

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

**BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY** 

# FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

# ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# POKROČILÉ VRSTEVNATÉ KERAMICKÉ MATERIÁLY S HETEROGENNÍ MIKROSTRUKTUROU PRO BALISTICKÉ APLIKACE

ADVANCED CERAMIC LAYERED MATERIALS WITH HETEROGENEOUS MICROSTRUCTURE FOR BALLISTIC APPLICATIONS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Vojtěch Mařák

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

Ing. Daniel Drdlík, Ph.D.

**BRNO 2017** 



# Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství	
Student:	Vojtěch Mařák	
Studijní program:	gram: Aplikované vědy v inženýrství	
Studijní obor:	Materiálové inženýrství	
Vedoucí práce:	Ing. Daniel Drdlík, Ph.D.	
Akademický rok:	2016/17	

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

# Pokročilé vrstevnaté keramické materiály s heterogenní mikrostrukturou pro balistické aplikace

#### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Keramické materiály hrají v současné době důležitou roli v balistické ochraně osob, vozidel a majetku. Z hlediska použití jsou tyto materiály využívány především pro jejich vysokou tvrdost. Díky vysoké tvrdosti je dopadajícímu projektilu odebírána podstatná část jeho kinetické energie. Keramické vrstevnaté materiály s heterogenní mikrostrukturou jsou jedním z typů keramických materiálů, které se jeví jako perspektivní právě pro balistické účely.

#### Cíle bakalářské práce:

Student prostuduje nejvýznamnější vědecké práce v oblasti pokročilých keramických materiálů určených pro balistické aplikace. Z dosažených poznatků vypracuje teoretickou část bakalářské práce. Získané vědomosti uplatní v praktické části, kde se bude věnovat zejména technologii přípravy daných keramických materiálů, které následně vyhodnotí z hlediska fyzikálních, mechanických a mikrostrukturních vlastností.

#### Seznam doporučené literatury:

BARON, B., KUMAR, C. S., LE GONIDEC, G. and HAMPSHIRE S. Comparison of different alumina powders for the aqueous processing and pressureless sintering of Al2O3-SiC nanocomposites. Journal of the European Ceramic Society, 2002, 22(9-10), 1543-1552.

CARTER, C. B. and NORTON, G. Ceramic Materials: Science and Engineering. Editon ed.: Springer New York, 2007. ISBN 9780387462714.

DONG, Y. L., XU, F. M., SHI, X. L., ZHANG, C. et al. Fabrication and mechanical properties of nano-/micro-sized Al2O3/SiC composites. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2009, 504(1-2), 49-54.

JAAFAR, M., REVERON, H., ESNOUF, C. and FANTOZZI, G. Highly creep-resistant alumina-SiC nanocomposites processed by spark plasma sintering. Scripta Materialia, 2013, 68(2), 134-137.

REVERON, H., ZAAFRANI, O. and FANTOZZI, G. Microstructure development, hardness, toughness and creep behaviour of pressureless sintered alumina/SiC micro-nanocomposites obtained by slip-casting. Journal of the European Ceramic Society, 2010, 30(6), 1351-1357.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

V Brně, dne

L. S.

prof. lng. lvo Dlouhý, CSc. ředitel ústavu doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D. děkan fakulty

## Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá technologií přípravy vrstevnatých keramických materiálů (laminátů) s heterogenní mikrostrukturou obsahující Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jako matrici s přídavkem SiC. Pro přípravu těchto materiálů bylo zvoleno suché a mokré tvarování keramického prášku se slinováním v SPS (Spark Plasma Sintering). Vzhledem k cílům bakalářské práce se suchá cesta ukázala jako méně vhodná z důvodů obtížné přípravě laminární struktury a výrazného opotřebení grafitových forem použitých v SPS technologii. Nicméně získané informace o mechanických a fyzikálních vlastnostech vedly k návrhu složení keramické suspenze používané v metodě slip-casting při tvarování mokrou cestou. Jako optimální bylo zvoleno 5 obj. % SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Touto cestou byly připraveny keramické lamináty s ostrým rozhraním vrstev a opotřebení grafitových forem bylo minimalizováno. Připravené keramické vzorky dosáhli relativní hustoty až 99 % a tvrdosti až 20,7 GPa. Ze získaných poznatků vyplynula nutnost optimalizace technologie přípravy suspenzí pro vytvoření keramického materiálu vhodného pro balistické aplikace.

#### Klíčová slova

slip-casting, oxid hlinitý, karbid křemíku, keramický kompozit, Spark Plasma Sintering

## Abstract

This bachelor thesis deals with a preparation technology of layered ceramic materials (laminates) with heterogeneous microstructure containing  $Al_2O_3$  as a matrix with addition of SiC. For the preparation of these materials, dry and wet shaping of ceramic powder with subsequent SPS (Spark Plasma Sintering) was chosen. Due to the goals of the bachelor thesis, the dry shaping proved to be less suitable due to the difficult preparation of the layered structure and the significant wear of the graphitic dies used in the SPS technology. However, the information obtained about mechanical and physical properties has led to the design of the ceramic suspension used in wet shaping (slip-casting). As optimal design 5 vol % of SiC in  $Al_2O_3$  was chosen. Via this way, ceramic laminates with a sharp layer interface were prepared and the graphitic die wear was minimized. Prepared ceramic samples reached relative density up to 99 % and hardness up to 20.7 GPa. The obtained knowledge has shown the need to optimize the technology of suspension preparation to create ceramic material suitable for ballistic applications.

#### Keywords

slip-casting, alumina, silicon carbide, ceramic composite, Spark Plasma Sintering

MAŘÁK, V. *Pokročilé vrstevnaté keramické materiály s heterogenní mikrostrukturou pro balistické aplikace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Daniel Drdlík, Ph.D.

# Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma **Pokročilé vrstevnaté keramické materiály s heterogenní mikrostrukturou pro balistické aplikace** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou součástí této práce.

V Brně dne:

Podpis:

# Poděkování

Rád bych poděkoval svému vedoucímu Ing. Danielu Drdlíkovi, Ph.D. za cenné rady, vedení a trpělivost při zpracovávání této bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval dalším pracovníkům výzkumné skupiny Pokročilých keramických materiálů centra CEITEC za jejich rady a podněty a svým blízkým za podporu během studia.

# Obsah

1	Úvo	od		1
2	Cíle	e prá	ce	2
3	Teo	retic	ká část	3
	3.1	Kera	amika	3
	3.1.	1	Jednosložková keramika	3
	3.1.	2	Vícesložková keramika	5
	3.2	Met	ody tvarování objemové keramiky	9
	3.2.	1	Jednoosé li sování	9
	3.2.	2	Izostatické lisování	. 10
	3.2.	3	Gel casting	. 12
	3.2.	4	Slip-casting	. 12
	3.3	Тер	elné zpracování objemové keramiky	. 13
	3.4	Ana	lýza keramických materiálů	. 15
	3.4	.1	Tvrdost	. 15
	3.4	.2	Pevnost	. 15
	3.4	.3	Houževnatost	. 16
	3.5	Pou	žití keramických materiálů v balistice	. 18
4	Exp	perim	nentální část	. 20
	4.1	Pou	žité keramické práškové materiály	. 20
	4.2	Vzc	orky připravené suchou cestou	. 20
	4.3	Vzc	orky připravené mokrou cestou – slip-casting	. 20
	4.4	Slin	iování	. 21
	4.5	Ana	lýza fyzikálních a mechanických vlastností	. 21
5	Vý	sledk	cy a diskuze	. 23
	5.1	Vzc	prky připravené suchou cestou	. 23
	5.1	.1	Relativní hustota	. 23
	5.1	.2	Tvrdost	. 24
	5.1	.3	Opotřebení grafitové formy	. 24
	5.2	Vzo	prky připravené mokrou cestou – slip-casting	. 25
	5.2	.1	Rentgenová analýza	. 26
	5.2	.2	Relativní hustota	. 27
	5.2	.3	Tvrdost	. 27

	5.2.4	Pozorování mikrostruktury	29
6	Závěr		31
7	Literatura		32
8	Seznam použitých zkratek a symbolů		42
9	Seznam	obrázků	44

# 1 Úvod

Keramika je definována jako nekovový anorganický materiál, nejčastěji na bázi uhlíku nebo oxidu. V případě pokročilé keramiky je jedním z nejpoužívanějších materiálů oxid hlinitý (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) zejména pro své dobré vlastnosti, jako je dostupnost a nízká cena. Další často používaný materiál je oxid zirkoničitý (ZrO<sub>2</sub>). Z neoxidové keramiky pak jde např. o karbid křemíku (SiC) nebo karbid bóru (B<sub>4</sub>C). Pořizovací cena těchto materiálů je řádově vyšší, na druhou stranu tyto materiály dosahují vyšších tvrdostí než keramiky na bázi kyslíku. Z hlediska poměru cena/výkon se tedy nabízí tvorba vícesložkových keramických materiálů (kompozitů), kde je matrice tvořena oxidovou keramikou, do které je přidáno určité množství neoxidové keramiky. Vhodnou kombinací jednotlivých složek poté můžeme obdržet materiály s dobrými mechanickými vlastnostmi za přijatelnou cenu.

Pro přípravu funkčních keramických materiálů je známo a využíváno více způsobů tvarování keramických prášků. Suché, plastické, tvarování bez forem a mokré tvarování. Suché tvarování využívá lisů pro úpravu prášku do finální podoby. V případě plastického tvarování jde o vstřikování nebo vytlačování keramické břečky do připravených forem. Tvarování bez forem využívá moderních metod přípravy, např. 3D tisku. Mezi mokré tvarování patří zejména metody: slip-casting, tape-casting, dip coating, elektroforetická depozice, spin-casting, freez-casting nebo gel-casting, tj. metody, které jsou založeny na manipulaci se suspenzemi o různé viskozitě.

Z hlediska balistické ochrany se keramické materiály vyznačují pozitivy, jako jsou vyšší tvrdost a nízká měrná hmotnost, v porovnání s kovovými materiály. Jejich negativem je nižší houževnatost, odolnost proti teplotním šokům a vyšší pořizovací cena. Proto je moderní pancíř navrhnut jako více materiálový kompozit. Zpravidla bývá některá z prvních vrstev na bázi keramiky a za ní se nachází další, např. kovové nebo polymerní, vrstvy. Úkolem keramické vrstvy je svojí vysokou tvrdostí přicházející projektil zdeformovat (zvýšit dopadovou plochu), aby se jeho kinetická energie rozložila v co největším objemu pancíře. Takto zbrzděný projektil je pak už zastaven v následující vrstvě díky její vyšší houževnatosti a plastické deformaci.

Tato bakalářská práce se zabývá přípravou vrstevnaté kompozitní keramiky lisováním prášku a metodou slip-casting se slinováním v SPS (Spark Plasma Sintering).

# 2 Cíle práce

Student prostuduje nejvýznamnější vědecké práce v oblasti pokročilých keramických materiálů určených pro balistické aplikace. Z dosažených poznatků vypracuje teoretickou část bakalářské práce. Získané vědomosti uplatní v praktické části, kde se bude věnovat zejména technologii přípravy daných keramických materiálů, které následně vyhodnotí z hlediska fyzikálních, mechanických a mikrostrukturních vlastností.

## 3 Teoretická část

### 3.1 Keramika

"Většina pevných látek, které nejsou kovy, plasty nebo nepochází z rostlin nebo živočichů, jsou keramiky." – David Richerson

Jak bylo naznačeno, keramické materiály jsou anorganické sloučeniny, které se vyznačují smíšenými chemickými vazbami. Nejčastěji se jedná o kovalentní a iontovou vazbu, v menší míře i kovovou vazbu. Většina keramik je sloučeninou kovových, polokovových a nekovových prvků. Nejběžnějšími sloučeninami jsou oxidy, karbidy a nitridy. Mezi keramické materiály patří také diamant, grafit nebo sklo. [1]

#### 3.1.1 Jednosložková keramika

Jednosložkové keramiky jsou nejčastěji binární chemické sloučeniny, které se samy podílejí na složení daného materiálu. Často se vyskytují i ve formě přírodního minerálu. Rozdělení je možné na oxidové a neoxidové keramiky. Mezi nejznámější patří oxid hlinitý, oxid zirkoničitý, karbid křemíku nebo bóru. Chemická vazba oxidových keramik má spíše iontovou povahu, zatímco u neoxidových spíše kovalentní. Typ krystalové mřížky se u oxidové keramiky různí, kdežto u neoxidové se z pravidla jedná o kubickou. [1]

### Oxidová keramika

#### $Al_2O_3\\$

Oxid hlinitý se v přírodě vyskytuje jako minerál korund nebo jeho odrůdy (safir, rubín). V průmyslovém využití se vyrábí z bauxitu (n-hydrát Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Bayerovým procesem. Sledem chemických reakcí se odstraní nečistoty a zahřátím se vypaří voda. Nejpoužívanější modifikace oxidu hlinitého jsou  $\alpha$  a  $\gamma$ . Jak  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tak i  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jsou použitelné pro přípravu pokročilé keramiky.  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> má hexagonální krystalovou mřížku [1], teoretickou hustotu 3,99 g/cm<sup>3</sup> [2] a bod tání v rozmezí 2005 °C až 2025 °C [3].

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disponuje dobrou chemickou a teplotní stabilitou. Dále se vyznačuje vysokou pevností a dobrými teplotně-elektrickými izolačními schopnostmi. Na Mohsově stupnici má tvrdost 9 [3]. Díky těmto vlastnostem, dobré dostupnosti a ceně je jedním z nejpoužívanějších pokročilých keramických materiálů. V praxi se hojně používá v sodíkových výbojkách, jako filtrační pěny v mezipánvové metalurgii nebo jako pecní vyzdívky. V technologicky náročnějších aplikacích lze Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> využít jako adsorbent při čištění plynů a kapalin [3–5]. Tato konstrukční keramika také našla široké uplatnění v armádním průmyslu, kde tvoří hlavní složku kompozitních pancířů [6–8] určených pro ochranu pozemních i vzdušných bojových prostředků.

#### ZrO<sub>2</sub>

Oxid zirkoničitý se v přírodě vyskytuje jako minerál badeleit. Uměle se vyrábí termální dekompozicí hydroxidu zirkoničitého nebo uhličitanu zirkoničitého. Využívá se ve formě bílého amorfního prášku nebo monoklinických krystalů. Jeho hustota je 5,68 g/cm<sup>3</sup> [3]. Při teplotách nad 950 °C se jeho krystalová mřížka mění na tetragonální a nad 1900 °C na kubickou. Přechod z tetragonální (t-ZrO<sub>2</sub>) na monoklinickou (m-ZrO<sub>2</sub>) krystalovou mřížku je doprovázen nárůstem objemu o 4 %. Při použití stabilizačního dopantu (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CeO<sub>2</sub> atd.) lze dosáhnout metastabilního t-ZrO<sub>2</sub> i při pokojové teplotě. Transformace na stabilní m-ZrO<sub>2</sub> proběhne jako doprovodný děj při mechanickém porušení, například při iniciaci a šíření lomové trhliny, a je tedy příznivý pro zvýšení lomové odolnosti materiálu [4]. Bod tání je 2710 °C. Na Mohsově stupnici má tvrdost 6,5 [3].

 $ZrO_2$  disponuje širokým využitím v metalurgii a chemickém průmyslu jako pecní vyzdívky nebo laboratorní vybavení [3]. Kvůli své relativně vysoké hustotě není příliš vhodný pro použití v odvětvích vyžadujících nízkou hmotnost. Proto se využívá třeba jako součást kompozitů s  $Al_2O_3$  tzv. ZTA (zirconia toughened alumina – oxidem zirkoničitým zhouževnaěný oxid hlinitý) [4]. Transformačních vlastností ZrO<sub>2</sub> se dále využívá k přípravě dentálních a kloubních náhrad [1, 10, 11].

#### Neoxidová keramika

#### SiC

Karbid křemíku se v přírodě vyskytuje jako velmi vzácný minerál moissanit [5]. V průmyslovém měřítku se SiC vyrábí reakcí jemného SiO<sub>2</sub> s koksem a pilinami v elektrické peci. Je to zelenomodrá až černá krystalická látka [3] s hexagonální, rombickou (souhrnně  $\alpha$ -SiC) nebo kubickou ( $\beta$ -SiC) krystalovou mřížkou [6]. Na Mohsově stupnici má tvrdost 9 až 9,5 a jeho hustota je 3,22 g/cm<sup>3</sup> [3]. SiC je chemicky velmi stabilní látka [14, 15], kterou nelze tavit. Proto se uvádí pouze teplota sublimace 2700 °C [3].

Díky této vysoké tepelné odolnosti je SiC často používán jako žáruvzdorný materiál [7] a jako materiál pecních vyzdívek [3]. Pro svoji vysokou tvrdost se SiC používá jako abrazivum při broušení a řezání [3]. V polovodičovém průmyslu nachází uplatnění v tranzistorech typu MOSFET nebo v Shottkyho diodách [8]. Nízká hustota a vysoká tvrdost jej předurčují k aplikacím v balistické ochraně, nicméně širšímu využití tohoto materiálu k těmto účelům brání jeho relativně vysoká pořizovací cena [9].

#### B<sub>4</sub>C

Karbid bóru se vyrábí redukcí oxidu boritého pomocí koksu nebo hořčíku v elektrické peci při teplotách nad 1400 °C. Při použití hořčíku může redukce proběhnout v grafitové peci. Odstranění vedlejších produktů hořčíku probíhá pomocí kyselin [3]. Krystalová struktura B<sub>4</sub>C je tvořena ikosaedry B<sub>12</sub> a řetězci o třech uhlících. Hustota je 2,52 g/cm<sup>3</sup> [10]. Na Mohsově stupnici má tvrdost 9,3. Teplota tání je 2350 °C [3].

Díky vysoké absorptivitě neutronů se  $B_4C$  často používá jako důležitá složka stínění jaderných reaktorů [3, 20]. Z hlediska vysoké tvrdosti a příznivé hustoty může být jednofázový  $B_4C$  využit také v balistické ochraně [6, 18, 21], popřípadě pro ušetření nákladů v kompozitech s SiC [11] nebo  $Al_2O_3$  [23, 24].

#### 3.1.2 Vícesložková keramika

Pokud jsou z praktického hlediska mechanické, fyzikální nebo chemické vlastnosti jednosložkového materiálu nedostačující, kombinováním více materiálů můžeme v některých vlastnostech překonat jednosložkovou keramiku. Může dojít ke snížení absolutní hustoty, zvýšení tvrdosti, pevnosti, houževnatosti atd. Vícesložkový materiál je zpravidla designován jako částicový, vláknový nebo vrstevnatý kompozit. Hierarchický nebo nahodilý přídavek částic, whiskerů nebo vláken do matrice má příznivý vliv na zvýšení houževnatosti nebo pevnosti kompozitu za normálních i jiných podmínek [25–28]. Vytvořením vrstevnaté struktury je možné zlepšit převážně lomové charakteristiky materiálu [27, 29, 30].

#### Vláknové kompozity

Keramická vlákna a whiskery se využívají v polymerní, kovové i keramické matrici pro své příznivé dopady na celkové vlastnosti kompozitu. Keramická vlákna jsou podlouhlé polykrystalické útvary rozličných rozměrů, které jsou v matrici uchyceny bez vazeb nebo za pomocí slabých vazeb [12]. Vlákna uchycená bez vazeb drží na svém místě v matrici následkem působení vnitřních pnutí. Trhlina se matricí šíří již při menším napětí, ale při přemostění trhliny keramickými vlákny dojde ke zhouževnatění [31–35]. Kompozit s vlákny uchycenými za pomocí slabých vazeb vykazuje větší pevnost při namáhání, ale může dojít k dřívějšímu selhání. Vlákna vázaná slabými vazbami k matrici totiž podléhají lomu za nižšího napětí než ta nevázaná [31, 36]. Whiskery jsou malé monokrystaly, dlouhé desítky µm o průměru <1 µm. Jejich pevnost se blíží teoretické pevnosti z důvodu absence krystalických poruch jako třeba dislokací [1, 37]. Keramické matrice posílené keramickými vlákny nebo whiskery nalézají uplatnění ve vesmírném, automobilovém a energetickém průmyslu [37, 38].

#### Částicové kompozity

Částicové kompozity můžeme rozdělit podle umístění a velikosti přidané fáze do matrice na intra, inter, intra/inter a nano/nano typ, jak je ukázáno na Obr. 1.



Obr. 1 Klasifikace keramických částicových kompozitů. [13]

Intra typ znamená rozptýlení částic příměsi v zrnech matrice. To vede ke zvýšení celkové tvrdosti, lomové houževnatosti, odolnosti proti creepu a únavě a zlepšení těchto vlastností i za zvýšených teplot [39, 40]. Zrna v intra pozici přispívají ke vzniku takzvaných hranic subzrn. Pokud po zhutnění keramiky proběhne ještě žíhání za vysoké teploty (1300 °C), hranice subzrn se zvýrazní a dojde k nárůstu lomové houževnatosti [13]. Při inter typu dojde k takzvanému pinning efektu, kdy dochází k ukotvení hranic zrn matrice zrny příměsi, která jsou zde alokována. Hranice zrn matrice mají poté při slinování nižší mobilitu a nedochází k jejich hrubnutí. U materiálu s jemnozrnnou strukturou pak může dojít k nárůstu houževnatosti [39, 40]. U intra/inter typu dojde ke kombinaci obou výše zmíněných efektů, jak lze vidět na Obr. 2 a Obr. 3.



Obr. 2 TEM snímek mikrostruktury Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a SiC kompozitu s SiC zrny v intergranulárních pozicích (bílé šipky) a téměř intragranulární pozici (černá šipka). [14]



Obr. 3 TEM fotografie kompozitu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s 5 obj. % SiC (SiC je označen v obrázku černými šipkami). [13]

V případě nano/nano typu je matrice i příměs v nanometrických rozměrech. Hlavním důvodem tohoto návrhu je přiblížení se vlastnostem kovových materiálů. To může být dobrá obrobitelnost nebo plasticita. [13]

#### Částicový kompozit na bázi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC

Niihara a kol. ve své původní práci nastínili, jak může vypadat kompozit s  $Al_2O_3$  matricí a SiC jako přidanou fází [13]. Po jejím vydání bylo vyvinuto několik metod, jak  $Al_2O_3/SiC$  částicový kompozit připravit. Většinou se jednalo o konvenční práškové metody, sol-gel metody nebo polymerní metody s následným tepelným zpracováním, kterým bylo beztlaké slinování ve vzdušné nebo ochranné atmosféře [40, 41] nebo slinování za zvýšeného tlaku [39, 42–44].

U tohoto kompozitu dochází obvykle ke zlepšení mechanických vlastností (tvrdost, pevnost, houževnatost atd.), ale dosažené výsledky se mohou lišit. Odlišné hodnoty pevnosti a houževnatosti dosažené různými autory jsou ukázány na Obr. 4.



Obr. 4 Pevnost (strength) a houževnatost (toughness) jako funkce obj. % SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Niihara & Nakahira ● (trojbodový ohyb a indentace podle Vickerse), Borsa a kol. □ (čtyřbodový ohyb), Zhao a kol. Δ (čtyřbodový ohyb a indentačně-pevnostní metoda), Davidge a kol. ∇ (tříbodový ohyb s vrubem). [15]

Nárůst tvrdosti Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC kompozitů oproti referenčním Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vzorkům je v literatuře dobře zdokumentován. Tvrdost kompozitů se pohybovala v rozmezí 17,5–25 GPa [40, 42, 46, 47]. Přidání SiC mělo příznivý vliv na pevnost [13] a zpomalení únavového opotřebení [16].

#### Vrstevnaté kompozity

Jedním z důvodů pro přípravu keramických vrstevnatých laminátů je zamezení šíření lomových trhlin a zvýšení houževnatosti [29, 49, 50]. Dělení laminátů je možné dle síly vazby mezi jednotlivými vrstvami na silně a slabě vázané [51–53]. Lamináty se silně vázanými vrstvami se vyznačují vnitřními napětími mezi vrstvami z důvodu jiných fyzikálních vlastností vrstev. Vnitřní napětí ve vrstvách mohou být tahová nebo tlaková [51, 54]. V případě laminátu se slabě vázanými vrstvami je výskyt vnitřních napětí minimální. Při lomu dochází k delaminaci vrstev a odklonu šíření trhliny [17], jak je ukázáno na Obr. 5.



Obr. 5 SEM snímek šířící se trhliny skrz Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vrstvy a jejího odklonu do SiC vrstvy (delaminace laminátu). [18]

## 3.2 Metody tvarování objemové keramiky

Popsané keramické kompozity je možné vyrobit více tvarovacími metodami. Jedná se především o jednoosé lisování za tepla i za studena, izostatické lisování za tepla i za studena, metody sol-gel a slip-casting. Při lisování za tepla, ať už jednoosém nebo izostatickém, dochází zároveň i k tepelnému zpracování. V ostatních metodách je po vytvarování a zhutnění keramického prášku potřeba provést dodatečné tepelné zpracování.

#### 3.2.1 Jednoosé lisování

Jednoosé lisování za studena je použitelné pouze pro jednoduché tvary. Keramický prášek s pojivem je nasypán do lisovací formy a poté je stlačen mezi písty (viz Obr. 6). Vhodná distribuce velikosti částic je  $20-200 \,\mu$ m. Velké množství příliš malých částic by omezilo jejich pohyb, lepilo se na písty a vedlo k nerovnoměrné hustotě green body. Podle použitého materiálu a aplikace může být lisovací tlak až 300 MPa. Díky své jednoduchosti, ceně a rychlosti, je to často používaná metoda pro tvarování objemové keramiky. [1]



Obr. 6 Stádia jednoosého lisování za studena. [1]

Jednoosé lisování za tepla (HP – Hot Pressing) funguje na stejném principu jako jednoosé lisování za studena, ale kromě tlaku je použita i zvýšená teplota (viz Obr. 7). To znamená, že během jednoho technologického kroku dochází ke zhutnění keramického materiálu a jeho slinutí. Hlavní výhody HP jsou: odstranění velkých pórů, nižší slinovací teploty a menší hrubnutí zrna. Hlavní nevýhody jsou vysoká cena a nízká výdrž forem používaných na HP. [1]



Obr. 7 Schéma jednoosého lisu pracujícího za vysokých teplot (Hydraulic press – hydraulický píst, Cooled platen – chlazená vložka, High-strenght refractory block – vysokopevnostní žáruvzdorný blok, Refractory punch – žáruvzdorný píst, Furnace insulative refractory lining – izolační žáruvzdorná pecní vložka, Mold – forma, Powder – prášek, Replaceable mold liner – vyměnitelná vložka formy, Plug – kolík, Mold support block – podpěrný blok formy, Refractory block – žáruvzdorný blok). [1]

#### 3.2.2 Izostatické lisování

Existují dva způsoby izostatického lisování: izostatické lisování za studena (CIP – Cold Isostatic Pressing) a izostatické lisování za tepla (HIP – Hot Isostatic Pressing).

V případě CIP je keramický prášek nasypán do gumového pytlíku, který je vložen do vysokotlaké komory naplněné kapalinou, jak je ukázáno na Obr. 8. Tlak kapaliny působící na vzorek může být v rozmezí 20 MPa – 1 GPa. Po zhutnění je vzniklé těleso potřeba dále tepelně zpracovat. Výhody této metody jsou široké spektrum velikostí produktů, homogenní hustota a nízká cena. Metoda se nehodí na komplexní tvary a je náročná na udržení čistoty. [1]



Obr. 8 Schéma izostatického lisování za studena (Breach-lock or pressure cover – přetlakový kryt, Fluid – tekutina, Mold seal plate – těsnící destička formy, Rubber mold – gumová forma, Powder – prášek, Metal mandrel – kovový prášek, Pressure vessel – tlaková nádoba, Wire mesh basket – drátěný koš, Pressurization source – zdroj přetlaku). [1]

U metody HIP probíhá zároveň tvarování i tepelné zpracování (viz Obr. 9). Médiem nesoucím tlak je v tomto případě plyn, nejčastěji argon. Teploty dosahují až 2000 °C a tlak je 30–100 MPa. Existují dvě varianty HIPu. Izostatické lisování za tepla surového materiálu v deformovatelné schránce nebo izostatické lisování za tepla už předslinutého materiálu. Výhodou je možnost produkce hutného materiálu bez velkého růstu zrn. Nevýhodou je vysoká cena. [1]



Obr. 9 Schéma izostatického lisování za tepla (Upper cover – vrchní kryt, Cooling jacket – chladící vrstva, Components – komponenty, Pressure vessel – tlaková nádoba, Heater – topný element, Thermocouple – termočlánek, Power connection – zdroj napájení, Gas in – přívod plynu, To pump – k pumpě, Over-pressure release – uvolnění přetlaku). [1]

#### 3.2.3 Gel casting

Při použití této metody probíhá konsolidace keramického prášku pomocí gelu. Monomery jsou polymerizovány na propojenou síť, ve které se zachytí jednotlivé částice keramického prášku. Polymerní síť je následně odstraněna tepelným zpracováním. Takto je možné vytvořit i složitější tvary bez prasklin a navíc dojde k eliminaci tvrdých aglomerátů [55–58]. Tato metoda je vhodná na přípravu porézní [59, 60] i hutné keramiky [61, 62]. Obzvláště se hodí na tvarování materiálu s velkým měrným povrchem a povrchovou energií, protože odpadá problém s rozmícháním ve vodné suspenzi [19].

#### 3.2.4 Slip-casting

Při této metodě probíhá tvarování keramiky pomocí odlití suspenze do savé formy. Ze suspenze je odváděna kapalina díky kapilárním silám působícím v porézní formě a tím se těleso zhutňuje ve tvaru daném formou. Touto metodou lze připravovat i tvarově náročnou objemovou keramiku [1]. Kvalitu keramické suspenze a následného produktu významně ovlivňuje disperze částic v suspenzi. Tento parametr se dá ovlivnit pomocí elektrostatické nebo sterické stabilizace. Elektrostatická stabilizace využívá elektrostatických sil mezi keramickými částicemi s přidaným povrchovým nábojem. Vázané ionty okolo každé z částic zabraňují jejich přiblížení a eliminují přitažlivé účinky Van der Waalsových sil [20]. Sterická

stabilizace využívá mechanických sil polymerních řetězců fyzicky připojených na keramickou částici. Tyto řetězce zabraňují částicím aglomerovat a udržují tak jejich homogenní distribuci [64, 65]. Schematické porovnání obou druhů stabilizace je na Obr. 10. Další faktor, který ovlivňuje chování suspenze, je její viskozita. Jedná se o vnitřní tření mezi molekulami materiálu. Viskozita je v koloidních soustavách, při stejné koncentraci keramického prášku, funkcí velikosti rozptýlených částic. Čím menší jsou částice, tím vyšší je viskozita. U keramických suspenzí je cílem dosažení nižší viskozity z důvodu lepšího promíchání a homogenizace suspenze [21]. Výhodou metody slip-casting je nízká cena potřebného vybavení, nevýhodou pomalejší výrobní proces. [1]



Obr. 10 Schématické porovnání a) elektrostatické a b) sterické stabilizace.

#### 3.3 Tepelné zpracování objemové keramiky

Tepelné zpracování je využíváno pro další zhutnění keramického materiálu, po jeho přípravě jednou z výše uvedených tvarovacích metod. Tepelné zpracování zpravidla probíhá ve dvou krocích, které označujeme jako žíhání a slinování. Žíhání je tepelný proces, jehož cílem je odstranění organických zbytků z přípravy. Při žíhání vznikají díky difúznímu ději mezi částicemi keramického prášku pevná spojení, tzv. krčky, které jsou ukázány na Obr. 11a, b. Krčky se tvoří v teplotním intervalu 400–700 °C a mají za následek zlepšení manipulační pevnosti green body. [1]



Obr. 11 Spojení dvou kulovitých keramických částic během tepelného zpracování. (Neck – krček, GB – hranice zrn, R – poloměr částice. [1]

Slinování je termodynamický děj, při němž se jednotlivá zrna materiálu spojují, aniž by se roztavila. Tento děj je zobrazen na Obr. 11c, d. Některá zrna rostou, zatímco jiná zanikají. Schéma na Obr. 12 ukazuje, že zrna, která mají více než šest stran, rostou a ta, která mají méně než šest stran, se smršťují. Aby se samotné hranice zrn začaly pohybovat, musí jim být dodána energie na překonání aktivační bariéry. Tato energie je dodaná ve formě tepla při zahřívání v peci. Z toho plyne, že slinování má difúzní charakter a jedná se o pomalý transport materiálu do pórů (případně vakancí z pórů). Póry jsou při slinování odstraňovány a uzavírány, takže se "křídový" materiál vyžíhaného green body stává kompaktním tělesem s minimální porozitou a vyšší tvrdostí a pevností. [1]



Obr. 12 Schéma zániku nebo růstu zrna (černá) podle počtu sousedů (bílá). [1]

Slinování v konvenčních pecích může probíhat v inertní atmosféře nebo na vzduchu. V těchto pecích nedochází ke zhutnění slinované keramiky zvýšeným tlakem během slinovacího cyklu ale pouze difúzními ději aktivovanými vysokou teplotou. Existují metody slinování, kde kromě vysoké teploty lze dodatečným tlakem na vzorek docílit jeho vyššího zhutnění. Především se jedná o metody HP, HIP nebo SPS (Spark Plasma Sintering – slinování plazmovou jiskrou). SPS je rychlá slinovací metoda, při které se jako zdroj tepla používá průchod elektrického proudu grafitovou formou okolo slinovaného vzorku. Grafit se používá z důvodu vysoké elektrické vodivosti, vysoké teploty tavení a nízkého tlaku par i při teplotách nad 3000 °C [1]. Při průchodu elektrického proudu, který dosahuje hodnot až 20000 A [22], vzniká Joulovo teplo podle rovnice 1:

$$Q = U \cdot I \cdot t, \tag{1}$$

kde Q [J] je Joulovo teplo, U [V] je napětí, I [A] je elektrický proud a t [s] je doba průchodu proudu [23]. V kombinaci s přítlačnou silou, která může dosahovat až 1 MN, dojde k lepšímu slinutí materiálu. Vysoká rychlost tohoto procesu vede k menšímu nárůstu zrn a tím i k lepším mechanickým a fyzikálním vlastnostem slinutých produktů [22].

#### 3.4 Analýza keramických materiálů

#### 3.4.1 Tvrdost

Tvrdost je definována jako schopnost materiálu klást odpor proti vnikání cizího tělesa. Pro určování tvrdosti keramických materiálů se zpravidla používají zkoušky podle Vickerse (HV) nebo Knoopa (HK), protože indentor je opatřen čtyřbokým diamantovým jehlanem. U Vickerse se jedná o jehlan s čtvercovou podstavou, zatímco u Knoopa jde o jehlan s kosočtvercovou podstavou. Zátěžná síla a doba výdrže se může různit podle typu měřeného keramického materiálu. Pro výpočet tvrdosti podle Vickerse *HV* [Pa] existují dva vztahy, které se liší plochou, ke které vztahují zátěžnou sílu. První je vztažen ke kontaktní oblasti mezi tělesem a indentorem a druhý k projekci této oblasti do roviny povrchu:

$$HV = 1.854 \cdot \frac{F}{a^2},\tag{2}$$

$$HV = 2 \cdot \frac{F}{a^2},\tag{3}$$

kde F [N] je zátěžná síla a a [m] je průměr úhlopříček vtisku [24]. U tvrdosti podle Knoopa HK [Pa] je používán pouze jeden vztah:

$$HK = \frac{F}{S},\tag{4}$$

kde F [N] je zátěžná síla a S [m<sup>2</sup>] je projekce plochy vtisku do roviny [25].

#### 3.4.2 Pevnost

Pevnost je mechanická vlastnost materiálu, která udává schopnost materiálu odolávat vnějším silám bez porušení nebo plastické deformace. Existuje více druhů pevnosti a každý se vyznačuje odolností proti jinému typu namáhání. Jako mez pevnosti  $\sigma_n$  [Pa] se označuje maximální hodnota normálového napětí, při které nedojde k poruše celistvosti materiálu. Tato fyzikální veličina má povahu napětí:

$$\sigma_n = \frac{F}{S},\tag{5}$$

kde  $\sigma_n$  [Pa] je normálové napětí, F [N] je působící síla a S [m<sup>2</sup>] je plocha zkoušeného tělesa.

Z důvodu obtížné výroby zkušebních těles z keramických materiálů je pro stanovení pevnosti keramik nejvyužívanější zkouška v 3-bodovém nebo 4-bodovém ohybu, které jsou schematicky ukázány na Obr. 13. 4-bodový ohyb je preferován, protože mezi vnitřními ohybníky existuje oblast s konstantním ohybovým momentem. [1]



Obr. 13 Geometrie 4- a 3-bodového ohybu. (P – zátěžová síla, h – tloušťka vzorku, L – délka vzorku, D – vzdálenost mezi krajní a jednou z prostředních opor). [1]

#### 3.4.3 Houževnatost

Houževnatost je vlastnost materiálu, která specifikuje schopnost odolávat napětí nebo nárazu bez porušení celistvosti. Houževnatost u keramických materiálů je oproti kovům nižší, a to z důvodu omezeného pohybu dislokací v krystalové struktuře. Zjišťování houževnatosti probíhá především dvěma způsoby: ze zkoušky ohybem a z indentační zkoušky. Při měření houževnatosti z ohybové zkoušky je potřeba do vzorku umístit koncentrátor napětí neboli vrub. Na Obr. 14 jsou ukázána dvě tělesa zatížená 4-bodovým ohybem opatřená jednoduchým a chevronovým vrubem.



Obr. 14 Schéma zkoušky 4-bodovým ohybem pro a) jednoduchý vrub a b) chevronový vrub, (Crack – trhlina). [1]

V případě použití jednoduchého vrubu je vztah pro výpočet lomové houževnatosti  $K_{Ic}$  [J] následující:

$$K_{Ic} = \frac{3 \cdot \sqrt{l} \cdot (L_1 - L_2) \cdot \xi \cdot F_{max}}{2 \cdot a \cdot b^2},\tag{6}$$

kde l [m] je délka iniciační trhliny,  $L_{l}$ ,  $L_{2}$  [m] vzdálenost podpor,  $F_{max}$  [N] je síla, při které došlo k selhání a  $\xi$  je kalibrační faktor. Při použití chevronového vrubu je používán vztah:

$$K_{Ic} = \frac{(L_1 - L_2) \cdot \xi^* \cdot F_{max}}{a \cdot b^{3/2}},$$
(7)

kde  $\xi^*$  je tvarový faktor. [1]

Měření lomové houževnatosti z indentační zkoušky funguje na principu zavedení umělého koncentrátoru napětí do materiálu v podobě indentačního vpichu, jak je ukázáno na Obr. 15. Samotné  $K_{lc}$  je potom zjišťováno pomocí chování trhlin, které se z vpichu šíří.



Obr. 15 Schéma indentačního vpichu s trhlinami. a) řez vpichem, b) půdorys vpichu. Indentation – vpich, Plastic zone – plastická zóna, Median/radial cracks – střední/radiální trhliny, 2a – délka úhlopříčky vpichu, 2l – délka radiálních trhlin vpichu. [1]

Vztah pro výpočet  $K_{Ic}$  indentační metodou je:

$$K_{Ic} = \frac{\xi \cdot (E/H)^{1/2} \cdot F}{l^{3/2}},$$
(8)

kde  $\xi$  je bezrozměrná konstanta, která má pro keramiku průměrnou hodnotu 0,016 ± 0,004, *E* [Pa] je Youngův modul pružnosti, *H* [Pa] je tvrdost, *F* [N] je zátěžová síla a *l* [m] je poloviční délka radiálních trhlin vpichu. [1]

#### 3.5 Použití keramických materiálů v balistice

Pokročilé keramické materiály jsou často využívány v balistických aplikacích pro své příznivé vlastnosti, jako je vysoká tvrdost a nízká měrná hmotnost. V rámci pancíře se keramické materiály podílejí na disipaci kinetické energie projektilu. Zatímco kovové materiály energii pohlcují prostřednictvím plastické deformace, keramika tak činí skrze lom. Běžně je pancíř složen z více vrstev různých materiálů. Může jít o keramický monolit nebo o keramicko-kovový kompozit s vysoce pevným vláknem (Kevlar<sup>TM</sup>, Twaron<sup>TM</sup> atd.) na rubové straně pancíře. Při nárazu projektilu je keramická část roztříštěna a zbytková energie střely je absorbována podkladovým materiálem. Použitá keramika může být jak oxidová tak i neoxidová, jak je ukázáno na keramickém Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pancíři na Obr. 16a a pancíři z SiC na Obr. 16b. [6, 71–81]



Obr. 16 Keramická destička po balistickém testování a) čisté Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, b) čisté SiC. [26]

Balistické výsledky keramického materiálu závisí na jeho hustotě, porozitě, tvrdosti, lomové houževnatosti, Youngově modulu atd. Disipaci balistické energie D lze vyjádřit vztahem:

$$D = S \cdot c \cdot B \tag{9}$$

kde *c* [m/s] je rychlost šíření zvuku materiálem, *S* je strukturní faktor a *B* [Pa<sup>2</sup>/J<sup>2</sup>] je křehkost [27]. *B* je možno vyjádřit jako:

$$B = HV \cdot \frac{E}{K_{lc}^2} \tag{10}$$

kde HV [Pa] je tvrdost podle Vickerse, E [Pa] Youngův modul a  $K_{Ic}$  [J] lomová houževnatost [28]. Z uvedených vztahů vyplývá, že množství disipované energie je přímo úměrné tvrdosti materiálu, Youngovu modulu, rychlosti šíření zvuku v materiálu a nepřímo úměrné druhé mocnině lomové houževnatosti.

# 4 Experimentální část

## 4.1 Použité keramické práškové materiály

V této práci byly použity dva druhy keramických práškových materiálů. První materiál byl Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Sumitomo Chemical, Japonsko), který měl průměrnou velikost částic 450 nm. Druhým keramickým práškem byl SiC (Goodfellow Cambridge, Spojené království) s průměrnou velikostí částic 50 nm. SEM fotografie obou keramických prášků jsou uvedeny na Obr. 17.



Obr. 17 SEM fotografie a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a b) SiC keramických prášků.

## 4.2 Vzorky připravené suchou cestou

Vzorky byly připraveny smísením  $Al_2O_3$  s 1, 3, 5, 10 a 15 obj. % SiC. Míchání prášku probíhalo v isopropanolu v poměru 6:5 vůči keramickému prášku. Poměr 2:1 byl použit pro zirkoniové kuličky, které sloužily jako míchací médium. Takto připravené suspenze byly míchány po dobu 24 h. Poté byly suspenze vysušeny a smíchané prášky slinuty v SPS.

## 4.3 Vzorky připravené mokrou cestou – slip-casting

Na přípravu keramických metodou slip-casting byly použity suspenze na vodní bázi o 43 obj. % prášku. Jeden typ suspenzí obsahoval pouze  $Al_2O_3$  (dále jen A), druhý typ byl směsí obou prášků. V případě druhého typu (dále jen 5SiC) byl podíl SiC 5 obj. % prášku vůči  $Al_2O_3$ . Nejprve byl připraven roztok o 2,5 obj. % PVA (Mowiol **®** 10-98, Sigma-Aldrich, Spojené Státy Americké) ve vodě. Do roztoku se postupně přidával cukr krystal (Cukrovar Vrbátky, Česká republika), Darvan C-N (Vanderbilt Chemicals, Nizozemsko),  $Al_2O_3$  prášek, SiC prášek, oktanol (1 kapka na každých 25 ml suspenze) a zirkoniové kuličky jako míchací médium (v poměru 1:3 vůči hmotnosti suspenze). Přesné složení suspenzí je v Tabulce 1. Suspenze byly 24 h míchány pro homogenizaci obsahu na míchacích válcích.

Chamiltália -	Suspenze		
Chemikane	A [obj. %]	5SiC [obj. %]	
PVA roztok	49	49	
Cukr	4	4	
Darvan C-N	4	4	
$Al_2O_3$	43	41	
SiC	_	2	

Tabulka 1, Složení použitých suspenzí A a 5SiC.

Následně byla suspenze vakuována pro odstranění vmíchaného vzduchu. Suspenze byla odlita na porézní sádrovo-cementovou desku do neporézní válcové silikonové formy o průměru 49,5 mm a výšce 20 mm. V případě jednovrstvého green body byl po odlití suspenze povrch pokryt souvislou vrstvou hydrofobní tekutiny k snížení rychlosti výparu vodné složky suspenze. Při přípravě dvouvrstvého green body byla první vrstva (A) sušena po 40 min a na ni byla následně odlita druhá vrstva (5SiC). V případě třívrstvého green body byla druhá vrstva (5SiC) sušena po 40 min a na ni byla následně odlita třetí vrstva (A). Po odlití poslední vrstvy byl povrch vždy pokryt hydrofobní tekutinou.

Keramická tělesa byla na porézní desce ponechána čtyři dny pro dokonalé vysušení. Green body bylo žíháno v muflové peci (Clasic, Česká republika) na teplotě 600 °C (5SiC) nebo 700 °C (A) po dobu 1 h.

#### 4.4 Slinování

Slinování vzorků bylo provedeno v SPS-625 (Fuji Electronic Industrial, Japonsko). Vzorky připravené suchou cestou byly slinovány v grafitové formě o průměru 12,5 mm, vystlané grafitovým papírem. Slinovací cyklus byl do 600 °C rychlostí 200 °C/min a od 600 °C do 1500 °C rychlostí 100 °C/min s výdrží na slinovací teplotě 2 min s neřízeným chlazením. Během slinovacího cyklu bylo zařízení vakuováno a na vzorek byl aplikován mechanický tlak 50 MPa.

Vzorky připravené mokrou cestou byly slinovány v grafitové formě o průměru 50,5 mm, vystlané grafitovým papírem. Slinovací cyklus byl do 600 °C rychlostí 200 °C/min a od 600 °C do 1450 °C rychlostí 50 °C/min s výdrží na slinovací teplotě 2 min s neřízeným chlazením. Během slinovacího cyklu bylo zařízení vakuováno a na vzorek byl aplikován mechanický tlak 40 MPa.

#### 4.5 Analýza fyzikálních a mechanických vlastností

Relativní hustota slinutých vzorků byla měřena pomocí Archimédovy metody podle normy (EN 623-2). Pro výpočet byly použity hodnoty 3,99 g/cm<sup>3</sup> a 3,21 g/cm<sup>3</sup> absolutních hustot pro  $Al_2O_3$ , resp. SiC.

Vybrané vzorky byly analyzovány na rentgenovém difraktometru SmartLab (Rigaku, Japonsko).

Pozorování mikrostruktury bylo provedeno na lomových plochách vybraných vzorků použitím rastrovacího elektronového mikroskopu Lyra 3 (Tescan, Česká republika). Průměrná velikost zrn byla určena lineární průsečíkovou metodou na tepelně leptaných výbrusech (1300 °C po 15 min) a výsledek byl násoben opravným tvarovým koeficientem 1.56 [29].

Měření tvrdosti na keramických výbrusech bylo provedeno na instrumentovaném tvrdoměru Z2.5 (Zwick/Roel, Německo) s odečtem rozměrů vpichu na konfokálním mikroskopu LEXT OLS 3100 (Olympus, Japonsko) a na digitálním tvrdoměru THV-30 MD (Výrobní stroje, Česká republika). Zátěžná síla byla 49,03 N (HV 5) a doba působení síly byla 12 s.

## 5 Výsledky a diskuze

Pro přípravu vrstevnatých keramických materiálů s heterogenní mikrostrukturou obsahující karbid křemíku je většinou nutné použít specifické slinovací podmínky. Je potřeba použít inertní atmosféru, aby se zabránilo oxidaci SiC, dále je potřeba použít zvýšenou teplotu nebo tlak z důvodu jeho vyšší slinovací teploty. Tvarovací a zároveň slinovací technologie SPS je schopná tyto překážky řešit a proto byla zvolena jako vhodná a rychlá cesta, jak keramické kompozity vyrobit.

#### 5.1 Vzorky připravené suchou cestou

Při tvarování a slinování vzorků technologií SPS, které byly připraveny suchou cestou, byl prášek čistého  $Al_2O_3$  nebo směsi  $Al_2O_3$  a SiC volně nasypán do grafitové formy, která byla z obou stran utěsněná pohyblivými grafitovými písty. Při slinovacím cyklu byly tyto písty stlačeny a prášek zhutněn. Smrštění vzorků se při aplikaci tlaku a slinovací teploty pohybovalo v rozmezí 76–86 %. Nevýhodou použití suché cesty pro vytvoření keramického laminátu technologií SPS je obtížná příprava vrstev z důvodu snadného promísení prášku při jeho nasypávání do grafitové formy.

#### 5.1.1 Relativní hustota

Relativní hustota vzorků připravených suchou cestou je zobrazena ve sloupcovém grafu na Obr. 18. Relativní hustoty slinutých disků jsou od sebe barevně odlišeny podle množství SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Na první pohled je patrný trend, kdy relativní hustota čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dosáhla 97,2 % a se zvyšujícím se množstvím SiC (3 obj. %) ve struktuře byla zvýšena na 98,3 %. Při dalším zvýšení množství SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> došlo k poklesu relativní hustoty až na 93,6 % (15 obj. % SiC v matrici).



Obr. 18 Relativní hustota slinutých Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disků s různým přídavkem SiC ve struktuře připravených suchou cestou.

#### 5.1.2 Tvrdost

Tvrdost slinutých disků připravených suchou cestou je zobrazena ve sloupcovém grafu na Obr. 19. Opět je zde patrný trend, kdy maximální hodnoty tvrdosti 21,9 GPa bylo dosaženo při 5 obj. % SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> struktuře. Při 15 obj. % SiC hodnota tvrdosti dosáhla jen 19 GPa, což je méně než samotné Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s 19,6 GPa. Pokud srovnáme Obr. 22 a Obr. 23, můžeme pozorovat vliv relativní hustoty na tvrdost, která roste s množstvím SiC. Při 5 obj. % SiC je v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrici již zřejmě dostatečné množství tvrdší fáze, která dokáže kompenzovat lehce nižší hustotu. Nicméně při 10 a více obj. % SiC dojde k výraznému zvýšení porozity a tvrdost opět poklesne. Z dosažených výsledků se tedy jako nejvhodnější jeví přídavek 5 obj. % SiC do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrice, což je ve shodě s dříve publikovanými výsledky [39, 40, 47, 85].



Obr. 19 Tvrdost slinutých Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disků s různým přídavkem SiC ve struktuře připravených suchou cestou.

#### 5.1.3 Opotřebení grafitové formy

Nevýhodou suché cesty se ukázalo být velké opotřebení grafitových forem abrazivními účinky keramických částic. Tato skutečnost je zachycena na Obr. 20. Na Obr. 20a je ukázána forma používaná při technologii SPS. Na Obr. 20b je zobrazena vnitřní stěna nové formy, tj. stavu bez jakékoli deformace. Při porovnání Obr. 20b a Obr. 20c, na kterém je zachycena vnitřní stěna grafitové formy používaná při přípravě keramických kompozitů suchou cestou, lze vidět značné poškození na Obr. 20c. Poškození vzniklo v důsledku pohybu tvrdých keramických částic po stěně měkké grafitové formy při aplikaci jednoosého pohybu pístů při vyvození vysokého tlaku. Keramické částice pravděpodobně poškozují grafitový papír a dostávají se do prostoru mezi stěnou grafitové formy a grafitovým papírem. Zde způsobily poškození, které se může nepříznivě projevovat na výsledcích experimentů. Z důvodů obtížnosti přípravy keramického laminátu touto cestou a také velkého opotřebení grafitových forem, bylo rozhodnuto optimalizovat proces přípravy keramických vrstevnatých materiálů s heterogenní mikrostrukturou využitím mokré cesty (metody slip-casting).



Obr. 20 Míra poškození grafitové formy: a) grafitová forma, b) detail vnitřní stěny nové formy c) detail vnitřní stěny formy používané při použití suché cesty, d) detail vnitřní stěny formy používané s tělesy připravených metodou slip-casting.

### 5.2 Vzorky připravené mokrou cestou – slip-casting

Jak bylo popsáno v experimentální části, bylo možné touto cestou připravovat green body keramických laminátů s ostrou hranicí mezi vrstvami (viz Obr. 21). Na základě informací získaných ze vzorků připravených suchou cestou, bylo rozhodnuto používat 5 obj. % SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Takové green body bylo vloženo do grafitové formy v SPS a stlačeno grafitovými písty. Green body za působení tlaku popraskalo, ale stále si zachovalo určitou integritu díky přítomnosti krčků vytvořených při žíhání. To vedlo k znesnadnění otěru tvrdých keramických částic o stěnu grafitové formy a abrazivní účinky proto byly výrazně nižší než při použití keramického prášku. Detailní pohled na formu, používanou pro slinování vzorků připravených mokrou cestou, je na Obr. 20d. Z obrázku je patrné, že grafitová forma je po mnoha slinovacích cyklech ve stále dobrém stavu a nijak se nesnížila její použitelnost.



Obr. 21 Dvojvrstvý laminát s ostrou hranicí mezi vrstvami.

#### 5.2.1 Rentgenová analýza

Pro určení typu fází ve struktuře vzorků byla po tepelném zpracování použita rentgenová analýza. Na Obr. 22 jsou ukázány dva difraktogramy pro čisté  $Al_2O_3$  a směsný kompozit obsahující  $Al_2O_3$  a 5 obj. % SiC. V případě vzorku čistého  $Al_2O_3$  nebyla identifikována žádná jiná krystalická fáze. Stejně tak v případě druhého vzorku byla identifikována pouze v majoritním množství fáze  $Al_2O_3$  a v minoritním množství SiC.



Obr. 22 RTG difraktogramy čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a kompozitu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s 5 obj. % SiC.

#### 5.2.2 Relativní hustota

Relativní hustoty slinutého monolitu A, směsného kompozitu A5S a jejich kombinace v případě dvoj a trojvrstvých laminátů jsou uvedeny ve sloupcovém grafu na Obr. 23. Relativní hustota u A monolitu byla 99,1 %, u dvojvrstvého laminátu 97 %, u trojvrstvého laminátu 99,3 % a konečně u 5SiC částicového kompozitu byla relativní hustota 97,5 %. Relativní hustoty laminátů neodpovídají očekávaným hodnotám v rozmezí určeném A a A5S keramikami. To se dá pravděpodobně vysvětlit nerovnoměrným zhutněním při slinování. Při jednoosém lisování, které v SPS probíhá zároveň se zvyšováním teploty, k tomuto jevu dochází. Nerovnoměrnost je způsobena vznikem tlakových rozdílů z důvodu tření prášku o stěnu grafitové formy. Tento jev je výraznější při menším průměru formy [30].



Obr. 23 Relativní hustota slinutých disků čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5SiC kompozitu a vrstevnatých laminátů.

#### 5.2.3 Tvrdost

Tvrdost připravených materiálů je zobrazena ve sloupcovém grafu na Obr. 24, přičemž tvrdost laminátů byla měřena a vypočtena pro každou z jednotlivých vrstev zvlášť. A monolit měl tvrdost 19,6 GPa, což odpovídá hodnotě tvrdosti slinutého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, která se v literatuře pohybuje v rozmezí od 15 GPa do 22 GPa [2, 87, 88]. Disk z Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> připravený mokrou cestou měl vyšší tvrdost než ten, který byl připravený suchou cestou (18,8 GPa). Lépe si vedly také ostatní Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vrstvy v laminátech. Pravděpodobně to je způsobeno nižší nehomogenitou způsobenou lisováním z důvodu většího průměru grafitové formy. Přestože měl 5SiC částicový kompozit výrazně nižší hustotu než A monolit (viz Obr. 23), byla jeho tvrdost nižší pouze o 0,3 GPa. Pravděpodobně tedy za nárůst tvrdosti může přítomnost SiC zrn v matrici. Výsledná tvrdost částicového kompozitu je srovnatelná s výsledky nalezenými v literatuře. Například Gustafsson a kol. beztlace slinovali podobný materiál na teplotě 1780 °C v dusíkové atmosféře a obdrželi tvrdost (HV 10) 18,3 GPa [14]. Oproti tomu Shi a kol. pomocí hot pressingu s aplikovaným tlakem 25 MPa a teplotě 1635 °C dosáhli tvrdosti (HV 5) 25,2 GPa [31].



Obr. 24 Tvrdost slinutých disků čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5SiC kompozitu a jednotlivých vrstev v laminátech.

U dvojvrstvého laminátu došlo k výraznému snížení tvrdosti ve vrstvě 5SiC. To mohlo být způsobeno snížením hustoty v této vrstvě, což bylo pravděpodobně dáno nerovnoměrností zhutňování při slinovacím procesu. Z výsledků je patrné, že nejlépe si vedl trojvrstvý laminát. Všechny z jeho vrstev zaznamenaly vyšší tvrdost než odpovídající standardy. Jedna z jeho 5SiC vrstev dosáhla o 0,8 GPa méně než druhá, což opět mohlo být způsobeno nerovnoměrným zhutněním při slinování. Tvrdost A vrstvy trojitého laminátu byla 19,8 GPa. Průměrná tvrdost jednotlivých vzorků koreluje s jejich relativní hustotou. Tato závislost je silná, protože korelační koeficient je 0,89 a je zobrazena na Obr. 25. Proložená lineární křivka naznačuje platnost přímé úměrnosti. Tímto lze vysvětlit nižší tvrdost dvojitého laminátu, protože má i nižší hustotu než ostatní vzorky. Stejně tak nadprůměrné výsledky tvrdosti u trojitého laminátu korelují s jeho vysokou hustotou.



Obr. 25 Závislost tvrdosti na relativní hustotě slinutých disků.

#### 5.2.4 Pozorování mikrostruktury

Specifika SPS technologie vedou k lepším výsledkům, co se týče velikosti zrn slinutého materiálu v porovnání s konvenční pecí. Naměřená průměrná velikost zrn  $Al_2O_3$  matrice byla  $0.92 \pm 0.27 \mu$ m při výchozí velikosti částic 450 nm. Michálek a spol., který postupoval mokrou cestou s beztlakým slinováním na 1500 °C, dosáhl průměrné velikosti zrn  $Al_2O_3$  1 ± 0,1 µm při výchozí velikosti částic 150 nm [32]. Na Obr. 26 je fotografie lomové plochy A monolitu. Ze stavu mikrostruktury je patrné, že lom probíhal převážně interkrystalicky, ale vyskytují se zde i oblasti, kde šlo o transkrystalický lom. Bílé šipky označují jeden z příkladů probíhajícího interkrystalického lomu. Černé šipky označují místo transkrystalického lomu s patrnými striacemi.



Obr. 26 SEM fotografie lomové plochy A monolitu s interkrystalickým lomem (bílé šipky) a transkrystalickým lomem (černé šipky).

Na Obr. 27 je zobrazena lomová plocha u 5SiC částicového kompozitu. Lom zde opět probíhal oběma mechanismy, ale tentokrát šlo převážně o lom transkrystalický. Jedna z oblastí interkrystalického lomu je vyznačena bílými šipkami. Transkrystalický lom je naznačen černými šipkami.



Obr. 27 SEM fotografie lomové plochy 5SiC částicového kompozitu s interkrystalickým lomem (bílé šipky), transkrystalickým lomem (černé šipky) a ředinami neslinutých SiC částic (žluté šipky).

Žluté šipky označují oblasti ředin, ve kterých se nacházejí aglomerované částice SiC. V těchto oblastech je výrazná porozita, protože zde nedošlo ke slinutí částic karbidu křemíku. Vznik těchto aglomerátů do jisté míry souvisí s použitou technologií, protože z důvodu většího měrného povrchu SiC částic došlo k nárůstu viskozity 5SiC suspenze. To se pravděpodobně projevilo na kvalitě distribuce SiC částic a mělo za následek vznik oblastí s nižší hustotou. Ty se následně negativně projevily na mechanických a fyzikálních vlastnostech připravených vzorků. Řešením nehomogenní distribuce jednotlivých částic SiC a tím i relativně nízkých mechanických a fyzikálních vlastností vrstevnatých keramických materiálů je optimalizace suspenze použité pro metodu slip-casting.

### 6 Závěr

Keramické materiály s heterogenní mikrostrukturou obsahující Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a SiC částice byly připraveny pomocí suché a mokré (slip-casting) metody a SPS zařízení. Kompozity připravené suchou cestou dosáhly relativní hustoty 98,3 % při 3 obj. % SiC ve struktuře a tvrdosti 21,9 GPa při 5 obj. % SiC. Tato metoda se však ukázala být málo efektivní z hlediska vysokého opotřebení grafitových forem a obtížné přípravy vrstevnatých struktur.

Pro přípravu vrstevnatých materiálů s heterogenní mikrostrukturou se ukázala být vhodná kombinace metody slip-casting a SPS. Tato kombinace umožnila přípravu vrstevnatých materiálů s ostrým rozhraním vrstev při současně nízkém opotřebení grafitové formy. Relativní hustota se u připravených vzorků pohybovala od 97 % u dvojvrstvého laminátu až po 99,3 % u laminátu trojvrstvého. Naměřená tvrdost silně korelovala s hustotou, ale z důvodu nedokonalostí v mikrostruktuře vrstev s přidaným SiC nebyly výsledky optimální. To se ukazuje i při porovnání se vzorky připravenými suchou cestou, kdy u mokré cesty došlo ke zvýšení tvrdosti u Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vrstev a ke snížení u kompozitních vrstev.

Zlepšení dosažených výsledků touto metodou lze nalézt v lepší homogenizaci suspenzí, úpravě množství nebo velikostí částic SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nebo vyšší slinovací teplotě. Optimalizovaný proces přípravy, který je v současné době v našich laboratořích zkoušen, by mohl poskytnout materiály, které budou zajímavé pro balistické aplikace.

# 7 Literatura

- [1] CARTER, C. a M. NORTON. *Ceramic materials: science and engineering*. New York: Springer, 2007. ISBN 978-0-387-46271-4.
- [2] R. MORRELL. PT. 2, . Handbook of Properties of Technical & Engineering Ceramics: Part 2: Data Reviews: Section 1: High-Alumina Ceramics: Part 2. 1. publ. London: H.M.S.O, 1987. ISBN 01-148-0053-7.
- [3] PATNAIK, Pradyot. *Handbook of inorganic chemicals*. New York: McGraw-Hill, 2003. ISBN 00-704-9439-8.
- [4] BEYKI, Mostafa, Mohammad GHASEMI, Abbas JAMALI a Farzaneh SHEMIRANI. A novel polylysine–resorcinol base γ-alumina nanotube hybrid material for effective adsorption/preconcentration of cadmium from various matrices. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* [online]. 2017, 46, 165-174 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.jiec.2016.10.027. ISSN 1226086x. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1226086X16304063
- [5] MOR, Suman, Kalzang CHHODEN a Khaiwal RAVINDRA. Application of agro-waste rice husk ash for the removal of phosphate from the wastewater. Journal of Cleaner Production [online]. 2016, 129. 673-680 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.jclepro.2016.03.088. ISSN 09596526. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0959652616301573
- [6] MEDVEDOVSKI, Eugene. Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. Part 1. *Ceramics International* [online]. 2010, 36(7), 2103-2115 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2010.05.021. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884210002087
- [7] LIU, Weilan, Zhaofeng CHEN, Xingwang CHENG, Yangwei WANG, Adjei AMANKWA a Jiang XU. Design and ballistic penetration of the ceramic composite armor. *Composites Part B: Engineering* [online]. 2016, 84, 33-40 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.compositesb.2015.08.071. ISSN 13598368. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359836815005119
- [8] CHI, Runqiang, Ahmad SERJOUEI, Idapalapati SRIDHAR a Geoffrey TAN. Ballistic impact on bi-layer alumina/aluminium armor: A semi-analytical approach. *International Journal of Impact Engineering* [online]. 2013, 52, 37-46 [cit. 2017-05-22]. DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2012.10.001. ISSN 0734743x. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0734743X12001820
- [9] HANNINK, Richard, Patrick KELLY a Barry MUDDLE. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* [online].

2000, **83**(3), 461-487 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2000.tb01221.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01221.x

- [10] BENZAID, Rajaa, Jerome CHEVALIER, Malika SAâDAOUI, Gilbert FANTOZZI, Masahiro NAWA, Luis DIAZ a Ramon TORRECILLAS. Fracture toughness, strength and slow crack growth in a ceria stabilized zirconia–alumina nanocomposite for medical applications. *Biomaterials* [online]. 2008, 29(27), 3636-3641 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2008.05.021. ISSN 01429612. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142961208003840
- [11] CHEVALIER, Jérôme, Sylvie GRANDJEAN, Meinhard KUNTZ a Giuseppe PEZZOTTI. On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications. *Biomaterials* [online]. 2009, **30**(29), 5279-5282 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2009.06.022. ISSN 01429612. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142961209006292
- [12] MOISAN, H. Nouvelles recherches sur la météorite du Cañon Diablo, [New research on the Diablo Canyon meteorite]. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*. Paris, 1904, **139**, 773-786.
- [13] PARK., Yoon. Semiconductors and Semimetals, 52 Sic Materials and Devices. Burlington: Elsevier, 1998. ISBN 9780080864501.
- [14] BANSAL, Narottam. *Handbook of ceramic composites*. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2005. ISBN 1402081332.
- [15] ABRO, Désiré, Pierre DABLÉ, Fernando CORTEZ-SALAZAR, Véronique AMSTUTZ a Hubert GIRAULT. Characterization of Surface State of Inert Particles: Case of Si and SiC. Journal of Minerals and Materials Characterization and 2016, **04**(01), Engineering [online]. 62-72 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.4236/jmmce.2016.41007. **ISSN** 23274077. Dostupné Z: http://www.scirp.org/journal/PaperDownload.aspx?DOI=10.4236/jmmce.2016.41007
- [16] YESHVANT V. DESHMUKH., . *Industrial heating principles, techniques, materials, applications, and design.* Boca Raton: Taylor, 2005. ISBN 978-1-4200-2755-6.
- [17] BHATNAGAR, M. a B.J. BALIGA. Comparison of 6H-SiC, 3C-SiC, and Si for power devices. *IEEE Transactions on Electron Devices* [online]. 1993, 40(3), 645-655 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1109/16.199372. ISSN 00189383. Dostupné z: http://ieeexplore.ieee.org/document/199372/
- [18] MEDVEDOVSKI, Eugene. Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. Part 2. *Ceramics International* [online]. 2010, 36(7), 2117-2127 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2010.05.022. ISSN 02728842. Dostupné z:

http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884210002099

- [19] DOMNICH, Vladislav, Sara REYNAUD, Richard HABER a Manish CHHOWALLA. Boron Carbide: Structure, Properties, and Stability under Stress. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 2011, 94(11), 3605-3628 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1551-2916.2011.04865.x
- [20] ADELI, Ruhollah, Seyed SHIRMARDI a Seyed AHMADI. Neutron irradiation tests on B4C/epoxy composite for neutron shielding application and the parameters assay. *Radiation Physics and Chemistry* [online]. 2016, **127**, 140-146 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.radphyschem.2016.06.026. ISSN 0969806x. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0969806X1630202X
- [21] PROKURAT FRANKS, Lisa., ed., T. OHJI, ed. a Andrew. WERESZCZAK, ed. Advances in ceramic armor IV: a collection of papers presented at the 32nd International Conference on Advanced Ceramics and Composites, January 27-February 1, 2008, Daytona Beach, Florida / editor, Lisa Prokurat Franks, volume editors, Tatsuki Ohji, Andrew Wereszczak. Hoboken, N.J.: Wiley, 2009. Ceramic engineering and science proceedings, v. 29, no. 6. ISBN 978-0-470-34497-2.
- [22] DA ROCHA, Rosa a Francisco DE MELO. Pressureless Sintering of B4C-SiC Composites for Armor Applications. *Ceramic Engineering and Science Proceedings* [online]. 30. 2010, s. 113-199 [cit. 2017-05-22]. DOI: 10.1002/9780470584330.ch11. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1002/9780470584330.ch11
- [23] GUO, Wei-Ming, Zhi-Lin ZHANG, Jing-Xi LI, Yang YOU, Shang-hua WU a Hua-Tay LIN. Improvement of densification and mechanical properties of Al2O3–B4C ceramics. *Ceramics International* [online]. 2016, 42(9), 11486-11489 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.04.025. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884216304199
- [24] LEE, Chae a Chong KIM. Pressureless sintering and related reaction phenomena of Al2O3-doped B4C. *Journal of Materials Science* [online]. 1992, 27(23), 6335-6340
   [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1007/BF00576282. ISSN 00222461. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/BF00576282
- [25] LANGE, F. Effect of Microstructure on Strength of Si3N4-SiC Composite System. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1973, 56(9), 445-450 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1973.tb12520.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1973.tb12520.x
- [26] BECHER, Paul. Microstructural Design of Toughened Ceramics. Journal of the American Ceramic Society [online]. 1991, 74(2), 255-269 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1991.tb06872.x. ISSN 00027820. Dostupné z:

http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1991.tb06872.x

- [27] HARMER, Martin, Helen CHAN a Gary MILLER. Unique Opportunities for Microstructural Engineering with Duplex and Laminar Ceramic Composites. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1992, **75**(7), 1715-1728 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1992.tb07188.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1992.tb07188.x
- [28] XUEFEI, Liu, Liu HANLIAN, Huang CHUANZHEN, Zhao BIN a Zheng LONGWEI. High temperature mechanical properties of Al2O3-based ceramic tool material toughened by SiC whiskers and nanoparticles. *Ceramics International* [online]. 2017, 43(1), 1160-1165 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.10.057. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884216318223
- [29] SHE, Jihong, Takahiro INOUE a Kazuo UENO. Multilayer Al2O3/SiC ceramics with improved mechanical behavior. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2000, 20(11), 1771-1775 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0955-2219(00)00048-0. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221900000480
- [30] LI, Liangjun, Laifei CHENG, Shangwu FAN, Xiaoju GAO, YuPeng XIE a Litong ZHANG. A novel fabrication approach for impact resistance laminated ceramics. *Materials & Design* [online]. 2015, **79**, 26-31 [cit. 2017-05-22]. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.04.043. ISSN 02613069. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306915002253
- [31] BUDIANSKY, Bernard, John HUTCHINSON a Anthony EVANS. Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* [online]. 1986, 34(2), 167-189 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1016/0022-5096(86)90035-9. ISSN 00225096. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0022509686900359
- [32] AVESTON, J., G. COOPER a A. KELLY. The properties of fibre composites. In: *Conference proceedings*. IPC Science and Technology Press Ltd, 1971.
- [33] AVESTON, J. a A. KELLY. Theory of multiple fracture of fibrous composites. *Journal of Materials Science* [online]. 1973, 8(3), 352-362 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1007/BF00550155. ISSN 00222461. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/BF00550155
- [34] KELLY, A. Composites with Brittle Matrices. In: MURA, L. E., ed. a C. STEIN, ed. Frontiers in Materials Science. New York, Spojené Státy Americké: Marcel Dekker, Inc., 1976, s. 335-364.
- [35] AVESTON, J. a A. KELLY. Tensile First Cracking Strain and Strength of Hybrid Composites and Laminates. *Philosophical Transactions of the Royal Society A:*

*Mathematical, Physical and Engineering Sciences* [online]. 1980, **294**(1411), 519-534 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1098/rsta.1980.0061. ISSN 1364503x. Dostupné z: http://rsta.royalsocietypublishing.org/cgi/doi/10.1098/rsta.1980.0061

- [36] CHIANG, Yih-Cherng. On fiber debonding and matrix cracking in fiber-reinforced ceramics. *Composites Science and Technology* [online]. 2001, 61(12), 1743-1756 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1016/S0266-3538(01)00078-1. ISSN 02663538. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0266353801000781
- [37] KRENKEL, Walter. Ceramic matrix composites: Fiber reinforced ceramics and their applications. Weinheim, Německo: Wiley-VCH, 2008. ISBN 978-3-527-31361-7.
- [38] KRENKEL, W., B. HEIDENREICH a R. RENZ. C/C-SiC Composites for Advanced Friction Systems. Advanced Engineering Materials [online]. 2002, 4(7), 427-436 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1002/1527-2648(20020717)4:7427::AID-ADEM4273.0.CO,2-C. ISSN 14381656. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1002/1527-2648%2820020717%294%3A7%3C427%3A%3AAID-ADEM427%3E3.0.CO%3B2-C
- [39] NIIHARA, Koichi. New Design Concept of Structural Ceramics. Journal of the Ceramic Society of Japan [online]. 1991, 99(1154), 974-982 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.2109/jcersj.99.974. ISSN 18821022. Dostupné z: http://joi.jlc.jst.go.jp/JST.Journalarchive/jcersj1988/99.974?from=CrossRef
- [40] GUSTAFSSON, S., L.K.L. FALK, E. LIDÉN a E. CARLSTRÖM. Pressureless sintered Al2O3–SiC nanocomposites. *Ceramics International* [online]. 2008, 34(7), 1609-1615 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2007.05.005. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884207001149
- [41] BORSA, C.E, H.S FERREIRA a R.H.G.A KIMINAMI. Liquid phase sintering of Al2O3/SiC nanocomposites. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 1999, 19(5), 615-621 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0955-2219(98)00252-0. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221998002520
- [42] CARROLL, L., M. STERNITZKE a B. DERBY. Silicon carbide particle size effects in alumina-based nanocomposites. *Acta Materialia* [online]. 1996, 44(11), 4543-4552 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/1359-6454(96)00074-2. ISSN 13596454. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/1359645496000742
- [43] XU, Youren, Avigdor ZANGVIL a Albert KERBER. SiC nanoparticle-reinforced Al2O3 matrix composites: Role of intra- and intergranular particles. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 1997, 17(7), 921-928 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00164-1. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221996001641

- [44] WANG, H.Z., L. GAO, L.H. GUI a J.K. GUO. Preparation and properties of intragranular Al2O3-SiC nanocomposites. *Nanostructured Materials* [online]. 1998, 10(6), 947-953 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0965-9773(98)00132-9. ISSN 09659773. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0965977398001329
- [45] STERNITZKE, Martin. Structural ceramic nanocomposites. Journal of the European Ceramic Society [online]. 1997, 17(9), 1061-1082 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00222-1. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221996002221
- [46] JAAFAR, M., H. REVERON, C. ESNOUF a G. FANTOZZI. Highly creep-resistant alumina–SiC nanocomposites processed by spark plasma sintering. *Scripta Materialia* [online]. 2013, 68(2), 134-137 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.10.001. ISSN 13596462. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359646212006227
- [47] SHI, X.L., F.M. XU, Z.J. ZHANG, Y.L. DONG, Y. TAN, L. WANG a J.M. YANG. Mechanical properties of hot-pressed Al2O3/SiC composites. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2010, **527**(18-19), 4646-4649 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.msea.2010.03.035. ISSN 09215093. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509310003096
- [48] DAVIDGE, R., R. BROOK, F. CAMBIER, M. POORTEMAN, A. LERICHE, D. O'SULLIVAN, S. HAMPSHIRE a T. KENNEDY. Fabrication, properties, and modelling of engineering ceramics reinforced with nanoparticles of silicon carbide. *British ceramic transactions*. 1997, 96(3), 121-127.
- [49] LI, Liangjun, Laifei CHENG, Shangwu FAN, Xiaoju GAO, YuPeng XIE a Litong ZHANG. Dynamic pseudoplastic behavior of laminated ceramics with soft and hard interbedded dense layers. *Materials Letters* [online]. 2015, 152, 268-271 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.matlet.2015.03.061. ISSN 0167577x. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X15004255
- [50] CHARTIER, T., D. MERLE a J. BESSON. Laminar ceramic composites. Journal of the European Ceramic Society [online]. 1995, 15(2), 101-107 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/0955-2219(95)93055-8. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0955221995930558
- [51] CHLUP, Zdeněk, Lenka SLABÁKOVÁ, Daniel DRDLÍK, Hynek HADRABA a Ivo DLOUHÝ. Lomové chování keramických laminátů se silně vázanými vrstvami. Křehký Lom. Brno, 2010, , 133-146.
- [52] SGLAVO, V a M BERTOLDI. Design and production of ceramic laminates with high mechanical resistance and reliability. *Acta Materialia* [online]. 2006, 54(18), 4929-4937 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.actamat.2006.06.019. ISSN 13596454.

Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645406004836

- [53] LEGUILLON, D., S. TARIOLLE, E. MARTIN, T. CHARTIER a J.L. BESSON. Prediction of crack deflection in porous/dense ceramic laminates. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2006, 26(3), 343-349 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2004.11.003. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221904005230
- [54] NÁHLÍK, Luboš, Kateřina ŠTEGNEROVÁ, Bohuslav MÁŠA a Pavel HUTAŘ. A failure scenario of ceramic laminates with strong interfaces. Engineering Fracture **Mechanics** [online]. 2016, 167. 56-67 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2016.04.022. **ISSN** 00137944. Dostupné Z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0013794416301783
- [55] XU, Xiaogang, Zhaoyin WEN, Jiu LIN, Ning LI a Xiangwei WU. An aqueous gelcasting process for γ-LiAlO2 ceramics. *Ceramics International* [online]. 2010, 36(1), 187-191 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2009.07.017. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884209002892
- [56] OMATETE, Ogbemi, Mark JANNEY a Richard STREHLOW. Gelcasting: a new ceramic forming process. *American Ceramic Society Bulletin*. 1991, **70**(10), 1641-1649.
- [57] YOUNG, Albert, Ogbemi OMATETE, Mark JANNEY a Paul MENCHHOFER. Gelcasting of Alumina. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1991, 74(3), 612-618 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1991.tb04068.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1991.tb04068.x
- [58] ZHOU, Longjie, Yong HUANG a Zhipeng XIE. Gelcasting of concentrated aqueous silicon carbide suspension. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2000, 20(1), 85-90 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0955-2219(99)00138-7. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221999001387
- [59] ZHANG, Wen, Hongjie WANG a Zhihao JIN. Gel casting and properties of porous silicon carbide/silicon nitride composite ceramics. *Materials Letters* [online]. 2005, 59(2-3), 250-256 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.matlet.2004.07.059. ISSN 0167577x. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X04007050
- [60] YU, Juanli, Hongjie WANG a Jian ZHANG. Neural network modeling and analysis of gel casting preparation of porous Si3N4 ceramics. *Ceramics International* [online]. 2009, 35(7), 2943-2950 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2009.04.008. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884209001680
- [61] ZHOU, Longjie, Yong HUANG, Zhipeng XIE a Yi-Bing CHENG. Gas-discharging reactions and their effect on the microstructures of green bodies in gelcasting of non-oxide materials. *Materials Letters* [online]. 2000, **45**(1), 51-57 [cit. 2017-04-24]. DOI:

 10.1016/S0167-577X(00)00074-4.
 ISSN
 0167577x.
 Dostupné
 z:

 http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X00000744

- [62] GUO, Dong, Kai CAI, Longtu LI a Zhilun GUI. Application of gelcasting to the fabrication of piezoelectric ceramic parts. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2003, 23(7), 1131-1137 [cit. 2017-04-24]. DOI: 10.1016/S0955-2219(02)00279-0. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0955221902002790
- [63] BESRA, L. a M. LIU. A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD). *Progress in Materials Science* [online]. 2007, 52(1), 1-61 [cit. 2017-04-25]. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2006.07.001. ISSN 00796425. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642506000387
- [64] FLEER, G. a J. LYKLEMA. Polymer adsorption and its effect on the stability of hydrophobic colloids. II. The flocculation process as studied with the silver iodide-polyvinyl alcohol system. *Journal of Colloid and Interface Science* [online]. 1974, 46(1), 1-12 [cit. 2017-04-25]. DOI: 10.1016/0021-9797(74)90018-6. ISSN 00219797. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0021979774900186
- [65] EISERMANN, C., M. MALLEMBAKAM, C. DAMM, W. PEUKERT, S. BREITUNG-FAES a A. KWADE. Polymeric stabilization of fused corundum during nanogrinding in stirred media mills. *Powder Technology* [online]. 2012, 217, 315-324 [cit. 2017-04-25]. DOI: 10.1016/j.powtec.2011.10.043. ISSN 00325910. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032591011005869
- [66] OHENOJA, Katja. Particle size distribution and suspension stability in aqueous submicron grinding of CaCO3 and TiO2. Finsko, 2014. Doktorská práce. University of Oulu.
- [67] TOKITA, M. Mechanism of spark plasma sintering. In: *Proceeding of NEDO International Symposium on Functionally Graded Materials*. Japonsko, 1999, s. 1-13.
- [68] JOULE, James. On the heat evolved by metallic conductors of electricity, and in the cells of a battery during electrolysis. *Philosophical Magazine Series 3* [online]. 2009, 19(124), 260-277 [cit. 2017-05-19]. DOI: 10.1080/14786444108650416. ISSN 19415966. Dostupné z: https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/14786444108650416
- [69] SMITH, R. a G. SANDLAND. An accurate method of determining the hardness of metals, with particular reference to those of a high degree of hardness. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* [online]. 1922, **102**, 623-641 [cit. 2017-04-25]. DOI: 10.1243/PIME\_PROC\_1922\_102\_033\_02. ISSN 00203483. Dostupné z: http://pme.sagepub.com/lookup/doi/10.1243/PIME\_PROC\_1922\_102\_033\_02

- [70] KNOOP, F., C. PETERS a W. EMERSON. A sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurements. *Journal of Research of the National Bureau of standards*. 1939, 23(1), 39-61.
- [71] CLINE, C. a M. WILKINS. The importance of material properties in ceramic armor. *American Ceramic Society Bulletin*. 1969, **48**(4), 487.
- [72] LANDINGHAM, R. Final Report of the Light Armor Materials Program. *Lawrence Livermore National Laboratory*. 1972.
- [73] CHUNG, S.-K. Fracture characterization of armor ceramics. *American Ceramic Society Bulletin.* 1990, **69**(3), 358-366.
- [74] VIECHNICKI, D., M. SLAVIN a M. KLIMAN. Development and current status of armor ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*. 1991, **70**(6), 1035-1039.
- [75] KELINA, I. a Yu. DOBRINSKII. Efficiency of the use of silicon nitride ceramics as an armor material. *Refractories and Industrial Ceramics* [online]. 1997, 38(6), 220-223 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1007/BF02768255. ISSN 10834877. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/BF02768255
- [76] MATCHEN, B. Applications of Ceramics in Armor Products. *Key Engineering Materials* [online]. 1996, **122-124**, 333-344 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.122-124.333. ISSN 16629795. Dostupné z: http://www.scientific.net/KEM.122-124.333
- [77] O'DONNELL, R. An investigation of the fragmentation behaviour of impacted ceramics. *Journal of Materials Science Letters* [online]. 1991, **10**(12), 685-688 [cit. 2017-04-26]. DOI: 10.1007/BF00722768. ISSN 02618028. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/BF00722768
- [78] NESHPOR, V., G. ZAITSEV a E. DOVGAL. Armour ceramics ballistic efficiency evaluation. In: VINCENZINI, P., ed. *Ceramics: Charting the Future, Proceedings of the 8th CIMTEC*. Florencie, Itálie, 1995, s. 2395-2401.
- [79] MEDVEDOVSKI, E. Alumina ceramics for ballistic protection. Part. *American Ceramic Society Bulletin.* 2002, **81**(3), 27-31.
- [80] JAMES, B. Practical issues in ceramic armour design. In: MCCAULEY, J. W, ed., A. CROWSON, ed. a W. A. GOOCH, JR, ed. *Ceramic Armor Materials by Design, Ceramic Transactions*. Westerwille, Spojené Státy Americké: American Ceramic Society, 2002, s. 33-44.
- [81] GALANOV, B., O. GRIGORIEV a S. IVANOV. Structure and properties of shockresistant ceramics developed at the institute for problems in materials science. In:

MCCAULEY, J. W., ed., A. CROWSON, ed. a W. A. GOOCH, JR, ed. *Ceramic Armor Materials by Design, Ceramic Transactions*. Westerville, Spojené Státy Americké: American Ceramic Society, 2002, s. 73-81.

- [82] MEDVEDOVSKI, Eugene a Partho SARKAR. Indentation Testing of Armor Ceramics. EDGAR, L.-C. a M. READEY. 28th International Conference on Advanced Ceramics and Composites A: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 25, Issue 3
   [online]. 2004, s. 589-596 [cit. 2017-04-25]. DOI: 10.1002/9780470291184.ch86. ISBN 9780470291184. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1002/9780470291184.ch86
- [83] QUINN, Janet a George QUINN. On the Hardness and Brittleness of Ceramics. *Key Engineering Materials* [online]. 1997, 132-136, 460-463 [cit. 2017-05-22]. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.132-136.460. ISSN 16629795. Dostupné z: http://www.scientific.net/KEM.132-136.460
- [84] MENDELSON, MEL. Average Grain Size in Polycrystalline Ceramics. Journal of the American Ceramic Society [online]. 1969, 52(8), 443-446 [cit. 2017-05-22]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1969.tb11975.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1969.tb11975.x
- [85] ASSMANN, S., U. EISELE a H. BÖDER. Processing of composites in aqueous media. Journal of the European Ceramic Society [online]. 1997, 17(2-3), 309-317 [cit. 2017-04-25]. DOI: 10.1016/S0955-2219(97)80001-F. ISSN 09552219. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S095522199780001F
- [86] BUKVIC, Gill, Luiz SANCHEZ, Carlos FORTULAN, A. FIOCCHI a Ioan MARINESCU. GREEN MACHINING ORIENTED TO DIMINISH DENSITY GRADIENT FOR MINIMIZATION OF DISTORTION IN ADVANCED CERAMICS. *Machining Science and Technology* [online]. 2012, 16(2), 228-246 [cit. 2017-05-23]. DOI: 10.1080/10910344.2012.673968. ISSN 10910344. Dostupné z: http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/10910344.2012.673968
- [87] SHEN, Zhijian, Mats JOHNSSON, Zhe ZHAO a Mats NYGREN. Spark Plasma Sintering of Alumina. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 2002, 85(8), 1921-1927 [cit. 2017-05-18]. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2002.tb00381.x. ISSN 00027820. Dostupné z: http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.2002.tb00381.x
- [88] MICHÁLEK, Martin, Katarína BODIŠOVÁ, Monika MICHÁLKOVÁ, Jaroslav SEDLÁČEK a Dušan GALUSEK. Alumina/MWCNTs composites by aqueous slip casting and pressureless sintering. *Ceramics International* [online]. 2013, **39**(6), 6543-6550 [cit. 2017-05-22]. DOI: 10.1016/j.ceramint.2013.01.087. ISSN 02728842. Dostupné z: http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884213001211

# 8 Seznam použitých zkratek a symbolů

## Zkratky

5SiC – keramická suspenze a vrstvy z ní vytvořené obsahující 95 obj. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 5 obj. % SiC A – keramická suspenze a vrstvy z ní vytvořené obsahující pouze Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

- $Al_2O_3 oxid hlinitý$
- B<sub>4</sub>C karbid bóru
- $CeO_2 oxid ceričitý$
- CIP izostatické lisování za studena
- GB hranice zrn
- HIP izostatické lisování za tepla
- HK tvrdost podle Knoopa
- HP jednoosé lisování za tepla
- HV tvrdost podle Vickerse
- MOSFET Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor
- PVA polyvinylalkohol
- SEM rastrovací elektronový mikroskop
- SiC karbid křemíku
- SiO<sub>2</sub> oxid křemičitý
- SPS slinování plazmovou jiskrou (Spark plasma sintering)
- TEM transmisní elektronový mikroskop
- Y2O3 oxid yttritý
- ZrO<sub>2</sub> oxid zirkoničitý
- ZTA oxidem zirkoničitým zhouževnatěný oxid hlinitý

## Symboly

- $\xi, \xi^*$  [-] tvarový faktor
- $\sigma_n$  [Pa] mez pevnosti, normálové napětí
- a [m] průměr úhlopříček vtisku a šířka tělesa pro 4-bodový ohyb
- b [m] výška tělesa pro 4-bodový ohyb
- B [-] křehkost
- c [m/s] rychlost šíření zvuku
- D [m] vzdálenost mezi krajní a jednou z prostředních opor u 4-bodového ohybu
- D [-] disipace balistické energie
- E [Pa] Youngův modul pružnosti
- F [N] síla
- H [Pa] tvrdost
- HK [Pa] tvrdost podle Knoopa
- HV [Pa] tvrdost podle Vickerse
- I [A] elektrický proud
- K<sub>IC</sub> [J] lomová houževnatost
- l [m] poloviční délka trhlin vpichu

L [m] – délka vzorku pro zkoušku ohybem

 $L_{1,} L_{2} [m] - vzdálenost podpor u 4-bodového ohybu$ 

Q [C] – elektrický náboj

R [m] – poloměr slinované částice

S [-] – strukturní faktor

S [m<sup>2</sup>] – plocha

t [s] – čas

U [V] – elektrické napětí

# 9 Seznam obrázků

Obrázek 1 Klasifikace keramických částicových kompozitů.

Obrázek 2 TEM snímek mikrostruktury Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a SiC kompozitu s SiC zrny v intergranulárních pozicích (bílé šipky) a téměř intragranulární pozici (černá šipka).

Obrázek 3 TEM fotografie kompozitu  $Al_2O_3$  s 5 obj. % SiC (SiC je označen v obrázku černými šipkami).

Obrázek 4 Pevnost (strength) a houževnatost (toughness) jako funkce obj. % SiC v Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Niihara & Nakahira • (trojbodový ohyb a indentace podle Vickerse), Borsa a kol.  $\Box$  (čtyřbodový ohyb), Zhao a kol.  $\Delta$  (čtyřbodový ohyb a indentační-pevnostní metoda), Davidge a kol.  $\nabla$  (tříbodový ohyb s vrubem).

Obrázek 5 SEM snímek šířící se trhliny skrz  $Al_2O_3$  vrstvy a jejího odklonu do SiC vrstvy (delaminace laminátu).

Obrázek 6 Stádia jednoosého lisování za studena.

Obrázek 7 Schéma jednoosého lisu pracujícího za vysokých teplot (Hydraulic press – hydraulický píst, Cooled platen – chlazená vložka, High-strenght refractory block – vysokopevnostní žáruvzdorný blok, Refractory punch – žáruvzdorný píst, Furnace insulative refractory lining – izolační žáruvzdorná pecní vložka, Mold – forma, Powder – prášek, Replaceable mold liner – vyměnitelná vložka formy, Plug – kolík, Mold support block – podpěrný blok formy, Refractory block – žáruvzdorný blok).

Obrázek 8 Schéma izostatického lisování za studena (Breach-lock or pressure cover – přetlakový kryt, Fluid – tekutina, Mold seal plate – těsnící destička formy, Rubber mold – gumová forma, Powder – prášek, Metal mandrel – kovový prášek, Pressure vessel – tlaková nádoba, Wire mesh basket – drátěný koš, Pressurization source – zdroj přetlaku).

Obrázek 9 Schéma izostatického lisování za tepla (Upper cover – vrchní kryt, Cooling jacket – chladící vrstva, Components – komponenty, Pressure vessel – tlaková nádoba, Heater – topný element, Thermocouple – termočlánek, Power connection – zdroj napájení, Gas in – přívod plynu, To pump – k pumpě, Over-pressure release – uvolnění přetlaku).

Obrázek 10 Schématické porovnání a) elektrostatické a b) sterické stabilizace.

Obrázek 11 Spojení dvou kulovitých keramických částic během tepelného zpracování.

Obrázek 12 Schéma zániku nebo růstu zrna (černá) podle počtu sousedů (bílá).

Obrázek 13 Geometrie 4- a 3-bodového ohybu. (P – zátěžová síla, h – tloušťka vzorku, L – délka vzorku, D – vzdálenost mezi krajní a jednou z prostředních opor).

Obrázek 14 Schéma zkoušky 4-bodovým ohybem pro a) jednoduchý vrub a b) chevronový vrub, (Crack – trhlina).

Obrázek 15 Schéma indentačního vpichu s trhlinami. a) řez vpichem, b) půdorys vpichu. Indentation – vpich, Plastic zone – plastická zóna, Median/radial cracks – střední/radiální trhliny, 2a – délka úhlopříčky vpichu, 2l – délka radiálních trhlin vpichu.

Obrázek 16 Keramická destička po balistickém testování. a) čisté Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, b) čisté SiC.

Obrázek 17 SEM fotografie prášků. a) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, b) SiC.

Obrázek 18 Relativní hustota slinutých  $Al_2O_3$  disků s různým přídavkem SiC ve struktuře připravených suchou cestou.

Obrázek 19 Tvrdost slinutých  $Al_2O_3$  disků s různým přídavkem SiC ve struktuře připravených suchou cestou.

Obrázek 20 Míra poškození grafitové formy: a) grafitová forma, b) detail vnitřní stěny nové formy c) detail vnitřní stěny formy používané při použití suché cesty, d) detail vnitřní stěny formy používané s tělesy připravených metodou slip-casting.

Obrázek 21 Dvojvrstvý laminát s ostrou hranicí mezi vrstvami.

Obrázek 22 RTG difraktogramy čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a kompozitu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> s 5 obj. % SiC.

Obrázek 23 Relativní hustota slinutých disků čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5SiC kompozitu a vrstevnatých laminátů.

Obrázek 24 Tvrdost slinutých disků čistého Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 5SiC kompozitu a jednotlivých vrstev v laminátech.

Obrázek 25 Závislost tvrdosti na relativní hustotě slinutých disků.

Obrázek 26 SEM fotografie lomové plochy A monolitu s interkrystalickým lomem (bílé šipky) a transkrystalickým lomem (černé šipky).

Obrázek 27 SEM fotografie lomové plochy 5SiC částicového kompozitu s interkrystalickým lomem (bílé šipky), transkrystalickým lomem (černé šipky) a ředinami neslinutých SiC částic (žluté šipky).