO , MgO). Či bude stabilizácia štruktúry úplná alebo len čiastočná závisí od množstva pridaných oxidov. Čiastočne stabilizovaný oxid zirkoničitý vykazuje lepšiu odolnosť voči šíreniu trhlin, a to 4-5% zväčšením objemu spôsobeným martenzitickou transformáciou tetragonálnej fázy ZrO_2 na monoklinickú pod vplyvom napätia na čele trhliny. Tento efekt môže byť ďalej znásobený aj kontrolou veľkosti zrn pričom so zväčšujúcou sa veľkosťou zrn narastá aj hodnota lomovej húževnatosti takto stabilizovaného ZrO_2 . Zvýšenie lomovej húževnatosti v závislosti od veľkosti zrn je možné len do určitej kritickej veľkosti zrn, ktorá je závislá od okolitej teploty, čo je možné vidieť na obrázku 1 [3,4,8-10].



Obrázok 1 Závislosť lomovej húževnatosti na veľkosti zrna 2mol%Y-TZP [10].
(Fracture toughness – lomová húževnatosť, grain size – veľkosť zrna)

Viaczložkové oxidy

Mnohé z viaczložkových oxidových keramických materiálov sú využívané pre ich vysokú tepelnú odolnosť (vysoká teplota topenia) a nízku teplotnú rozťažnosť. Mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) je vo veľkej miere využívaný vo vysokoteplotných procesoch alebo vo forme vlákien pre textílie využívané pri vysokých teplotách. Kordilierit ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$) je používaný napríklad ako podkladový materiál pre katalytické reakcie vo výfukových systémoch moderných automobilov. MgAl_2O_4 so spinelovou štruktúrou je využívaný ako žiaruvzdorný materiál. MgAl_2O_4 je vďaka jeho kubickej štruktúre možné vyrobiť aj ako opticky transparentný a teda vhodný pre optické použitie vo vysokoteplotných aplikáciách [8].

Viacfázové oxidy

Zmesi dvoch alebo viacerých oxidových fáz sú veľmi dôležité medzi technickými keramickými materiálmi kvôli možnému dosiahnutiu špecifických vlastností. Kombinácia oxidov ZrO_2 a Al_2O_3 bola v minulosti používaná ako žiaruvzdorný materiál v sklárskom priemysle. Takéto materiály obsahujú dve alebo viac fáz za účelom napríklad optimalizovania odolnosti materiálov voči tepelným šokom, odolnosti voči korózii, creepovej odolnosti a podobne [8].

2.2.2.2 Neoxidové konštrukčné keramické materiály

Karbidy

Medzi technicky veľmi významné karbidy patrí karbid kremíka SiC. Z pohľadu technického využitia je dôležitá napríklad jeho vysoká tvrdosť (až 2950 kg/mm^2 pri Knoopovej indentačnej skúške), ktorá je vyššia v porovnaní s oxidovými keramickými materiálmi. Pre svoju tvrdosť je karbid kremíka využívaný napríklad ako abrazívny materiál v brúsnych a rezných kotúčoch. SiC je tiež veľmi odolný voči opotrebeniu. Vysoká tepelná vodivosť a veľmi nízky koeficient teplotnej rozťažnosti umožňujú aplikácie SiC vo vysokoteplotných aplikáciách. SiC je vďaka tvorbe pasivačnej vrstvy SiO_2 , ktorá sa na jeho povrchu vytvára pri tepelnej expozícii, veľmi dôležitým materiálom pre vysokoteplotné použitie v oxidačných prostrediach, kde ostatné karbidy neposkytujú dostatočnú odolnosť voči pôsobiacemu prostrediu [8].

Nitridy

Nitrid kremíka Si_3N_4 je využívaný pre svoju vysokú húževnatosť, vysokú tepelnú vodivosť a nízku teplotnú rozťažnosť vo vysokoteplotných aplikáciách. Ďalšou z jeho významných vlastností je pomerne vysoká odolnosť voči teplotným šokom. Kvôli svojim dobrým tepelným vlastnostiam je nitrid Si_3N_4 využívaný na rotory a ďalšie komponenty turbodúchadiel a turbín. Jeho výborná pevnosť, tvrdosť, vysoký elastický modul a excelentná tribologická odolnosť sú vlastnosti využívané napríklad pri konštrukcii hybridných guľôčkových ložísk [3,8].

Boridy a silicidy

Ďalšími z neoxidových keramických materiálov sú boridy a silicidy. Tieto keramické materiály sú využívané napríklad na povlaky odolné voči opotrebeniu, ktoré sú schopné odolávať opotrebeniu za zvýšených až veľmi vysokých teplôt (až 1600°C). Príkladom takéhoto materiálu je TiB_2 , ktorý je využívaný na povlaky odolné voči opotrebeniu, rezné nástroje a balistickú ochranu [3].

2.2.2.3 Kompozitné materiály s keramickou maticou

Kompozitné materiály s keramickou maticou môžu pozostávať zo širokej škály matic a vystužujúcich fáz. To umožňuje dosiahnutie širokého spektra mechanických, fyzikálnych a chemických vlastností využiteľných v rôznych aplikáciách od rezných nástrojov, poréznych filtrov cez trysky raketových motorov až po vysoko odolné nábehové hrany krídel vesmírnych modulov. Tabuľky 2, 3 a 4 poukazujú na vybrané mechanické vlastnosti sintrovaného karbidu kremíka, sintrovaného oxidu hlinitého a bodiru titaničitého za rôznych teplôt [8].

Tabuľka 2 Vybrané mechanické vlastnosti sintrovaného SiC pri rôznych teplotách [11].

Sintrovaný SiC		Teplota				
Vlastnosť	Jednotka	20°C	500°C	1000°C	1200°C	1500°C
Elastický modul	[GPa]	415	404	392	387	380
Modul v strihu	[GPa]	179	174	169	167	165
Pevnosť v ohybe	[MPa]	359	359	397	437	446
Pevnosť v ťahu	[MPa]	250	250	50	250	250
Lomová húževnatosť	[MPa.m ^{1/2}]	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1
Tvrdosť (Vickers, 1kg)	[GPa]	32	17	8,9	6,9	4,6

Tabuľka 3 Vybrané mechanické vlastnosti sintrovaného Al₂O₃ pri rôznych teplotách [11].

Sintrovaný Al ₂ O ₃		Teplota				
Vlastnosť	Jednotka	20°C	500°C	1000°C	1200°C	1500°C
Elastický modul	[GPa]	416	390	364	354	338
Modul v strihu	[GPa]	169	158	146	142	135
Pevnosť v ohybe	[MPa]	380	375	345	300	130
Pevnosť v ťahu	[MPa]	267	267	243	140	13
Lomová húževnatosť	[MPa.m ^{1/2}]	3,5	3	2,7	2,6	2,5
Tvrdosť (Vickers, 1kg)	[GPa]	15	8,5	4,6	3,7	2,5

Tabuľka 4 Vybrané mechanické vlastnosti TiB₂ pri rôznych teplotách [11].

TiB ₂		Teplota				
Vlastnosť	Jednotka	20°C	500°C	1000°C	1200°C	1500°C
Elastický modul	[GPa]	565	550	534		
Modul v strihu	[GPa]	255	248	241		
Pevnosť v ohybe	[MPa]	400	429	459	471	489
Pevnosť v ťahu	[MPa]					
Lomová húževnatosť	[MPa.m ^{1/2}]	6,2				
Tvrdosť (Vickers, 1kg)	[GPa]	25	11	4,6		

2.3 Lom keramických materiálov

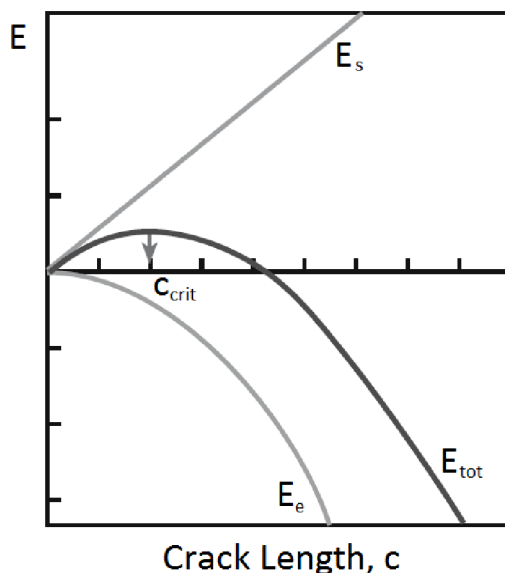
Z hľadiska mechanizmu porušenia sa v prípade keramických materiálov jedná obvykle o krehké porušenie bez prítomnosti plastickej deformácie. Krehkosť keramických materiálov pri izbovej teplote je mimoriadne nebezpečná z hľadiska náhleho skončenia životnosti komponentu bez vzniku prechádzajúcich varovných znakov ako napríklad plastická deformácia v prípade väčšiny kovových materiálov [12].

2.3.1 Griffithova teória

Na hodnotenie krehkosti keramických, poprípade sklenených materiálov boli vytvorené mnohé teórie. Najakceptovanejšou z týchto teórií je Griffithova teória. Táto teória aplikuje princíp prvého zákona termodynamiky na formovanie a šírenie trhlin, a teda zmenšenie energie pri prechode z nerovnovážneho stavu do rovnovážneho stavu [1,3,12].

Z pohľadu Griffithovej teórie je za kritický stav pre šírenie trhliny považovaná situácia, kedy je zmena povrchovej energie spojená so vznikom nových povrchov trhliny vykompenzovaná zmenou elastickej energie, a teda celková zmena energie systému je nulová. Po tomto okamihu, kedy trhlina dosahuje kritickú dĺžku sa celková energia systému znižuje a dochádza k zmene spôsobu šírenia trhliny zo stabilného (riadeného povrchovou energiou) na nestabilné (riadené pôsobiacim napätím). Tento stav je popísaný rovnicou 1 a zobrazený na obrázku 2 a 3 [1,3,12].

$$\frac{dE_e}{dc} = \frac{dE_s}{dc} \quad (1)$$



Obrázok 2 Zmena celkovej energie v závislosti od zmien elastickej a povrchovej energie [1].
(Crack length – dĺžka trhliny)

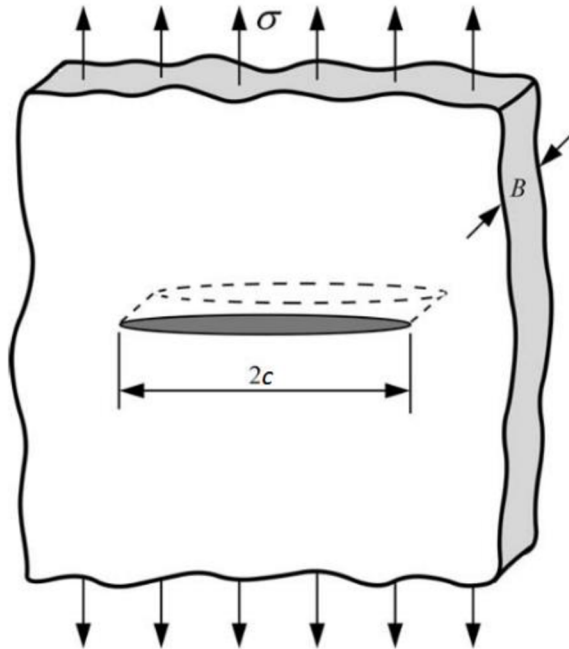
Vzťahy pre elasticú a povrchovú energiu sú uvedené v rovniciach 2 a 3 pričom σ je aplikované zaťaženie, c je polovica dĺžky trhliny, E je Youngov modul a γ je povrchová energia.

$$E_e = \frac{\pi\sigma^2 c^2}{E} \quad (2)$$

$$E_s = 4c\gamma \quad (3)$$

Z predchádzajúcich vzťahov vyplýva, že k lomu nekonečne širokého telesa s atomárne ostrou priechodovou trhlinou dôjde pri zaťažení ťahovým napätím σ_f (lomové napätie), ktorého veľkosť je vyjadrená v rovnici 4. Z tejto rovnice vyplýva, že lomové napätie je závislé od Youngovho modulu materiálu E , dvojnásobku povrchovej energie γ a polovice dĺžky trhliny c [1].

$$\sigma_f = \left(\frac{2E\gamma}{\pi c}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$



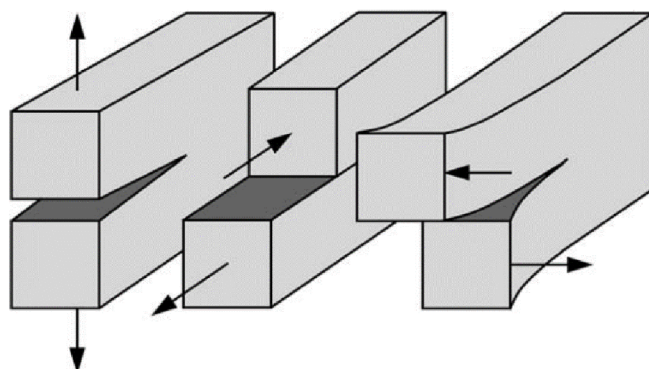
Obrázok 3 Nekonečne široká doska s priechodovou trhlinou zaťažovaná ťahovým napätím [12].

2.3.2 Faktor intenzity napätia a lomová húževnatosť

Faktor intenzity napätia K je materiálovou charakteristikou, ktorá vrámci lineárne elastickej lomovej mechaniky vyjadruje odolnosť alebo odpor materiálu voči predlžovaniu trhliny pod pôsobiacim napätím. Táto veličina popisuje podmienky (pole pôsobiaceho napätia) na čele trhliny pri zaťažovaní. Faktor intenzity napätia má rozmer $[\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}]$ a je definovaný vzťahom uvedenom v rovnici 5 pričom σ je pôsobiace napätie, a je dĺžka trhliny a Y je tvarový faktor, ktorý zohľadňuje nielen geometriu samotnej trhliny ale aj spôsob zaťažovania [2,12,13].

$$K = \sigma Y \sqrt{\pi a} \quad (5)$$

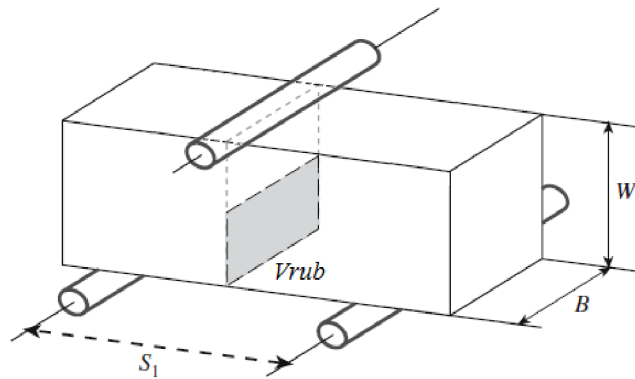
Existujú tri základné typy (módy) zaťažovania, ktorým môže byť trhlina vystavená. Týmito typmi zaťažovania sú módy I, II a III. V prípade módu I aplikované zaťaženie pôsobí kolmo k rovine trhliny a táto trhlina je pod vplyvom tohto napätia otváraná (opening mode). Mód II je typický zaťažením v rovine šmyku. Takéto zaťažovanie vedie k vzájomnému šmyku rovín lomu po sebe v smere aplikovaného zaťaženia (sliding mode). V móde III (tearing mode) je trhlina zaťažovaná šmykovým napätím podobne ako v móde II. V prípade módu III však toto zaťaženie spôsobuje šírenie trhliny kolmo k pôsobiacemu zaťaženiu. Trhliny môžu byť zaťažované jednak v jednom z týchto základných módov alebo v kombinácii viacerých módov. Základné módy zaťažovania sú zobrazené na obrázku 4 [9,12].



Obrázok 4 Spôsoby zaťažovania. Zľava Múd I, Múd II, Múd III [12].

Pri podmienkach zaťažovania materiálu medzným napätím dochádza k lomu. V takomto prípade dosahuje faktor intenzity napätia kritickú hodnotu $K = K_c$, ktorá je v prípade zaťažovania v móde I tiež ako lomová húževnatosť K_{Ic} . Lomová húževnatosť vyjadruje odolnosť materiálu proti počiatku nestabilného šírenia trhliny, a teda nestabilnému lomu v prípade, že sa v telese nachádza trhlina. Takýto lom vzniká a šíri sa pri napätiach nižších než je teoretická pevnosť daného materiálu a lom sa typicky šíri rýchlosťami blízkymi rýchlosti zvuku v pozorovanom materiáli. Hodnoty lomovej húževnatosti skúšaného telesa predpísaného tvaru sú získavané za pomoci merania sily potrebnej k lomu tohto telesa. Vzťah pre určenie hodnôt lomovej húževnatosti pre teleso zaťažované v ohybe v móde I (obrázok 5) je uvedený v rovnici 6, kde σ_c je ohybová pevnosť, a je dĺžka trhliny a Y je tvarový faktor [2,9].

$$K_{Ic} = \sigma_c Y \sqrt{\pi a} \quad (6)$$



Obrázok 5 Teleso namáhané v ohybe v móde I (opening mode) [1].

Z pohľadu praktickej aplikácie materiálov je dôležité, že lomová húževnatosť v móde I (K_{Ic}) dosahuje oveľa nižších, a teda kritickejších hodnôt v porovnaní s hodnotami získanými v módoch II a III. Pri zaťažovaní v zmiešanom móde zvyčajne prevažuje mód I nad ostatnými módmi a preto je lomová húževnatosť v móde I používaná na hodnotenie podmienok pri lomovom porušení materiálov. Lomová húževnatosť je okrem spôsobu zaťažovania veľmi závislá od spôsobu zaobchádzania (napr. leštenie, leptanie), ktorému bol materiál pred zisťovaním jej hodnôt vystavený. Dutiny, inklúzie, povrchové vady, škrabance a ďalšie vady štruktúry výrazne negatívne ovplyvňujú lomovú húževnatosť keramických materiálov. Tieto poruchy mikroštruktúry slúžia ako koncentrátoři napätia, v ktorých potenciálne môžu iniciovať trhliny. Kritickými parametrami týchto porúch štruktúry sú jednak ich rádiusy (dutiny) respektíve rádiusy ich zakončení (trhliny), ale aj ich veľkosti. Nakoľko v štruktúre keramických materiálov sa nachádza pomerne veľké množstvo takýchto porúch, nie je jednoduché určiť ich priamy vplyv na mechanické vlastnosti. Za účelom vhodného popísania vplyvu defektov v štruktúre na mechanické vlastnosti keramických materiálov sa uvažuje štatistická povaha defektov. Vo všeobecnosti platí, že čím je prierez materiálu väčší, tým je väčšia štatistická pravdepodobnosť existencie kritickej veľkých porúch, a tým viac sú ovplyvnené mechanické vlastnosti tohto materiálu [1,9,14-16].

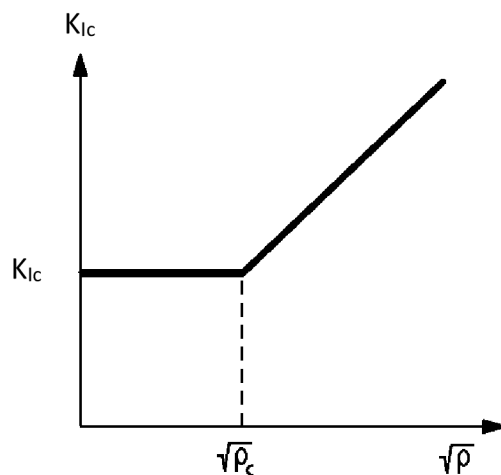
2.3.2.1 Vplyv veľkosti defektu na hodnoty lomovej húževnatosti

Z rovnice 4 pre lomové napätie vyplýva, že so znižujúcou sa veľkosťou defektu v štruktúre materiálu je na porušenie súdržnosti materiálu potrebné vyššie napätie. Priama korelácia medzi hodnotami lomového napätia σ_f , kritickej hodnoty faktoru intenzity napätia K_c a kritickej dĺžky trhliny a_c je uvedená v rovnici 7 [13].

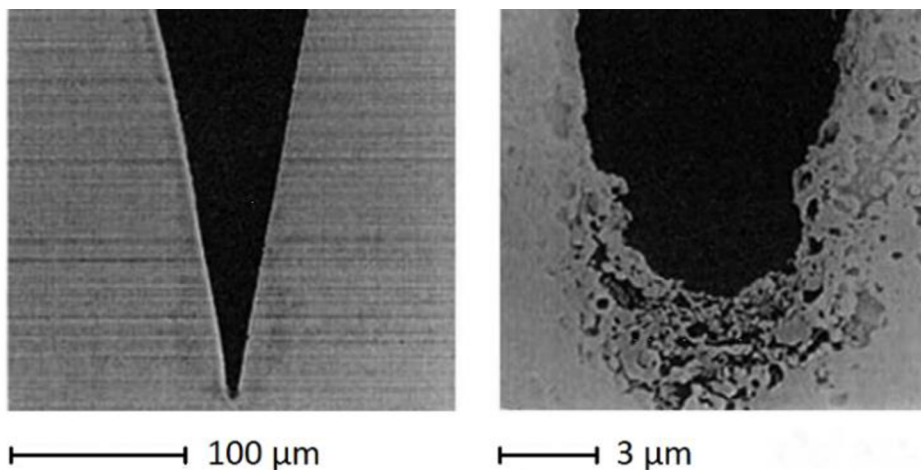
$$a_c = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_c}{\sigma_f} \right)^2 \quad (7)$$

2.3.2.2 Vplyv rádiusu čela trhliny na hodnoty lomovej húževnatosti

V prípade skúšobných telies s rovným vrubom (SENB, SEVNB) má na hodnoty lomovej húževnatosti okrem iného vplyv šírka tohto vrubu a rádius jeho zakončenia. Experimentálne získaná závislosť lomovej húževnatosti od rádiusu zakončenia vrubu je schematicky znázornená na obrázku 6. V prípade, že veľkosť rádiusu zakončenia vrubu presahuje kritickú hodnotu ρ_c dochádza k zvyšovaniu hodnôt lomovej húževnatosti K_{Ic} . Toto zvyšovanie je úmerné $\sqrt{\rho}$ a kritická hodnota rádiusu zakončenia vrubu ρ_c je závislá od testovaného materiálu. Pre dosiahnutie správnych hodnôt lomovej húževnatosti je potrebné, aby bola veľkosť rádiusu zakončenia vrubu menšia ako ρ_c . Zakončenie V-vrubu je zobrazené na obrázku 7 [13].



Obrázok 6 Závislosť hodnôt lomovej húževnatosti od rádiusu zakončenia vrubu [13].



Obrázok 7 Detailný pohľad na V-vrub a jeho špičku [13].

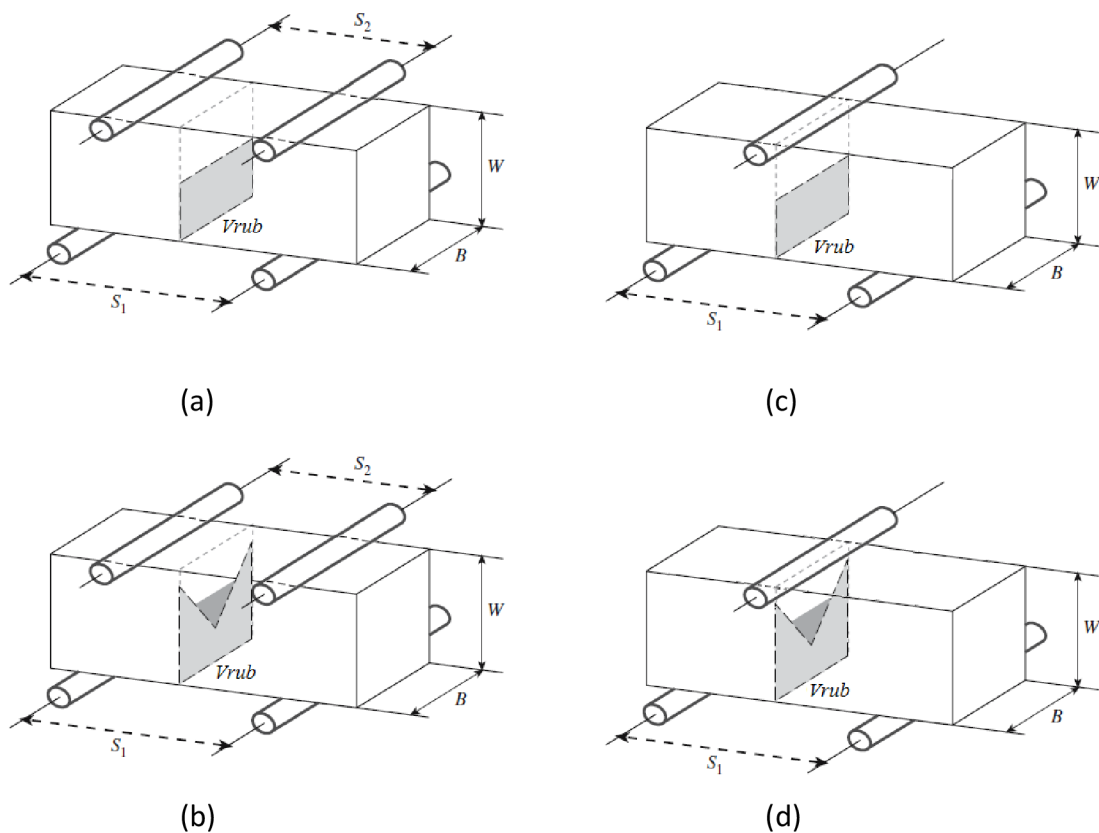
2.4 Skúšanie lomovej húževnatosti keramik

Skúšanie lomovej húževnatosti keramik, ako jedného z kľúčových parametrov týchto materiálov, je pomerne zložitá procedúra. Samotná príprava vzoriek môže vyžadovať špeciálne vybavenie a môže byť časovo pomerne náročná, čo spôsobuje predraženie prípravy takýchto vzoriek. Skúšobné zariadenia, obzvlášť zariadenia pre trojbodový a štvorbodový ohyb, sú pomerne zložité a nákladné. Na získanie potrebných parametrov pre výpočty hodnôt lomovej húževnatosti K_{IC} keramických materiálov existuje viacero možností. Najpoužívanejšími spôsobmi sú ohybové a indentačné skúšky. [1,12].

Za účelom prekonania niektorých prekážok pri meraní lomovej húževnatosti na starších druhoch skúšobných telies boli vyvinuté viaceré nové druhy skúšobných telies. Jedným z príkladov môže byť evolúcia skúšobných telies SEVNB zo telies SENB [12].

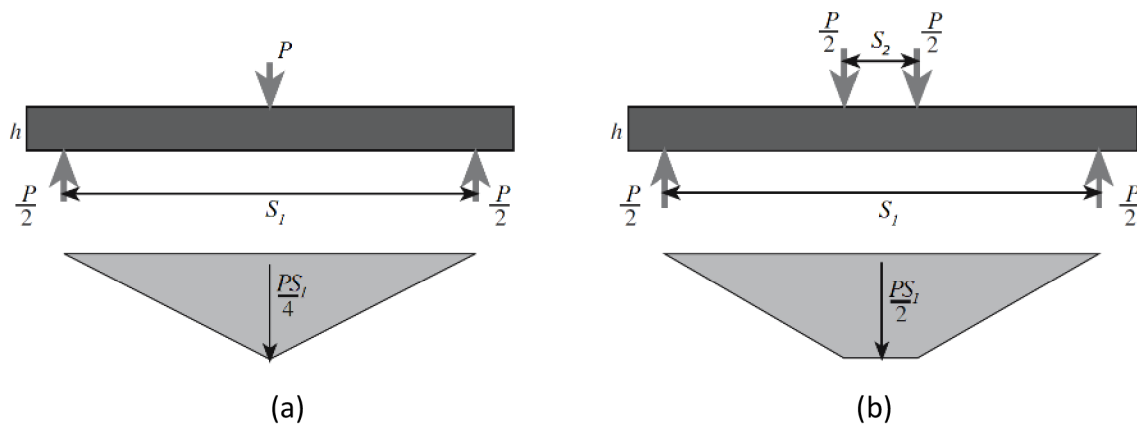
2.4.1 Ohybové skúšky telies s mechanicky vytvoreným vrubom

Skúšobný stroj pre skúšky ohybom keramických materiálov pracuje v tlakovom režime pričom zaťaženie je na vzorku prenášané prostredníctvom jedného (v prípade 3-bodového ohybu) alebo dvoch (v prípade 4-bodového ohybu) zaťažovacích valčiek umiestnených symetricky voči vrubu a dvoch podporných valčiek. Na obrázku 8 je možné vidieť usporiadanie zaťažovacích a podporných valčiek v prípade 3- a 4-bodového ohybu pre skúšobné telesá s vrubmi SEVNB a CNB. Vzorky keramických materiálov pre skúšky ohybu majú obvykle obdĺžnikový prierez [1,2].



Obrázok 8 Usporiadanie skúšky 4-bodového ohybu pre telesá (a) SEVNB a (b) CNB, 3-bodového ohybu pre telesá (c) SEVNB a (d) CNB [1].

Výhodou 4-bodového ohybu v porovnaní s 3-bodovým ohybom je existencia pomerne širokej oblasti s konštantným ohybovým momentom nachádzajúcej sa medzi dvoma zaťažovacími valčekmi. Porovnanie priebehu ohybových momentov pri 3- a 4-bodovom ohybe je možné vidieť na obrázku 9 [1].



Obrázok 9 Priebeh ohybového momentu počas (a) 3-bodového a (b) 4-bodového ohybu [1].

Výpočet numerických hodnôt lomovej húževnatosti môže byť uskutočnený za pomoci rovnice 8.

$$K_{Ic} = \frac{P_{Max}}{B\sqrt{W}} Y^* \quad (8)$$

K_{Ic} je kritická hodnota faktoru intenzity napätia a teda hodnota lomová húževnatosť, P_{Max} zodpovedá najvyššiemu zaťaženiu dosiahnutému počas ohybovej skúšky, B zodpovedá šírke skúšobného telesa, W zodpovedá výške skúšobného telesa a veličina Y^* zodpovedá tvarovej funkcii. Tvarová funkcia Y^* zlučuje dokopy všetky geometrické podmienky vykonávanej skúšky a jej hodnoty sú závislé od spôsobu zaťažovania, geometrie vzoriek (napr. rozmery) a od geometrie vrubov vzoriek [1,17].

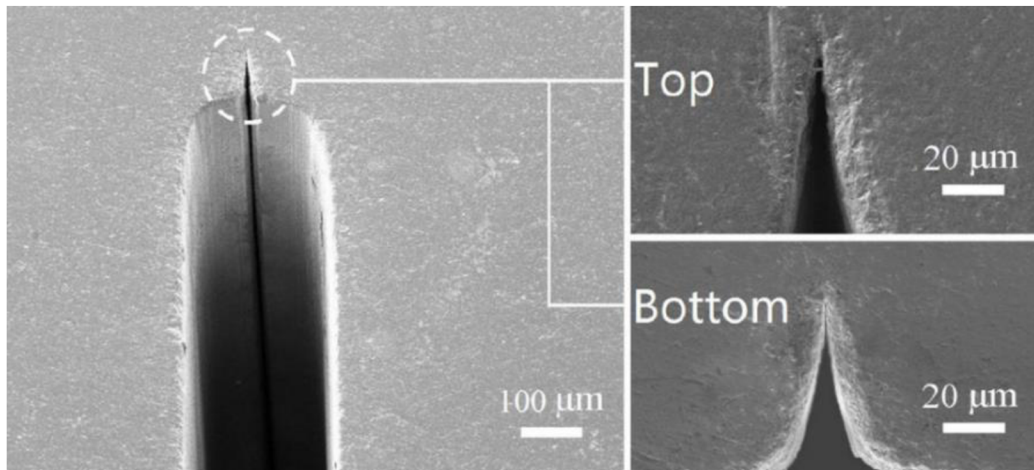
2.4.1.1 Ohybová skúška telies so zárezom V (SENB, SEVNB)

Skúšobné telesá s rovnými vrubmi typu SENB (Single Edge Notch Beam) sú považované za pomerne jednoduché, ako aj celá testovacia procedúra vykonávaná s týmito vzorkami. Vrub týchto vzoriek je vytváraný rezaním za pomoci tenkého diamantového kotúča s hrúbkou 50 až 100 μm . Hlavnou nevýhodou vzoriek s týmto vrubom je možnosť vytvorenia nedostatočne ostrého ukončenia vrubu, čo môže viesť k prehodnoteniu lomovej húževnatosti skúšaného materiálu [1,7].

Za účelom zlepšenia geometrických pomerov na špičke vrubu boli vyvinuté vruby SEVNB (Single Edge V-Notch Beam), ktoré sú zdokonalením pôvodných rovných vrubov SENB. Vrubby SEVNB sú zakončené veľmi ostrou špičkou, ktorá je výrazne ostrejšia v porovnaní so špičkou vrubov SENB. Rádus zakončenia vrubu SEVNB môže dosahovať hodnôt menších ako 10 μm , v niektorých prípadoch dokonca len 5-7 μm . Takéto ostré vrubby sú vytvárané prevažne honovaním za pomoci žiletiek. Výsledná kvalita vrubov je závislá predovšetkým na podmienkach ich vytvárania (spôsob ich vytvárania, frekvencia, prítlačná sila atď.), ktoré môžu v istých prípadoch ovplyvniť materiál na špičke vytvoreného vrubu. Výsledky pokusov s týmto typom skúšobných telies ukazujú široké

použitie tejto metódy pre rôzne typy keramických materiálov a časticových kompozitov pri rôznych teplotách a v rôznych oxidačných prostrediach. Rovnako sú nezávislé od zvoleného rozloženia zaťaženia a vykazujú pomerne malý rozptyl v nameraných hodnotách lomovej húževnatosti v porovnaní s inými metódami [3,18-21].

Ďalšou z možností vytvorenia ešte ostrejšej špičky vrubu v porovnaní s konvenčnými vrubmi SEVNB je vytváranie veľmi ostrej špičky predpripraveného U-vrubu za pomoci krátkych impulzov laserového žiarenia. Zmenou parametrov pôsobiaceho laserového žiarenia je možné kontrolovať rádius zaostrenia takto vytvorenej špičky vrubu. Ďalšie zaostrovanie špičky vrubu podľa výsledkov experimentov [22] vedie k dosahovaniu ešte presnejších výsledkov a zároveň k znižovaniu odchýlok pri meraní lomovej húževnatosti keramických materiálov. Problémom tejto metódy však môže byť tepelné ovplyvnenie špičky vrubu pôsobiacim laserovým žiarením a tým indukované tepelné pnutí, ktoré môžu ovplyvniť získané hodnoty lomovej húževnatosti. Takto vytvorená špička U-vrubu je zobrazená na obrázku 10 [22].



Obrázok 10 Laserom vytvorená špička vrubu v Si_3N_4 [22].
(Top – vrchná strana vrubu, bottom – spodná strana vrubu)

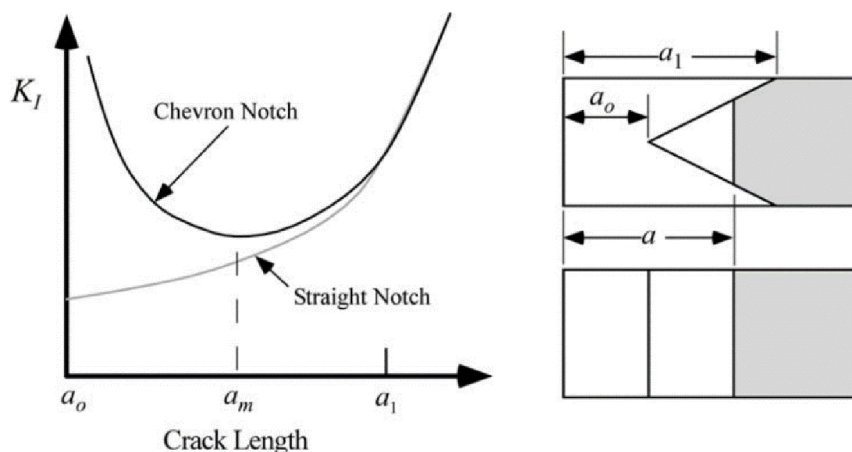
2.4.1.2 Ohybová skúška telies so zárezom chevron (CNB)

Princípom použitia vzoriek s chevronovým vrubom CNB (Chevron Notched Beam) je iniciácia trhliny na špičke chevronového vrubu. Pri iniciácii trhliny na špičke vrubu, kedy vrub dosahuje hĺbku a_0 , je lokálna hodnota faktoru intenzity napätia pomerne vysoká pretože zaťaženie je aplikované na veľmi malú špičku ligamentu. S narastaním dĺžky trhliny však táto hodnota faktoru intenzity napätia nepostačuje na ďalší rast trhliny, a to kvôli zväčšeniu prierezu čela trhliny. Pre ďalšie šírenie trhliny musí byť zvýšená hnacia sila trhliny, a teda musí byť aplikované vyššie zaťaženie. Takéto stabilné šírenie trhliny je možné pozorovať až do doby, kedy trhlina dosiahne dĺžku a_m . V tomto okamihu je zároveň aplikované najväčšie zaťaženie P_M , ktoré je používané na výpočet lomovej húževnatosti. Tento bod zároveň zodpovedá minimu v krivke závislosti faktoru intenzity napätia od dĺžky trhliny zobrazenej v obrázku 11. Trhlina sa však môže aj pri dĺžke väčšej ako a_m šíriť stabilne, a to v prípade, že zaťaženie je riadené posuvom prierečníka a nie aplikovanou silou. Pri trhlínach dlhších ako a_m sa postupne stráca efekt tvaru chevronového vrubu a s dĺžkou trhliny zodpovedajúcej dĺžke a_1 sa efekt tvaru tohto vrubu úplne stratí. Takýto priebeh hodnôt faktoru intenzity napätia je vhodný pre skúmanie krehkých materiálov z dôvodu spomínanej stability trhliny pri jej iniciácii

a ďalšom šírení. Rovnica 9 slúži na výpočet lomovej húževnatosti vzoriek s chevronovým vrubom pri trojbodovom ohybe [1,12,13].

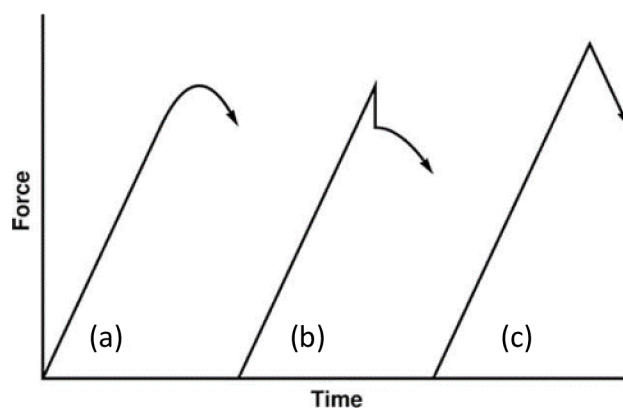
$$K_{Ic} = \frac{P_M}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a_m}{W}\right) \quad (9)$$

Symbody v rovnici 9 majú nasledujúci význam: P_M je maximálne zaznamenané zaťaženie pred konečným poškodením vzorky, B a W charakterizujú šírku a výšku skúšobného telesa, $f\left(\frac{a_m}{W}\right)$ je tvarový korekčný faktor [12].



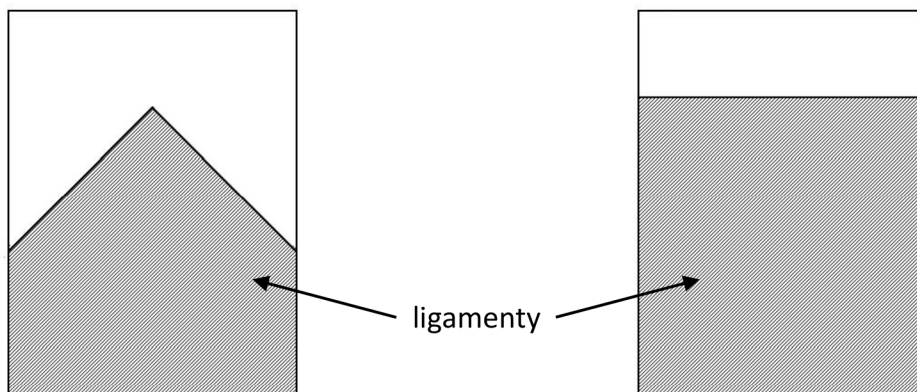
Obrázok 11 Porovnanie priebehu hodnôt faktoru intenzity napätia vzoriek s chevronovým vrubom a vzoriek s rovným vrubom [12]. (Chevron notch – vrub chevron, straight notch – rovný vrub, crack length – dĺžka trhliny)

O tom, či sa trhlina šírila stabilne, je možné rozhodnúť z priebehu aplikovaného zaťaženia v čase poprípade z tvaru kriviek závislosti priebehu od aplikovaného zaťaženia. Krivky získané pri stabilnom šírení trhliny počas ohybovej skúšky by mali mať hladký priebeh bez výrazných skokov v sledovaných veličinách. Takáto kontrola slúži tiež na overenie, či je možné považovať namerané hodnoty lomovej húževnatosti za správne alebo nesprávne. Príkladom môžu byť krivky zobrazené na obrázku 12. Krivka (a) vykazuje hladké maximum priebehu aplikovanej sily v čase, krivka (b) zobrazuje takisto ako krivka (a) platnú hodnotu lomovej húževnatosti avšak v tomto prípade je nutné dbať na správne určenie maximálnej sily P_{Max} . V prípade krivky (c) hrozí prehodnotenie hodnôt lomovej húževnatosti [13].



Obrázok 12 Typické zaťažovacie krivky pre vzorky s vrubmi CNB [13]. (Force – sila, time – čas)

Obrázok 13 porovnáva ligamenty skúšobných telies s vrubmi CNB a SEVNB.



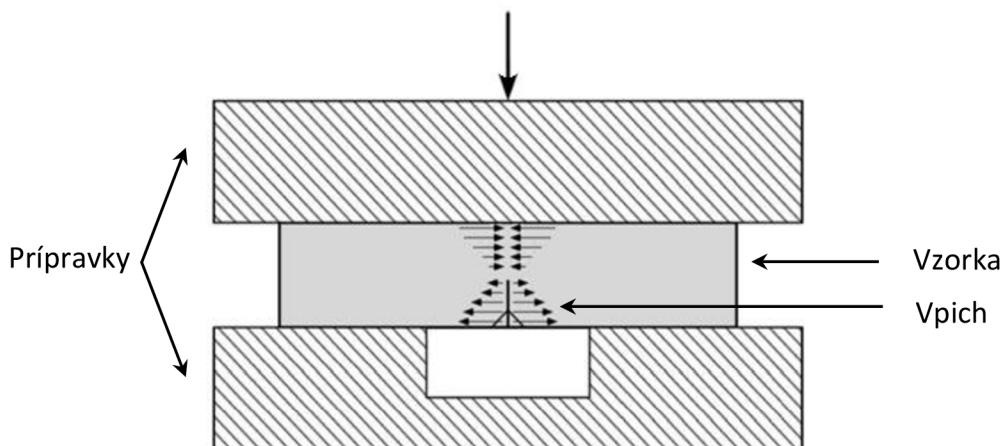
Obrázok 13 Ligamenty skúšobných telies s vrubom CNB (vľavo) a SEVNB (vpravo).

2.4.2 Ohybové skúšky telies s indentačne vytvorenou počiatočnou trhlinou

Ohybové skúšky telies s indentačne vytvorenou počiatočnou trhlinou sú vykonávané podobne ako ohybové skúšky telies s mechanicky vytvorenými vrubmi. Najväčším rozdielom je však princíp vytvorenia iniciačného vrubu respektíve trhliny.

2.4.2.1 Ohybová skúška telies pripravených mostíkovou metódou (SEPBB)

Metóda SEPBB (Single Edge Precracked Beam) používa špeciálne navrhnutý systém (bridge precracking) na vytvorenie kontrolovanej ostrej trhliny do ohybového telesa. Štartovacím bodom pre trhlinu môže byť vrub vytvorený obrábaním alebo vpich Knoopovho alebo Vickersovho indentoru. Vzorka s vpichom je následne umiestnená medzi dva prípravky pričom jeden z prípravkov (zaťažovací) je rovný a druhý z prípravkov (podporný) má v strednej časti medzeru, takzvaný mostík. Vzorka je medzi prípravky umiestnená tak, aby sa vrub nachádzal v strede mostíka. Trhliny sú indukované vplyvom pôsobiaceho kontrolovaného tlakového napätia v miestach s najvyššou koncentráciou napätia, čo sú zvyčajne rohy predom vytvoreného vpichu. Zostavenie zariadenia mostíkovej metódy je zobrazené na obrázku 14 [1,13,19].



Obrázok 14 Schematické znázornenie mostíkovej metódy [1].

Pred vykonaním ohybovej skúšky na takto pripravenom telese je nutné za pomoci nanosenia farebného penetrantu zvýrazniť pôvodnú trhlinu. Takto pripravená vzorka s trhlinou je zlomená v 3- alebo 4-bodovom ohybe. Po ohybovej skúške je zmeraná dĺžka pôvodnej, penetrantom zvýraznenej trhliny, ktorá je nevyhnutná pre správne určenie hodnoty lomovej húževnatosti keramického materiálu [12,13,19].

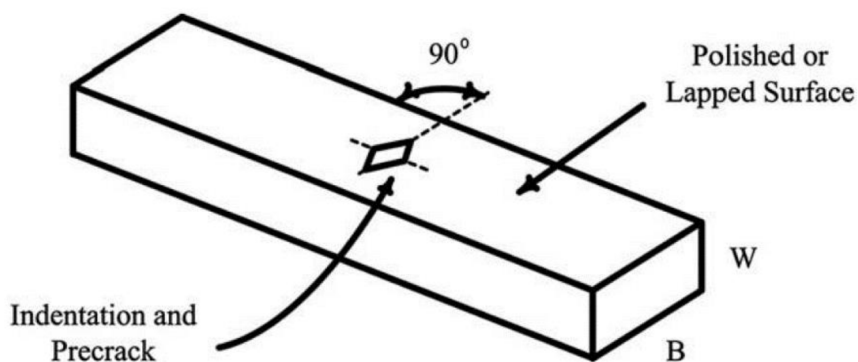
Výhodou vytvárania trhlín za pomoci mostíkovej metódy v porovnaní s vytváraním únavových trhlín je použiteľnosť tejto metódy pre krehké keramické materiály a taktiež pomerná procesná jednoduchosť. Problémom je však náchylnosť k nestabilite, nakoľko zariadenia na indukovanie trhlín nie sú dostatočne tuhé na dosiahnutie stabilného rastu trhlín [12].

2.4.2.2 Ohybová skúška telies s trhlinou vytvorenou vpichom indentoru (SCF)

Príprava vzoriek typu SCF (Surface Crack in Flexure) spočíva vo vytvorení vpichu pomocou Knoopovho indentoru do ohybového telesa, čím sa zároveň vytvoria trhliny pod rovinou vpichu. Aby došlo k odstráneniu zvyškových napätí a napätím poškodených zón po indentácii, je v oblasti okolo vpichu zo vzorky odstránené leštením alebo lapovaním presne stanovené množstvo materiálu, ktoré zodpovedá 3- až 4-násobku hĺbky vpichu. Podobne ako pri vzorkách SEPB musí byť pred vykonaním ohybovej skúšky za pomoci nanosenia farebného penetrantu zvýraznená hĺbka pôvodnej trhliny. Pripravená vzorka s trhlinou je následne zlomená počas skúšky 4-bodovým ohybom. Po skúške dochádza k vyhodnoteniu dĺžky pôvodnej trhliny a stanoveniu hodnoty lomovej húževnatosti za pomoci rovnice 10 [13,19].

$$K_{Ic} = Y_{min}^* \left[\frac{3P_{Max}(S_1 - S_2)}{2BW^2} \right] \sqrt{a} \quad (10)$$

Symbol a v rovnici 10 označuje hĺbku trhliny, S_1 a S_2 sú rozpätia podporných a zaťažovacích valčekov pri 4-bodovom ohybe, P_{Max} je maximálne zaznamenané zaťaženie, symboly B a W charakterizujú šírku a výšku skúšobného telesa a symbol Y_{min}^* je minimálna hodnota tvarového faktoru, ktorý je závislý najmä od tvaru vzniknutej trhliny. Táto metóda nie je vhodná pre príliš mäkké alebo húževnaté materiály, kedy nedochádza k iniciácii trhlín pri indentácii. Táto metóda nie je vhodná ani pre porézne materiály [7,13].



Obrázok 15 Vzorka s indentačne vytvorenou trhlinou typu SCF [13].
(polished or lapped surface – leštený alebo lapovaný, povrch Indentation and precrack – vpich a trhlina)

2.4.2.3 Ohybová skúška telies s trhlinou vytvorenou vpichom indentoru (ISB)

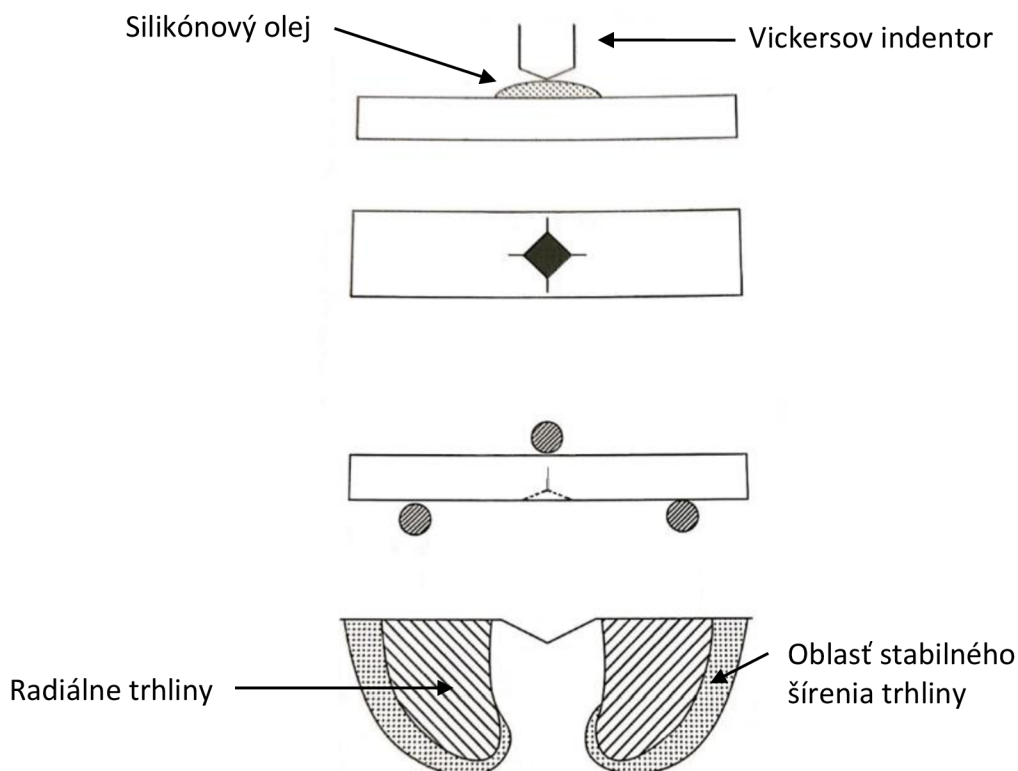
Podstatou ohybovej skúšky ISB (Indentation Strength Bending) je vytvorenie Vickersovho vpichu do stredu ohybovej vzorky. Pred samotnou indentáciou je však na oblasť budúceho vpichu nanosená kvapka silikónového oleja z dôvodu minimalizovania možnosti podkritického rastu trhliny vplyvom okolitého prostredia (napr. vzdušná vlhkosť). V prípade metódy ISB na rozdiel od metódy SCF nedochádza k odstráneniu oblastí so zvyškovým napätím po indentácii, ale uvažuje s ním ako so zložkou hnacej sily šírenia trhliny. Vzorka s vpichom je vložená do ohybového skúšobného zariadenia tak, aby v mikrotrhlinách spôsobených indentáciou pôsobili počas nasledujúcej ohybovej skúšky ťahové napätia. Lomová húževnatosť skúšobného telesa ISB je následne vypočítaná podľa vzťahu uvedeného v rovnici 11. Procedúra prípravy a skúšky takýchto vzoriek je názorne zobrazená na obrázku 16 [3,13].

$$K_{Ic} = \eta(E/H)^{\frac{1}{8}}(\sigma_f P^{\frac{1}{3}})^{\frac{3}{4}} \quad (11)$$

Kalibračná konštanta η má hodnotu $\eta = 0,59 \pm 0,12$, E je Youngov modul, H je Vickersova tvrdosť, σ_f je lomové napätie a P je aplikované zaťaženie [3,7,23].

Vzťah pre výpočet lomového napätia potrebného pre výpočet lomovej húževnatosti je uvedený v rovnici 12. W v tomto vzťahu symbolizuje lomové zaťaženie, L je vzdialenosť podporných valčiek pri trojbodovom ohybe, b je šírka vzorky a d je výška vzorky [23].

$$\sigma_f = \frac{3WL}{2bd^2} \quad (12)$$



Obrázok 16 Ohybová skúška telesa s trhlinou vytvorenou vpichom indentoru [3].

Nevýhodou tejto metódy je veľká neistota v získaných výsledkoch zapríčinená napríklad zle definovaným systémom generovaných trhlín alebo zle zvolenou hodnotou kalibračnej konštanty, ktorá je závislá od druhu testovaného materiálu. Získané hodnoty lomovej húževnatosti môžu byť vo veľkej miere ovplyvnené vzájomnou interakciou radiálnych trhlín, ktoré vznikajú pri vpichovaní indentoru a laterálnych trhlín, ktoré vznikajú pri odľahčovaní vzorky po indentácii [7,13].

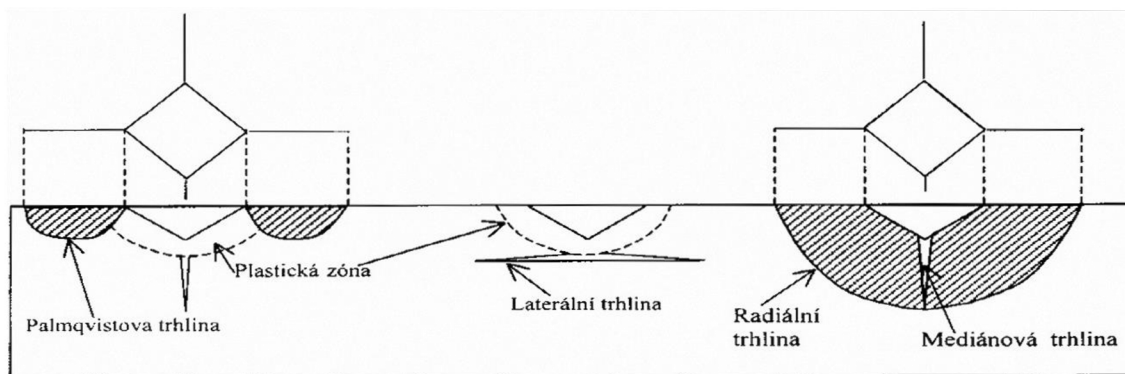
Počas ohybových skúšok na viacerých typoch skúšobných telies sa môže v zázname krivky sila-priehyb objaviť nespojitosť, takzvaný pop-in. Táto nespojitosť, poskok, súvisí s poklesom hodnoty faktoru intenzity napätia na čele trhliny, a teda napríklad s rozbehnutím a následným zastavením šírenia trhliny [13].

Pri všetkých ohybových skúškach keramických materiálov je dôležité brať do úvahy aj povahu okolitého prostredia, ktorá môže ovplyvniť výsledky stanovenej lomovej húževnatosti (napríklad rast podkriticky dlhej trhliny) [13].

2.4.3 Indentačné skúšky založené na meraní dĺžky povrchovej trhliny

2.4.3.1 Indentačná skúška lomovej húževnatosti (IF)

Podstatou indentačnej skúšky lomovej húževnatosti IF (Indentation Fracture) je vytvorenie obvykle Vickersovho vpichu, z ktorého rohov vychádzajú trhliny. Po takomto vpichu môže vzniknúť veľmi zložitý systém trhlín, ktorý však väčšina modelov idealizuje buď na systém radiálnych/mediánových alebo Palmquistových trhlín (obrázok 17). Radiálne trhliny vznikajú obvykle pri stredných a vyšších zaťaženiach zatiaľ čo Palmquistove trhliny vznikajú pri nižších zaťaženiach [1,24,25].



Obrázok 17 Radiálne a Palmquistove trhliny [25].

Vďaka veľkej pozornosti, ktorá bola venovaná tejto metóde bolo odvodených mnoho rovníc pre výpočet hodnôt lomovej húževnatosti. Tieto rovnice sú však len úpravami iných rovníc za účelom lepšieho prispôsobenia na namerané hodnoty a v mnohých prípadoch tieto úpravy nemajú hlbší fyzikálny význam. Najpoužívanejší z týchto vzťahov (vzťah podľa Lawna) je uvedený v rovnici 13 [1,26].

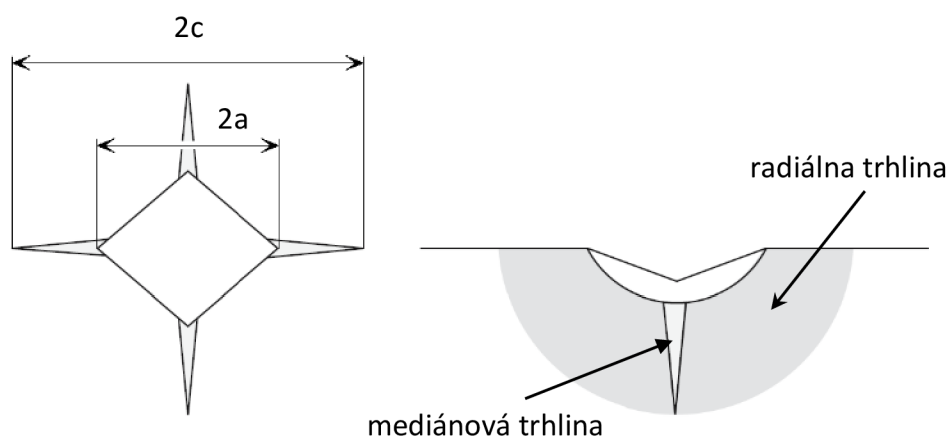
$$K_{Ic} = \zeta \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{c^{3/2}} \right) = K_{res} \quad (13)$$

Parameter c v rovnici 13 charakterizuje polovicu dĺžky povrchovej trhliny, zeta ζ je koeficient zohľadňujúci typ indentoru a geometriu trhliny, H je Vickersova tvrdosť a E je Youngov modul. Koeficient ζ nadobúda v prípade keramických materiálov hodnotu $0,016 \pm 0,004$. Celkový výraz $\zeta(E/H)^{1/2}$ pritom zodpovedá faktoru zvyškového napätia [1,26].

Rovnicu 13 odvodil vo svojej práci B.R. Lawn, ktorý uvažoval elasticko-plastické správanie sa materiálu pod vpichom. Tento model predpokladá vznik radiálnych/mediánových trhlín vplyvom ťahových napätí, ktoré vznikajú pri odľahčovaní materiálu po indentácii [26].

Tvrdosť potrebná pre výpočet lomovej húževnatosti je vypočítaná za pomoci vzťahu uvedeného v rovnici 14 kde P je aplikované zaťaženie, a je charakteristický rozmer vpichu a α je konštanta ktorá má v prípade Vickersovho indentačného telesa hodnotu $\alpha = 2$. Určovanie rozmerov vpichu a dĺžky trhliny je zobrazená na schematickom obrázku 18 [1].

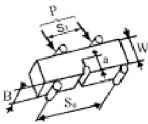

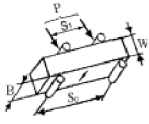

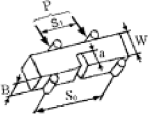

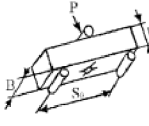

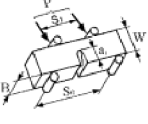

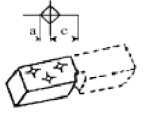
$$H = \frac{P}{\alpha a^2} \quad (14)$$



Obrázok 18 Schéma vpichu a trhlín po indentácii [1].

Samotná indentačná skúška je pomerne jednoduchá a vyžaduje len malé množstvo materiálu. Tento typ skúšok keramických materiálov však môže vykazovať veľký rozptyl v nameraných hodnotách lomovej húževnatosti. Veľký rozptyl je zapríčinený problematickým meraním dĺžky trhlín vzniknutých pri indentácii ako aj spomínanou možnosťou vzniku veľmi komplexnej siete trhlín, ktorá závisí od makroštruktúry materiálu. Ďalším problémom tejto testovacej metódy je fakt, že trhlina je len iniciovaná, šíri sa a zastavuje, takže nedôjde k úplnému dolomeniu vzorky. Z toho vyplýva, že namerané hodnoty nemusia zodpovedať skutočným hodnotám lomovej húževnatosti skúmaného materiálu. Napriek všetkým nevýhodám je táto metóda jediná vhodná pre testovanie veľmi malých objemov materiálu [1,3,7,13,19,24,27].

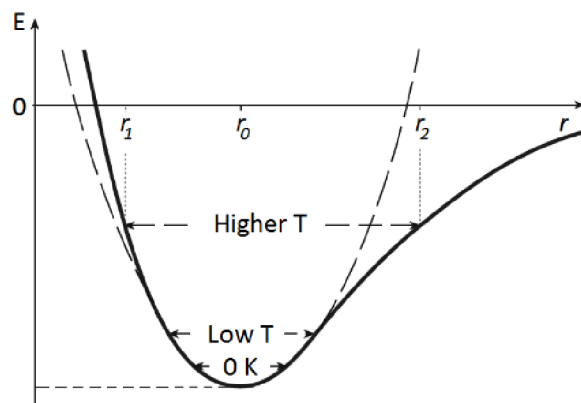
Obrázok 19 porovnáva niektoré z metód testovania lomovej húževnatosti keramických materiálov.

Specimen	Method and fracture surface of specimen	Specimen	Method and fracture surface of specimen
	SEPB  (single edge precracked beam)		SCF  (surface crack in flexure)
	SENB  (single edge notched beam)		IS  (indentation strength)
	CNB  (chevron notched beam)		IF (indentation fracture)

Obrázok 19 Porovnanie rôznych metód merania lomovej húževnatosti [21].

2.5 Zmena vlastností vplyvom zmien teploty

Teplota je veľmi dôležitým faktorom, ktorý ovplyvňuje vlastnosti materiálov. Pri teplote takzvanej „absolútnej nuly“ (0 K) sú od seba dva atómy vzdialené na takzvanú rovnovážnu vzdialenosť r_0 . Pri tejto vzdialenosti a za tejto teploty je väzobná energia medzi dvoma susednými atómami minimálna. V tomto stave atómy kmitajú s najnižšou amplitúdou, čo zodpovedá najnižšiemu vibračnému stavu, ktorý môžu tieto atómy dosiahnuť. Pri zvyšovaní teploty materiálu dochádza k zvyšovaniu amplitúdy kmitania jednotlivých atómov (zmene vibračných stavov atómov) a tým k zvyšovaniu energie systému, čo vedie k ovplyvňovaniu väzieb medzi atómami. Tieto zmeny na úrovni atómov závislé od teploty ovplyvňujú celú štruktúru materiálu a môžu viesť k makroskopickým zmenám a k zmenám vlastností materiálov. Závislosť väzobnej energie na medziatómovej vzdialenosti je zobrazená na obrázku 20 [1,14,28].

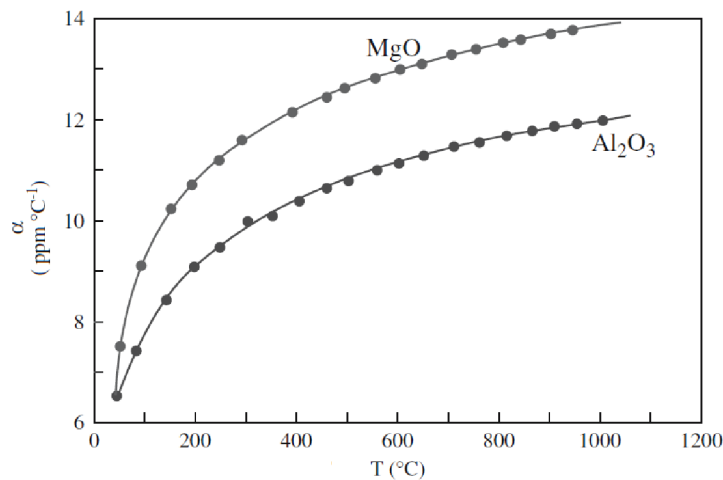


Obrázok 20 Priebeh krivky závislosti väzobnej energie na vzdialenosti atómov [1].
(Higher T – vyššia teplota, Low T – nízka teplota)

Parameter, ktorý charakterizuje zmenu rozmerov telesa voči jeho pôvodným rozmerom pri zmene teploty je lineárny koeficient teplotnej rozťažnosti α . Lineárny koeficient teplotnej rozťažnosti je možné stanoviť za pomoci vzťahu uvedeného v rovnici 15 zo zmeny rozmeru Δl pod vplyvom zmeny teploty ΔT pričom táto zmena je vzťahovaná voči pôvodnému rozmeru telesa l_0 [1].

$$\alpha = \frac{\Delta l}{\Delta T l_0} \quad (15)$$

Hodnota koeficientu teplotnej rozťažnosti nemusí byť pri všetkých teplotách rovnaká a môže dochádzať k zmene jeho veľkosti. Obrázok 21 ilustruje takúto zmenu hodnôt koeficientu teplotnej rozťažnosti pri rôznych teplotách [1].



Obrázok 21 Zmena koeficientu teplotnej rozťažnosti s teplotou [1].

Materiály s niektorou z tesne usporiadaných kubických mriežok majú izotropický koeficient teplotnej rozťažnosti pozdĺž troch kryštalografických osí. To znamená, že v každom z týchto smerov dochádza k rovnakej deformácii kryštálovej mriežky pod vplyvom zmeny teploty. Monokryštalické materiály s inou ako kubickou mriežkou majú anizotropický koeficient teplotnej rozťažnosti, a teda rozdielny v rôznych kryštalografických smeroch. Číselné hodnoty koeficientu teplotnej rozťažnosti je možné aplikovať len na jednotlivé kryštály nekubických monokryštalických materiálov alebo len na jednotlivé zrná polykryštalických keramických materiálov. Ak sú zrná polykryštalického materiálu náhodne orientované, tak je možné celkový koeficient teplotnej rozťažnosti takéhoto materiálu považovať za izotropický. Celkový koeficient teplotnej rozťažnosti bude potom dosahovať strednej hodnoty koeficientu teplotnej rozťažnosti jednotlivých kryštálov v rôznych kryštalografických smeroch [1, 14, 28].

Pri zmenách teploty keramických materiálov môže vplyvom anizotropie koeficientu teplotnej rozťažnosti dochádzať k vzniku teplotných napätí či deformácií, ktoré môžu viesť až k vzniku a predlžovaniu trhlín v materiáloch. Deformáciu, ktorá je vyvolaná teplotnými zmenami je možné vyjadriť za pomoci vzťahu uvedeného v rovnici 16, kde α je koeficient teplotnej rozťažnosti a ΔT je zmena teploty [13].

$$\varepsilon_{th} = \alpha \Delta T \quad (16)$$

Ak je mechanicky zamedzené vzniku voľnej deformácie vplyvom zmeny teploty ε_{th} , v štruktúre materiálu vzniká teplotne indukované napätie σ_{th} . Toto napätie je možné vypočítať za pomoci vzťahu uvedeného v rovnici 17, kde ν je Poissonov pomer a E je modul pružnosti. Ďalšou komplikáciou v tomto prípade môže byť závislosť modulu pružnosti materiálu od teploty a teda jeho zmena pri zmenách teplôt [13].

$$\sigma_{th} = \frac{\alpha \Delta T E}{1 - \nu} \quad (17)$$

2.5.1 Odolnosť voči teplotným šokom

Veľmi dôležitou vlastnosťou materiálov, ktorá môže byť požadovaná v špecifických aplikáciách, je odolnosť voči teplotným šokom a teda odolnosť voči náhlym zmenám teploty. Keramické materiály vykazujú vyššiu náchylnosť k vzniku teplotne indukovaných napätí ako kovové materiály. Hlavnými dôvodmi ich horšej odolnosti voči teplotným šokom sú nižšia tepelná vodivosť v porovnaní s kovmi a taktiež ich krehká povaha. Z pohľadu teplôt je výrazne nebezpečnejšie rýchle ochladzovanie keramických materiálov v porovnaní s rýchlym ohrievaním. Pri rýchlom ochladzovaní keramických materiálov sa ich štruktúre indukujú povrchové ťahové napätia, ktoré sú pre tieto materiály a sklá veľmi nebezpečné z pohľadu vzniku a následného šírenia povrchových trhlin [1].

Na zhodnotenie odolnosti materiálu voči teplotným šokom slúži parameter R_{TS} . Vzťah pre výpočet tohto parametra je uvedený v rovnici 18, kde σ_f je lomové napätie, k zodpovedá tepelnej vodivosti, α je koeficient teplotnej rozťažnosti a E je modul pružnosti keramického materiálu [1].

$$R_{TS} = \frac{\sigma_f k}{E \alpha} \quad (18)$$

Z rovnice 18 vyplýva, že pre dosiahnutie vysokej odolnosti voči teplotným šokom by keramický materiál mal dosahovať vysoké hodnoty lomového napätia a teplotnej vodivosti, a naopak nízke hodnoty modulu pružnosti a nízku teplotnú rozťažnosť. Keramické materiály pritom dosahujú nižšie hodnoty teplotnej vodivosti v porovnaní s kovovými materiálmi. Dôvodom týchto rozdielov je najmä rozdielny mechanizmus šírenia tepla cez objem materiálu. Teplo sa cez štruktúru materiálu môže šíriť za pomoci voľných elektrónov a vibrácií atómov v uzlových polohách mriežky (fonónov), čo je prípad kovových materiálov. V prípade keramických materiálov sa však teplo šíri najmä pomocou fonónov [1,9].

2.6 Rast podkriticky dlhej trhliny

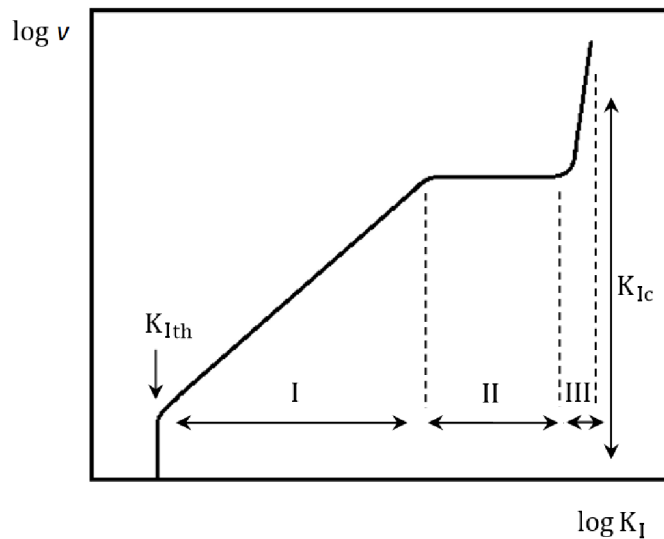
O raste podkriticky dlhej trhliny je možné hovoriť vtedy, keď faktor intenzity napätia na čele trhliny od aplikovaného zaťaženia má nižšiu hodnotu ako je kritická hodnota faktoru intenzity napätia $K_I < K_{Ic}$ [13].

Existujú dva základné prístupy k skúmaniu pomalého rastu trhlín. Prvý z prístupov sa zameriava na predikciu životnosti, ktorá je závislá od rýchlosti šírenia trhlín (crack-velocity). Druhý z prístupov zisťuje pevnosť materiálov (power-law). Metódy na určenie závislostí spojených s pomalým rastom trhlín sú založené na [29]:

- konštantnom posuve prierečinka (dynamická únava)
- konštantnom pôsobiacom napätí (statická únava, statický lom)
- cyklickom zaťažení (cyklická únava).

Rast podkriticky dlhých trhlín je v keramických materiáloch riadený faktorom intenzity napätia na čele trhliny K_I . Podkriticky dlhá trhlina rastie pomaly zo svojej pôvodnej dĺžky a_i až do kritickej dĺžky a_c kedy dôjde k nestabilnému šíreniu tejto už kriticky dlhej trhliny. Rýchlosť rastu podkritickej trhliny je pre daný materiál a prostredie, v ktorom sa nachádza daný vzťahom uvedenom v rovnici 19 [13,30].

$$v = \frac{da}{dt} = f(K_I) \quad (19)$$



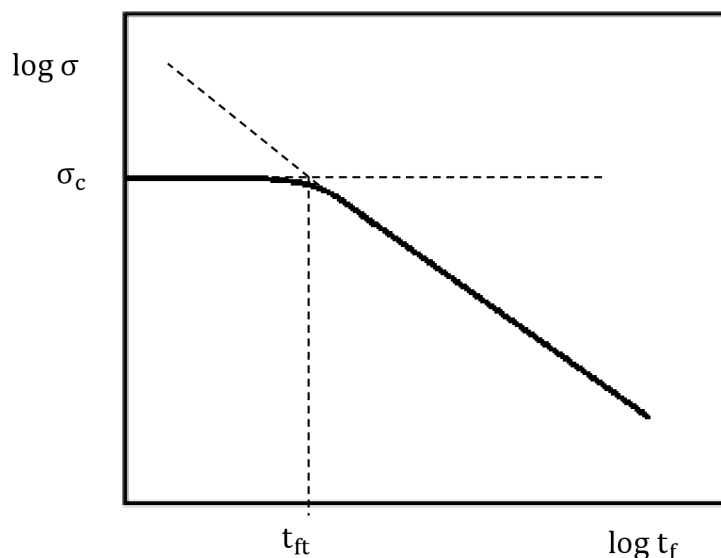
Obrázok 22 Schematické znázornenie $v - K_I$ krivky pre rast podkritickej trhliny [30].

Obrázok 22 schematicky zobrazuje logaritmický priebeh závislosti rýchlosti šírenia trhliny od faktoru intenzity napätia. V tomto grafe je možné pozorovať tri významné oblasti I, II a III. V oblasti I dochádza k pomalému rasti trhliny a zároveň sú dodržiavané silové podmienky rastu. Oblasť II v obrázku 22 je zaujímavá z pohľadu možnej nezávislosti rýchlosti šírenia trhliny na faktore intenzity napätia na čele trhliny. Pri ďalšom zvyšovaní hodnoty faktoru intenzity napätia v oblasti III dochádza k nestabilnému šíreniu trhliny až do dolomenia vzorky. V niektorých prípadoch je v krivke závislosti $v - K_I$ možné pozorovať hodnotu K_{Ith} pod ktorou nedochádza k podkritickému rastu trhliny [13,30].

V keramických materiáloch je využívaná na popis rastu podkritickej trhliny v oblasti I (obrázok 22) závislosť, ktorá dáva do súvislosti faktor intenzity napätia na čele trhliny od aplikovaného zaťaženia s rýchlosťou šírenia podkritickej trhliny $v(K_I)$. Takáto empirická závislosť má podobu uvedenú v rovnici 20, pričom A , A^* a n sú parametre závisiace od materiálu, teploty a prostredia. Hodnota exponentu n je pre väčšinu keramických materiálov väčšia ako 15 [13,30].

$$v \cong AK_I^n = A^* \left(\frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^n \quad (20)$$

Pri statickom zaťažovaní vzoriek, kedy je zaťaženie v čase $\sigma(t)$ konštantné, je dôležité, aby dĺžka samotného testu neprekročila dobu t_{ft} , kde t_{ft} je prahová hodnota času, po ktorej pod vplyvom pôsobiaceho zaťaženia dochádza k nežiaducemu efektu podkritického rastu trhliny a teda k zníženiu hodnôt pôsobiaceho napätia, čo má zásadný vplyv na ďalšie získané vlastnosti (napr. lomovú húževnatosť). Obrázok 23 ilustruje zníženie kritickej hodnoty napätia po prekročení prahovej hodnoty času t_{ft} [30].



Obrázok 23 Krivka životnosti materiálu pri konštantnom zaťažení [30].

Prahovú hodnotu času t_{ft} je možné vypočítať za pomoci vzťahu uvedeného v rovnici 21 pričom B je materiálový parameter a σ_c je kritická hodnota napätia [30].

$$t_{ft} = \frac{B}{\sigma_c^2} \quad (21)$$

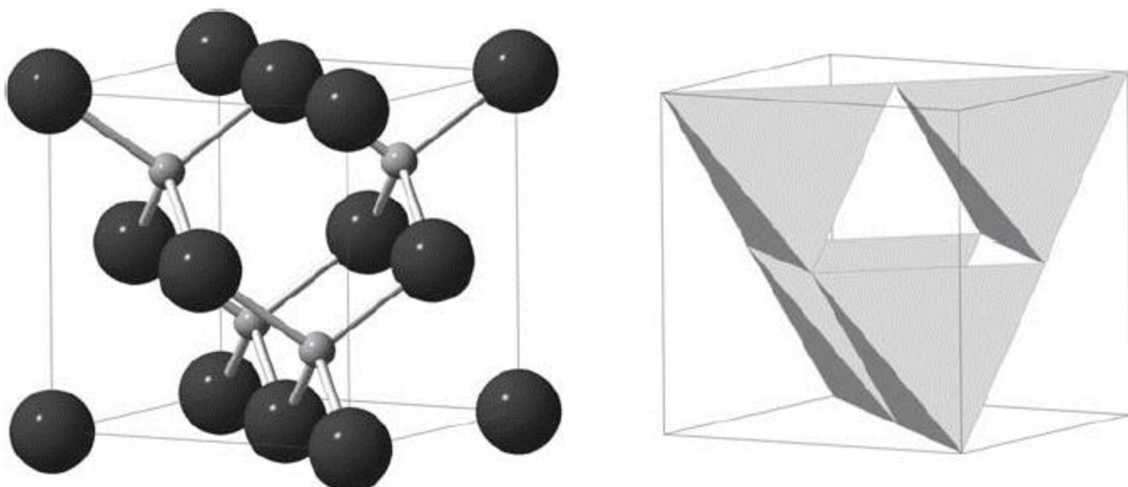
2.7 Karbid kremíka

Karbid kremíka (SiC) je jedinou stabilnou zlúčeninou v systéme kremík-uhlík. SiC je binárnou zlúčeninou pozostávajúcou zo 70,05 hm. % Si a 29,05 hm. % C [13]. Táto zlúčenina kremíka a uhlíka nemá teplotu topenia, ale rovno dekomponuje pri teplote 2545 ± 40 °C, čo zodpovedá peritektickému bodu vo fázovom diagrame Si-C. Jeho dôležitými vlastnosťami sú dobrá abrazivzdornosť, odolnosť voči teplotným šokom, dobrá tepelná vodivosť a relatívne nízka teplotná rozťažnosť. Tento keramický materiál je možné spoločne s B_4C zaradiť do skupiny takzvaných kovalentných karbidov. Charakteristickými znakmi kovalentných karbidov sú: nekovové zlúčeniny, nízka hmotnosť jednotlivých prvkov týchto zlúčenín, nízka hustota, kovalentná väzba, vysoká teplota topenia (dekompozície), vysoká tepelná a chemická stabilita, vlastnosti polovodičov, mimoriadne pevné a tvrdé materiály [1,13,31].

Karbid kremíka sa nenachádza v prírode, ale bol umelo pripravený po prvý krát Edwardom Goodrichom Achesonom v roku 1891 [9]. Jeho kubická forma β -SiC je vytváraná pri teplotách v rozmedzí 1400 až 1800°C. α -SiC s hexagonálnou mriežkou je vytváraná pri teplotách nad 2000°C [1].

2.7.1 Štruktúra karbidu kremíka

Väzby v karbide kremíka sú tvorené zdieľaním elektrónov medzi atómami kremíka a uhlíka (kovalentná väzba). Orbitály oboch týchto prvkov s podobnou elektrónovou štruktúrou sa nachádzajú v hybridovanom sp^3 stave s tetraedrickou symetriou a uhlom $109^\circ 28'$ medzi hranami. S rozdielom elektronegativít medzi uhlíkom a kremíkom súvisí aj čiastočne iónový charakter ich vzájomných väzieb. Iónové väzby sú pritom typické prenosom valenčných elektrónov medzi atómami kremíka a uhlíka, čo vedie k formovaniu katiónov a aniónov. Podiel iónovej väzby v karbide kremíka je menší alebo rovný 10% [13]. Sila kovalentno-iónovej väzby v karbide kremíka je približne 300 kJ/mol (diamant 356 kJ/mol) [13]. Elementárna bunka SiC je tvorená štyrmi atómami kremíka ($8 \times 1/8$ v rohoch základnej bunky + $6 \times 1/2$ na stenách) a štyrmi atómami uhlíka umiestnenými v tetraedrických intersticiálnych polohách, čo je možné vidieť na obrázku 24 [13,31,32].



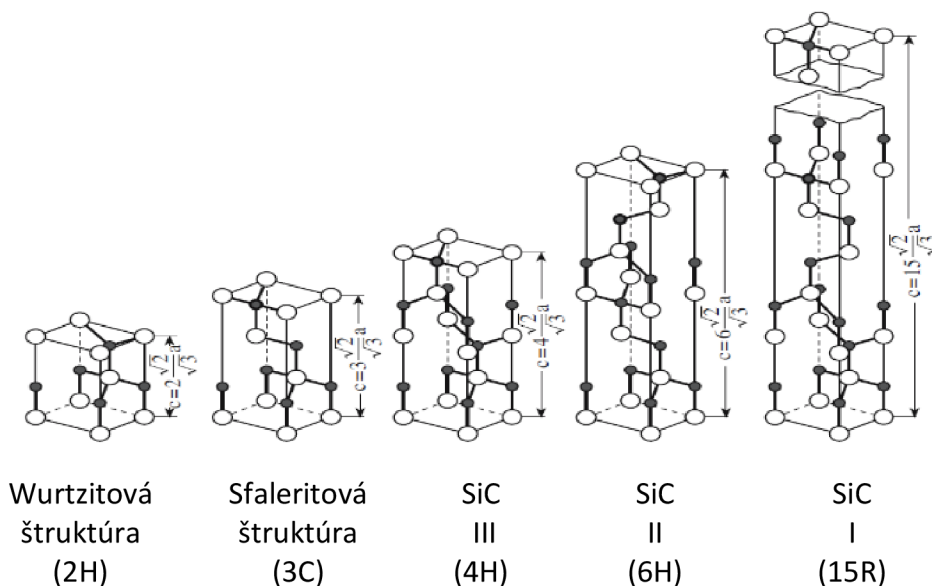
Obrázok 24 Štruktúra elementárnej bunky kubického karbidu kremíka [1].

2.7.1.1 Kubický karbid kremíka (β -SiC)

Ako β -SiC je označovaná kubická plošne centrovaná (FCC) štruktúra karbidu kremíka. Takúto štruktúru je možné vidieť na obrázku 24. Sekvencia vrstvenia rovín $\{111\}$ β -SiC je ABCABCABC. Na vytvorenie jednotkovej bunky β -SiC sú potrebné tri vrstvy atómov uhlíka a tri vrstvy atómov kremíka, čo zodpovedá podľa Ramsdellovej notácie označeniu 3C-SiC. Ďalším z možných popisov tejto štruktúry je aj popis za pomoci dvoch identických, vzájomne sa prekrývajúcich FCC kryštálových mriežok pričom jedna z týchto mriežok je tvorená atómami uhlíka a druhá atómami kremíka. Kubický polytyp SiC je stabilnejší v porovnaní s romboedrickým a hexagonálnymi α -SiC polytypmi [13,31].

2.7.1.2 Ostatné polytypy karbidu kremíka (α -SiC)

α -SiC je označované veľké množstvo (vyše 200) polytypov SiC okrem kubického β -SiC. Polytypy α -SiC môžu mať rôzne variácie hexagonálnej alebo romboedrickej kryštálovej mriežky pričom polytypy s rovnakým typom kryštálovej mriežky majú podobné vlastnosti a štruktúru. Tesne usporiadané vrstvy jednotlivých druhov kryštálových mriežok sú totožné, rozdielom je však sekvencia ich vrstvenia alebo vzájomná vzdialenosť jednotlivých vrstiev. Medzi najbežnejšie polytypy α -SiC patria 4H, 6H, 15R a 9T. Niektoré z polytypov je možné vidieť na obrázku 25. Tabuľka 5 prináša porovnanie niektorých charakteristík polytypov SiC [1,31].



Obrázok 25 Polytypy SiC [1].

Tabuľka 5 Polytypy SiC (vlastnosti pri teplote 298 K) [1,31].

Polytyp (Ramsdell)	Mriežka	Sekvencia vrstvenia	Hustota [g/cm ³]	a ₀ [nm]	c ₀ [nm]
3C (β -SiC)	Kubická	ABCABCABC	3,214	0,308	0,755
2H (α -SiC)	Hexagonálna	ABABAB	3,214	0,30763	0,5048
4H	Hexagonálna	ABACABAC	3,235	0,3076	1,0046
5H	Hexagonálna	ABCACBABCACBA	3,211	0,3080	1,5117
6H	Hexagonálna	ABCACB		0,3080	1,509
15R	Romboedrická	ABDACBCABACBCBA	3,274	0,3073	3,730

2.7.2 Chemické vlastnosti karbidu kremíka

Silné kovalentné a iónové väzby zabezpečujú veľkú odolnosť karbidu kremíka. Pri izbových teplotách je odolný voči kyselinám, zásadám a ďalším rozpúšťadlám. Karbid kremíka je spomedzi karbidov najodolnejším voči oxidácii. Pri teplotách medzi 850 až 1100 °C sa na povrchu SiC tvorí film SiO₂, ktorý je však porézny a neposkytuje karbidu kremíka žiadnu ochranu voči okolitým vplyvom. Nad teplotou 1100 °C tento film SiO₂ zhutne a zlepšuje odolnosť podkladového materiálu (SiC) voči oxidácii. Táto ochrana je účinná až do 1700 °C, kedy dochádza k roztopeniu oxidu kremičitého [7].

2.7.3 Tepelné a teplotné vlastnosti karbidu kremíka

Zásadnými z tepelných a teplotných vlastností karbidu kremíka sú jeho vysoká tepelná vodivosť a nízka teplotná rozťažnosť (v prípade, že nedochádza k fázovým transformáciami produkujúcim zmeny objemu). Teplotná rozťažnosť α -SiC je takmer lineárna v pomerne širokom rozsahu teplôt. Rozťažnosť tohto typu materiálu je medzi 20 až 1000°C len $4,5 \times 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ a medzi teplotami 20 až 1500°C len $5,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, čo je výrazne menej v porovnaní s napríklad oxidovými keramickými materiálmi alebo väčšinou kovových materiálov [7].

2.7.4 Mechanické vlastnosti karbidu kremíka

Mechanické vlastnosti karbidu kremíka závisia od mnohých faktorov medzi ktoré patria napríklad výrobná metóda, veľkosť zrna, hustota, čistota, typ väzieb či veľkosť a tvar pórov. Jednotlivé mechanické vlastnosti sa môžu viac alebo menej meniť aj v závislosti od jednotlivých polytypov karbidu kremíka, čo súvisí najmä s ich vnútornou štruktúrou (typ mriežky, medziatómové vzdialenosti atď.). Tabuľka 6 poukazuje na niektoré z fyzikálnych a mechanických vlastností rôznych druhov karbidu kremíka [7].

Tabuľka 6 Fyzikálne vlastnosti rôznych typov SiC [13].

Typ SiC	Štruktúrne fázy/ rysy	Hustota	Youngov modul	Koeficient teplotnej rozťažnosti	Pevnosť v ohybe (pri 20°C)	Lomová húževnatosť
		[g/cm ³]	[GPa]	[10 ⁻⁶ K ⁻¹]	[MPa]	[MPa m ^{1/2}]
EKasic C	SiC, jemnozrnný	>3,1-3,15	410-420	4,1	400-500	4
EKasic F	SiC, hrubozrnný	>3,15	410	4	400-430	3,5
EKasic G	SiC + grafit	>3,0	410	4,1	250-300	3
EKasic P	SiC, póry	>2,7-2,9	410	4	210-230	3
SiSiC	SiC, Si	3,05-3,15	400	4,3	350	3,5-4,5
SiC 30	SiC, grafit	2,65	190	4	140	
LPSSiC	SiC, alumináty	>3,2	420	3,5	550	6

2.7.5 Použitie karbidu kremíka

Z karbidu kremíka sú vyrábané rôzne žiaruvzdorné výrobky. V tomto prípade sú dôležitými vlastnosťami vysoká pevnosť, korózna odolnosť a dobrá odolnosť voči teplotným šokom. Ostré a tvrdé častice SiC sú používané v brúsnych kotúčoch, lapovacích a leštiacich pastách a taktiež ako plnivo v produktoch odolných voči oteru. Vysoká korózna a erózna odolnosť sú využívané v súčiastkach typu ventilov, dýz, atď.. Odolnosť voči opotrebeniu a ďalšie vhodné tribologické vlastnosti sú využívané v prípade ložísk, tesnení a ďalších súčiastok. Karbid kremíka nachádza široké uplatnenie aj v elektrotechnickom priemysle [7,9].

2.7.6 Degradácia karbidu kremíka vplyvom rôznych prostredí

2.7.6.1 Vodné prostredia

Vystavenie skiel a keramických materiálov vodnému prostrediu môže viesť k rastu podkriticky dlhých trhlín nachádzajúcich sa v štruktúre týchto materiálov. Rast podkriticky dlhých trhlín môže viesť k vzniku kriticky veľkých trhlín a následne k lomu, a teda strate funkčnosti komponentu. Karbid kremíka je zaujímavý z pohľadu využitia vo vodných prostrediach nukleárných reaktorov typov BWR (boiling water reactor) a PWR (pressurized water reactor). V týchto aplikáciách, kedy teplota prostredia dosahuje až 360 °C, závisí rýchlosť korózie SiC od výrobných technológií, ktorou bol tento materiál vyrobený. Najlepšie výsledky, a teda najvyššiu koróznou odolnosť vykazujú vysokočistý SiC vyrobený technológiou CVD. Karbid kremíka vyrobený technológiou RBSC (reaction bonded SiC) a sintrovaný SiC vykazujú 8 resp. 3,5-krát rýchlejšiu koróziu v porovnaní s SiC vyrobeným technológiou CVD. Rozdiel medzi rýchlosťou korózie karbidu kremíka vyrobeného rôznymi technológiami vo vodnom prostredí je prisudzovaný množstvu voľného kremíka v štruktúre materiálu pričom SiC vyrobený technológiou CVD obsahuje najmenej voľného kremíka vo svojej štruktúre [33].

2.7.6.2 Vysokoteplotné plynné prostredia

Koróznym procesom monolitických keramických materiálov vo vysokoteplotných plynných prostrediach je výrazne jednoduchší v porovnaní s koróznymi procesmi prebiehajúcimi v kompozitných materiáloch s keramickou maticou. Dôvodom využitia kompozitných materiálov je najmä možné zvýšenie ich lomovej húževnatosti v porovnaní s monolitickými keramickými materiálmi. Zložitosť koróznym procesom v kompozitných materiáloch s keramickou maticou (karbidovou, oxidovou, sklenenou) je spôsobená možnosťou vzájomnej interakcie jednotlivých zložiek kompozitu, interakcie koróznym produktom zložiek ako aj interakcie jednotlivých zložiek kompozitov s koróznymi produktmi. Značné rozdiely v korózne odolnosti je možné pozorovať aj v prípade, že sa jedná o rôzne typy monolytických keramických materiálov. Tieto rozdiely v korózne odolnosti môžu závisieť od chemického zloženia, kryštálovej štruktúry ako aj vnútornej mikroštruktúry týchto materiálov [33].

Korózne reakcie SiC

Karbid kremíka SiC, či sa jedná o vlákna, maticu alebo bulk materiál, reaguje pri určitých podmienkach pri styku s prostrediami O₂, H₂ a H₂O termodynamicky nestabilne a reaguje s týmito plynnými prostrediami nasledovne [33]:

- $\text{SiC(s)} + \text{O}_2(\text{g}) = \text{SiO}(\text{g}) + \text{CO}(\text{g})$ pri nízkom parciálnom tlaku O_2
- $\text{SiC(s)} + 3/2\text{O}_2(\text{g}) = \text{SiO}_2(\text{s}) + \text{CO}(\text{g})$ pri vysokom parciálnom tlaku O_2
- $\text{SiC(s)} + 2\text{H}_2(\text{g}) = \text{Si} + \text{CH}_4(\text{g})$
- $\text{SiC(s)} + 2\text{H}_2\text{O}(\text{g}) = \text{SiO}_2(\text{g}) + \text{CO}(\text{g}) + 2\text{H}_2(\text{g})$

Pri nízkom parciálnom tlaku O_2 reaguje základový materiál SiC s okolitým O_2 a dochádza k aktívnej oxidácii základového materiálu. Produktmi tejto reakcie sú plynný oxid kremíka SiO a plynný oxid uhoľnatý CO. Tento oxid neochraňuje SiC a na rozhraní napríklad so soľnými prostrediami dochádza ku koróznym reakciám základového materiálu [33,34].

Pri vysokom parciálnom tlaku O_2 môže kinetika reakcie viesť k vzniku tuhej ochrannej vrstvy oxidu kremičitého SiO_2 , čo vedie k zvýšeniu korózne odolnosti SiC v rôznych korózných prostrediach. Ochranná vrstva SiO_2 sa na SiC vytvorí pri teplotách 800-1000 °C pri parciálnom tlaku O_2 10^{-8} atmosféry. Stabilita takejto ochrannej vrstvy sa potom stáva kritickou pre stabilitu karbidu kremíka. Vrstva SiO_2 je stabilná v kontakte s rôznymi plynnými prostrediami a prostrediami roztavených solí, kedy reakcie prebiehajú priamo s touto vrstvou, čo v zásade ochraňuje základový materiál [33].

Variabilita korózných procesov (napr. oxidácie) a aktivačných energií týchto procesov závisí od viacerých faktorov a v mnohých prípadoch aj od kombinácie týchto faktorov. Medzi tieto faktory patria napríklad [34]:

- veľkosť aktívnej plochy korózie (oxidácie)
- rozdielny druh materiálu (α , β , amorfný materiál atď.)
- rôzna hustota a pórovitosť materiálu
- druh a množstvo existujúcich korózných produktov na povrchu materiálu
- rozdiely v type vytvoreného korózneho produktu (kryštalický, amorfný, tekutý)
- množstvo a druh prísad, nečistôt atď..

3 CIELE PRÁCE

Hlavné ciele stanovené pre túto diplomovú prácu sú:

- vyvinutie a realizovanie metodiky skúšania lomovej húževnatosti keramických materiálov pri znížených až kryogénnych teplotách
- porovnanie lomového chovania keramických materiálov na základe výsledkov merania lomovej húževnatosti nadobudnutých pri znížených teplotách s výsledkami nadobudnutými pri izbovej teplote
- vzájomné porovnanie výsledkov testov lomovej húževnatosti študovaných materiálov v závislosti od použitej testovacej metódy
- stanovenie vplyvu mikroštruktúry vybraných materiálov na lomové chovanie za znížených teplôt

4 EXPERIMENTÁLNÁ ČASŤ

4.1 Materiál

Experimentálny materiál použitý pre túto prácu bol vybraný na základe jeho možnej nízkoteplotnej aplikácie. Zástupcom štandardného konštrukčného keramického materiálu používaného pre namáhané strojné súčasti bol komerčný karbid kremíka vyrobený v CeramTec Czech Republic. Zástupcom konštrukčného materiálu s odlišnou mikroštruktúrou bol liaty čadič vyrobený spoločnosťou Eutit s.r.o. Tieto materiály boli dodané vo forme polotovarov, z ktorých boli štandardnými keramografickými postupmi pripravené skúšobné vzorky. Výroba vzoriek nebola súčasťou tejto práce.

4.1.1 Karbid kremíka

Sintrovaný karbid kremíka (SSiC) je vyrábaný spečením izostaticky predlisovaného veľmi jemného granulátu SiC pri teplotách nad 2200 °C. Pri tomto procese dôjde k vytvoreniu veľmi silných kovalentných a iónových väzieb medzi jednotlivými časticami materiálu. Takto pripravený materiál má vysokú odolnosť voči opotrebovaniu, vysokú chemickú odolnosť, vysokú tvrdosť, mechanickú pevnosť a pomerne nízku mernú hustotu. Výrobkami vyrábanými zo sintrovaného karbidu kremíka sú časti klzných ložísk, trysky pre rozprašovanie vysoko abrazívnych materiálov a iné. Vybrané fyzikálne a mechanické vlastnosti sintrovaného karbidu kremíka sú uvedené v tabuľke 7 [35].

Tabuľka 7 Fyzikálne a mechanické vlastnosti sintrovaného karbidu kremíka [35].

	Objemová hmotnosť	Tvrdosť podľa Vickersa	Modul pružnosti v ťahu	Pevnosť v tlaku	Pevnosť v ohybe
	[kg.m ⁻³]	[HV5]	[GPa]	[MPa]	[MPa]
SSiC	3150	2300	430	3500	410

4.1.2 Tavený čadič

Tavený čadič je materiál vyrobený tavením vhodných prírodných hornín ako monoklinických a rhombických pyroxénov, olivinínu a magnetitu. Po stuhnutí tento materiál vykazuje vysokú odolnosť voči opotrebovaniu, dobrú chemickú odolnosť, značnú pevnosť v tlaku a pomerne vysokú tvrdosť. Výrobkami vyrábanými z taveného čadiča sú napríklad interiérové a exteriérové podlahové dlaždice, trubky na prepravu abrazívnych materiálov a iné špeciálne odliatky (oblúky, odbočky, T-kusy, Y-kusy atď.). Vybrané fyzikálne a mechanické vlastnosti taveného čadiča sú uvedené v tabuľke 8 [36].

Tabuľka 8 Fyzikálne a mechanické vlastnosti taveného čadiča [36].

	Objemová hmotnosť	Tvrdosť podľa Vickersa	Modul pružnosti v ťahu	Pevnosť v tlaku	Pevnosť v ohybe
	[kg.m ⁻³]	[HV]	[GPa]	[MPa]	[MPa]
Tavený čadič	2900 – 3000	700 – 800	min. 110	min. 300 - 450	min. 45

4.1.3 Príprava výbrusov

Zalievanie

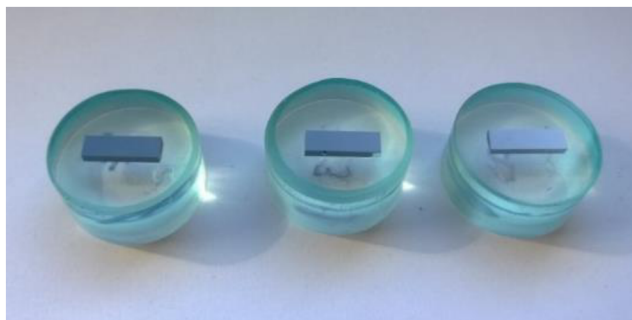
Na zaistenie stálej polohy vzoriek a možnosti pozorovania ich štruktúry za pomoci mikroskopu boli vzorky zaliate do dvojzložkovej epoxidovej zalievacej zmesi SpeciFix-20 Kit (Struers, Nemecko). Pred samotným zalievaním boli označené zalievacie nádoby tak, aby bolo možné jednoznačne identifikovať vzorky po zalievaní. Zalievacia zmes pozostávala z piatich objemových dielov epoxidovej živice a jedného objemového dielu tvrdiaceho agenta (iniciátora tuhnutia). Po zmiešaní týchto dvoch zložiek bola pripravená zmes veľmi jemne miešaná po dobu približne 5 minút, aby došlo k čo najdokonalejšiemu premiešaniu oboch zložiek. V tomto kroku bolo dôležité dbať na to, aby nedošlo k tvorbe bubliniek v zalievacej zmesi a možnosti ich následného zatuhnutia vo forme. Zalievanie vzoriek prebiehalo pozvoľna z dôvodu eliminácie možnosti vzniku ďalších bubliniek. Takto zaliate vzorky tuhli vo formách pri izbovej teplote približne po dobu 24 hodín. Po stuhnutí zalievacej zmesi boli zaliate vzorky vybrané z formy a znovu označené vyrytím označenia do stvrdnutej epoxidovej živice.

Brúsenie

Brúsenie vzoriek prebiehalo pomocou laboratórnej brúsky LaboPol-5 (Struers, Nemecko) s poloautomatickou unášacou hlavou LaboForce-3 (Struers, Nemecko). Na brúsenie bol používaný brúsny disk MD-Piano 1200 (Struers, Nemecko). Najprv boli zbrúsené obe strany epoxidovej živice tak, aby bola zaistená ich rovnobežnosť. Brúsenie strany so vzorkou prebiehalo tak dlho pokiaľ neboli odstránené veľké viditeľné ryhy z povrchu vzorky.

Leštenie

Leštenie vzoriek prebiehalo podobne ako brúsenie vzoriek za pomoci laboratórnej brúsky Struers LaboPol-5 (Struers, Nemecko) s poloautomatickou unášacou hlavou Struers LaboForce-3 (Struers, Nemecko). Na leštenie boli používané plátňové leštiace disky pre jemné leštenie MD-Dur (Struers, Nemecko) spoločne s lubrikantom Blue (Struers, Nemecko) a diamantovými suspenziami s rôznou veľkosťou diamantových zŕn (9 μm , 3 μm a 1 μm). Pri postupnom znižovaní veľkosti zŕn leštiacej diamantovej suspenzie boli čistené ako leštiace kotúče, tak aj samotné vzorky a celé zariadenie. Dôkladné čistenie prebiehalo z dôvodu nutnosti odstránenia väčších častíc, ktoré by mohli poškrabať povrch vzoriek pri ďalšom kroku leštenia. Leštenie vzoriek prebiehalo tak dlho, pokiaľ nezmyli ryhy po leštiacich časticiach z predchádzajúceho kroku leštenia (diamantová suspenzia s väčšou veľkosťou diamantových zŕn). Obrázok 26 zobrazuje zaliate, vybrúsené a vyleštené vzorky karbidu kremíka.



Obrázok 26 Zaliate, vybrúsené a vyleštené vzorky SiC.

Leptanie

Chemické leptanie povrchu vzoriek karbidu kremíka bolo vykonávané za účelom zviditeľnenia hraníc zŕn po leštení. Leptanie prebiehalo v Murakamiho leptadle [37] tvorenom 10 g $K_3Fe(CN)_6$, 10 g KOH a 100 ml destilovanej vody. Tento roztok bol po rozpustení zložiek v destilovanej vode privedený do varu. Leptanie vzoriek prebiehalo v laboratórnom digestore po dobu približne 15 minút pričom roztok bol neustále ohrievaný na teplotu varu. Po naleptaní mikroštruktúry materiálu boli vzorky dôkladne opláchnuté a neutralizované. Následne bol povrch vzoriek osušený prúdom vlažného vzduchu [37].

4.1.4 Pozorovanie mikroštruktúry

Pozorovanie štruktúr vzoriek prebiehalo na inverznom metalografickom svetelnom mikroskope Olympus GX51 (Olympus, Japonsko) s CCD kamerou Olympus ColorView IIIu (Olympus, Japonsko). Pozorovanie štruktúr prebiehalo aj na rastrovom elektrónovom mikroskope Lyra 3 (Tescan, Česká republika) za pomoci detektorov sekundárnych (SE) a späťne odrazených elektrónov (BSE). Vzorky boli pred pozorovaním mikroštruktúry veľmi dôkladne očistené, aby pri pozorovaniach nedošlo k znehodnoteniu získaných snímok nežiaducimi nečistotami. Následne bola na ich povrch nanosená tenká vrstva uhlíku (PVD) za účelom odvodu náboja. Takto pripravené vzorky boli pomocou uhlíkovej pásky pripevnené na držiak, ktorý bol umiestnený do vákuovej komory elektrónového mikroskopu. Počas práce s pripravenými vzorkami bola venovaná zvýšená pozornosť, aby nedošlo k znečisteniu pozorovaných plôch.

4.2 Skúšky lomovej húževnatosti

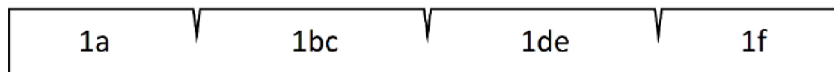
Na skúšanie lomovej húževnatosti karbidu kremíka a čadiča boli vybrané štandardné skúšobné telesá s rovným vrubom typu SEVNB (Single Edge V-Notch Beam) a telesá so chevronovým vrubom CNB (Chevron Notched Beam) s približnými rozmermi $B \times W \times L = 3 \times 4 \times 50$ mm, pričom jednotlivé vruby boli vytvárané v približnej vzájomnej vzdialenosti 12 až 12,5 mm. Vzorky boli pripravované v súlade s platnou predbežnou normou ČSN P CEN/TS 14425-5 a s platnou normou ČSN EN 14425-3 [18,38].

4.2.1 Vzorky s rovným vrubom (SEVNB)

4.2.1.1 Príprava vrubov

Príprava rovných vrubov SEVNB bola vykonávaná za pomoci honovacieho prístroja Exakt 6010/0016 (Exakt, USA). Tento prístroj disponuje dvoma prípravkami na prípravu vrubov, čo umožňuje prácu na dvoch vzorkách súčasne a tým pomáha šetriť čas potrebný na prípravu väčšieho počtu vzoriek.

Pred honovaním vrubov boli na jednotlivých vzorkách naznačené miesta budúcich vrubov a vzorky boli označené tak, aby bola možná presná identifikácia ako samotnej vzorky, tak aj jej jednotlivých elementov a lomových plôch po vykonaní skúšok lomovej húževnatosti. Schematické označenie vzoriek je zobrazené na obrázku 27.

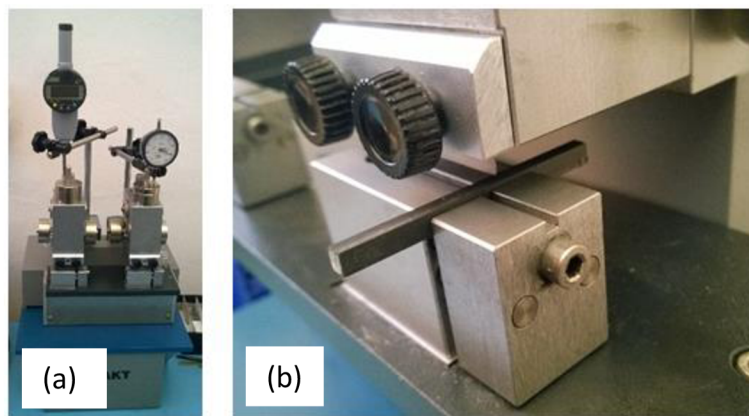


Obrázok 27 Schematické označenie vzoriek SEVNB a CNB.

Po označení miest na vytváranie vrubov a označení vzoriek bola za pomoci kalibrovaného mikrometra odmeraná šírka B a výška W každej zo vzoriek.

Príprava honovacieho zariadenia Exakt 6010/0016 (Exakt, USA) na honovanie vrubov SEVNB pozostávala z uchytenia a čo najpresnejšej kalibrácie polohy honovacích žiletiek. V ďalšom kroku bola pripravená abrazívno-mazacia zmes, ktorá sa skladala z diamantovej pasty o veľkosti zrna 1 a 3 μm a vhodného maziva.

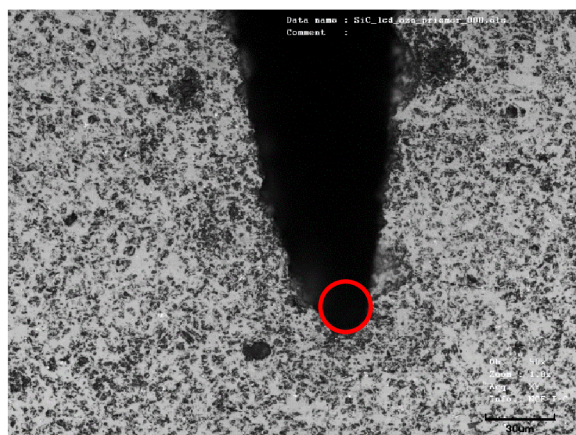
Po príprave zariadenia boli vzorky umiestňované do jeho držiakov, ktoré zabezpečovali pevné uchytenie a správnu polohu vzoriek voči honovacím žiletkám. Honovanie vrubov prebiehalo vratným pohybom držiakov vzoriek pričom žiletky s abrazívno-mazacou zmesou boli prítlačané na povrch keramických vzoriek. Rýchlosť vratného pohybu bola regulovaná s ohľadom na čo najnižšie vibrácie celého honovacieho systému, ktoré by mohli negatívne ovplyvniť proces honovania a pripravované vruby. Na obrázku 28 (a) je možné vidieť zostavu honovacieho zariadenia a na obrázku 28 (b) detail konfigurácie žiletka-vzorka-držiak.



Obrázok 28 Honovací prístroj Exakt 6010/0016.

Počas prípravy vrubov boli žiletky a vruby premazávané pri zarezaní o $\Delta h = 0,1$ mm do hĺbky materiálu. V prípade veľmi pomalého navyšovania hĺbky vrubu bolo mazanie vykonávané častejšie. Honovanie prebiehalo až do vytvorenia vrubu s hĺbkou medzi 0,8 až 0,9 mm. Hĺbka vytváraných vrubov bola priebežne kontrolovaná za pomoci mikrometrov umiestnených na každom z držiakov žiletiek. Po vytvorení dostatočne hlbokých vrubov boli tieto vruby ako aj celé vzorky očistené od mazacej zmesi pod prúdom vlažnej vody. Kvôli náročnému odstraňovaniu mazacej zmesi z čela vrubu boli vzorky následne vyčistené v acetóne, aby došlo k rozpusteniu mazacej zmesi a jej čo najdokonalejšiemu odstráneniu. Následne boli vzorky osušené prúdom vzduchu izbovej teploty prípadne vreckovkou. Jedným ostrým žiletkou bol vytváraný vždy práve jeden vrub takže jednou žiletkou boli vytvorené práve dva vruby.

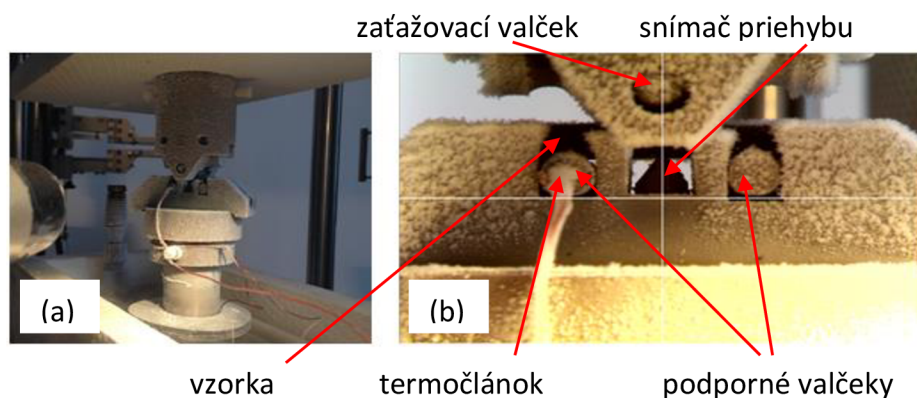
Na celkovú prípravu vzoriek s vrubmi SEVNB nadväzovalo meranie rádiusov vrubov. Tieto merania boli realizované za pomoci konfokálneho laserového mikroskopu LEXT OLS 3100 (Olympus, Japonsko) a príslušného počítačového programu vždy z oboch strán vzorky na každom zo zhotovených vrubov. Názorný príklad meraní rádiusu zakončenia vrubu za pomoci konfokálneho mikroskopu LEXT OLS 3100 (Olympus, Japonsko) je zobrazený na obrázku 29.



Obrázok 29 Meranie rádiusu zakončenia vrubu SEVNB.

4.2.1.2 Skúšky lomovej húževnatosti

Po celkovej príprave vrubov a vyhodnotení rádiusov ich zakončenia nasledovalo experimentálne určovanie hodnôt lomovej húževnatosti. Skúšky lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka a čadiča s rovnými vrubmi typu SEVNB boli uskutočňované vždy v trojbodovom ohybe. Tieto skúšky prebiehali na univerzálnom elektromechanickom skúšobnom stroji Instron 8862 (Instron, USA) vybaveného 5kN dynamometrom Dynacell (Dynacell, USA) alebo na elektromechanickom skúšobnom stroji Zwick/Roell Z050 (Zwick, Nemecko) vybaveného 1kN dynamometrom HBM (HBM, Nemecko). Na skúšky pri izbovej teplote boli prednostne používané stredné vruby s označením „cd“ (viď. obrázok 27). V prípade zaťažovania pri teplote $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ boli prednostne používané vruby s označením „ab“. Vzorky boli vložené do zaťažovacieho prípravku a následne bola nastavená presná pozícia špičky vrubu voči zaťažovaciemu valčeku tak, aby sa špička vrubu nachádzala presne na osi zaťažovacieho valčeka a vzorka bola zároveň zarovnaná s telom zaťažovacieho prípravku. Nastavovanie prebiehalo za pomoci mikroskopu s kamerou, počítača a príslušného programu pre prenos obrazu. Skúšky pri znížených teplotách boli uskutočňované v kryostate za pomoci riadiaceho systému dávkovania splyneného kvapalného dusíka. Teplota vzorky, a teda teplota v kryostate, bola kontrolovaná za pomoci termočlánku navareného na jednom z podporných valčekov. Po dosiahnutí teploty $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ nasledovala 5-minútová výdrž na tejto teplote, a to z dôvodu ustálenia celého skúšobného systému. Následne bola vykonaná samotná ohybová skúška. Skúšobné zariadenie a nastavenie polohy vzorky je možné vidieť na obrázku 30.



Obrázok 30 Skúšky lomovej húževnatosti za znížených teplôt.

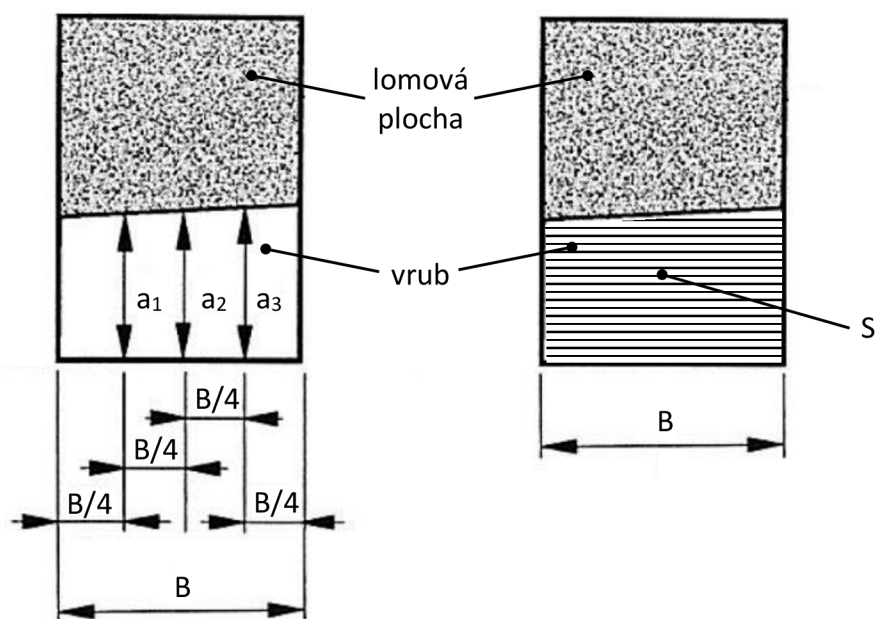
Presné definované podmienky zaťažovania vzoriek s vrubmi SEVNB sú uvedené v tabuľke 9.

Tabuľka 9 Podmienky zaťažovania vzoriek s vrubmi SEVNB.

Materiál	Rozpätie podporných valčekov	Priemer valčekov	Teplota okolia	Rýchlosť zaťažovania	Počet skúšobných vzoriek
	[mm]	[mm]	[°C]	[mm/min]	[-]
SiC	16	5	20	0,100	15
SiC			-100	0,100	15
Čadič			20	0,100	15
Čadič			-100	0,100	15

4.2.1.3 Vyhodnocovanie lomovej húževnatosti

Po skúškach lomovej húževnatosti nasledovalo vyhodnocovanie potrebných parametrov na výpočet hodnôt lomovej húževnatosti. Jedným z krokov vyhodnocovania bolo určenie strednej hĺbky vrubov vytvorených honovaním. Vyhodnocovanie strednej hĺbky každého z vrubov bolo uskutočňované pomocou skalibrovaného optického stereoskopu Olympus Z61 s CCD kamerou Olympus ColorView IIIu (Olympus, Japonsko) a programu na obrazovú analýzu AnlysisFive (Olympus, Japonsko). Vyhodnocovanie bolo uskutočňované z fotografií obidvoch strán lomových plôch daného vrubu. Určovanie hĺbky vrubov pozostávalo z merania plochy zárezu S a šírky telesa B v mieste zárezu. Takáto metóda určovania strednej hĺbky vrubov by mala presnejšie zhodnotiť strednú hĺbku zárezu v porovnaní s metódou uvedenou v platnej predbežnej norme ČSN P CEN/TS 14425-5 pre prípravu a analýzu keramických vzoriek s vrubom typu SEVNB. Metóda uvedená v tejto norme je založená na troch meraniach hĺbky na presne definovaných miestach lomovej plochy. Porovnanie metódy popísanej vo vyššie uvedenej norme a použitej metódy je zobrazené na obrázku 31.



Obrázok 31 Meranie strednej hĺbky vrubu SEVNB. Vpravo podľa normy ČSN P CEN/TS 14425-5, vľavo uskutočňovaná metóda.

Počas skúšok za pomoci skúšobných zariadení a potrebného príslušenstva boli namerané krivky závislosti pôsobiacej sily na priehybe vzorky, z ktorých bola určená maximálna sila, ktorá slúžila ako jeden z údajov potrebných pre stanovenie hodnôt lomovej húževnatosti jednotlivých vzoriek. Zo všetkých získaných údajov bola následne vypočítaná číselná hodnota lomovej húževnatosti podľa vzťahu uvedeného v rovnici 22, kde F_{max} je maximálna sila, B je šírka vzorky, W je výška vzorky a Y je hodnota tvarovej funkcie [18].

$$K_{Ic} = \frac{F_{max}}{B\sqrt{W}} Y \quad (22)$$

Tvarová funkcia pre vruby SEVNB zaťažované v trojbodovom ohybe bola vypočítaná podľa vzťahu uvedeného v rovnici 23, kde $\alpha = a/W$ [18].

$$Y = 1,9472 - 5,0247\alpha + 11,8954\alpha^2 - 18,0635\alpha^3 + 14,5986\alpha^4 - 4,6896\alpha^5 \quad (23)$$

4.2.2 Vzorky s chevronovým vrubom (CNB)

4.2.2.1 Príprava vrubov

Príprava vrubov typu CNB prebiehala za pomoci kotúčovej píly Buehler ISOMET 5000 (Buehler, USA) s vodným chladením. Vzorky boli po naznačení miest jednotlivých vrubov, označení (rovnaký princíp značenia ako v prípade vzoriek s vrubmi SEVNB, vid'. obrázok 27) a odmeraní potrebných rozmerov (šírka B a výška W) umiestňované do otočného držiaku pre zaistenie správnej polohy vzoriek voči kotúču píly. Tento držiak bolo možné otáčať o požadovaný uhol (90°), aby došlo k vytvoreniu vrubu bez nutnosti prechytávania vzorky. Tým sa znížila pravdepodobnosť vytvorenia zlého vrubu s vzájomne posunutými rovinami rezu jednotlivých častí vrubu. Rezanie vrubov bolo uskutočňované za pomoci rezného kotúča s maximálnou hrúbkou 0,2 mm pričom ako chladenie kotúča, tak aj chladenie samotnej vzorky bolo zabezpečené konštantným prúdom vody. Táto voda zároveň slúžila na odnášanie odobratého materiálu z miesta rezu. Po vytvorení jednej časti vrubu bola vzorka pootočená o uhol 90° a pokračovalo sa vo vytváraní druhej časti tohto vrubu v ideálne rovnakej reznej rovine. Nakoľko do rezného procesu nevstupovali žiadne mazacie médiá, nebolo nutné vzorky po samotnom rezaní nijakým spôsobom čistiť. Vzorky boli po príprave chevronového vrubu osušené prúdom vzduchu izbovej teploty alebo vreckovkou. Rýchlosť vytvárania chevronových vrubov bola výrazne vyššia v porovnaní s vrubmi telies typu SEVNB a rovnako zložitosť prípravy vrubov CNB bola výrazne nižšia.

4.2.2.2 Skúšky lomovej húževnatosti vzoriek s chevronovým vrubom

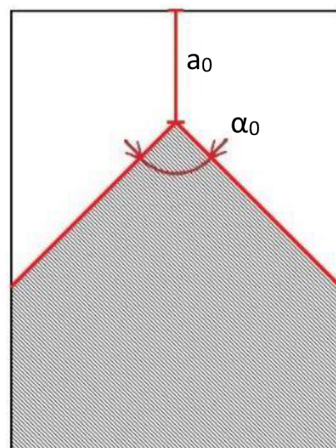
Priebeh skúšok lomovej húževnatosti vzoriek s chevronovým vrubom bol približne rovnaký ako priebeh skúšok telies s rovnými vrubmi. Postup testovacej procedúry vrátane nastavovania polohy vzorky voči zaťažovaciemu prípravku je popísaný v časti 4.2.1.2 *Skúšky lomovej húževnatosti*. Presne definované podmienky zaťažovania vzoriek s chevronovým vrubom sú uvedené v tabuľke 10.

Tabuľka 10 Podmienky zaťažovania vzoriek s vrubmi CNB.

Materiál	Rozpätie podporných valčekov	Priemer valčekov	Teplota okolia	Rýchlosť zaťažovania	Počet skúšobných vzoriek
	[mm]	[mm]	[°C]	[mm/min]	[-]
SiC	16	5	20	0,005	20
SiC			-100	0,005	20
Čadič			20	0,005	15
Čadič			-100	0,005	15

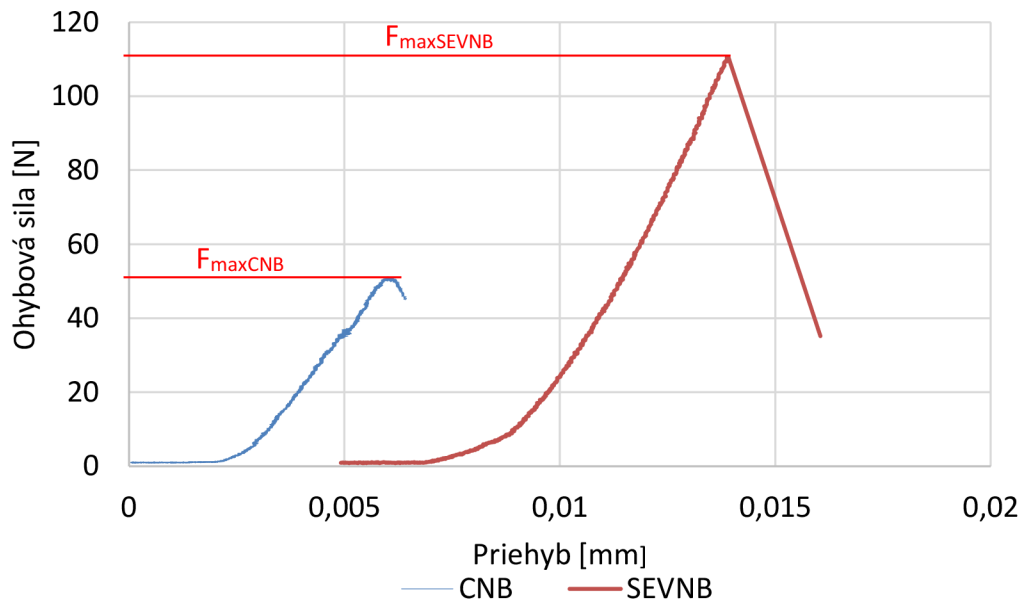
4.2.2.3 Vyhodnocovanie lomovej húževnatosti

Po vykonaní ohybových skúšok nasledovalo vyhodnocovanie potrebných parametrov na výpočet hodnôt lomovej húževnatosti. Hĺbka špičky chevronového vrubu a_0 a jeho vrcholový uhol α_0 boli určované z fotografií získaných za pomoci skalibrovaného optického stereoskopu Olympus Z61 s CCD kamerou Olympus ColorView IIIu (Olympus, Japonsko) a programu na obrazovú analýzu AnlysisFive (Olympus, Japonsko). Vyhodnocovanie spomínaných parametrov (a_0 , α_0) bolo uskutočňované z fotografií obidvoch strán lomových plôch daného vrubu. Schematické znázornenie merania týchto parametrov je zobrazené v obrázku 32.

**Obrázok 32** Merané hodnoty na vzorkách s vrubmi CNB.

Z jednotlivých záznamov závislostí pôsobiacej sily na priehybe vzorky bola určená maximálna sila. Hodnoty lomovej húževnatosti boli stanovené na základe maximálnych síl, rozmerov vzoriek a minimálnej hodnoty tvarovej funkcie vypočítanej podľa Bluhmova sendvičového modelu. Táto technika je detailne popísaná v publikácii *Metallic Mater.* 32, 3 (1994) [39].

Obrázok 33 porovnáva priebehy reálnych záznamov závislostí priehybu od pôsobiacej ohybovej sily pre vzorky s chevronovým vrubom CNB a vzorky s rovným vrubom SEVNB. Tento obrázok ukazuje aj určenie maximálnej sily potrebnej pre stanovenie hodnôt lomovej húževnatosti.



Obrázok 33 Porovnanie reálnych priebehov záznamov ohybová síla-priehyb vzoriek s vrubmi CNB a SEVNB.

4.2.3 Odolnosť karbidu kremíka voči teplotným šokom

Ďalším z vykonávaných experimentov na vzorkách karbidu kremíka bolo ich cyklické vystavovanie teplotným šokom so stanoveným priebehom cyklov. V tomto prípade bola sledovaná zmena hodnôt lomovej húževnatosti tohto materiálu vplyvom teplotných šokov. Pre účely tohto experiment boli použité vzorky s vrubmi SEVNB a CNB pričom boli využívané výhradne vruby s označením „ef“ podľa obrázku 27.

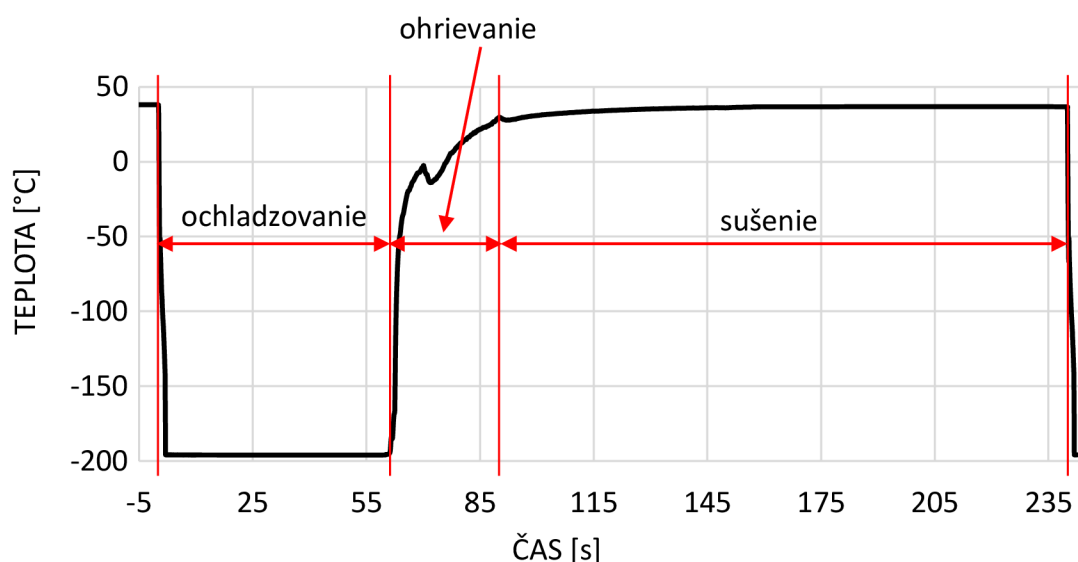


Obrázok 34 Experimentálne vybavenie používané pri teplotnom cyklovaní.

Na obrázku 34 je možné vidieť experimentálne vybavenie používané pri teplotných šokoch karbidu kremíka, ktoré pozostávalo z polystyrénového držiaka vzoriek, nádoby s kvapalným dusíkom, digitálneho multimetra Keithley 2000 (Keithley, USA), počítača so software na zbieranie nameraných dát, fénu a nádoby na vytvorenie čo najviac homogénneho teplotného poľa v okolí vzoriek pri ich ohrievaní teplým vzduchom a vysušovaní vzduchom izbovej teploty.

4.2.3.1 Príprava vzoriek

Vzorky s vrubmi SEVNB a CNB z karbidu kremíka sa po umiestnení do držiaku ponorili do kvapalného dusíka, kde v priebehu 1 až 2 sekúnd klesla ich teplota z izbovej ($\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$) resp. mierne zvýšenej teploty ($\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$) na teplotu kvapalného dusíka ($\sim -196\text{ }^{\circ}\text{C}$). Vzorky zostali ponorené v kvapalnom dusíku po dobu 60 sekúnd pričom po tejto dobe boli čo najrýchlejšie vytiahnuté z nádoby s kvapalným dusíkom a premiestnené do nádoby určenej na ohrievanie a vysušovanie. Do tejto nádoby už pri vkladaní vzoriek fúkal teplý vzduch. Vzorky boli následne prúdom teplého vzduchu ohrievané po dobu 30 sekúnd. Po ohreve teplým vzduchom nasledovalo sušenie prúdom vzduchu izbovej teploty po dobu 150 sekúnd. Po uplynutí tejto doby boli vzorky opäť ponorené do kvapalného dusíka a celý cyklus bol opakovaný. Každá zo vzoriek bola vystavená 100 takýmto cyklom. Meranie priebehu teploty prebiehalo za pomoci digitálneho multimetra Keithley 2000 (Keithley, USA) so zdvojeným, sériovo zapojeným termočlánkom. Jeden z termočlánkov slúžil na určenie referenčnej teploty a bol vložený do kocky ľadu, druhý z termočlánkov bol pripevnený na referenčnú vzorku SiC, ktorá bola umiestnená medzi ostatné vzorky. Priebeh teplôt nameraných na povrchu referenčnej vzorky počas teplotných cyklov je možné vidieť na reálnom zázname zobrazenom na obrázku 35.

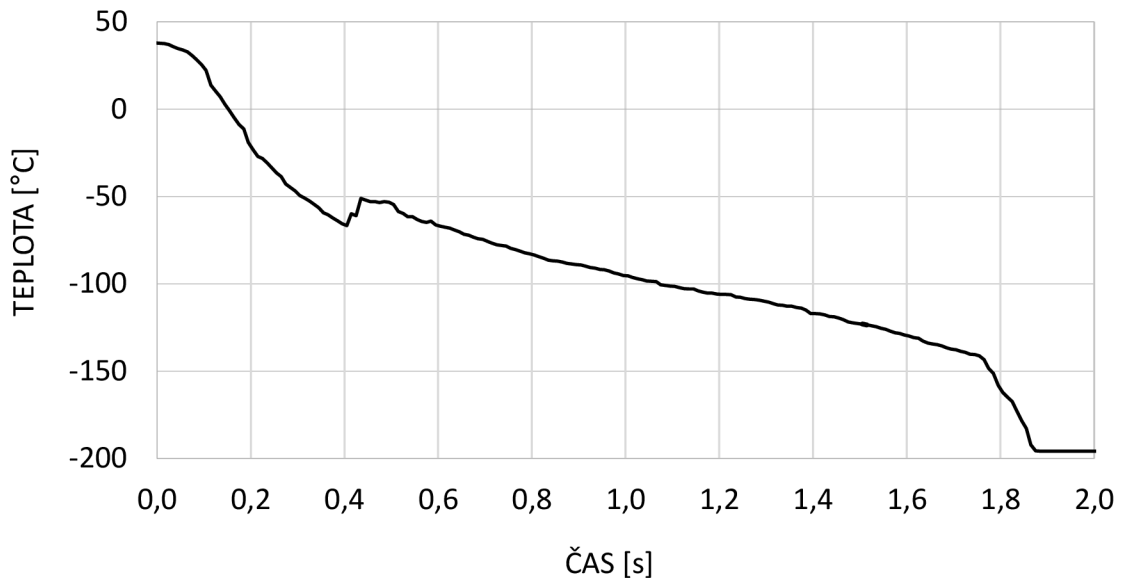


Obrázok 35 Priebeh teplôt povrchu vzorky v priebehu cyklu teplotných šokov.

Počas ochladzovania vzoriek sa pri väčšine záznamov objavovalo mierne skokové ohriatie povrchu vzorky. Toto ohriatie povrchu v čase približne $t = 0,4$ až $0,45$ s súvisí s vytvorením parného vaku v okolí vzorky a nemožnosti prístupu kvapalného dusíka na povrch vzoriek. Tento jav je znázornený v jednom z reálnych záznamov na obrázku 36.

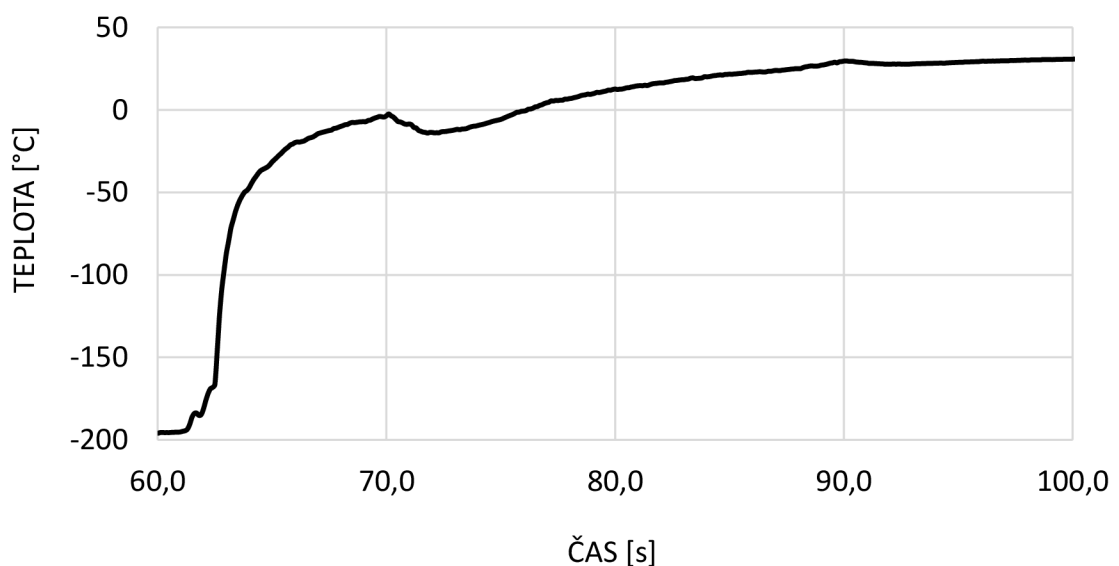
Rýchlosť ochladzovania sa v prvej časti záznamu (pred vytvorením parného vaku na povrchu vzoriek) pohybovala medzi -173 až $-464\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, štandardne sa pohybovala okolo $-345\text{ }^{\circ}\text{C/s}$. Rýchlosť ochladzovania v druhej časti záznamu bola o poznanie nižšia (po vytvorení parného vaku) v porovnaní s prvou časťou záznamu a pohybovala sa v rozmedzí -68 až $-184\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ pričom stredná hodnota zo všetkých platných realizovaných meraní sa pohybovala na úrovni $-125\text{ }^{\circ}\text{C/s}$. V poslednej časti záznamu ochladzovania (obrázok 36) opäť došlo k zrýchleniu ochladzovania až na teploty okolo

-196 °C, čo je teplota kvapalného dusíka. Ochladzovanie z teplôt medzi 20 až 40 °C na teploty okolo -196 °C pritom trvalo maximálne 1,91 s, minimálne 1,05 s a v priemere približne 1,37 s.



Obrázok 36 Priebek ochladzovania vzoriek v splynenom kvapalnom dusíku.

Pri ohrievaní vzoriek dochádzalo po úvodnom náraste rýchlosti ohrievania k pomalému zníženiu rýchlosti ohrievania a neskôr aj k skokovému zníženiu teploty povrchu vzoriek z teploty približne 0 °C na teplotu približne -10 °C. Táto skoková zmena teploty povrchu vzoriek súvisí s kondenzáciou vodných pár na povrchu vzoriek a vytvorením veľmi tenkej vrstvy námrazy. K opätovnému nárastu teploty povrchu vzoriek pri ohrievaní dochádzalo po rozpustení tejto námrazy a jej odparení, respektíve po odfúknutí vody z povrchu vzoriek. Deje vyskytujúce sa počas ohrievania vzoriek je možné vidieť na jednom z reálnych záznamov na obrázku 37.



Obrázok 37 Priebek ohrievania vzoriek prúdom vzduchu.

4.2.3.2 Skúšky lomovej húževnatosti vzoriek po teplotných šokoch

Skúšky lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka vystavených teplotným šokom boli realizované na elektromechanickom skúšobnom zariadení Zwick/Roell Z050 (Zwick, Nemecko) vybaveného 1kN dynamometrom HBM (HBM, Nemecko). Skúšky boli vykonávané pri izbovej teplote (~ 20 °C). Detailný popis procedúry ohybových skúšok je popísaný vyššie v časti 4.2.1.2 *Skúšky lomovej húževnatosti*. Presné podmienky zaťažovania sú definované v tabuľke 11.

Tabuľka 11 Podmienky zaťažovania vzoriek po teplotných šokoch.

Materiál	Rozpätie podporných valčekov	Priemer valčekov	Teplota okolia	Rýchlosť zaťažovania	Počet skúšobných vzoriek
	[mm]	[mm]	[°C]	[mm/min]	[-]
SiC SEVNB tep. šoky	16	5	20	0,100	8
SiC CNB tep. šoky			20	0,005	8

4.2.3.3 Vyhodnocovanie lomovej húževnatosti vzoriek po teplotných šokoch

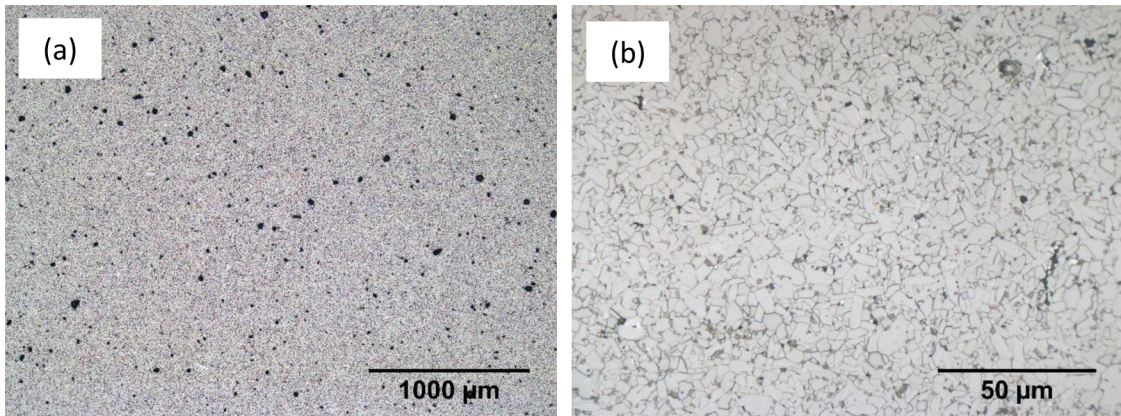
Vyhodnocovanie hodnôt lomovej húževnatosti bolo vykonávané rovnakým spôsobom ako je popísané v časti 4.2.1.3 *Vyhodnocovanie lomovej húževnatosti* a v časti 4.2.2.3 *Vyhodnocovanie lomovej húževnatosti*.

5 VÝSLEDKY

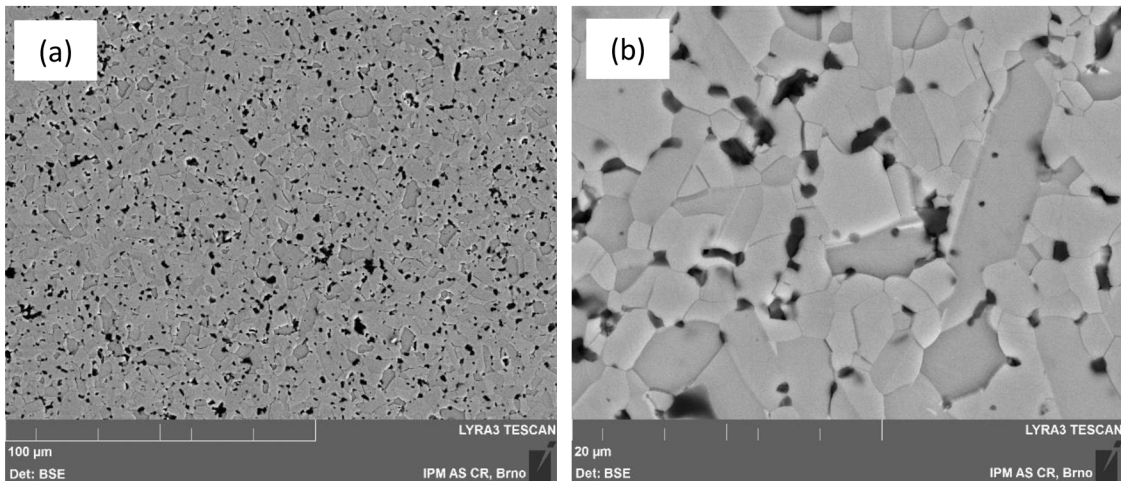
5.1.1 Materiál

5.1.1.1 Karbid kremíka

Pozorovanie mikroštruktúry karbidu kremíka prebiehalo za použitia svetelnej a elektrónovej mikroskopie. Na obrázkoch 38 (a) a (b) sú snímky zhotovené svetelným mikroskopom a na obrázkoch 39 (a) a (b) sú detailnejšie snímky z elektrónového mikroskopu. Na týchto obrázkoch je možné vidieť pomerne rovnomerne rozmiestnené častice grafitu v štruktúre materiálu. Z obrázkov zhotovených pri väčšom zväčšení je evidentná zrnová štruktúra sintrovaného karbidu kremíka.



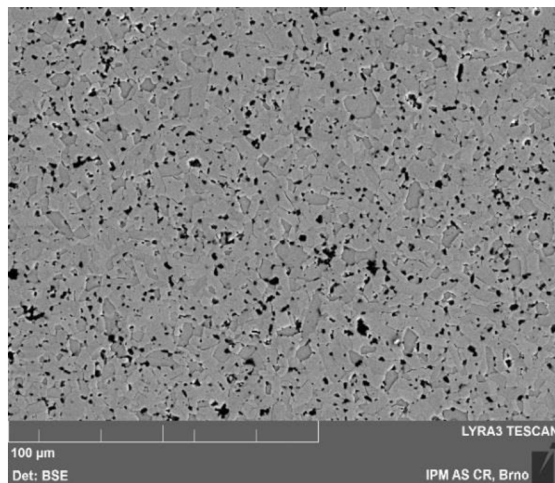
Obrázok 38 Snímky štruktúry karbidu kremíka zhotovené svetelným mikroskopom, (a) prehľadová fotografia, (b) detail.



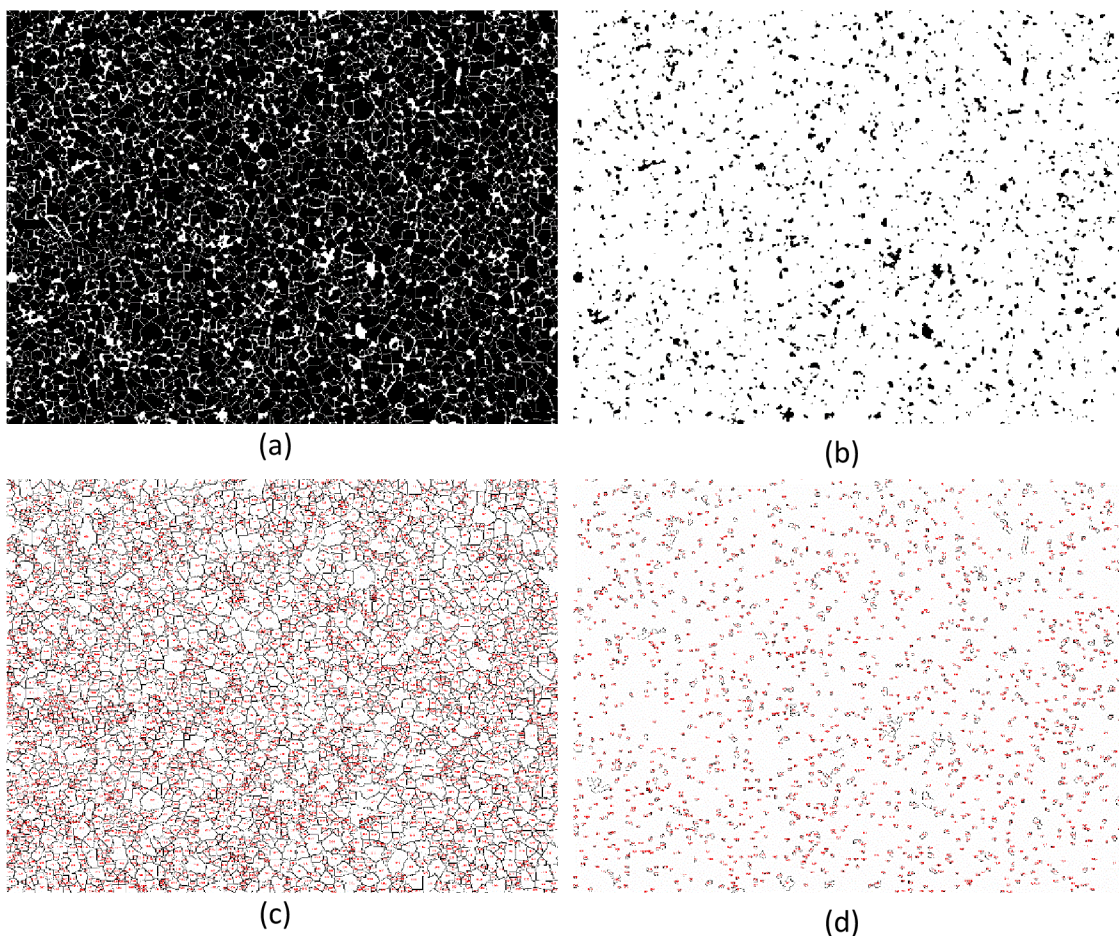
Obrázok 39 Snímky štruktúry karbidu kremíka zhotovené elektrónovým mikroskopom, (a) prehľadová fotografia, (b) detail.

Na základe fotografií získaných elektrónovou mikroskopiou bola vykonaná analýza veľkosti zŕn sintrovaného karbidu kremíka a analýza veľkosti inklúzií. Táto analýza spočívala vo vhodnom upravení (naprahovaní) fotografií tak, aby boli zvýraznené žiadané štruktúry a zároveň potlačené ostatné štruktúry. Po takomto upravení pôvodnej fotografie bola vykonaná analýza veľkosti častíc za pomoci programu pre obrazovú

analýzu ImageJ. Fotografie z ktorých bola vykonaná analýza, ako aj fotografie upravené pre analýzu sú zobrazené na obrázkoch 40 a 41. Z plochy rezov analyzovaných častíc boli vypočítané priemery ideálne guľových častíc, ktoré boli následne prepočítané na strednú hodnotu veľkosti týchto častíc, čo znamená vynásobenie vypočítaných priemerov koeficientom 1,27. Výsledky tejto analýzy sú zhrnuté v tabuľke 12.



Obrázok 40 Fotografia pre analýzu veľkosti zŕn a inklúzií sintrovaného karbidu kremíka.

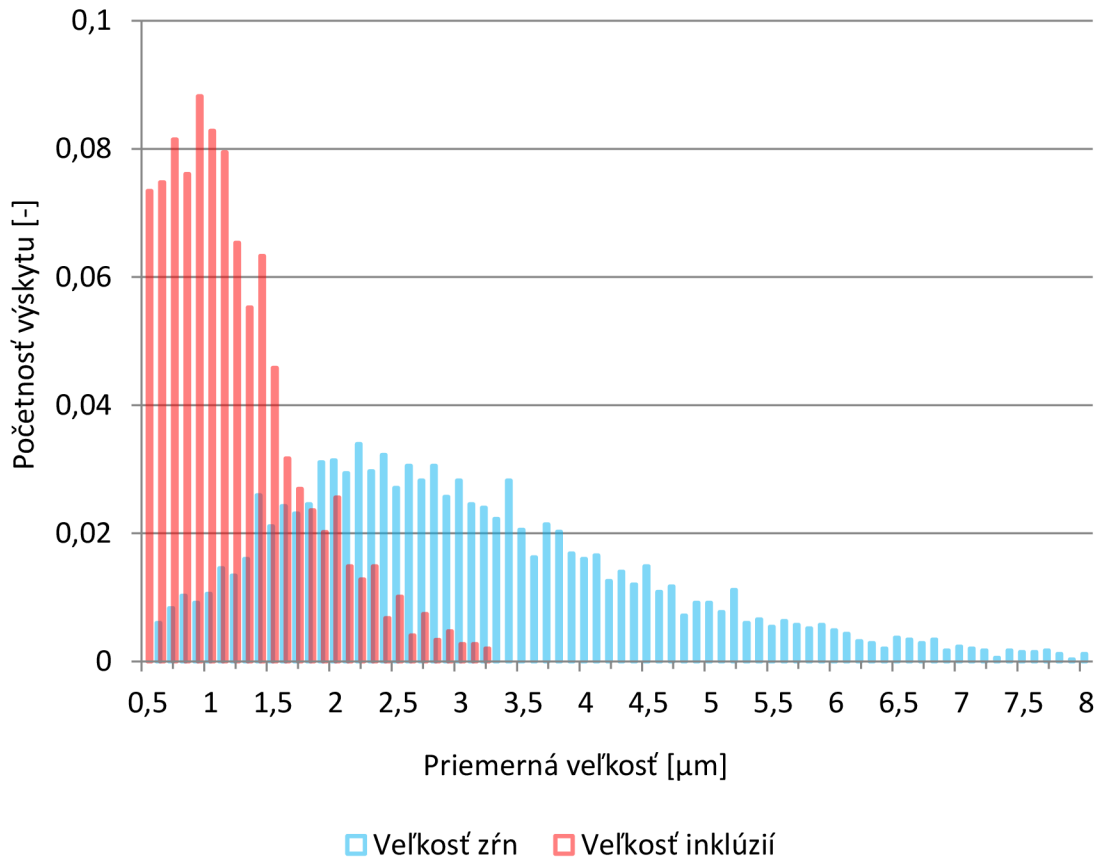


Obrázok 41 (a) upravená fotografia pre analýzu veľkosti zŕn, (b) upravená fotografia pre analýzu veľkosti inklúzií, (c) analýza veľkosti zŕn, (d) analýza veľkosti inklúzií.

Tabuľka 12 Analýza veľkosti štruktúrnych zložiek sintrovaného karbidu kremíka.

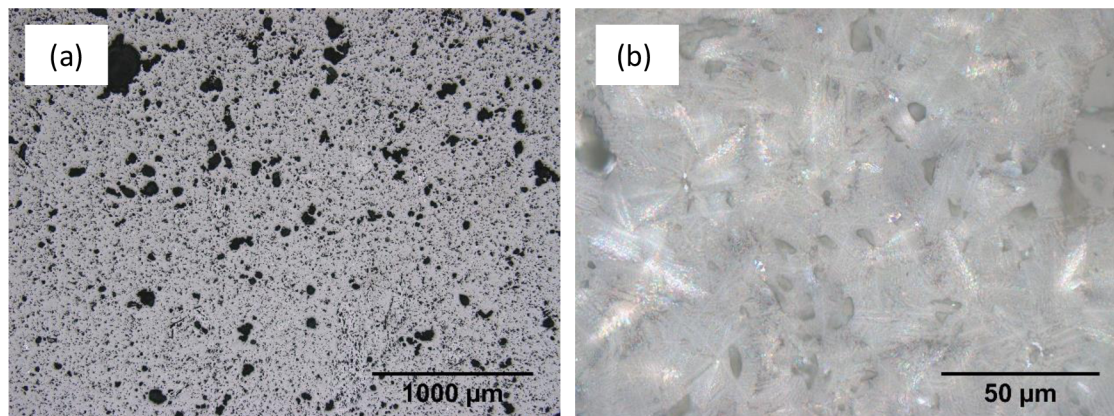
	Priemerná veľkosť zrna	Priemerná veľkosť inklúzií
	[μm]	[μm]
Sintrovaný karbid kremíka	3,050	1,132

Kvantitatívna analýza dát získaných z obrazovej analýzy ukázala distribúciu stredných veľkostí jednotlivých štruktúrnych zložiek v sintrovanom karbide kremíka. Veľkosti jednotlivých štruktúrnych zložiek (zrn a inklúzií) sú zobrazené v histograme na obrázku 42.

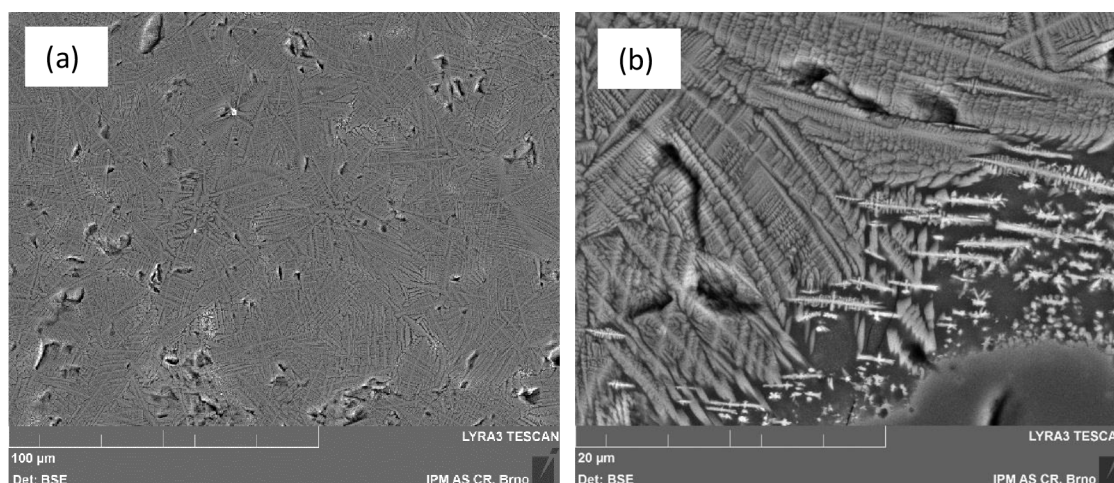

Obrázok 42 Distribúcia veľkostí zrn a častíc v sintrovanom karbide kremíka

5.1.1.2 Čadič

Pozorovanie mikroštruktúry čadiča prebiehalo za použitia svetelnej a elektrónovej mikroskopie. Na obrázkoch 43 (a) a (b) sú snímky zhotovené svetelným mikroskopom a na obrázkoch 44 (a) a (b) sú z elektrónového mikroskopu. Na detailnejších obrázkoch z elektrónového mikroskopu je možné vidieť dendritickú štruktúru liateho čadiča.



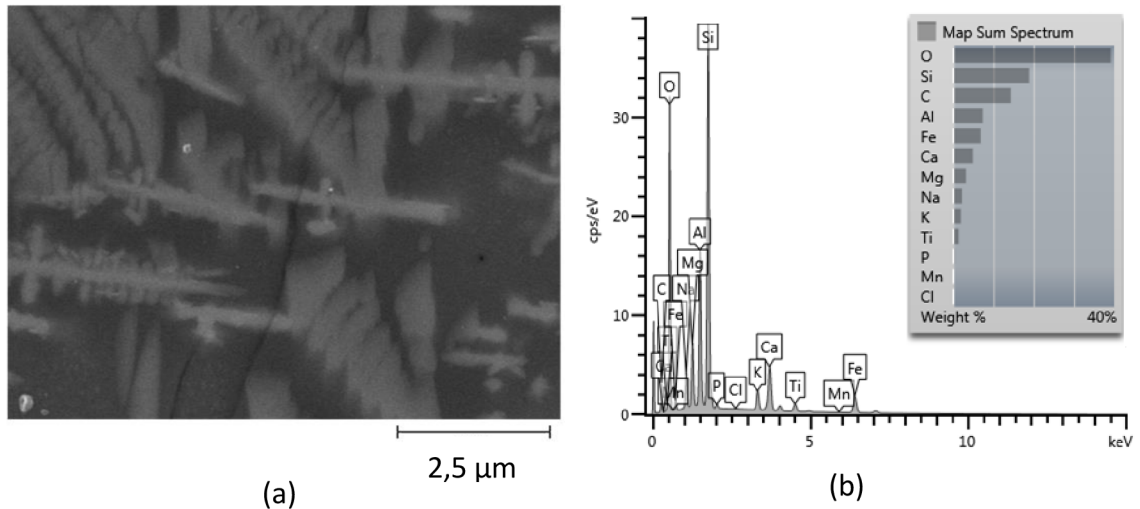
Obrázok 43 Snímky štruktúry čadiča zhotovené svetelným mikroskopom, (a) prehľadová fotografia, (b) detail.



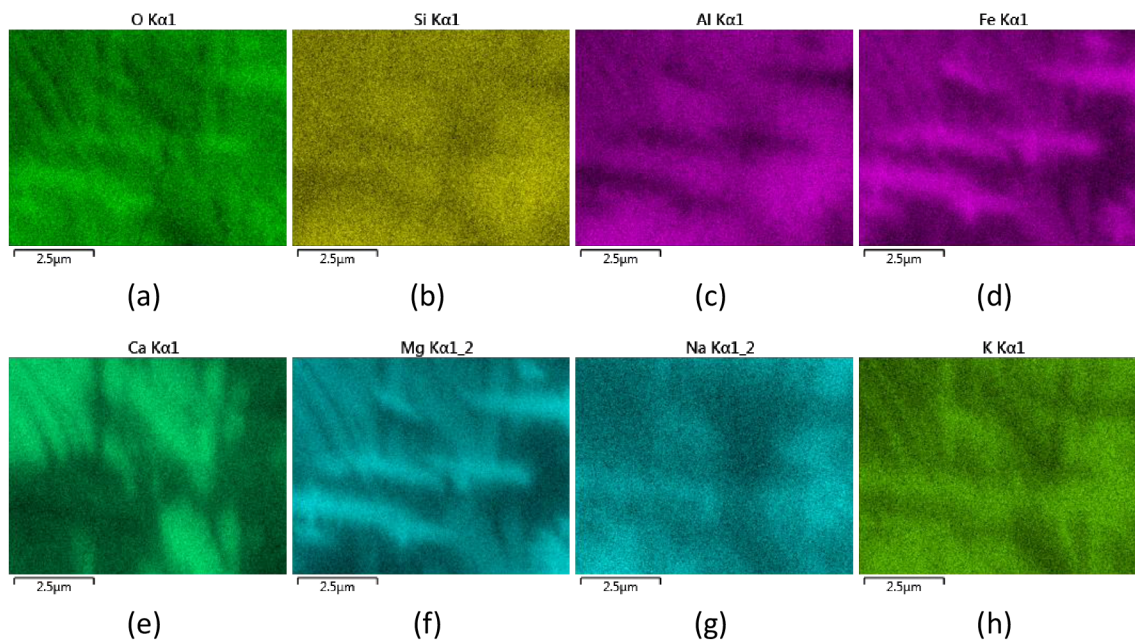
Obrázok 44 Snímky štruktúry čadiča zhotovené elektrónovým mikroskopom, (a) prehľadová fotografia, (b) detail.

Na obrázku 44 (b) je možné vidieť, že štruktúra liateho čadiča sa skladá z viacerých štruktúrnych zložiek. Za účelom analýzy chemického zloženia bola vykonaná spektrálna analýza pomocou EDS analyzátoru (Oxford Instruments, USA). Táto analýza ukázala prítomnosť prevažne týchto prvkov v štruktúre čadiča: kyslík, uhlík, kremík, hliník, železo, vápnik, horčík, sodík, draslík, titan. Správne zhodnotenie obsahu uhlíka však nie je možné, nakoľko vzorky boli pred pozorovaním mikroštruktúry pouhličnené. Výsledky reprezentatívnej spektrálnej analýzy a zobrazenie analyzovanej oblasti sú zobrazené na obrázku 45. Z obrázkov 46 (a) až (h) je zrejmé, že niektoré z prvkov sú v štruktúre rozmiestnené pomerne rovnomerne (napríklad kremík, sodík) a niektoré prvky (napríklad železo, vápnik a horčík) naopak výrazne prevládajú v určitých štruktúrnych zložkách. Ukázalo sa, že menšie z dendritov zobrazených na obrázku 45 (a) sú výrazne

obohatené o železo a horčík oproti ostatným štruktúrnym zložkám a väčšie z dendritov sú zas obohatené o vápnik. Z výsledkov EDS analýzy je taktiež zrejmé, že medzidendritické priestory sú ochudobnené o kyslík a obohatené o draslík voči ostatným analyzovaným štruktúrnym zložkám.



Obrázok 45 (a) zobrazenie analyzovanej časti vzorky, (b) prvky analyzované v zobrazovanej oblasti.



Obrázok 46 Grafické zobrazenie analýzy jednotlivých prvkov pomocou EDS analyzátoru: (a) kyslík, (b) kremík, (c) hliník, (d) železo, (e) vápnik, (f) horčík, (g) sodík, (h) draslík.

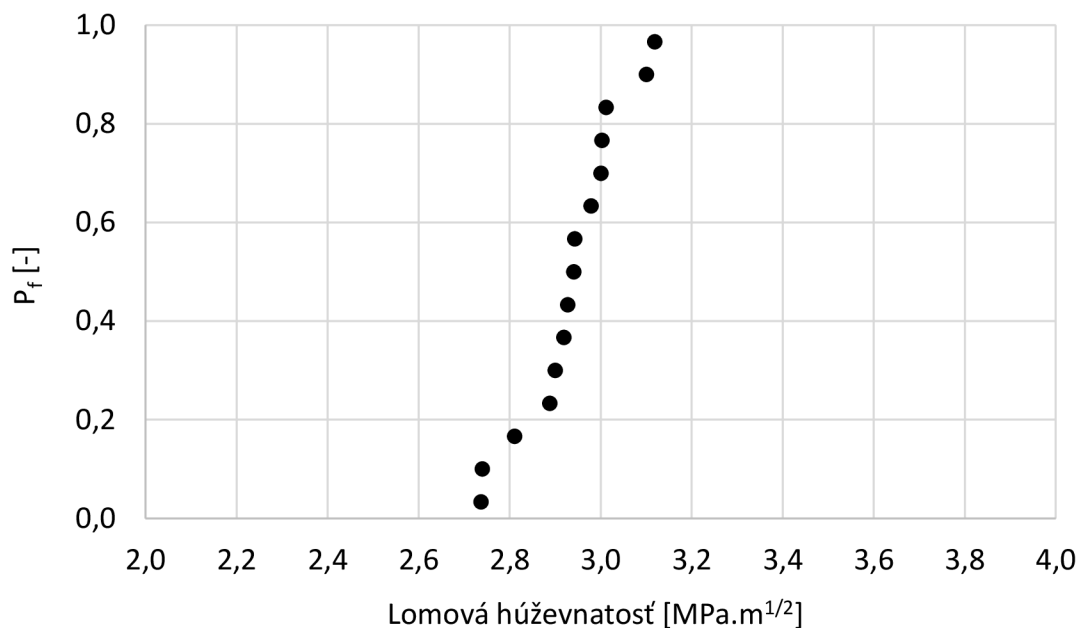
Štruktúra čadiča je obvykle tvorená pomerne zložitými komplexnými oxidmi, ktoré nie je jednoduché bez predchádzajúcej skúsenosti s týmto materiálom jednoznačne identifikovať. Ďalšie detailné výsledky spektrálnej analýzy jednotlivých štruktúrnych zložiek sintrovaného karbidu kremíka a liateho čadiča sú zobrazené v časti prílohy.

5.1.2 Lomová húževnatosť

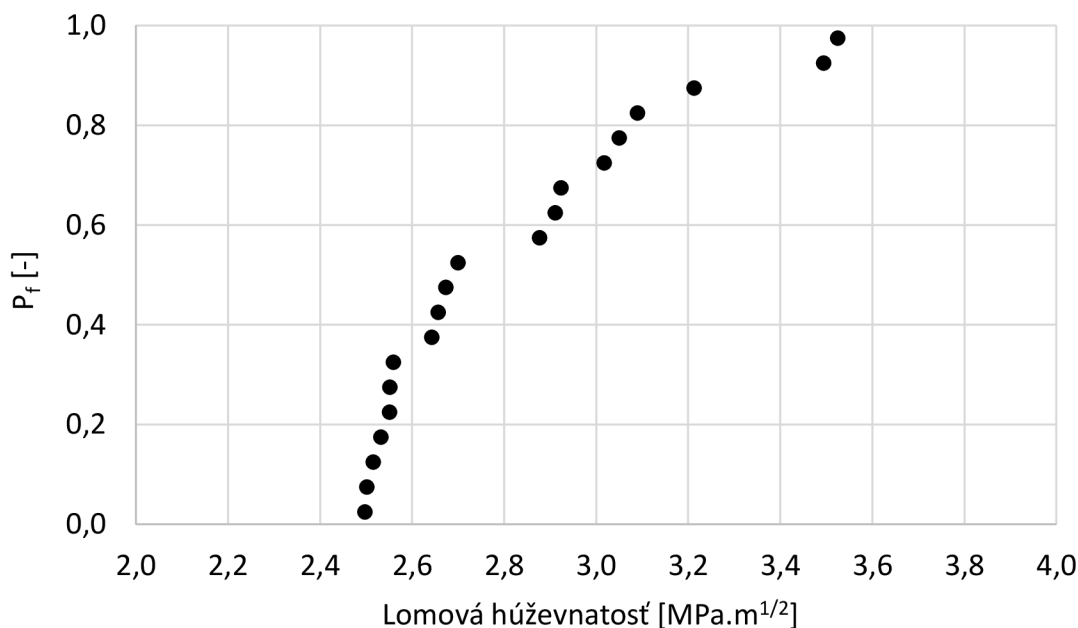
Výsledky lomovej húževnatosti boli spracované poradovou štatistikou s využitím normálneho rozdelenia.

5.1.2.1 Karbid kremíka

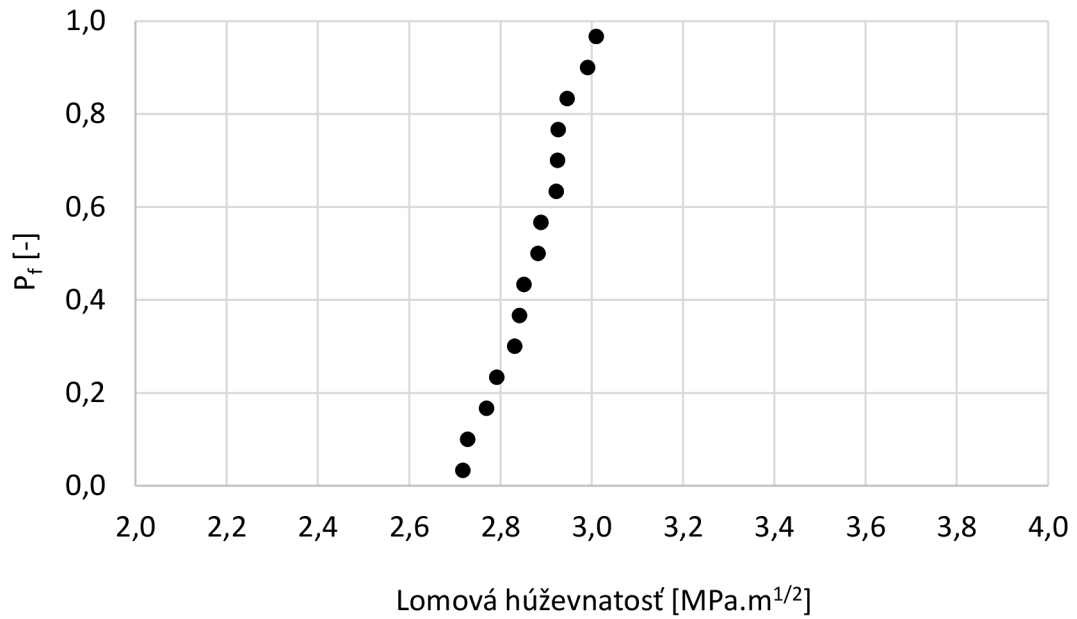
Na obrázkoch 47 až 52 sú zobrazené závislosti lomovej húževnatosti na pravdepodobnosti výskytu danej hodnoty pre vzorky karbidu kremíka skúšaných pri rôznych podmienkach. Jedná sa o necenzurované súbory hodnôt. Detailná analýza bude popísaná v kapitole diskusia.



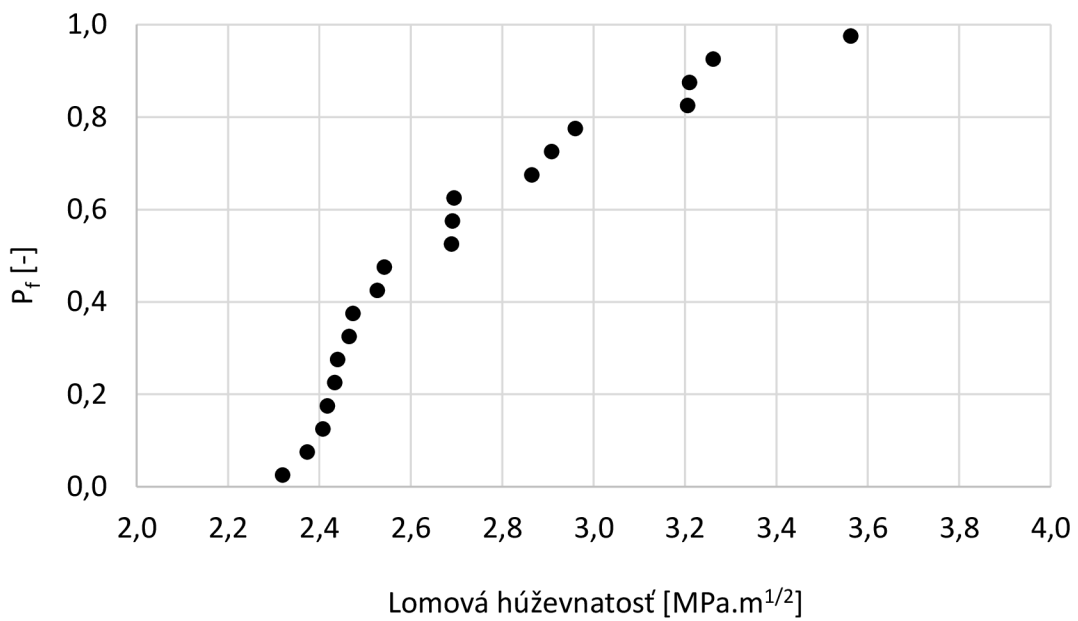
Obrázok 47 Lomová húževnatosť karbidu kremíka s vrubmi SEVNB stanovovaná pri teplote -100 °C.



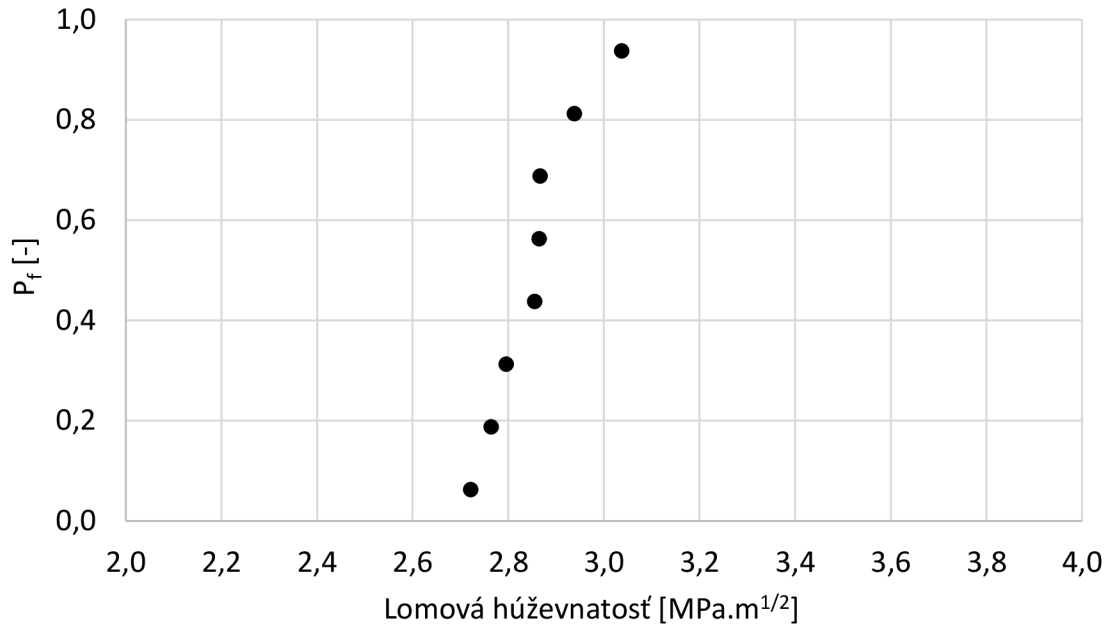
Obrázok 48 Lomová húževnatosť karbidu kremíka s vrubmi SEVNB stanovovaná pri teplote -100 °C.



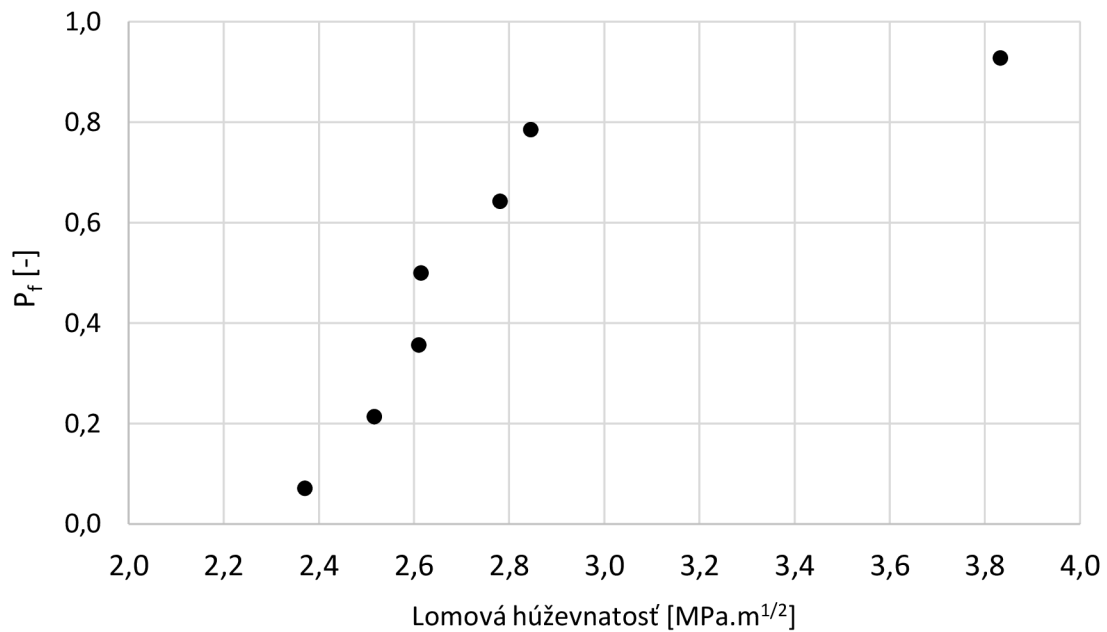
Obrázok 49 Lomová húževnatosť karbidu kremíka s vrubmi SEVNB stanovovaná pri izbovej teplote.



Obrázok 50 Lomová húževnatosť karbidu kremíka s vrubmi CNB stanovovaná pri izbovej teplote.



Obrázok 51 Lomová húževnatosť karbidu kremíka s vrubmi SEVNB po teplotných šokoch stanovovaná pri izbovej teplote.



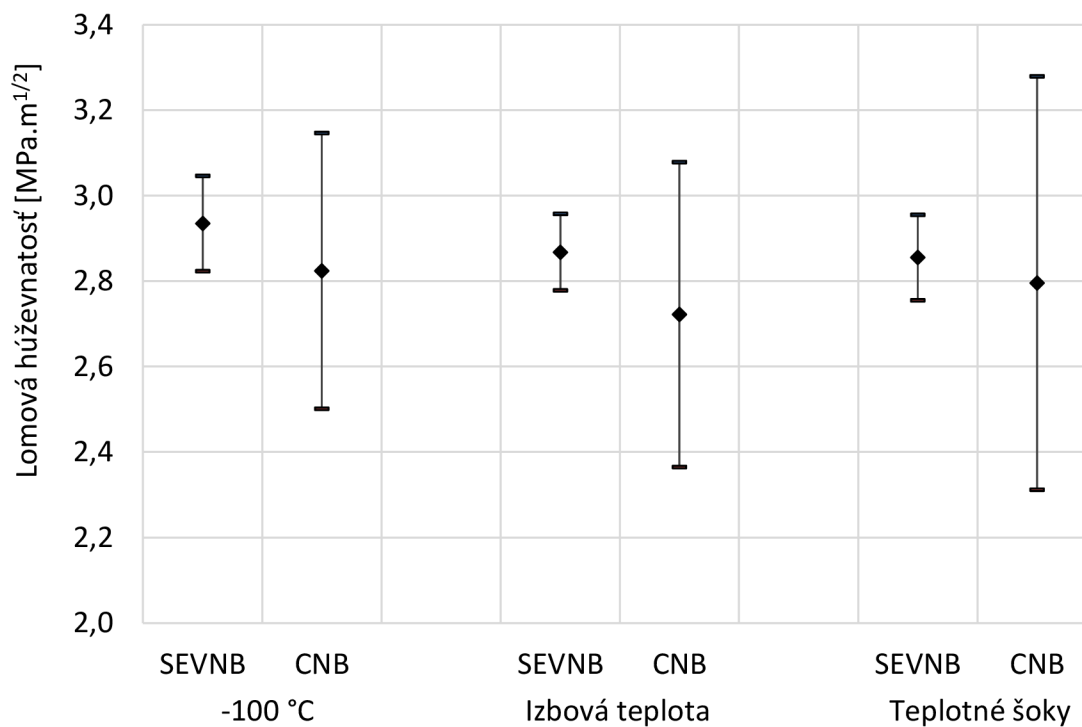
Obrázok 52 Lomová húževnatosť karbidu kremíka s vrubmi CNB po teplotných šokoch stanovovaná pri izbovej teplote.

V tabuľke 13 sú zhrnuté základné parametre získané z vykonaných skúšok lomovej húževnatosti karbidu kremíka. Tieto parametre sú stanovené z netriedených dát. Detailná analýza bude popísaná v kapitole diskusia.

Tabuľka 13 Základné parametre získané zo skúšok lomovej húževnatosti karbidu kremíka pri rôznych podmienkach.

Sintrovaný karbid kremíka	$K_{Ic\ min}$	$K_{Ic\ max}$	$K_{Ic\ priemerná}$	Smerodajná odchýlka
	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]
Izbová teplota				
SiC SEVNB RT	2,72	3,01	2,87	0,089
SiC CNB RT	2,32	3,56	2,72	0,357
Znížená teplota -100 °C				
SiC SEVNB -100 °C	2,74	3,12	2,93	0,112
SiC CNB -100 °C	2,50	3,53	2,82	0,323
Teplotné šoky				
SiC SEVNB cyklo.	2,72	3,04	2,86	0,100
SiC CNB cyklo.	2,37	3,83	2,80	0,484

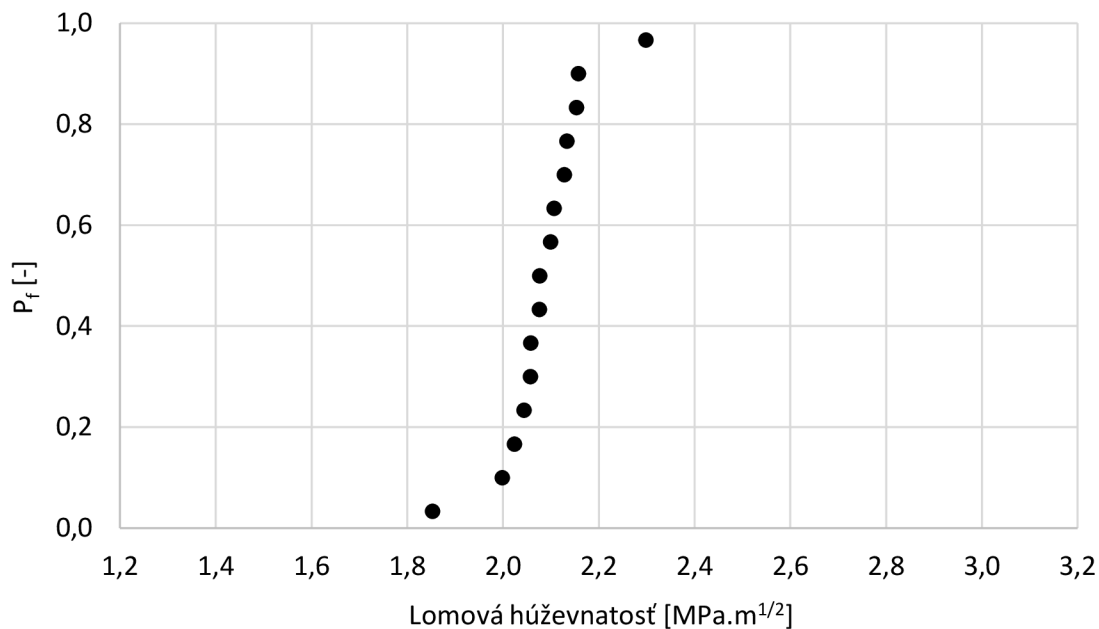
Rozptylový diagram pre vzorky karbidu kremíka je zobrazený na obrázku 53. Tento diagram sumarizuje hodnoty lomovej húževnatosti vychádzajúce z netriedených súborov dát zozbieraných počas skúšok karbidu kremíka pri teplote -100 °C, izbovej teplote a pri izbovej teplote na vzorkách, ktoré boli vystavené teplotným šokom. Hodnoty lomovej húževnatosti sú reprezentované strednou hodnotou a rozptylom.



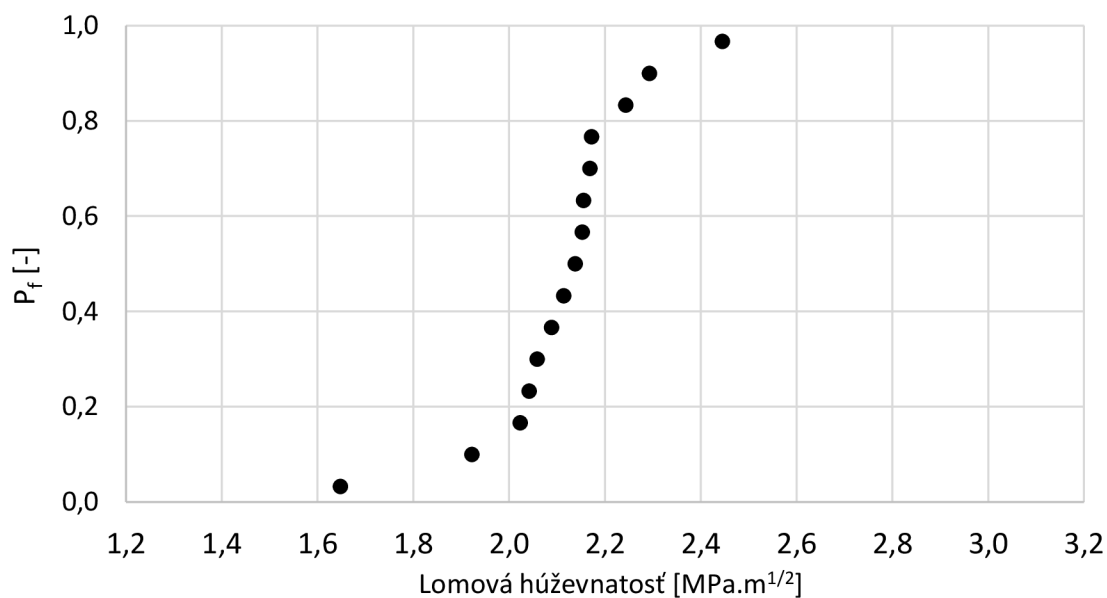
Obrázok 53 Rozptylový diagram pre vzorky karbidu kremíka z netriedených dát.

5.1.2.2 Čadič

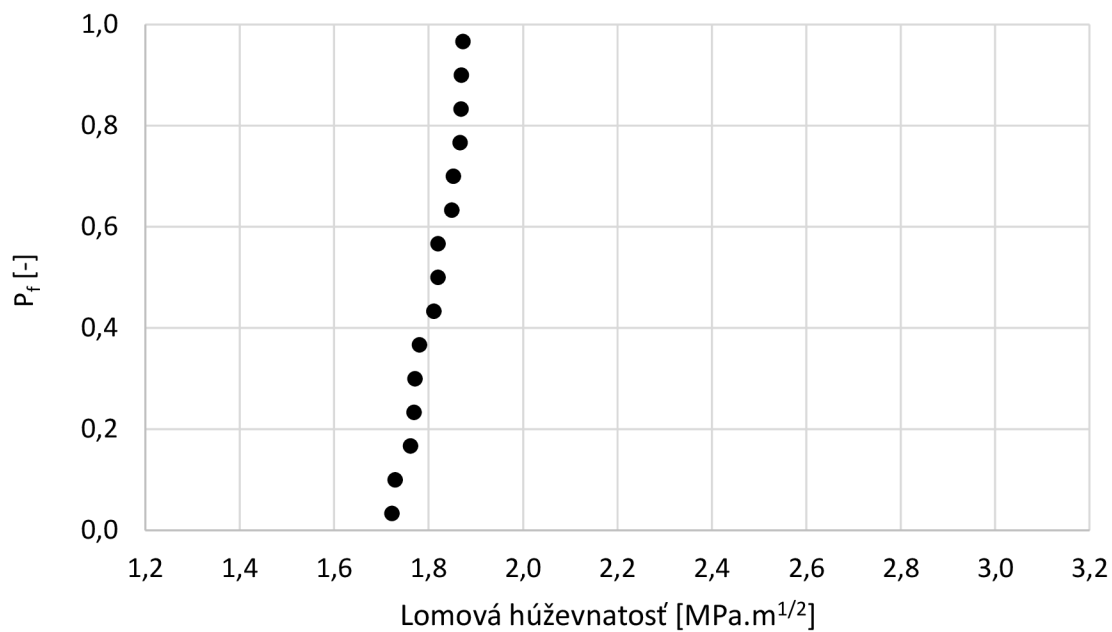
Na obrázkoch 54 až 57 sú zobrazené závislosti lomovej húževnatosti na pravdepodobnosti výskytu danej hodnoty pre vzorky liateho čadiča skúšaných pri rôznych podmienkach. Jedná sa o necenzurované súbory hodnôt. Detailný rozbor hodnôt bude popísaný v kapitole diskusia.



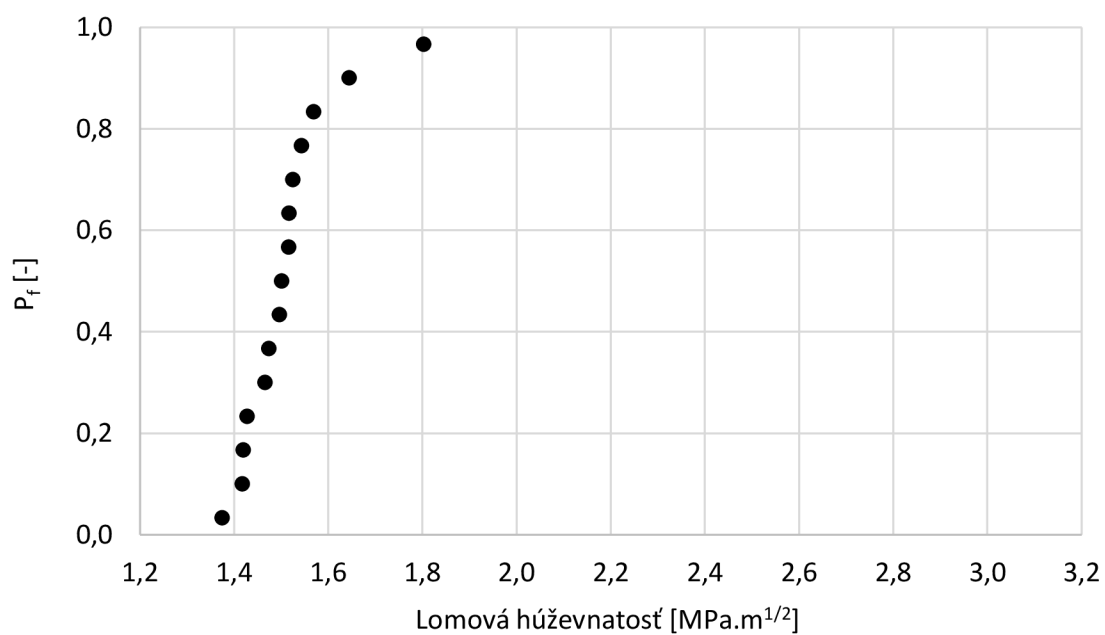
Obrázok 54 Lomová húževnatosť čadiča s vrubmi SEVNB stanovovaná za teploty -100 °C



Obrázok 55 Lomová húževnatosť čadiča s vrubmi CNB stanovovaná za teploty -100 °C



Obrázok 56 Lomová húževnatosť čadiča s vrubmi SEVNB stanovovaná pri izbovej teplote.



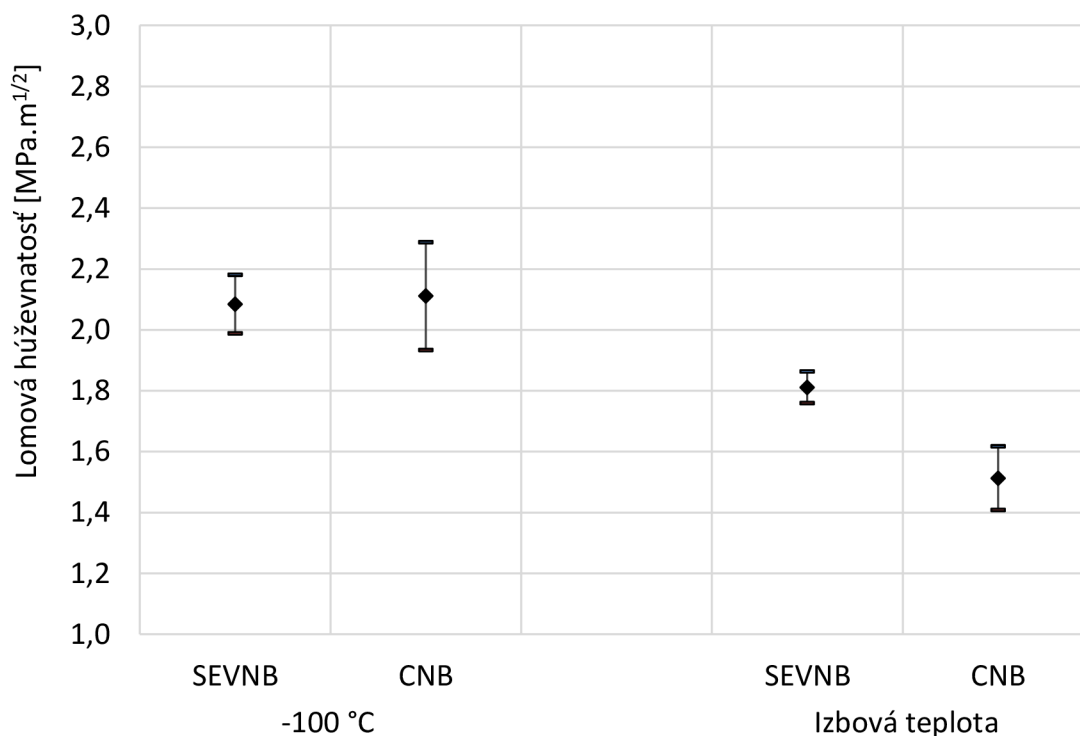
Obrázok 57 Lomová húževnatosť čadiča s vrubmi CNB stanovovaná pri izbovej teplote.

V tabuľke 14 sú zhrnuté základné parametre získané z vykonaných skúšok lomovej húževnatosti čadiča. Tieto parametre sú stanovené z netriedených dát.

Tabuľka 14 Základné parametre získané zo skúšok lomovej húževnatosti čadiča pri rôznych podmienkach.

Liaty čadič	$K_{Ic \text{ min}}$	$K_{Ic \text{ max}}$	$K_{Ic \text{ priemerná}}$	Smerodajná odchýlka
	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]
Izbová teplota				
Čadič SEVNB RT	1,72	1,87	1,81	0,052
Čadič CNB RT	1,37	1,80	1,51	0,105
Znížená teplota -100 °C				
Čadič SEVNB -100 °C	1,85	2,30	2,08	0,096
Čadič CNB -100 °C	1,65	2,45	2,11	0,177

Rozptylový diagram pre vzorky vyrobené z čadiča je zobrazený na obrázku 58. Tento diagram vychádza z netriedených súborov dát zozbieraných počas skúšok lomovej húževnatosti vzoriek z liateho čadiča pri teplote -100 °C a pri izbovej teplote. Hodnoty lomovej húževnatosti sú reprezentované strednou hodnotou a rozptylom.



Obrázok 58 Rozptylový diagram pre vzorky čadiča z netriedených dát.

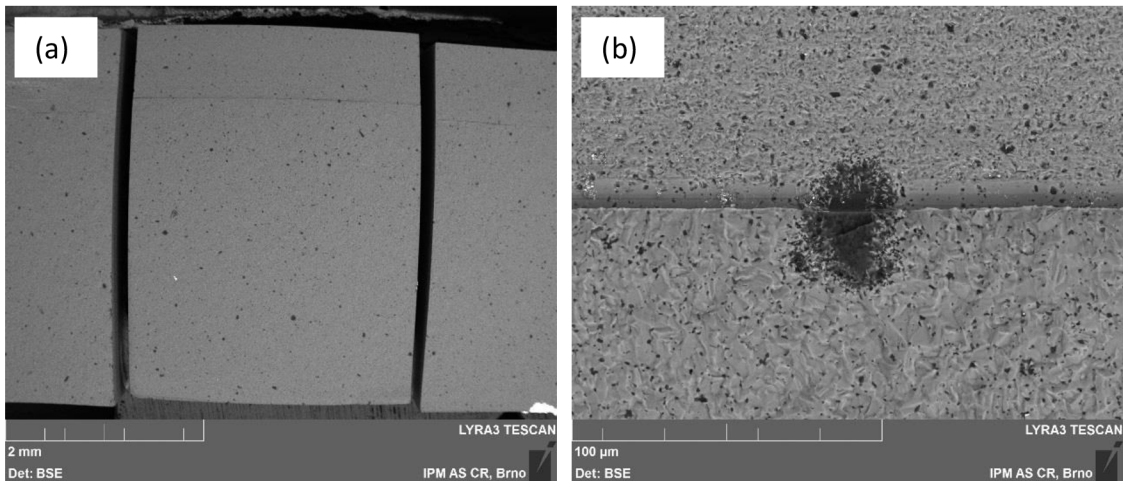
Kompletné necenzurované výsledky a ďalšie parametre potrebné pre výpočet lomovej húževnatosti (rozmery vzoriek, maximálna sila, tvarový faktor) sintrovaného karbidu kremíka a liateho čadiča sú umiestnené v tabuľkách v časti prílohy.

5.1.3 Fraktografia

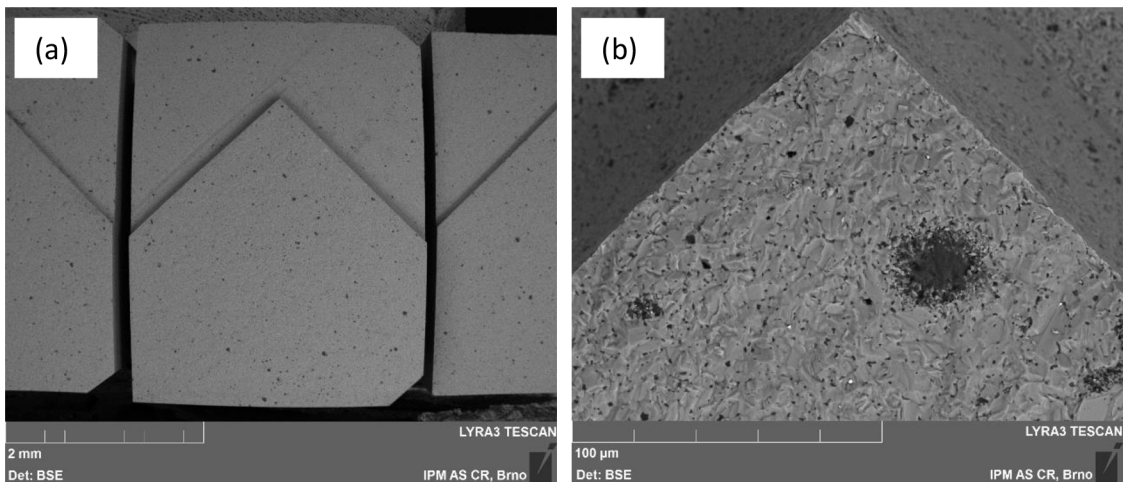
Snímky lomových plôch boli získané elektrónovým mikroskopom LYRA 3 (Tescan, Česká republika) za pomoci snímačov sekundárnych a späťne odrazených elektrónov.

5.1.3.1 Karbid kremíka

Na obrázkoch 59 a 60 je možné vidieť reprezentatívne fotografie lomových plôch vzoriek karbidu kremíka zhotovených za pomoci elektrónového mikroskopu.



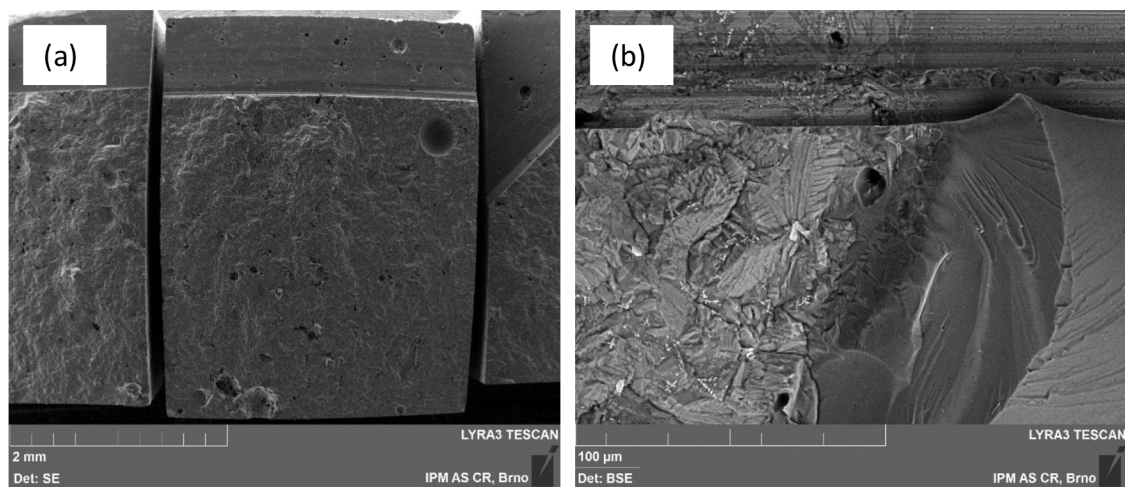
Obrázok 59 Snímky lomovej plochy karbidu kremíka s vrubom SEVNB, (a) prehľadová snímka, (b) detail defektu v oblasti vrubu.



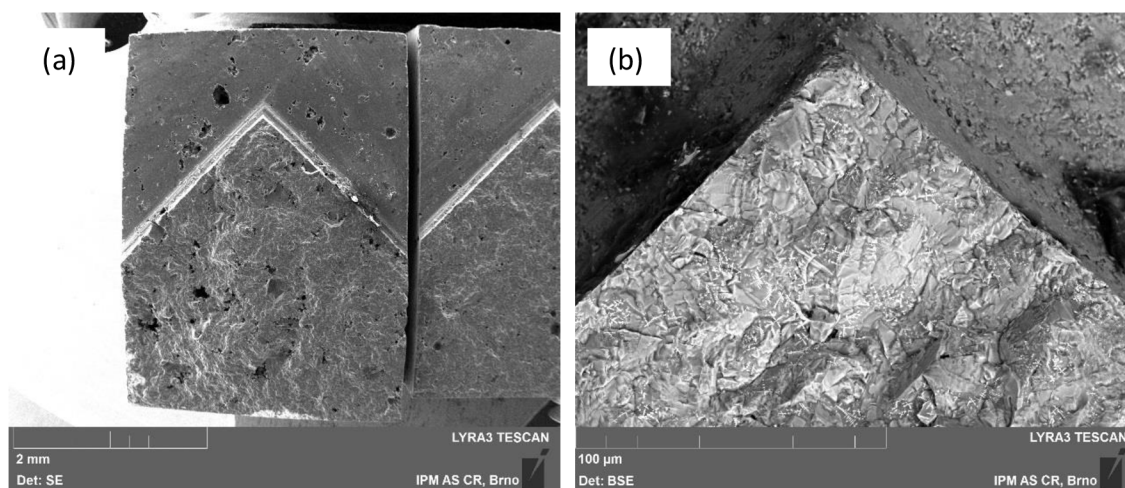
Obrázok 60 Snímky lomovej plochy karbidu kremíka s vrubom CNB, (a) prehľadová snímka, (b) detail špičky vrubu.

5.1.3.2 Čadič

Na obrázkoch 61 a 62 je možné vidieť reprezentatívne fotografie lomových plôch vzoriek čadiča zhotovených za pomoci elektrónového mikroskopu.



Obrázok 61 Snímky lomovej plochy čadiča s vrubom SEVNB, (a) prehľadová snímka, (b) detail miesta iniciácie lomu.



Obrázok 62 Snímky lomovej plochy čadiča s vrubom CNB, (a) prehľadová snímka, (b) detail špičky vrubu

6 DISKUSIA

6.1 Analýza vplyvov prípravy skúšobných telies

Pri príprave skúšobných telies pre skúšky lomovej húževnatosti mohlo dôjsť k ovplyvneniu výsledkov z niekoľkých dôvodov. Počas prípravy vzoriek bola venovaná zvýšená pozornosť na kritické operácie, ktoré sú detailnejšie popísané v nasledujúcich podsekciiach.

6.1.1 Kvalita skúšobných telies

Počas prípravy telies používaných pre skúšky lomovej húževnatosti boli kontrolované ich rozmerové tolerancie. Normy [18,38] pre prípravu a skúšanie keramických vzoriek povoľujú maximálnu prípustnú rozmerovú odchýlku 0,1 mm. Maximálna odchýlka rozmerov pripravených telies sa pohybovala v ráde desiatok mikrometrov a teda boli splnené tolerancie dané príslušnými normami. Kvalita povrchu vzoriek bola zabezpečená leštením brusivom o maximálnej zrnitosti 9 μm . Takto pripravené vzorky dosahovali požadovanú kvalitu pre skúšky lomovej húževnatosti.

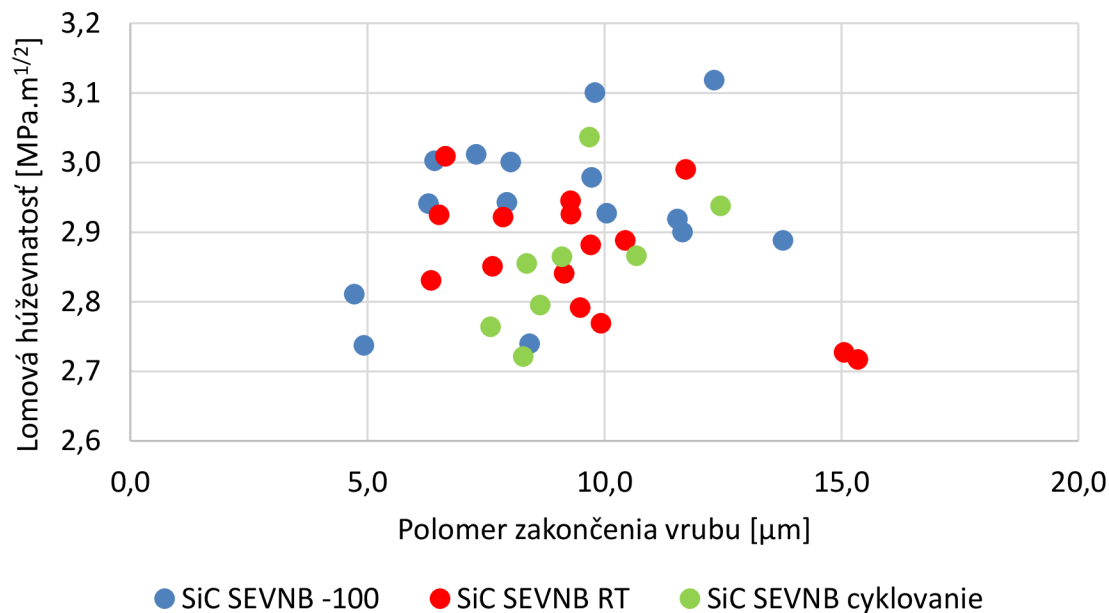
6.1.2 Príprava vrubov

Pri príprave vrubov typu SEVNB bolo dôležité, aby bola honovacia žiletka zariadenia Exakt 6010/0016 (Exakt, USA) vždy pred vytváraním týchto vrubov čo najdokonalejšie zarovnaná vzhľadom k držiaku vzorky. V prípade, že by táto žiletka nebola vhodne zarovnaná hrozilo vytvorenie šikmého vrubu, ktorý by mohol ovplyvniť získané hodnoty lomovej húževnatosti. Pri vytváraní vrubov SEVNB bolo dôležité nájsť vhodnú rýchlosť honovania, aby boli vibrácie celého honovacieho systému čo najmenšie. Ako kľúčový faktor pri rýchlosti príprave vrubov sa ukázala kvalita použitých žiletiek. Z tohto dôvodu neboli žiletky používané viacnásobne, ale každý z vrubov bol pripravovaný novou žiletkou. Príprava jedného vrubu SEVNB v karbide kremíka sa pohybovala v rozmedzí 1,5 až 2,5 hodiny pri zachovaní všetkých ostatných parametrov (prítlačná sila, rýchlosť honovania, režim mazania, mazacia zmes). Príprava jedného vrubu SEVNB v čadiči trvala v rozmedzí 1 až 1,5 hodiny obvykle však 1 hodinu.

Počas prípravy vrubov CNB bolo dôležité, aby rýchlosť posuvu rezného kotúča nebola príliš vysoká a tým pádom nedošlo k poškodeniu povrchovej vrstvy a tepelnému ovplyvneniu materiálu v okolí vytváraného vrubu. Za týmto účelom boli vzorky chladené prúdom kvapaliny a bola zvolená vhodná posunová rýchlosť rezu, ktorá sa pohybovala v jednotkách milimetrov za minútu. Z pohľadu jednoduchej iniciácie trhliny pri zaťažovaní vzorky bolo dôležité, aby sa obidva rezy nachádzali v jednej rovine, čo bolo zabezpečené vďaka otočnému prípravku na uchytienie vzoriek v držiaku píly.

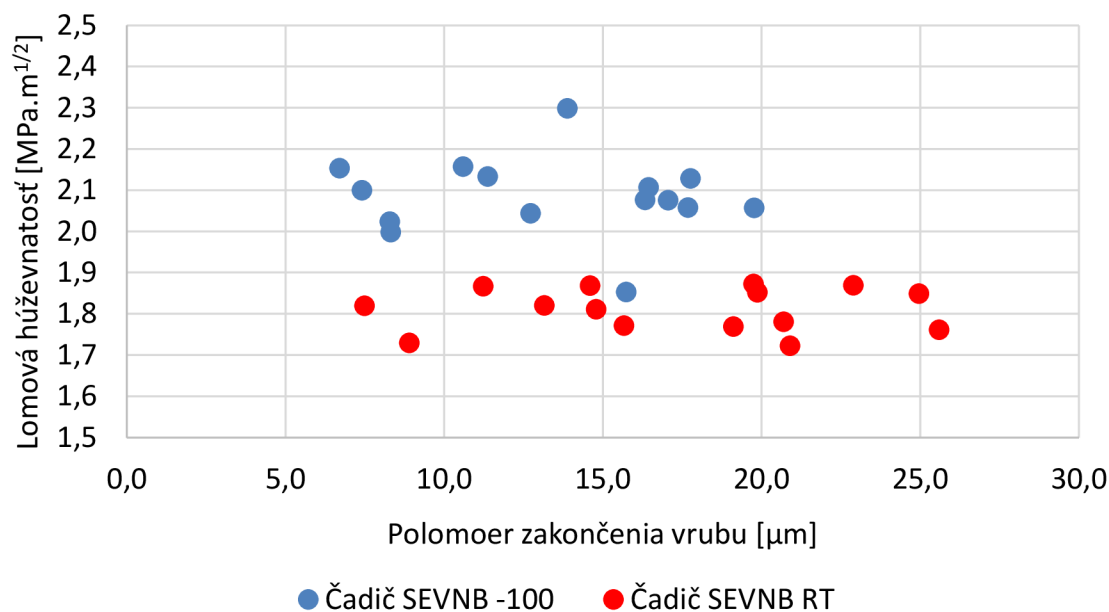
Na skúšky lomovej húževnatosti boli použité výhradne vzorky a vruby s vysokou kvalitou. V prípade vzoriek s rovnými vrubmi je mimoriadne dôležitý polomer zakončenia vrubov. Pokiaľ nie je polomer zakončenia vrubu dostatočne malý (v závislosti od materiálu), môže dôjsť k výraznému navýšeniu nameraných hodnôt lomovej húževnatosti. Z grafickej závislosti lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka na veľkosti vrubu zobrazenej na obrázku 63 vyplýva, že hodnoty lomovej húževnatosti nie sú závislé na nameraných hodnotách polomerov zakončení vrubov SEVNB vzoriek

karbidu kremíka a teda nedochádza k neúmernému navýšovaniu hodnôt lomovej húževnatosti. Z toho vyplýva, že veľkosť rádiusov zakončení použitých vrubov bola dostatočne malá na získanie relevantných hodnôt lomovej húževnatosti.



Obrázok 63 Závislosť hodnôt lomovej húževnatosti karbidu kremíka na polomere zakončenia vrubu SEVNB.

Rovnako ako v prípade karbidu kremíka nie sú hodnoty lomovej húževnatosti čadiča ovplyvnené hodnotami polomerov zakončenia vrubov SEVNB. Grafická závislosť hodnôt lomovej húževnatosti na polomeroch zakončení vrubov SEVNB je zobrazená v obrázku 64. Pripravené vruby mali väčší polomer v porovnaní s vrubmi SiC, čo bolo spôsobené menšou tvrdosťou čadiča a taktiež vplyvom hrubšej mikroštruktúry tohto materiálu.



Obrázok 64 Závislosť hodnôt lomovej húževnatosti čadiča na polomere zakončenia vrubu SEVNB.

6.2 Analýza neistôt pri skúškach

6.2.1 Vplyv teploty skúšky

Počas ohybových skúšok za zníženej teploty (-100 °C) mohlo dôjsť k ovplyvneniu získaných hodnôt maximálnej resp. lomovej sily potrebnej na výpočet hodnôt lomovej húževnatosti. Zamrznutie mohlo viesť k istému zaceleniu vrubu a tým k sťaženiu iniciácie lomu a k ovplyvneniu jednotlivých komponent skúšobného systému. K zamedzeniu takýchto chýb bolo skúšobné zariadenie priebežne rozmrazované a vysušované, aby zvyšková vlhkosť pri zamrznutí na jednotlivých komponentoch nespôsobovala ich posunutie a iné nežiaduce zmeny. Námraza bola pred každou skúškou odstraňovaná z komponentov, ktoré prichádzali do bezprostredného styku so skúšobnými vzorkami, napríklad z podporných a zaťažovacieho valčeka. Skúšobné vzorky boli podobne ako komponenty skúšobného zariadenia pred vykonaním skúšky zbavené vlhkosti.

6.2.2 Parametre skúšky a vyhodnocovanie

Veľmi dôležitým faktorom pri vykonávaní skúšok lomovej húževnatosti bolo správne umiestnenie vzoriek do zaťažovacieho prípravku. Vycentrovanie vrubu voči osi zaťažovacieho valčeka bolo kontrolované pomocou mikroskopu so zámerným krížom (obrázok 30 (b)).

Správne vyhodnotenie parametrov vrubov po dokončení ohybových skúšok malo veľmi dôležité postavenie pri následnom výpočte hodnôt lomovej húževnatosti. Počas merania a vyhodnocovania potrebných parametrov lomov resp. vrubov mohlo dôjsť k viacerým chybám. Príčinami týchto chýb mohla byť v niektorých prípadoch nejednoznačnosť určenia konca vrubu resp. začiatku lomovej plochy poprípade uhla chevronového vrubu. Tieto nepresnosti mohli viesť k vnášaniu chýb do následných výpočtov a tým ovplyvniť numerické hodnoty lomovej húževnatosti. Za účelom zníženia pravdepodobnosti výskytu takýchto chýb boli odfotografované a vyhodnocované vždy obidve časti lomovej plochy. V prípade, že sa namerané hodnoty na oboch stranách lomových plôch výrazne líšili, bolo uskutočnené ďalšie fotografovanie lomových plôch, prípadne len opakované vyhodnocovanie na už zhotovených snímkach. Ďalším z faktorov, ktorý mohol ovplyvniť presnosť vyhodnocovania bola presnosť kalibrácie optického stereoskopu Olympus Z61 s CCD kamerou Olympus ColorView IIIu (Olympus, Japonsko. Na zabezpečenie správneho vyhodnocovania potrebných parametrov bol mikroskop vždy nanovo skalibrovaný pred každou sériou meraní.

6.3 Vplyv teploty skúšky na lomové chovanie

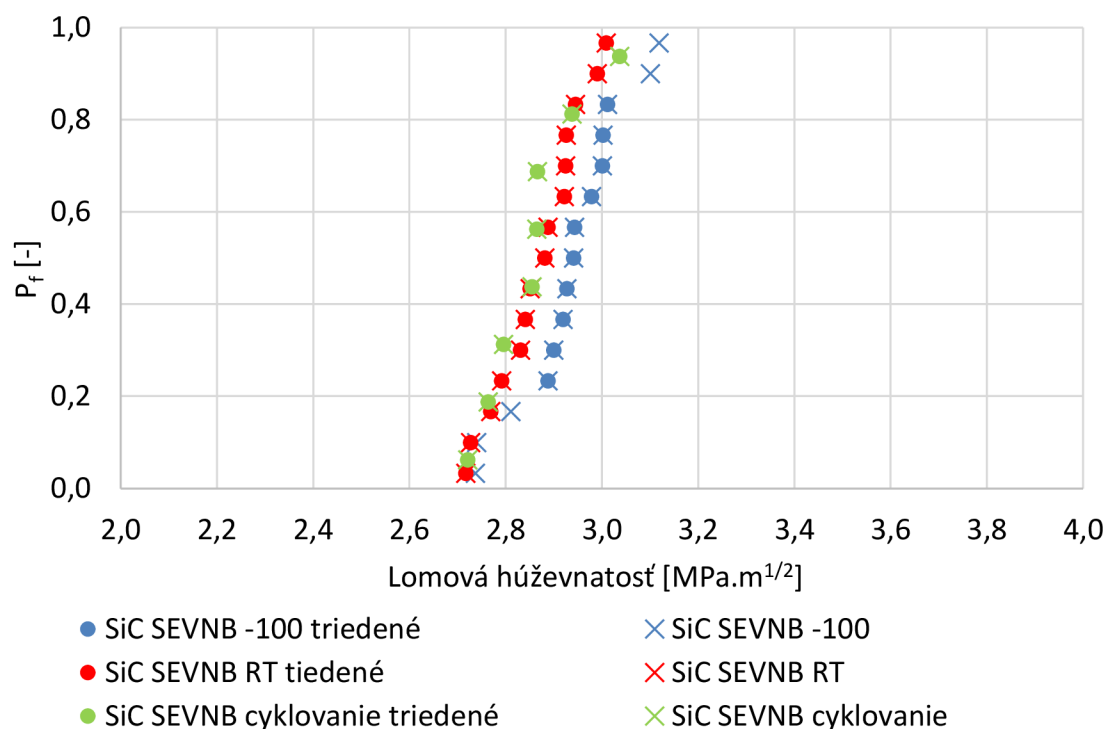
6.3.1 Karbid kremíka

Z výsledkov experimentálnych meraní, vyhodnocovania a porovnania výsledkov lomovej húževnatosti zobrazených v súhrnných grafoch na obrázkoch 64 a 65 je zrejmé, že zníženie teploty prostredia z izbovej teploty na -100 °C počas skúšky nemá výrazný vplyv na získané priemerné hodnoty lomovej húževnatosti. Priemerná hodnota lomovej húževnatosti z netriedených dát získanej pri teplote -100 °C bola len o približne 2,3 % vyššia v porovnaní s priemernou hodnotou lomovej húževnatosti získanej pri izbovej teplote. Z nižšie zobrazených grafov je však evidentný posun lomovej húževnatosti

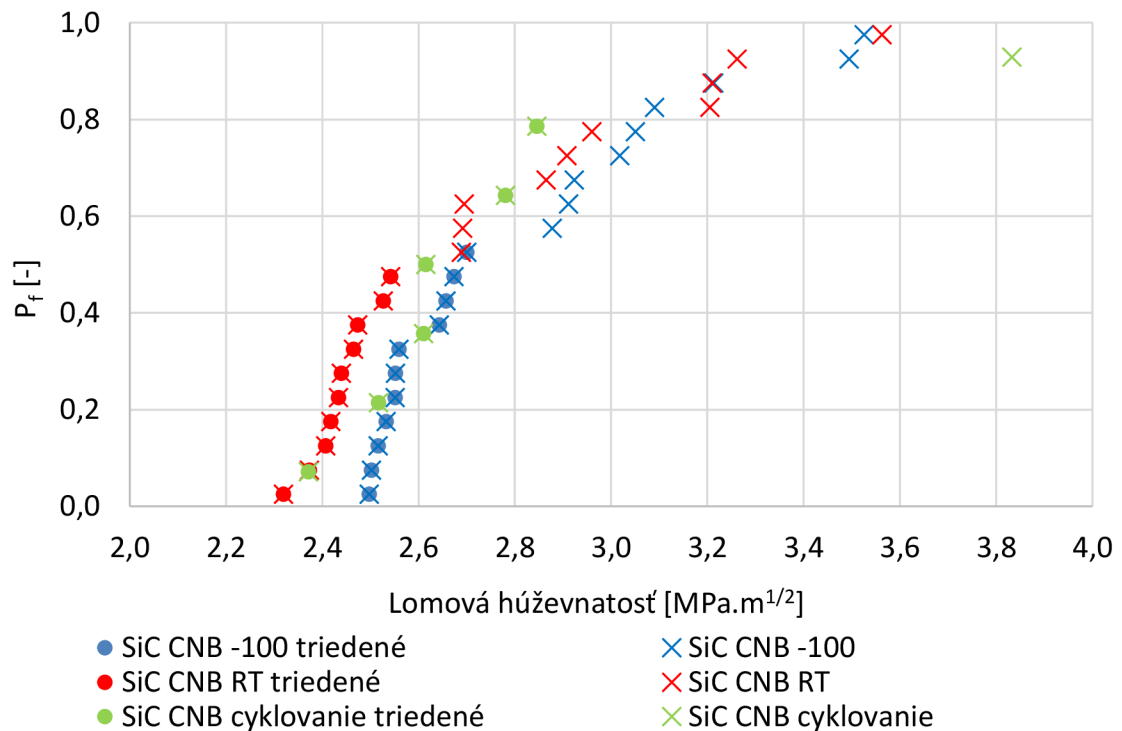
k vyšším hodnotám so znižujúcou sa teplotou. Tento posun môže byť zapríčinený náročnejším šírením trhliny v materiáli vplyvom teplotne indukovaných napätí. Tieto napätia môžu vzniknúť vplyvom rozdielnej teplotnej rozťažnosti jednotlivých zložiek karbidu kremíka. V prípade sintrovaného karbidu kremíka však nie je tento efekt taký silný v porovnaní s infiltrovaným karbidom kremíka [40]. Metóda SEVNB vykazuje menší rozdiel hodnôt lomovej húževnatosti v porovnaní s metódou CNB. Tento rozdiel je zjavný v prípade metódy CNB najmä pokiaľ sú zohľadnené len platné hodnoty lomovej húževnatosti, kde iniciácia lomu prebehla v súlade s podmienkami stanovenými v norme [38] a teda došlo k plynulému šíreniu trhliny a k dosiahnutiu platného priebehu pôsobiacej sily.

Ovplyvňovanie zvyškovej lomovej húževnatosti vzoriek vystavovaním cyklickým skokovým zmenám teploty z izbovej, respektíve mierne zvýšenej ($\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$) teploty na kryogénnu teplotu $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ v počte 100 kompletných cyklov, nemalo zásadný vplyv na získané hodnoty lomovej húževnatosti. Hodnoty lomovej húževnatosti takto teplotne namáhaných vzoriek sa pohybovali na úrovni hodnôt vzoriek zaťažovaných za izbovej teploty. Z týchto výsledkov vyplýva pomerne dobrá odolnosť karbidu kremíka voči nízkym teplotám, ako aj dobrá odolnosť voči náhlym zmenám operačných teplôt.

V grafoch na obrázkoch 64 a 65 sú porovnané hodnoty lomovej húževnatosti pred vytriedením neplatných hodnôt (označené krížmi) s vytriedenými (platnými) hodnotami lomovej húževnatosti (označené krúžkami). Hodnoty lomovej húževnatosti boli korigované tak, aby všetky platné hodnoty ležali na priamkach s podobnými smernicami. Ostatné hodnoty boli považované za outliery. Tabuľka 15 numericky porovnáva korigované a nekorigované hodnoty získané počas skúšok.



Obrázok 65 Porovnanie hodnôt lomovej húževnatosti karbidu kremíka s vrubmi SEVNB za rôznych podmienok.



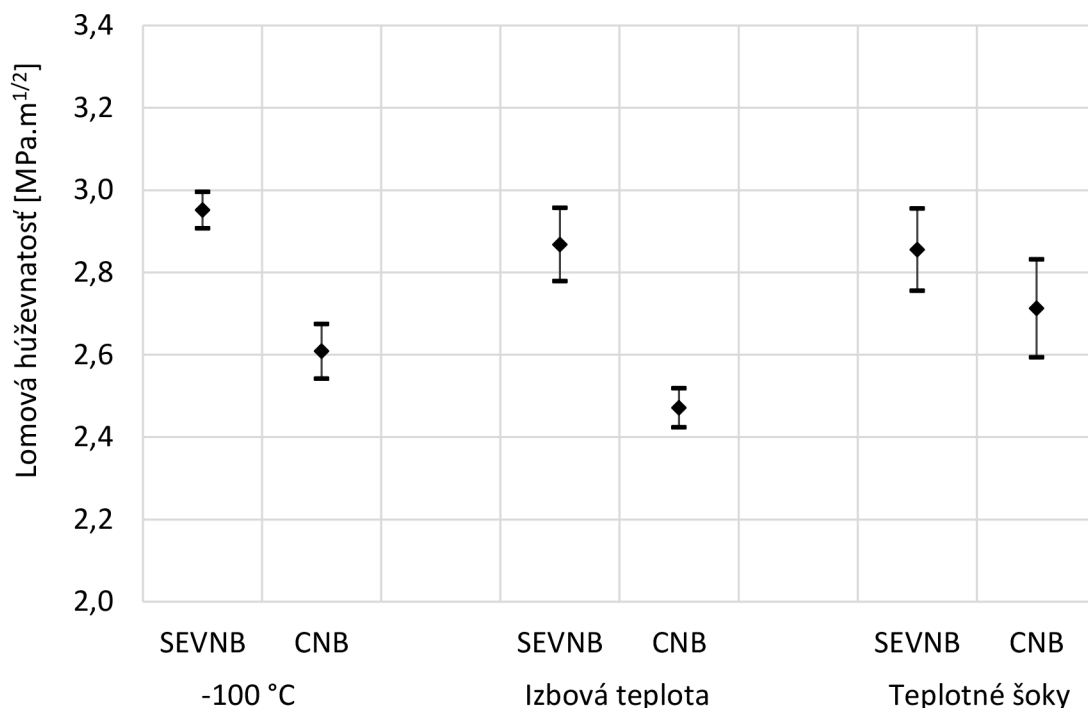
Obrázok 66 Porovnanie hodnôt lomovej húževnatosti karbidu kremíka s vrubmi CNB za rôznych podmienok.

Tabuľka 15 Porovnanie netriedených a triedených hodnôt lomovej húževnatosti nameraných počas skúšok karbidu kremíka.

Sintrovaný karbid kremíka	$K_{Ic \text{ min}}$	$K_{Ic \text{ max}}$	$K_{Ic \text{ priemerná}}$	Smerodajná odchýlka
	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]
Izbová teplota				
SiC SEVNB RT	2,72	3,01	2,87	0,089
SiC SEVNB RT triedené	2,72	3,01	2,87	0,089
SiC CNB RT	2,32	3,56	2,72	0,357
SiC CNB RT triedené	2,42	2,54	2,47	0,047
Znížená teplota -100 °C				
SiC SEVNB -100 °C	2,74	3,12	2,93	0,112
SiC SEVNB -100 °C triedené	2,89	3,01	2,95	0,045
SiC CNB -100 °C	2,50	3,53	2,82	0,323
SiC CNB -100 °C	2,53	2,70	2,61	0,066
Teplotné šoky				
SiC SEVNB cyklo.	2,72	3,04	2,86	0,100
SiC SEVNB cyklo. triedené	2,72	3,04	2,86	0,100
SiC CNB cyklo.	2,37	3,83	2,80	0,484
SiC CNB cyklo. triedené	2,61	2,85	2,71	0,199

Diagram na obrázku 67 sumarizuje hodnoty lomovej húževnatosti vychádzajúce z triedených súborov dát zozbieraných počas skúšok karbidu kremíka pri teplote -100 °C, izbovej teplote a pri izbovej teplote na vzorkách, ktoré boli vystavené teplotným šokom.

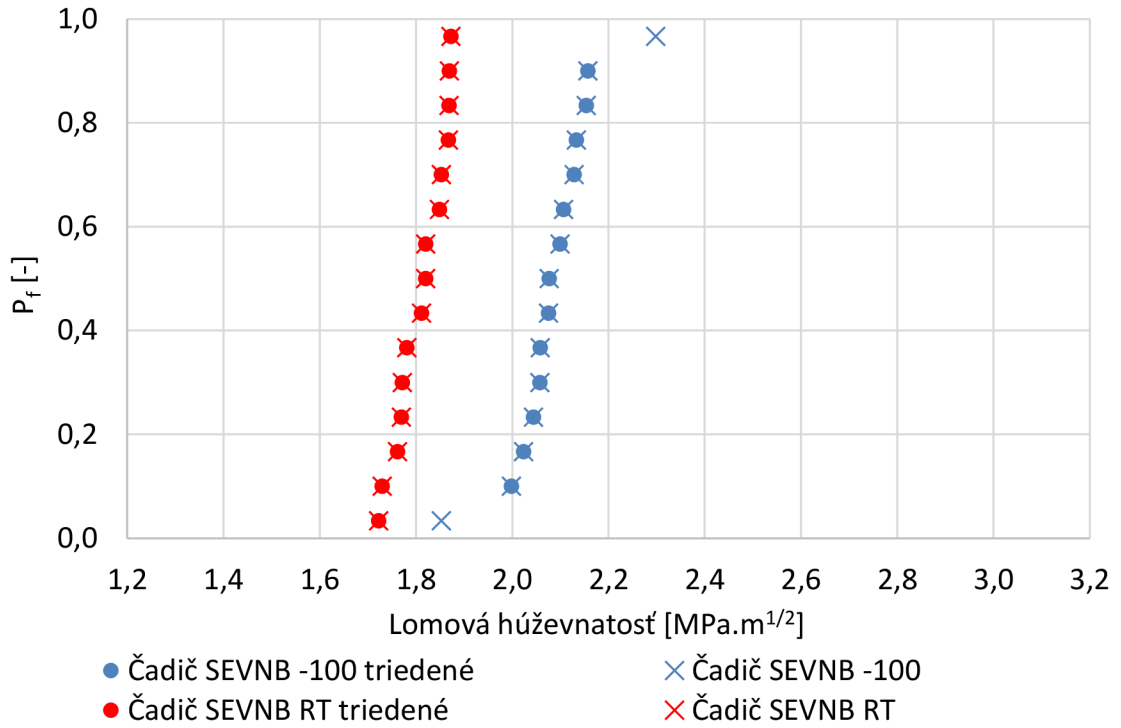
Hodnoty lomovej húževnatosti sú reprezentované strednou hodnotou a rozptylom. Pri tomto zobrazení je rozdiel hodnôt lomovej húževnatosti medzi izbovou a zníženou teplotou výraznejší. Po vytriedení je výraznejší aj rozdiel medzi metódami stanovenia lomovej húževnatosti.



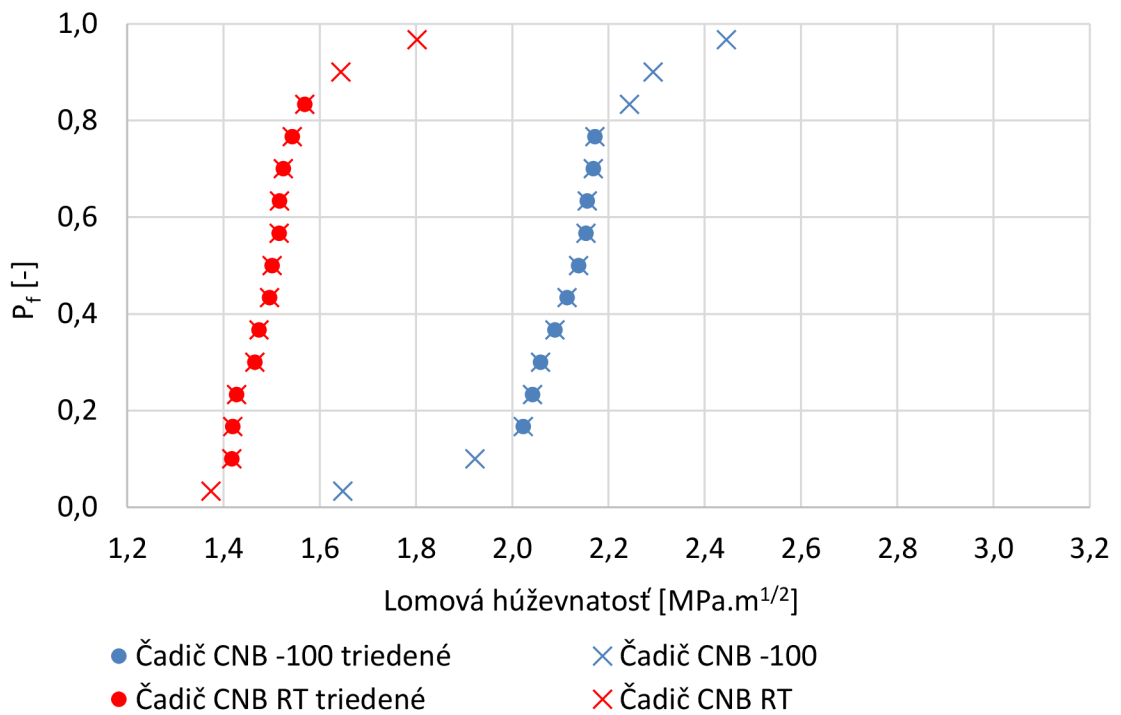
Obrázok 67 Rozptylový diagram pre triedené hodnoty lomovej húževnatosti sintrovaného karbidu kremíka.

6.3.2 Čadič

Pri experimentálnych meraniach s čadičom bol zistený pomerne výrazný rozdiel v netriedených hodnotách lomovej húževnatosti tohto materiálu získaných pri izbovej teplote a pri teplote -100 °C. Pri kryogénnej teplote bola dosiahnutá priemerná hodnota lomovej húževnatosti vzoriek čadiča s vrubom SEVNB o približne 15 % vyššia v porovnaní s hodnotami získanými na rovnakých vzorkách pri izbovej teplote. V prípade vzoriek s chevronovým vrubom boli výsledky hodnoty lomovej húževnatosti analogické ako v prípade vzoriek s rovným vrubom. Vzorky s CNB vrubom testované pri teplote -100 °C dosahovali o takmer 40 % vyššie hodnoty lomovej húževnatosti v porovnaní so vzorkami s rovnakým typom vrubov testovanými pri izbovej teplote. Pri skúšobných telesách s vrubmi CNB došlo teda k výraznejšej zmene hodnôt lomovej húževnatosti v porovnaní s telesami s rovným vrubom. Zistené výraznejšie rozdiely v hodnotách lomovej húževnatosti čadiča v závislosti na skúšobnej teplote v porovnaní s rozdielmi zistenými na karbide kremíka sú zrejme spôsobené vyššou heterogenitou štruktúry čadiča. Vyššia heterogenita materiálu má pravdepodobne väčší efekt aj pri indukovaní vnútorných napätí spôsobených rozdielnou teplotnou rozťažnosťou jednotlivých štruktúrnych zložiek čadiča. Grafické porovnanie výsledkov lomovej húževnatosti triedených (krúžok) a netriedených (krížik) hodnôt pre vzorky z čadiča je zobrazené na obrázkoch 68 a 69. Korigované a nekorigované hodnoty lomovej húževnatosti spoločne s odchýlkami sú uvedené v súhrnnej tabuľke 16. Súhrnný diagram stredných hodnôt s rozptylmi triedených hodnôt lomovej húževnatosti čadiča je zobrazený v obrázku 70.



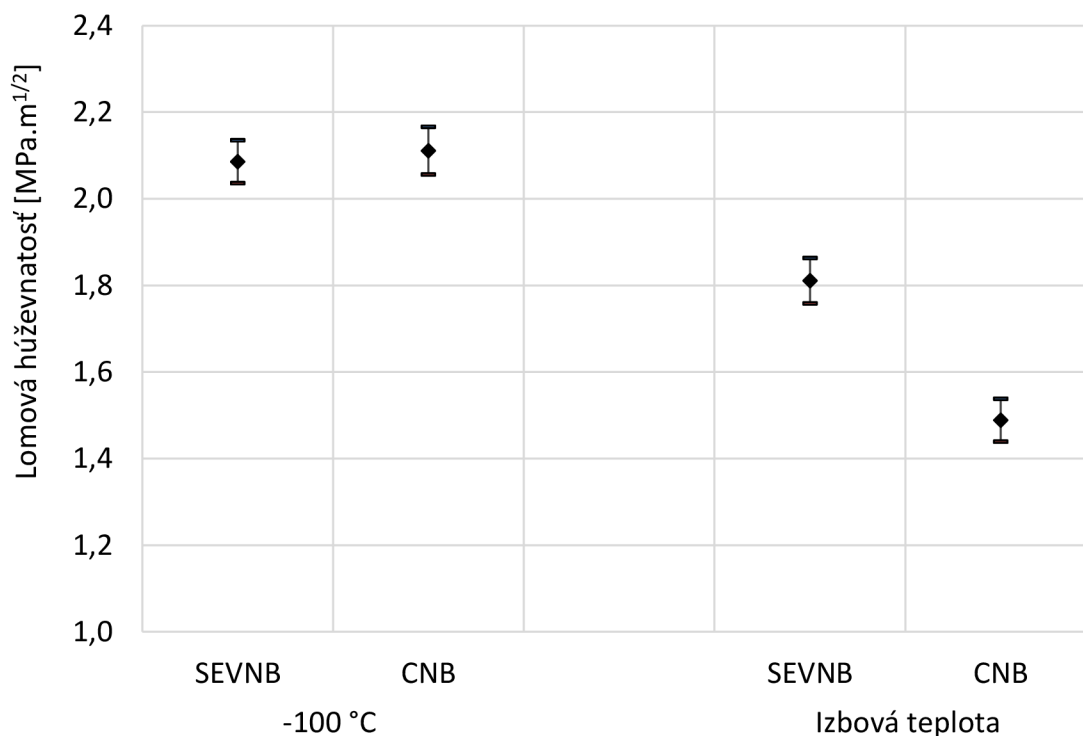
Obrázok 68 Porovnanie hodnôt lomovej húževnatosti čadiča s vrubmi SEVNB za rôznych podmienok.



Obrázok 69 Porovnanie hodnôt lomovej húževnatosti čadiča s vrubmi CNB za rôznych podmienok.

Tabuľka 16 Porovnanie netriedených a triedených hodnôt lomovej húževnatosti nameraných počas skúšok čadiča.

Liaty čadič	K_{Ic} min	K_{Ic} max	K_{Ic} priemerná	Smerodajná odchýlka
	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]	[MPa.m ^{1/2}]
Izbová teplota				
Čadič SEVNB RT	1,72	1,87	1,81	0,052
Čadič SEVNB RT triedené	1,72	1,87	1,81	0,052
Čadič CNB RT	1,37	1,80	1,51	0,105
Čadič CNB RT triedené	1,42	1,57	1,49	0,049
Znížená teplota -100 °C				
Čadič SEVNB -100 °C	1,85	2,30	2,08	0,096
Čadič SEVNB -100 °C triedené	2,00	2,16	2,09	0,050
Čadič CNB -100 °C	1,65	2,45	2,11	0,177
Čadič CNB -100 °C	2,02	2,17	2,11	0,055

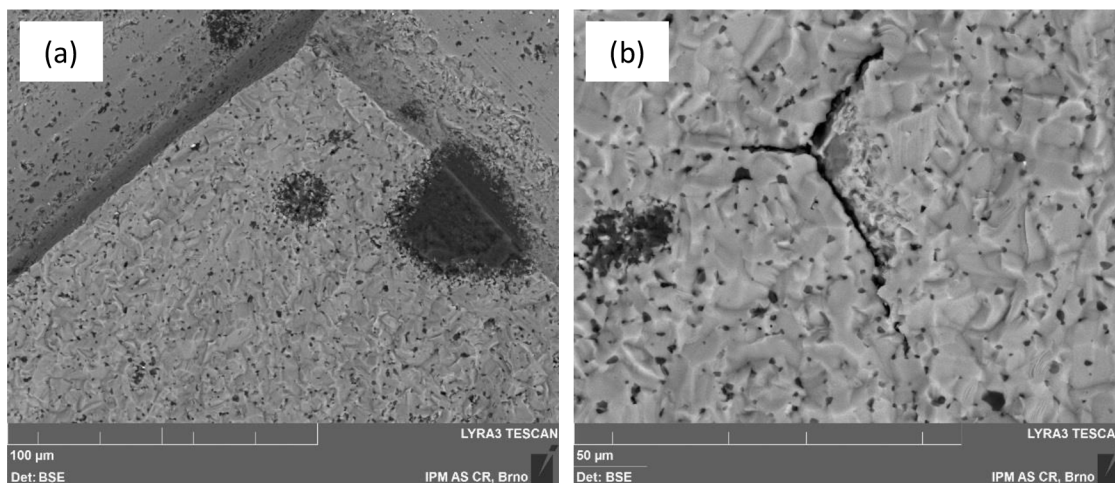
**Obrázok 70** Rozptylový diagram pre triedené hodnoty lomovej húževnatosti liateho čadiča.

Dôležitým poznatkom získaným z platných hodnôt lomovej húževnatosti karbidu kremíka a čadiča získaných pri izbovej teplote je, že absolútne hodnoty lomovej húževnatosti získané metódou CNB sú nižšie v porovnaní s hodnotami získanými metódou SEVNB. Tento rozdiel je spôsobený rozdielnym princípom stanovenia hodnôt lomovej húževnatosti.

6.4 Fraktografia

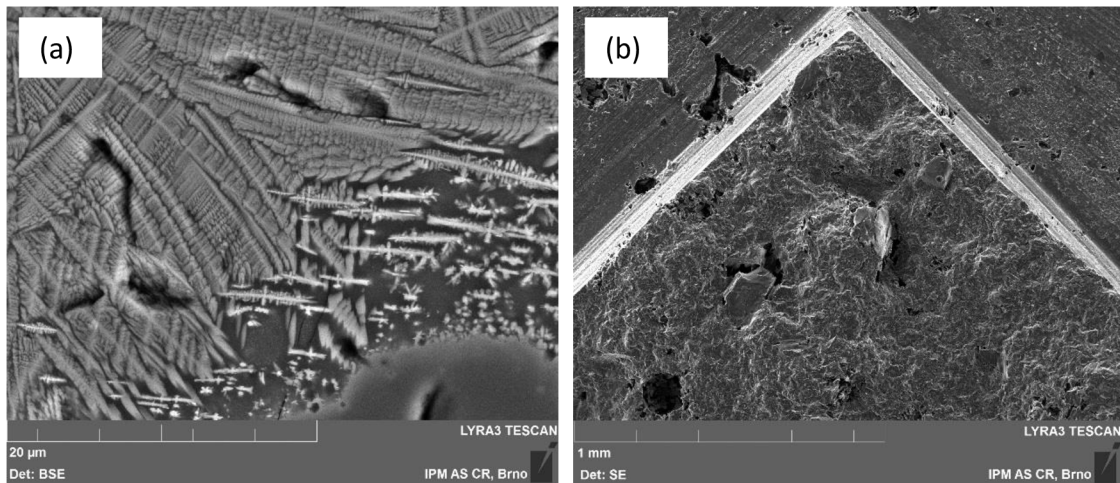
Vzorky pre snímky lomových plôch boli vyberané tak, aby boli reprezentované vždy minimálna, stredná a maximálna hodnota lomovej húževnatosti daného setu vzoriek (napríklad vzorky karbidu kremíka s vrubmi SEVNB zaťažované pri nízkych teplotách). Na snímkach lomových plôch skúmaných materiálov nie je možné pozorovať rozdiely medzi vzorkami testovanými pri izbovej a pri zníženej teplote. Z tohto dôvodu je možné vylúčiť mikroštruktúrne zmeny vplyvom zníženej teploty a tým zmeny v lomovom procese týchto materiálov.

Rozdiely v nameraných hodnotách lomovej húževnatosti karbidu kremíka pri rovnakých podmienkach boli pravdepodobne spôsobené nehomogénnym rozložením častíc zvyškového uhlíka v štruktúre tohto materiálu. Tieto rozdiely mohli byť takisto podmienené existenciou a rozmerom trhlín prítomných v štruktúre karbidu kremíka, ktoré pochádzali z procesu prípravy tohto materiálu. Ukážka takýchto defektov je zobrazená na obrázku 71.

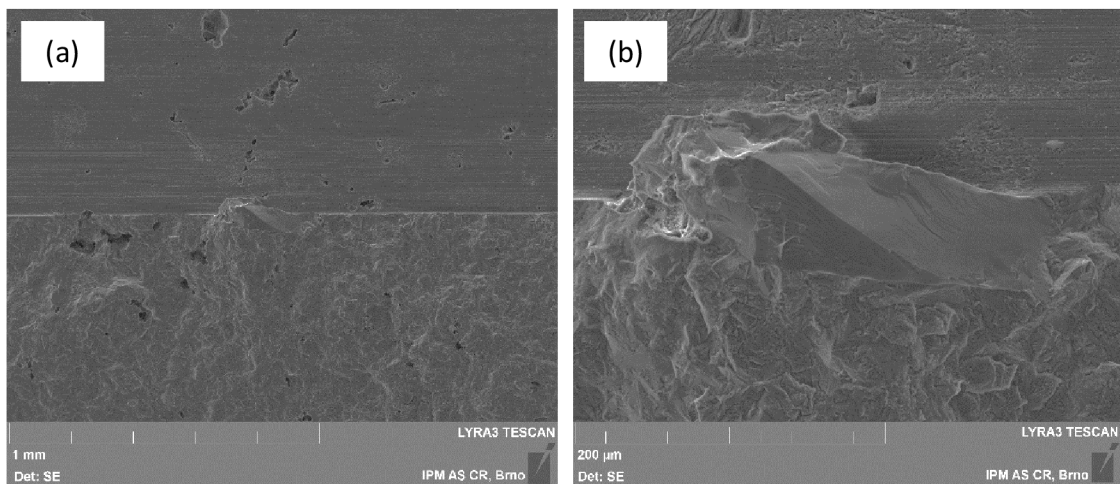


Obrázok 71 Zhluky častíc uhlíka (a) a trhliny (b) v štruktúre karbidu kremíka.

Lomová húževnatosť čadiča mohla byť ovplyvnená druhom, rozmermi, množstvom a orientáciou dendritov a ďalších štruktúrnych zložiek taveného čadiča. Na niektorých vzorkách bola pozorovaná prítomnosť väčších častíc v oblasti rovného vrubu. Tieto častice sťažovali iniciáciu lomu a boli nájdené vždy na vzorkách s vyššími nameranými hodnotami lomovej húževnatosti. V prípade vzoriek s nižšími stanovenými hodnotami lomovej húževnatosti bola častejšie na lomových plochách pozorovaná prítomnosť dutín. Vplyv na mechanické vlastnosti všetkých vzoriek mohli byť ovplyvnené aj prítomnosťou trhliniek v okolí väčších častíc v štruktúre tohto materiálu. Tieto trhlinky mohli vzniknúť pri tuhnutí materiálu pod vplyvom rôznej teplotnej rozťažnosti jednotlivých zložiek taveného čadiča. Na obrázkoch 72 a 73 sú zobrazené niektoré poruchy štruktúry vzoriek z liateho čadiča.



Obrázok 72 Rôzne druhy dendritov (a) a poruchy (b) v štruktúre čadiča.



Obrázok 73 Častica na špičke vrubu SEVNB, (a) prehľadová fotografia, (b) detailný pohľad.

7 ZÁVER

Cieľom tejto diplomovej práce bola realizácia skúšok lomovej húževnatosti za použitia ohybových metód so vzorkami SEVNB a CNB pri izbovej teplote a najmä pri teplote $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ďalším z cieľov tejto práce bola základná interpretácia získaných výsledkov lomovej húževnatosti. Nevyhnutnou súčasťou bola aj charakterizácia mikroštruktúry vybraných materiálov.

Sintrovaný karbid kremíka mal zrnovú mikroštruktúru na rozdiel od liateho čadiča, ktorý sa vyznačoval výraznou dendritickou mikroštruktúrou. Vďaka výraznému rozdielu v mikroštruktúre študovaných materiálov je možné získané poznatky zovšeobecniť.

Výsledky experimentálnych meraní lomovej húževnatosti sintrovaného karbidu kremíka a liateho čadiča preukázali navýšenie hodnôt lomovej húževnatosti týchto materiálov pri testoch realizovaných pri teplote $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ voči hodnotám získaným pri izbovej teplote. Toto zvýšenie určené z vytriedených dát bolo pre karbid kremíka 2,7-5,6 % a pre liaty čadič 15,4-41,6 % v závislosti od použitej metódy skúšania.

V prípade cyklického vystavovania karbidu kremíka teplotným šokom z izbovej teploty do oblasti kryogénnych teplôt ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$) a následných testoch zvyškovej lomovej húževnatosti pri izbovej teplote nebola zistená štatisticky významná zmena hodnôt lomovej húževnatosti tohto materiálu oproti materiálu, ktorý nepodstúpil takéto teplotné šoky a bol testovaný pri rovnakých podmienkach. Z týchto výsledkov vyplýva dobrá odolnosť sintrovaného karbidu kremíka voči nízkym teplotám a cyklickému šokovému vystavovaniu tohto materiálu kryogénnym teplotám.

Zmeny hodnôt lomovej húževnatosti testovaných materiálov pri rôznych podmienkach zaťažovania záviseli na použitej testovacej metóde. V prípade metódy CNB boli rozdiely v získaných hodnotách lomovej húževnatosti pri rôznych teplotách výraznejšie v porovnaní s rozdielmi hodnôt pri použití metódy SEVNB. Rozdiely lomovej húževnatosti pri rôznych teplotách taktiež záviseli na testovanom materiáli. Zmeny vlastností sintrovaného karbidu kremíka boli vo všeobecnosti nižšie ako zmeny vlastností u liateho čadiča. Fraktografická analýza a analýza mikroštruktúry ukázali, že zmeny lomovej húževnatosti oboch materiálov pri rôznych podmienkach zaťažovania nie sú spojené s mikroštruktúrnymi zmenami týchto materiálov. Fraktografické pozorovania taktiež ukázali, že rozptyl v nameraných hodnotách lomovej húževnatosti pri rovnakých podmienkach zaťažovania je spôsobený pravdepodobne štruktúrnymi poruchami materiálov a nehomogenitami ich mikroštruktúry, čo je pozorovateľné najmä na vzorkách vyrobených z čadiča.

Na základe pozorovania mikroštruktúry a získaných údajov o lomovom chovaní je možné vysloviť hypotézu, že zistený rozdiel v lomovej húževnatosti pri znížení teploty skúšok je spôsobený indukciou zvyškových napätí vplyvom rozdielnej teplotnej rozťažnosti jednotlivých zložiek v danom materiáli.

ZOZNAM POUŽITÝCH ZDROJOV

- [1] CARTER, C., NORTON, M.. *Ceramic materials: science and engineering*. New York: Springer, 2007, xxii, 716 p. ISBN 03-874-6270-8.
- [2] PTÁČEK, L.. *Nauka o materiálu*. Brno: CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-720-4283-1.
- [3] BASU, B., BALANI, K.. *Advanced structural ceramics*. Hoboken, N.J.: Wiley, 2011, xxvi, 474 p. ISBN 978-1-118-03730-0.
- [4] CAMPBELL, F. C.. *Fatigue and fracture - Understanding the basics* [online]. Materials Park, Ohio: ASM International, 2012 [cit. 2014-10-26]. ISBN 978-162-1983-736. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpFFUB0001/fatigue-fracture-understanding/fatigue-fracture-understanding>
- [5] History of ceramics. 2014. *The American Ceramic Society* [online]. [cit. 2015-05-08]. Dostupné z: <http://ceramics.org/learn-about-ceramics/history-of-ceramics>
- [6] History of Fine Ceramics. 2008. *Kyocera* [online]. [cit. 2015-05-08]. Dostupné z: <http://global.kyocera.com/fcworld/first/history.html>.
- [7] What are ceramics? 2010. *Science Learning* [online]. [cit. 2015-05-08]. Dostupné z: <http://sciencelearn.org.nz/Contexts/Ceramics/Science-Ideas-and-Concepts/What-are-ceramics>
- [8] BUSCHOW, K. H., CAHN, J., FLEMINGS, R. W., ILSCHNER, M. C., KRAMER, B., Mahajan, E. J., SUBHASH. *Encyclopedia of materials science and technology* [online]. Amsterdam: Elsevier, 2001 [cit. 2014-11-17]. ISBN 978-008-0523-583. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpEMSTV001/encyclopedia-materials/encyclopedia-materials>
- [9] HARPER, C. A.. *Handbook of ceramics, glasses, and diamonds*. New York: McGraw-Hill, 2001, 1 v.. ISBN 00-702-6712-X.
- [10] XUE, W., XIE, Z., YI, J., CHEN, J.. 2012. Critical grain size and fracture toughness of 2mol.% yttria-stabilized zirconia at ambient and cryogenic temperatures. *Scripta Materialia* [online]. 67(12) [cit. 2015-05-09]. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.08.030. ISSN 13596462. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646212005623>
- [11] NIST Property Data Summaries for Advanced Materials. 2002. *National Institute of Standards and Technology* [online]. [cit. 2015-05-08]. Dostupné z: <http://www.ceramics.nist.gov/srd/summary/advmtdb.htm>
- [12] ANDERSON, T.. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. 3rd ed. Boca Raton: Taylor, 2005, 621 s. ISBN 08-493-1656-1.
- [13] SŌMIYA, Shigeyuki. *Handbook of advanced ceramics: materials, applications, processing, and properties*. Second Edition. Burlington: Elsevier Science, 2013, xxvii, 1229 pages. ISBN 978-012-3854-704. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpHACMAPP6/handbook-advanced-ceramics/handbook-advanced-ceramics>
- [14] PRUITT, L. A., CHAKRAVARTULA, A. M.. *Mechanics of biomaterials: fundamental principles for implant design* [online]. New York: Cambridge University Press, 2011, xvi, 681 p. [cit. 2015-02-14]. Cambridge texts in biomedical engineering. ISBN 05-217-6221-9. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpMBFPID0L/mechanics-biomaterials/mechanics-biomaterials>

- [15] LAUNEY, M. E., RITCHIE, R. O.. 2009. On the Fracture Toughness of Advanced Materials. *Advanced Materials* [online]. 21(20): 2103-2110 [cit. 2015-05-09]. DOI: 10.1002/adma.200803322. ISSN 09359648. Dostupné z: <http://www.osti.gov/scitech/servlets/purl/952579/>
- [16] *Advanced Materials by Design*. 1988. Washington: U.S. Government Printing Office. ISBN 978-1-4289-2239-6. Dostupné také z: <http://ota.fas.org/reports/8801.pdf>
- [17] *Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*. West Conshohocken: ASTM International, 2010.
- [18] ČSN P CEN/TS 14425-5. *Speciální technická keramika - Zkušební metody pro stanovení houževnatosti v lomu monolitické keramiky - Část 5: Metoda zkoušky v ohybu se zářezem V (SEVNB)*. Praha: Český normalizační institut, 2005.
- [19] SALEM, J.A.. J.A.G. *Fracture resistance testing of monolithic and composite brittle materials*. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2002. ISBN 978-080-3154-612.
- [20] KÜBLER, J.. EMPA, Swiss Federal Laboratories for Materials Testing and Research. *Fracture Toughness of Ceramics using the SEVNB Method, Round Robin*. 1999. Dostupné z: http://www.vamas.org/documents/twa3/vamas_twa3_report_37.pdf
- [21] GOGOTSI, G. A.. Fracture toughness of ceramics and ceramic composites. *Ceramics International*. 2003, vol. 29, s. 777-784. DOI: 10.1016/S0272-8842(02)00230-4. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884202002304>
- [22] ZHAO, W., PINGGEN, R., ZHIYUAN L.. A new method for the preparation of ultra-sharp V-notches to measure fracture toughness in ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*[online]. 2014, vol. 34, issue 15, s. 4059-4062 [cit. 2015-04-22]. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.05.021. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221914002799>
- [23] SCHERRER, S. S., KELLY, J. R., QUINN, G. D., XU, K.. Fracture toughness (K_{Ic}) of a dental porcelain determined by fractographic analysis: Lecture Notes from the 2nd ERCOFTAC Summerschool hel in Stockholm, 10-16 june, 1998. *Dental Materials* [online]. 1999, vol. 15, issue 5, s. 342-348 [cit. 2015-04-08]. DOI: 10.1016/S0109-5641(99)00055-X. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S010956419900055X>
- [24] CLE´MENT, J., TORRES, P., GIL, F. J., PLANELL, J. A., TERRADAS, R., MARTINEZ, S. Evaluation by Vickers indentation of fracture toughness of a phosphate biodegradable glass. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 1999, vol. 10, issue 7, s. 437-441. DOI: 10.1023/A:1008935316741. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1023/A:1008935316741>
- [25] JONŠTA, Zdeněk. *Technické materiály II*. Vyd. 1. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012, 1 CD-ROM. ISBN 978-80-248-2574-8. Dostupné z: <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/TM2/Technicke%20materialy%20II.pdf>

- [26] KRUZIC, J. J., KIM, D. K., KOESTER, K. J., RITCHIE, R. O. Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2009, vol. 2, issue 4, s. 384-395. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2008.10.008. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1751616108001021>
- [27] BRADT, R. C.. *Fracture Mechanics of Ceramics Fatigue, Composites, and High-Temperature Behavior*. Boston, MA: Springer US, 1996. ISBN 978-146-1376-835.
- [28] RICHERSON, D. W., *Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design*[online]. 3rd ed. Boca Raton, FL: CRC Taylor, 2006, 707 p. [cit. 2015-05-26]. ISBN 15-744-4693-2. Dostupné z: https://books.google.cz/books?id=90_ORVHeNkIC&lpg=PP1&hl=sk&pg=PP1#v=onepage&q&f=false
- [29] CHOI, S. R., NEMETH, N. N., GYEKENYESI, J. P.. Slow crack growth of brittle materials with exponential crack-velocity formulation?static fatigue. *Journal of Materials Science* [online]. 2005, 40(7): 1647-1654 [cit. 2015-05-26]. DOI: 10.1007/s10853-005-0665-0. ISSN 0022-2461. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s10853-005-0665-0>
- [30] MUNZ, D., FETT, T.. *Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*. 2nd ed. New York: Springer, 2001. ISBN 3-540-65376-7
- [31] PIERSON, H. O.. *Handbook of Refractory Carbides and Nitrides: Properties Characteristics, Processing and Applications*. New Jersey: Noyes Publications, 1996, 340 s. ISBN 08-155-1392-5. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpHRCN0005/handbook-refractory-carbides/handbook-refractory-carbide>
- [32] STRUKTURNÍ TYPY. *Chemistry Department at FS MU BRNO* [online]. [cit. 2014-09-29]. Dostupné z: <http://www.chemi.muni.cz/~lobl/Projekt/Projekt.html#20>
- [33] SHIPILOV, S., JONES, R., OLIVE, J. M., REBAK, R.. *Environment-induced cracking of materials* [online]. 1st ed. Amsterdam: Elsevier, 2008 [cit. 2014-10-27]. ISBN 978-008-0962-399. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpEICMVCM1/environment-induced-cracking/environment-induced-cracking>
- [34] MCCAULEY, R. A.. *Corrosion of ceramic materials*. 3rd ed. Boca Raton: Crc Press, 2013. ISBN 978-143-9820-230. Dostupné z: <http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpCCME000A/corrosion-ceramic-materials/corrosion-ceramic-materials>
- [35] CERAMTEC. *ROCAR: Karbid křemíku* [online]. 2013 [cit. 2105-05-21]. Dostupné z: https://www.ceramtec.com/files/cz_rocar_cz.pdf
- [36] EUTIT. *Tavený čedič: Katalogový list* [online]. 1998 [cit. 2015-05-21]. Dostupné z: http://www.eutit.cz/files/ke_stazeni/e01_cedic_cj.pdf
- [37] CHINN, R. E.. *Ceramography: preparation and analysis of ceramic microstructures*. Materials Park, OH: ASM International, 2002, xi, 214 p. ISBN 08-717-0770-5.
- [38] ČSN EN 14425-3. *Speciální technická keramika - Zkušební metody pro stanovení lomové houževnatosti monolitické keramiky - Část 3: Metoda trámečku se zářezem chevron (metoda CNB)*. Praha: Český normalizační institut, 2011.
- [39] Dlouhý I., Holzmann M., Man J., Válka L., *Metallic Mater.* 32, 3 (1994).
- [40] Chlup, Z. et al., *Technická zpráva pro CERAMTEC*, Šumperk, 2013

ZOZNAM POUŽITÝCH SKRATIEK A SYMBOLOV

Veličina	Symbol	Jednotka
Hustota	ρ	kg/m ³
Dĺžka trhliny	a, c	mm
Dĺžka	l	mm
Šírka	B, b	mm
Výška	W, d	mm
Polomer	P, r	mm
Vrcholový uhol chevronového vrubu	α_0	°
Vzdialenosť podporných valčekov	S_1, L	mm
Vzdialenosť zaťažovacích valčekov	S_2	mm
Teplota	T	°C, K
Koeficient teplotnej rozťažnosti	α	K ⁻¹
Deformácia vyvolaná teplotnými zmenami	ε_{th}	-
Napätie vyvolané teplotnými zmenami	σ_{th}	MPa
Parameter odolnosti voči teplotným šokom	R_{TS}	W/m
Rýchlosť	v	m/s
Tvrdosť	H	kg/mm ²
Youngov modul	E	GPa
Faktor intenzity napätia	K	MPa.m ^{1/2}
Faktor intenzity napätia v móde I	K_I	MPa.m ^{1/2}
Faktor intenzity napätia na čele trhliny pri podkritickom raste trhliny v móde I	K_{Ith}	MPa.m ^{1/2}
Lomová húževnatosť	K_{Ic}	MPa.m ^{1/2}
Pravdepodobnosť lomu	P_f	-
Energia	E	J
Napätie	σ	MPa
Lomové napätie	σ_f	MPa
Tvarový faktor/tvarová funkcia	$Y, Y^*, f(a/B)$	-
Povrchová energia	γ	J
Sila	F, P	N
Kalibračná konštanta	η	-
Čas	t	s
Prahová hodnota času	t_{ft}	s

Indexy

Stav	Symbol
Maximálna hodnota	max
Minimálna hodnota	min
Počiatkový stav	0
Zmena	Δ
Kritická hodnota	c

ZOZNAM PRÍLOH

Spektrálna analýza: Karbid kremíka

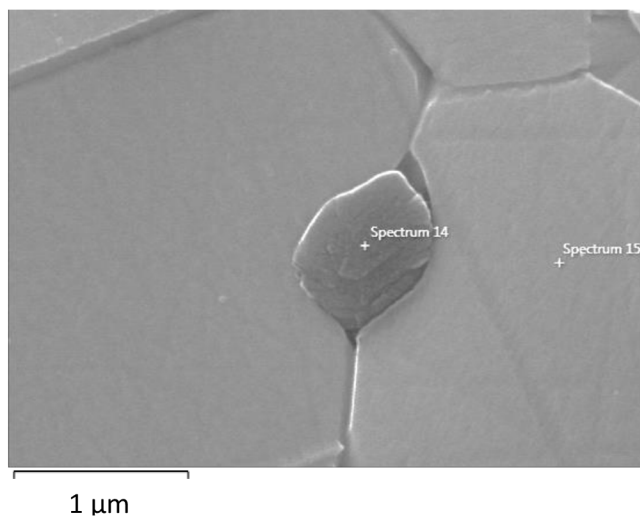
Spektrálna analýza: Čadič

Namerané hodnoty: Karbid kremíka

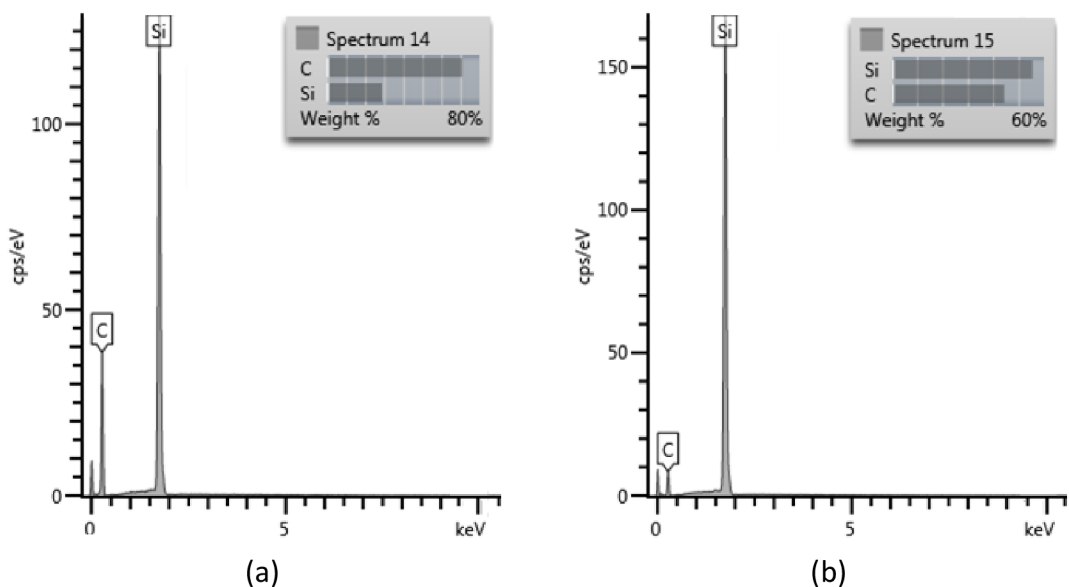
Namerané hodnoty: Čadič

PRÍLOHY

SPEKTRÁLNA ANALÝZA: KARBID KREMÍKA



Obrázok 74 Spektrálna analýza sintrovaného karbidu kremíka, spectrum 14 –častica, spectrum 15 - zrna.

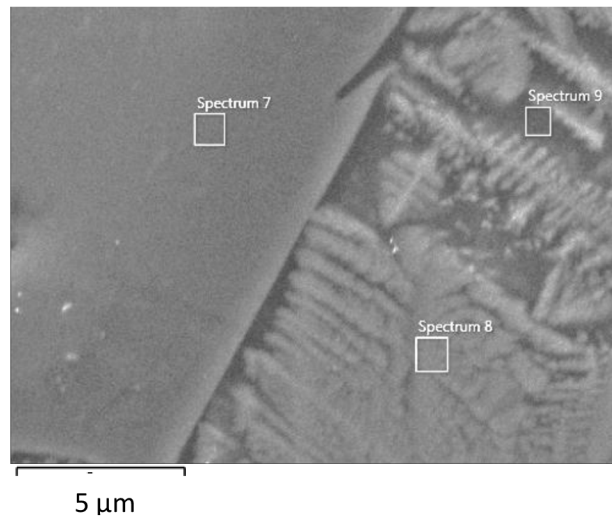


Obrázok 75 Spektrálna analýza (a) častice, (b) zrna sintrovaného karbidu kremíka.

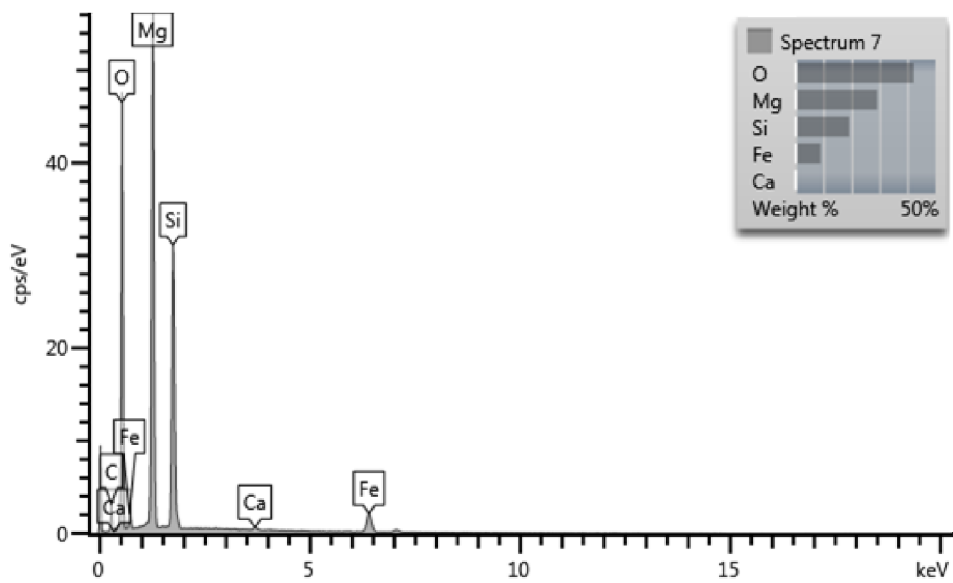
Tabuľka 17 Spektrálna analýza častice a zrna sintrovaného karbidu kremíka.

Prvok	Typ čiary	Zdanlivá koncentrácia	k Ratio	Hm.%	Hm.% Sigma
Častica (spectrum 14)					
C	K series	16,08	0,16078	71,14	0,32
Si	K series	39,81	0,31547	28,86	0,32
Zrno (spectrum 15)					
C	K series	3,03	0,03030	44,43	0,61
Si	K series	45,56	0,36101	55,57	0,61

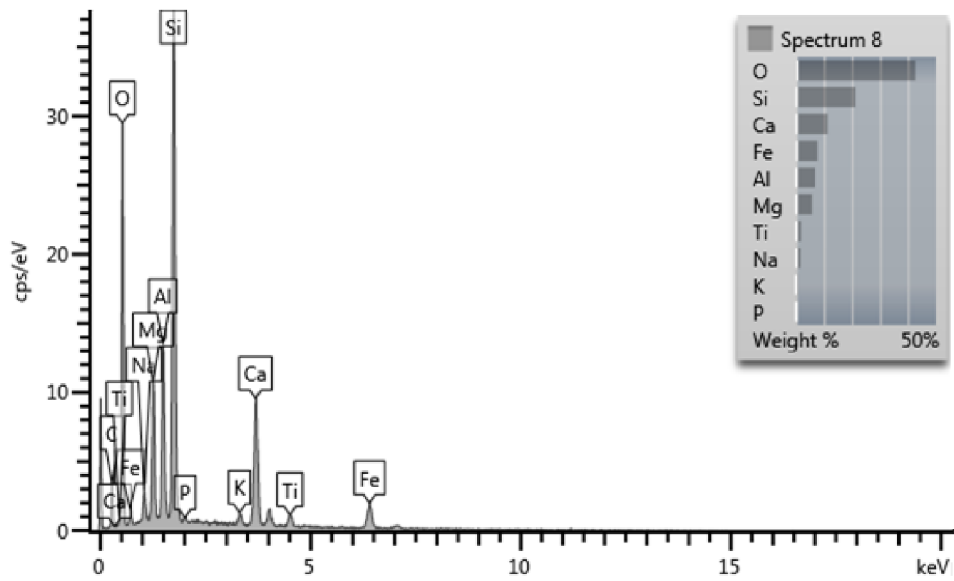
SPEKTRÁLNA ANALÝZA: ČADIČ



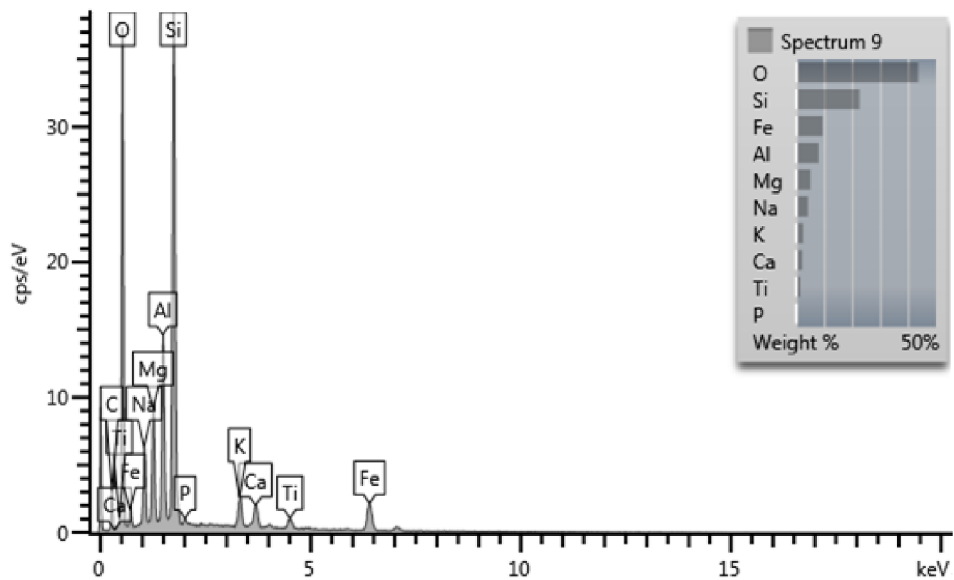
Obrázok 76 Spektrálna analýza liateho čadiča, spektrum 7 - častica, spektrum 8 - dendrit, spektrum 9 - medzidendritický priestor.



Obrázok 77 Spektrálna analýza častice liateho čadiča.



Obrázok 78 Spektrálna analýza dendritu liateho čadiča.



Obrázok 79 Spektrálna analýza medzidendritického priestoru liateho čadiča.

Tabuľka 18 Spektrálna analýza častice, dendritu a medzidendritického priestoru liateho čadiča.

Prvok	Typ čiary	Zdanlivá koncentrácia	k Ratio	Hm. %	Hm. % Sigma
Častica (spectrum 7)					
O	K series	40,64	0,13675	42,12	0,17
Mg	K series	19,72	0,13077	29,29	0,13
Si	K series	11,29	0,08947	19,23	0,11
Ca	K series	0,27	0,00241	0,36	0,04
Fe	K series	5,65	0,05649	9,00	0,16
Dendrit (spectrum 8)					
O	K series	27,37	0,09210	42,64	0,42
Na	K series	1,17	0,00493	1,54	0,11
Mg	K series	3,89	0,02577	5,78	0,14
Al	K series	4,82	0,03459	6,86	0,15
Si	K series	15,19	0,12035	21,23	0,25
P	K series	0,33	0,00182	0,35	0,08
K	K series	0,73	0,00619	0,87	0,09
Ca	K series	9,37	0,08370	11,32	0,21
Ti	K series	1,19	0,01188	1,76	0,14
Fe	K series	5,27	0,05266	7,66	0,31
Medzidendritický priestor (spectrum 9)					
O	K series	35,11	0,11815	43,63	0,24
Na	K series	3,22	0,01360	4,28	0,09
Mg	K series	3,32	0,02205	5,23	0,09
Al	K series	5,36	0,03847	7,98	0,10
Si	K series	15,39	0,12191	22,71	0,16
P	K series	0,32	0,00178	0,37	0,05
K	K series	2,00	0,01693	2,50	0,07
Ca	K series	1,79	0,01600	2,27	0,07
Ti	K series	0,98	0,00976	1,47	0,08
Fe	K series	6,39	0,06392	9,55	0,20

NAMERANÉ HODNOTY: KARBID KREMÍKA

Tabuľka 19 Rozmery vzoriek, stredné dĺžky vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka s vrubom SEVNB zaťažovaných pri teplote -100 °C.

Označenie vzorky	W	B	a _{str}	Y	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
SiC SEVNB -100 1ab	4,032	3,033	0,809	1,29417	123,70	3,10
SiC SEVNB -100 2ab	4,026	3,019	0,844	1,27653	113,10	2,93
SiC SEVNB -100 3ab	4,033	3,027	0,885	1,25816	117,93	3,12
SiC SEVNB -100 4ab	4,040	3,034	0,956	1,22721	108,84	3,00
SiC SEVNB -100 5ab	4,024	3,021	0,881	1,25869	108,72	2,89
SiC SEVNB -100 8ab	4,025	3,033	0,914	1,24421	108,82	2,94
SiC SEVNB -100 10ab	4,028	3,038	0,870	1,26433	111,59	2,92
SiC SEVNB -100 11ab	4,000	3,015	0,860	1,26624	109,19	2,90
SiC SEVNB -100 12ab	4,014	3,010	0,846	1,27451	113,90	2,98
SiC SEVNB -100 13ab	4,015	3,020	0,875	1,26099	110,75	2,94
SiC SEVNB -100 14ab	4,036	3,040	0,834	1,28219	118,57	3,01
SiC SEVNB -100 15ab	4,011	3,035	0,845	1,27436	115,61	3,00
SiC SEVNB -100 17ab	4,012	3,022	0,868	1,26353	103,44	2,74
SiC SEVNB -100 18ab	4,021	3,018	0,818	1,28838	107,33	2,74
SiC SEVNB -100 19ab	4,037	3,032	0,890	1,25609	106,30	2,81

Tabuľka 20 Rozmery vzoriek, stredné dĺžky vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka s vrubom SEVNB zaťažovaných pri izbovej teplote.

Označenie vzorky	W	B	a _{str}	Y	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
SiC SEVNB RT 1cd	4,037	3,031	0,807	1,29586	110,86	2,77
SiC SEVNB RT 2cd	4,032	3,017	0,823	1,28706	106,74	2,72
SiC SEVNB RT 3cd	4,032	3,026	0,834	1,28194	112,98	2,89
SiC SEVNB RT 4cd	4,039	3,034	0,885	1,25845	103,65	2,73
SiC SEVNB RT 5cd	4,031	3,020	0,828	1,28488	117,18	2,99
SiC SEVNB RT 8cd	4,023	3,030	0,915	1,24359	106,34	2,88
SiC SEVNB RT 10cd	4,044	3,035	0,815	1,29240	113,63	2,84
SiC SEVNB RT 11cd	4,010	3,016	0,816	1,28868	114,24	2,93
SiC SEVNB RT 12cd	4,010	3,007	0,867	1,26393	110,63	2,95
SiC SEVNB RT 13cd	4,016	3,022	0,865	1,26554	110,80	2,92
SiC SEVNB RT 14cd	4,037	3,041	0,8107	1,29378	120,53	3,01
SiC SEVNB RT 15cd	4,011	3,031	0,809	1,29192	112,42	2,85
SiC SEVNB RT 17cd	4,010	3,022	0,800	1,29646	110,41	2,79
SiC SEVNB RT 18cd	4,018	3,019	0,857	1,26948	111,53	2,93
SiC SEVNB RT 19cd	4,038	3,030	0,856	1,27194	109,54	2,83

Tabuľka 21 Rozmery vzoriek, stredné dĺžky vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka s vrubom SEVNB vystavených teplotným šokom zaťažovaných pri izbovej teplote.

Označenie vzorky	W	B	a _{str}	Y	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
SiC SEVNB cyklo. 1ef	4,034	3,033	0,814	1,29185	116,91	2,94
SiC SEVNB cyklo. 2ef	4,025	3,017	0,882	1,25845	114,17	3,04
SiC SEVNB cyklo. 3ef	4,037	3,029	0,895	1,25342	107,44	2,86
SiC SEVNB cyklo. 4ef	4,040	3,038	0,936	1,23550	100,10	2,72
SiC SEVNB cyklo. 5ef	4,018	3,018	0,855	1,27021	109,37	2,87
SiC SEVNB cyklo. 8ef	4,022	3,028	0,882	1,25802	107,90	2,86
SiC SEVNB cyklo. 10ef	4,046	3,036	0,834	1,28324	109,24	2,76
SiC SEVNB cyklo. 11ef	4,015	3,015	0,867	1,26433	105,54	2,80

Tabuľka 22 Rozmery vzoriek, parametre vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka s vrubom CNB zaťažovaných pri teplote -100 °C.

Označenie vzorky	W	B	a ₀	α ₀	Y* _{min}	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[°]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
SiC CNB -100 31ab	4,006	3,027	0,906	91,9	9,284419	72,11	3,49
SiC CNB -100 32ab	4,022	3,016	0,896	92,1	9,081207	52,6	2,50
SiC CNB -100 33ab	4,038	3,038	0,884	91,3	9,022603	54,59	2,55
SiC CNB -100 34ab	4,020	3,024	0,935	92,5	9,361123	54,42	2,66
SiC CNB -100 35ab	3,998	3,031	0,880	91,3	9,19929	63,54	3,05
SiC CNB -100 36ab	4,024	3,06	0,943	92,7	9,445707	60,08	2,92
SiC CNB -100 37ab	4,021	3,045	1,040	92,5	10,2404	50,41	2,67
SiC CNB -100 38ab	3,991	3,036	0,937	93,6	9,45731	51,02	2,52
SiC CNB -100 39ab	4,029	3,035	0,904	92,1	9,140031	67,72	3,21
SiC CNB -100 40ab	4,026	3,023	0,932	92,7	9,279226	72,87	3,53
SiC CNB -100 41ab	4,026	3,024	0,953	92,1	9,506405	54,50	2,70
SiC CNB -100 42ab	4,021	3,024	0,914	91,9	9,257665	62,50	3,02
SiC CNB -100 43ab	4,023	3,030	0,776	91,1	8,333328	59,02	2,56
SiC CNB -100 44ab	4,025	3,031	0,920	92,1	9,278434	60,34	2,91
SiC CNB -100 45ab	4,022	3,052	0,898	91,8	9,197407	65,03	3,09
SiC CNB -100 46ab	4,031	3,029	0,933	92,8	9,265874	54,85	2,64
SiC CNB -100 47ab	4,005	3,037	0,734	91,5	8,10714	68,21	2,88
SiC CNB -100 48ab	4,016	3,027	0,830	92,3	8,633948	55,58	2,50
SiC CNB -100 49ab	4,008	3,033	0,845	92,0	8,825648	55,10	2,53
SiC CNB -100 50ab	4,028	3,038	0,891	91,0	9,157285	53,73	2,65

Tabuľka 23 Rozmery vzoriek, parametre vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka s vrubom CNB zaťažovaných pri izbovej teplote.

Označenie vzorky	W	B	a ₀	α ₀	Y* _{min}	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[°]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
SiC CNB RT 31cd	4,009	3,025	0,923	91,9	9,398553	65,32	3,2
SiC CNB RT 32cd	4,023	3,011	0,886	92,3	8,976144	69,39	3,3
SiC CNB RT 33cd	4,03	3,034	0,895	92,2	9,051879	51,22	2,4
SiC CNB RT 34cd	4,017	3,022	0,878	91,6	9,033312	57,13	2,67
SiC CNB RT 35cd	3,993	3,026	0,872	92,2	9,065049	50,99	2,4
SiC CNB RT 36cd	4,020	3,049	1,133	93,3	10,96929	43,44	2,5
SiC CNB RT 37cd	4,024	3,040	0,881	91,3	9,088792	62,80	3,0
SiC CNB RT 38cd	3,990	3,037	0,951	96,5	9,296751	73,51	3,6
SiC CNB RT 39cd	4,027	3,039	1,094	92,5	10,65051	51,87	2,9
SiC CNB RT 40cd	4,029	3,024	0,932	92,8	9,266073	55,75	2,7
SiC CNB RT 41cd	4,021	3,017	0,943	91,8	9,484116	54,24	2,7
SiC CNB RT 42cd	4,021	3,012	0,906	92,1	9,158738	52,69	2,5
SiC CNB RT 43cd	4,021	3,030	0,829	91,2	8,710728	53,81	2,4
SiC CNB RT 44cd	4,024	3,027	0,888	93,3	8,922579	52,37	2,4
SiC CNB RT 45cd	4,018	3,037	0,893	92,0	9,132182	61,3	2,9
SiC CNB RT 46cd	4,030	3,026	0,930	93,7	9,156253	49,79	2,4
SiC CNB RT 47cd	3,993	3,030	0,799	90,8	8,676937	51,18	2,3
SiC CNB RT 48cd	4,012	3,021	0,837	91,6	8,758520	54,03	2,5
SiC CNB RT 49cd	4,012	3,025	0,760	91,2	8,261583	58,95	2,5
SiC CNB RT 50cd	4,025	3,030	0,828	92,2	8,593727	71,80	3,2

Tabuľka 24 Rozmery vzoriek, parametre vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek karbidu kremíka s vrubom CNB vystavených teplotným šokom zaťažovaných pri izbovej teplote.

Označenie vzorky	W	B	a ₀	α ₀	Y* _{min}	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[°]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
SiC CNB cyklo. 37ef	4,026	3,037	0,876	93,0	8,868746	54,68	2,52
SiC CNB cyklo. 36ef	4,027	3,056	0,980	93,6	9,616616	57,38	2,85
SiC CNB cyklo. 35ef	3,993	3,026	0,872	92,2	9,072279	55,11	2,61
SiC CNB cyklo. 34ef	4,018	3,026	0,895	91,5	9,167439	49,61	2,37
SiC CNB cyklo. 33ef	4,027	3,036	0,893	93,0	8,981977	55,99	2,61
SiC CNB cyklo. 32ef	4,020	3,013	0,973	92,8	9,608008	55,29	2,78
SiC CNB cyklo. 31ef	4,008	3,022	0,923	92,4	9,345906	78,45	3,83

NAMERANÉ HODNOTY: ČADIČ

Tabuľka 25 Rozmery vzoriek, stredné dĺžky vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek čadiča s vrubom SEVNB zaťažovaných pri teplote $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Označenie vzorky	W	B	a _{str}	Y	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
Čadič SEVNB -100 61ef	3,953	3,026	0,789	1,31343	71,77	1,85
Čadič SEVNB -100 62ef	3,905	3,074	0,810	1,30837	75,56	2,00
Čadič SEVNB -100 63ef	3,964	3,076	0,799	1,28577	80,90	2,06
Čadič SEVNB -100 64ef	3,967	3,058	0,843	1,28499	81,93	2,16
Čadič SEVNB -100 65ef	3,967	3,073	0,861	1,27925	79,11	2,10
Čadič SEVNB -100 66ef	3,966	3,055	0,844	1,31158	78,67	2,08
Čadič SEVNB -100 67ef	3,962	3,064	0,783	1,29132	82,17	2,08
Čadič SEVNB -100 68ef	3,965	3,031	0,854	1,29927	80,33	2,15
Čadič SEVNB -100 69ef	3,917	3,060	0,952	1,27149	69,45	2,02
Čadič SEVNB -100 70ef	3,963	3,063	1,001	1,27607	69,69	2,04
Čadič SEVNB -100 66ab	3,972	3,069	0,812	1,30029	89,76	2,30
Čadič SEVNB -100 67ab	3,979	3,068	0,872	1,29032	80,19	2,13
Čadič SEVNB -100 68ab	3,946	3,028	0,890	1,25770	75,86	2,11
Čadič SEVNB -100 69ab	3,926	3,061	0,803	1,27861	78,74	2,06
Čadič SEVNB -100 70ab	3,950	3,069	0,974	1,26100	73,52	2,13

Tabuľka 26 Rozmery vzoriek, stredné dĺžky vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek čadiča s vrubom SEVNB zaťažovaných pri izbovej teplote.

Označenie vzorky	W	B	a _{str}	Y	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
Čadič SEVNB RT 61cd	3,953	3,027	0,756	1,18723	70,33	1,77
Čadič SEVNB RT 62cd	3,917	3,072	0,758	1,18316	69,83	1,77
Čadič SEVNB RT 63cd	3,969	3,077	0,813	1,18880	70,74	1,81
Čadič SEVNB RT 64cd	3,967	3,077	0,814	1,16460	73,00	1,87
Čadič SEVNB RT 65cd	3,911	3,076	0,814	1,15768	70,64	1,87
Čadič SEVNB RT 66cd	3,974	3,058	0,763	1,16350	74,56	1,85
Čadič SEVNB RT 67cd	3,977	3,069	0,804	1,19564	69,37	1,76
Čadič SEVNB RT 68cd	3,966	3,030	0,786	1,15526	73,20	1,87
Čadič SEVNB RT 69cd	3,923	3,069	0,833	1,11429	70,08	1,87
Čadič SEVNB RT 70cd	3,960	3,069	0,831	1,09399	65,94	1,72
Čadič SEVNB RT 61ab	3,954	3,012	0,781	1,18151	67,11	1,73
Čadič SEVNB RT 62ab	3,903	3,061	0,791	1,15201	67,92	1,78
Čadič SEVNB RT 63ab	3,958	3,069	0,869	1,13818	67,79	1,82
Čadič SEVNB RT 64ab	3,959	3,073	0,826	1,18497	71,25	1,85
Čadič SEVNB RT 65ab	3,932	3,076	0,856	1,10630	67,62	1,82

Tabuľka 27 Rozmery vzoriek, parametre vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek čadiča s vrubom CNB vystavených teplotným šokom zaťažovaných pri teplote -100 °C.

Označenie vzorky	W	B	a ₀	α ₀	Y* _{min}	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[°]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
Čadič CNB -100 1ef	4,230	3,054	0,983	91,1	8,791845	55,24	2,45
Čadič CNB -100 2ef	4,229	3,049	0,958	90,7	8,656772	48,97	2,14
Čadič CNB -100 3ef	4,225	3,059	0,901	91,7	8,223427	48,91	2,02
Čadič CNB -100 4ef	4,225	3,059	1,004	91,7	8,917573	51,12	2,30
Čadič CNB -100 5ef	4,230	3,067	1,011	91,6	8,959291	48,28	2,17
Čadič CNB -100 6ef	4,219	3,080	0,849	90,8	8,03555	50,84	2,04
Čadič CNB -100 7ef	4,229	3,076	0,964	91,3	8,68431	48,11	2,09
Čadič CNB -100 8ef	4,224	3,028	0,901	91,2	8,216314	50,63	2,11
Čadič CNB -100 9ef	3,873	2,826	0,850	91,6	9,236761	39,20	2,06
Čadič CNB -100 10ef	4,228	3,067	0,893	91,6	8,18145	52,48	2,15
Čadič CNB -100 6ab	4,219	3,078	0,847	90,5	8,037278	54,03	2,17
Čadič CNB -100 7ab	4,235	3,075	0,934	90,8	8,501486	45,25	1,92
Čadič CNB -100 8ab	4,239	3,038	0,863	90,6	7,991679	55,53	2,24
Čadič CNB -100 9ab	4,238	3,076	1,118	92,0	9,661943	34,15	1,65
Čadič CNB -100 10ab	4,238	3,076	0,852	90,9	7,954752	54,26	2,16

Tabuľka 28 Rozmery vzoriek, parametre vrubov, hodnoty tvarového faktora, maximálne sily, hodnoty lomovej húževnatosti vzoriek čadiča s vrubom CNB vystavených teplotným šokom zaťažovaných pri izbovej teplote.

Označenie vzorky	W	B	a ₀	α ₀	Y* _{min}	F _{max}	K _{Ic}
	[mm]	[mm]	[mm]	[°]	[-]	[N]	[MPa.m ^{1/2}]
Čadič CNB RT 1cd	4,237	3,055	0,907	91,0	8,261427	36,69	1,52
Čadič CNB RT 2cd	4,23	3,045	0,993	91,3	8,824505	31,80	1,42
Čadič CNB RT 3cd	4,232	3,036	0,984	90,6	8,801469	32,88	1,47
Čadič CNB RT 4cd	4,236	3,052	0,991	91,9	8,739494	34,00	1,50
Čadič CNB RT 5cd	4,222	3,052	0,997	91,0	8,937156	32,70	1,47
Čadič CNB RT 6cd	4,220	3,079	0,848	90,7	8,033633	40,93	1,64
Čadič CNB RT 7cd	4,232	3,082	0,926	90,1	8,53939	35,58	1,52
Čadič CNB RT 8cd	4,239	3,034	0,886	91,3	8,062243	44,16	1,80
Čadič CNB RT 9cd	3,900	2,810	0,898	91,1	9,483697	27,77	1,50
Čadič CNB RT 10cd	4,424	3,073	0,880	91,4	7,32874	39,81	1,43
Čadič CNB RT 1ab	4,227	3,047	0,983	92,6	8,66162	35,28	1,54
Čadič CNB RT 2ab	4,226	3,051	0,933	90,6	8,51552	33,06	1,42
Čadič CNB RT 3ab	4,229	3,003	0,953	90,8	8,536017	31,44	1,37
Čadič CNB RT 4ab	4,230	3,043	1,011	91,6	8,921087	33,64	1,52
Čadič CNB RT 5ab	4,224	3,058	1,012	91,2	9,020164	34,57	1,57