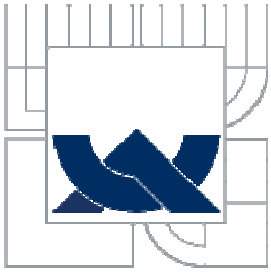


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

ŠÍRENÍ TRHLIN SKLONĚNÝCH K ROZHRANÍ KERAMICKÝCH LAMINÁTŮ

PROPAGATION OF INCLINED CRACKS TO THE INTERFACE OF CERAMIC LAMINATES

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE — Bc. LENKA SLABÁKOVÁ
AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE — Ing. ZDENĚK CHLUP, Ph.D.
SUPERVISOR

BRNO 2010

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství
Akademický rok: 2009/2010

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Lenka Slabáková

který/která studuje v **magisterském navazujícím 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:

Šíření trhlin skloněných k rozhraní keramických laminátů

v anglickém jazyce:

Propagation of inclined cracks to the interface of ceramic laminates

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Vrstevnaté keramické materiály představují skupinu materiálů atraktivní svou odolností proti otěru, pevností, vysokou teplotní a korozní stálostí a zejména možností ovlivňovat šíření trhliny vhodnou volbou materiálu vrstev, čímž lze zvýšit jejich použitelnost v náročných aplikacích. Numerickými metodami výpočtů polí deformací, příp. napětí pomocí konečných prvků lze v blízkosti čela trhliny stanovit vhodným kritériem i předpokládaný směr šíření po překonání materiálového rozhraní. Nicméně experimentální ověření těchto výpočtů bylo doposud prováděno pouze na základě znalosti odklonu povrchových trhlin vytvořených vtiskem indentoru.
Po shrnutí několika současných prací v této oblasti provede diplomant experimentální ověření nově navrhovaného přístupu ke zkoušení lomově mechanických charakteristik těles s trhlinou skloněnou k bi-materiálovému rozhraní. Kromě zvládnutí metodiky přípravy vzorků a vyhodnocení zkoušek budou předmětem hodnocení i fraktografické analýzy lomových povrchů za použití světelné i elektronové mikroskopie.
Práce budou realizovány ve spolupráci se skupinou Křehký lom ÚFM AVČR.

Cíle diplomové práce:

Základním cílem práce je získání informací o chování trhliny, která není kolmá k rozhraním keramického laminátu. Bude sledováno zda dojde k delaminaci, odklonu trhliny z původního směru šíření, popřípadě k jejímu větvení. Rovněž se diplomant seznámí s metodikami kvantitativního popisu struktury, resp. lomových projevů. Podle stupně vyspělosti se diplomant dále seznámí a aktivně využije techniky měření mikrodeformací založené na interferenčních obrazcích povrchu (ESPI) zkoušených vzorků v místě šíření trhliny k analýze deformačních polí.

Seznam odborné literatury:

[1] Raul Bermejo, Javier Pascual, Tanja Lube, Robert Danzer: Optimal strength and toughness of Al2O3–ZrO2 laminates designed with external or internal compressive layers, Journal of the European Ceramic Society 28 (2008) 1575–1583

[2] Vincenzo M. Sglavo, Massimo Paternoster, Massimo Bertholdi: Tailored residual stresses in high reliability alumina-mullite ceramic laminates, Journal of the American Ceramic Society Volume 88, Issue 10, Date: October 2005, Pages: 2826-2832.

[3] Hynek Hadraba, Karel Maca, Jaroslav Cihlar: Electrophoretic deposition of alumina and zirconia: II. Two-component systéme, Ceramics International, Volume 30, Issue 6, 2004, Pages 853-863

[4] Zdenek Chlup, Hynek Hadraba: Alumina and Zirconia Based Layered Composites: Part 2 Fracture Response, EPD2008, Key Engineering Materials Vol. 412 (2009) pp 227-232.

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

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2009/2010.

V Brně, dne 18.2.2010

L.S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc. Ředitel ústavu	prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc. Děkan fakulty

ABSTRAKT

Využití výhod kompozitních materiálů majících laminátní strukturu bylo a je cílem při návrhu rozličných komponent. Keramické lamináty nacházejí uplatnění tam, kde jsou požadovány speciální vlastnosti, jako je nízká hustota, teplotní a chemická odolnost. Hlavní překážkou většího rozšíření keramických materiálů je jejich inherentní křehkost. Proto je v předkládané práci řešena zejména problematika šíření trhlin v keramických laminátech. Lamináty na bázi korundu a zirkonu mající různé objemové podíly jednotlivých složek byly připraveny technikou elektroforetické depozice. Na základě důkladné literární rešerše byly navrženy postupy hodnocení šíření trhlin přes rozhraní a dále pak metody stanovení základních mechanických vlastností. Díky přítomnosti vnitřních napětí a rozdílného modulu pružnosti byl sledován odklon trhliny procházející přes rozhraní. Pro sledování tohoto fenoménu byla navržena nestandardní zkušební tělesa umožňující šíření trhliny pod zvoleným úhlem směrem k rozhraní. Na základě experimentálních prací bylo zjištěno, že míra odklonu trhliny je závislá na vstupním úhlu a dále pak na objemovém podílu jednotlivých složek laminátního systému. Důležitým poznatkem je také fakt, že uvnitř materiálu docházelo k většímu odklonu trhliny, než bylo pozorováno na povrchu. Studium tohoto jevu významně podpořily výsledky získané z 3D rekonstrukce lomových ploch s využitím konfokální mikroskopie. Dále byly stanoveny základní elastické a pevnostní charakteristiky laminátů, které byly srovnány s parametry stanovenými pro jednotlivé složky. Z porovnání modulu pružnosti byla ověřena platnost směšovacího pravidla. Jako nejvěrohodnější metoda stanovení modulu pružnosti laminátu se jeví dynamická rezonanční metoda, která vykazovala velmi malý rozptyl hodnot. Pevnostní charakteristiky laminátů vykazovaly tendenci blížit se hodnotě pevnosti nejméně pevné složky systému a nelze tedy využít směšovací pravidlo, jak tomu bylo u modulu pružnosti. Změna objemového podílu jednotlivých složek laminátu vede pouze ke změně velikosti rozptylu ohybové pevnosti. Díky poznatkům získaným v této práci o šíření trhlin a stanovení základních mechanických charakteristik bude jednodušší navrhnout vhodný laminát dle potřeb aplikace.

KLÍČOVÁ SLOVA

laminát, šíření trhliny, lomová houževnatost, vnitřní napětí, Al_2O_3, ZrO_2.

ABSTRACT

Composite materials with laminated structure provide advantages which are utilised during component design. Low density, temperature and chemical stability are the profitable properties predetermining application of ceramic laminates. The main obstacle for wide spread of ceramic materials is their inherent brittleness. Therefore, in this thesis, the crack propagation in ceramics laminates is extensively studied. Laminated structures with various volume fractions of components (alumina and zirconia) were prepared by electrophoretic deposition. Evaluation of crack propagation through the interface and determination of basic mechanical properties was conducted on the basis of extensive literature search. Crack

deflection originated in both presence of internal stresses and differences in elastic modulus during the crack interface passing was monitored. A special type of specimen geometry was employed with the aim to set arbitrary angle between crack and interface. It was experimentally found that the degree of crack deflection is dependent on entering angle and volume fraction of components. Higher crack deflection was already found in the bulk of the test piece comparing to the test piece surface. The 3D fracture surface reconstruction generated using laser confocal microscopy was used in this detailed crack propagation study. Further basic elastic and strength characteristics of laminates were determined and compared to those obtained from monolithic materials. The validity of the mix rule for elastic characteristics was confirmed by comparing of elastics modulus. The most reliable method for elastic modulus determination was marked the dynamic resonance method due to low scatter and consistency in measurement. The flexural strength of all laminates tends to be close to the flexural strength of the weaker component. Therefore the mix rule is not applicable for flexural strength estimation on the contrary of elastic characteristics. The change of component volume fraction leads only to change of flexural strength scatter. Thanks to gained knowledge about crack propagation and basic characteristic determination it will be possible to design ceramic laminates more efficiently for given needs of application.

KEYWORDS:

laminate, crack propagation, fracture toughness, residual stresses, Al_2O_3, ZrO_2.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

SLABÁKOVÁ, L. *Šíření trhlin skloněných k rozhraní keramických laminátů.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 73 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Zdeněk Chlup, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Tímto prohlašuji, že jsem předkládanou diplomovou práci vypracovala samostatně na základě uvedené literatury.

V Brně dne

…….
Lenka Slabáková

PODĚKOVÁNÍ

Na tomto místě bych chtěla velice poděkovat svému vedoucímu Ing. Zdeňku Chlupovi, Ph. D., který mi významně pomohl při řešení této práce. Dále také děkuji všem pracovníkům Skupiny křehkého lomu ÚFM AVČR, v. v. i. za jejich vstřícný přístup a cenné rady. V neposlední řadě směřuje poděkování také na Odbor keramiky a polymerů na FSI. Práce vznikla za finanční podpory projektu AVČR číslo M100410902.

OBSAH

1 ÚVOD 1
2 LITERÁRNÍ STUDIE 2
2.1 Monolitická keramika 2
2.1.1 Podstata křehkosti 2
2.1.2 Typy keramik 3
2.2 Kompozitní keramiky 6
2.2.1 Zhouževnaťující mechanismy 6
2.2.2 Kompozity s diskontinuální výztuží 9
2.2.3 Kompozity s kontinuální výztuží 10
2.2.4 Keramické lamináty 11
2.2.5 Použití vrstevnatých keramik 17
2.3 Výroba 18
2.3.1 Tape casting (Lití pásků) 18
2.3.2 Sequential slip casting (Sekvenční suspenzní lití) 19
2.3.3 Centrifugal Casting (Odstředivé lití) 20
2.3.4 Elektroforetická depozice (EPD) 21
2.4 Mechanické vlastnosti 22
2.4.1 Tvrdost 22
2.4.2 Modul pružnosti 23
2.4.3 Pevnost 25
2.4.4 Lomová houževnatost 29
2.4.5 Statistické zpracování dat 32
3 CÍLE PRÁCE 35
4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST 36
4.1 Materiál 36
4.2 Příprava vzorků 37
4.2.1 Řezání 37
4.2.2 Broušení 38
4.2.3 Leštění 38
4.2.4 Příprava vrubů 39
4.3 Zkoušky a metodiky 39
4.3.1 Stanovení ohybové pevnosti 39
4.3.2 Lomová houževnatost 40
4.3.3 Dokumentace a analýza dat - konfokální mikroskopie 41
4.3.4 Měření modulu pružnosti 43
5 VÝSLEDKY 47
5.1 Pevnost v ohybu 47
5.1.1 Weibullovo rozdělení 48
5.1.2 Fraktografická analýza 49
5.2 Modul pružnosti 51
5.2.1 Rezonanční metoda 51
5.2.2 Směšovací pravidlo 52
5.2.3 ESPI metoda 53
5.2.4 Měření modulu pružnosti pomocí korigovaného průhybu 54
5.3 Lomová houževnatost 54
5.4 Trojrozměrná rekonstrukce povrchu 56

5.4.1 Laminát skládající se ze stejného poměru složek 56
5.4.2 Laminát s poměrem vrstev 2A : 1Z 58
5.4.3 Laminát s poměrem vrstev 2Z : 1A 59
6 DISKUZE 61
6.1 Pevnost v ohybu 61
6.2 Moduly pružnosti 62
6.3 Houževnatost 63
6.4 Analýza lomových ploch 64
7 ZÁVĚRY 67
8 LITERATURA 69
9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ 72

1 ÚVOD

Již pravěký člověk používal hlínu při stavbě svého obydlí. Podle některých autorů [1] je nejstarším dochovaným keramickým předmětem Věstonická Venuše, jejíž stáří se odhaduje přibližně na 26 000 let. První keramická nádoba vznikla pravděpodobně omylem při vypálení hlínou vymazaného proutěného košíku. Tato událost se datuje do období střední doby kamenné. Nejstarší keramické nádoby byly nalezeny v Japonsku [1] a jižní Číně a předpokládá se, že vznikly mezi léty 11 000 až 9 500 př. n. l. [2]. Od pátého tisíciletí př. n. l. se v Uruku začalo stavět z pálených cihel. Keramika je tedy velmi starý materiál, který se používá již přes 13 000 let. Skoro veškerou dobu své existence se používá zejména na výrobu nádob či cihel. Teprve v 19. století nalézá uplatnění i v průmyslu – např. porcelán v elektrotechnice. Stále se však jedná o tzv. tradiční keramiku, tj. keramiku, která se vyrábí ze surovin, jako je jíl, živec či křemen, které se volně nalézají v přírodě.

Druhou a pro materiálové inženýry významnější skupinou jsou tzv. pokročilé keramické materiály, které se vyrábějí z uměle připravených sloučenin oxidů, karbidů či nitridů. Tyto materiály nacházejí široké uplatnění zejména tam, kde je požadována vysoká tvrdost a pevnost, vysoká chemická odolnost a nízká hustota. Keramické materiály se v konstrukčních aplikacích používají již řadu let, ale vždy za nižších než efektivních podmínek namáhání v tlaku. Již více než 30 let je cílem vyvinout takové konstrukční keramické materiály, které překonají svou inherentní křehkost, budou houževnatější a budou lépe odolávat tahovému zatížení. [3]

V dnešní době se materiály nevolí pouze podle svých vlastností, snahou je přizpůsobit vlastnosti materiálů podle konkrétních požadavků konstruktérů. Hovoříme o materiálech šitých na míru (Taylored materials) či o funkčně gradientních materiálech (FGM). Funkčně gradientní materiály jsou heterogenní materiály se záměrně nerovnoměrně rozloženými strukturními složkami, jejichž výsledkem je změna fyzikálních a chemických vlastností v určitém směru. Jednou skupinou FGM jsou materiály se skokovou změnou vlastností, ke které dochází např. na rozhraní 2 materiálů s různými fyzikálními vlastnostmi. Do této skupiny patří jak povlaky, tak složitější vrstevnaté struktury. [4] Následující práce se zabývá keramickými vrstevnatými kompozity a šířením trhliny přes jejich jednotlivé vrstvy.

2 LITERÁRNÍ STUDIE

Požadavky kladené na konstrukční materiály se neustále zvyšují. Pokročilé keramické materiály díky svým výborným vlastnostem, mezi které patří vysoká měrná pevnost, tvrdost a otěruvzdornost, splňují mnohé z nich. Jejich masivnímu rozšíření v technické praxi však brání především jejich inherentní křehkost, která souvisí i s nižší spolehlivostí součástí vyrobených z těchto materiálů.

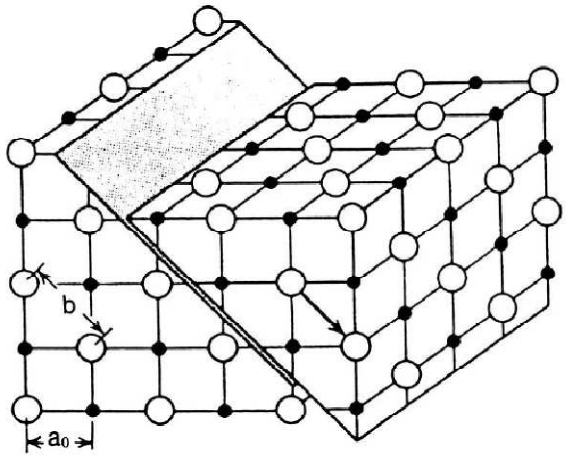
Inherentní křehkost lze částečně překonat následujícími přístupy: 1. dokonalejším porozuměním makro i mikro mechanismu porušování křehkých materiálů; 2. kvalitnější (bezdefektní) přípravou těchto materiálů a 3. výzkumem nových materiálů a struktur s větší odolností proti porušení. [5] Vývoj keramických kompozitních materiálů zahrnuje všechny výše uvedené přístupy, a proto se jeví být správnou cestou. Ostatně příroda se touto cestou vydala již dávno, bambus, kosti či perly [6] mají kompozitní strukturu.

2.1 Monolitická keramika

Jak již název napovídá, monolitická keramika obsahuje ve své struktuře pouze atomy jednoho keramického materiálu.

2.1.1 Podstata křehkosti

Keramické materiály se do lomu většinou deformují pouze elasticky. Téměř nulová plastická deformace je příčinou jejich křehkého chování. Jedním z hlavních důvodů jsou vazby mezi atomy. V keramických materiálech se vyskytuje kovalentní, iontový, či smíšený typ vazby. Kovalentní vazba je pevná a vysoce směrová. Piersovo-Nabarrovo napětí potřebné pro pohyb dislokací je v keramických materiálech s kovalentními vazbami příliš vysoké a tudíž, na rozdíl od kovů, nedochází k deformacím pomocí pohybu dislokací.



Obr. 2.1: Schéma pokluzu v iontové keramice [1]

Důvodem křehkosti iontových keramik je nesplnění von Misesova kritéria, tj. existence 5 nezávislých aktivních skluzových systémů. K pokluzu může dojít pouze na těch rovinách, u kterých nedochází ke kontaktu iontů se stejným nábojem, musí být zachována

elektroneutralita a poměr kationtů a aniontů v mřížce (viz Obr. 2.1:). Počet příznivých skluzových rovin sice není velký, ale monokrystaly s jednoduchou mřížkou mohou v určitých směrech vykazovat vysokou plasticitu. U polykrystalických keramik není počet skluzových systémů dostatečný a zhoršená manévrovatelnost dislokací vede k tvorbě trhlin na hranici zrn. Většina keramických materiálů má smíšený typ vazby, a proto je příčinou křehkosti kombinace jak nízké pohyblivosti, tak nízké manévrovatelnosti dislokací. [1, 7]

Keramické materiály jsou velice citlivé na přítomnosti defektů. Velkým nebezpečím je, že ke katastrofálnímu porušení dochází rychle a bez varování. Z tohoto důvodu je použití keramických materiálů pro konstrukční aplikace značně problematické.

2.1.2 Typy keramik

Pokročilé keramické materiály se rozdělují podle použití, chemické vazby či složení. Podle složení se většinou dělí na oxidové a neoxidové keramické materiály.

Oxidové keramiky

Oxidové keramiky zahrnují jedno čí vícefázové keramické materiály s mikrostrukturou tvořenou jedním oxidem. Keramiky tvořené komplexními oxidy (např. titaničitany) se obvykle do této skupiny neřadí [8]. Mezi oxidové keramiky patří oxid hlinitý a zirkoničitý, o nichž bude podrobněji pojednáno níže, oxid hořečnatý či titaničitý. Při vysoké slinovací teplotě je většinou dosaženo homogenní struktury, která zaručuje zlepšení vlastností. Kromě funkčních aplikací (elektrotechnika) nacházejí široké uplatnění také jako konstrukční materiál. A to zejména díky korozní a vysokoteplotní odolnosti, tlakové pevnosti a otěruvzdornosti.

- *Silikátové keramiky*

Silikáty někdy tvoří samostatnou skupinu [9], ale vzhledem k chemickému složení patří mezi oxidové keramiky. Řadí se mezi nejdéle používanou skupinu keramik. Základem jsou přírodní suroviny (jíl, kaolín), které mohou být pro dosažení lepších vlastností modifikovány syntetickými oxidy. Při slinování se vždy kromě krystalické fáze tvoří i skelná fáze (>20%). Kvůli použití přírodních surovin a nižší slinovací teplotě jsou oproti neoxidovým a dalším oxidovým keramikám výrazně levnější.

Silikátové keramiky jsou založeny buď na hlinito-křemičitanech (např. technický porcelán), nebo na bázi MgO-Al_2O_3-SiO_2, kam patří steatitová, cordieritová či forsteritová keramika. Dalším typem je polykomponentní keramika LAS (Li_2O-Al_2O_3-SiO_2), která má velmi nízkou tepelnou roztažnost a tedy výbornou odolnost proti teplotním šokům.

Silikáty nejčastěji nalézají uplatnění v nízko- a vysokonapěťových zařízeních, a to zejména jako isolátory. Dále se používají jako žáruvzdorné materiály. Pro konstrukční aplikace se silikátové keramiky příliš nehodí z důvodu nízkých hodnot mechanických vlastností (např. ohybová pevnost (3 b.o.) se pohybuje pouze od 15 do 150 MPa) [9, 10].

- *Al_2O_3 – oxid hlinitý*

Jeden z nejrozšířenějších keramických materiálů, který má široké uplatnění v mnoha oborech (elektronika, elektrotechnika, chemický průmysl, medicína, strojírenství, vysokoteplotní aplikace). V zemské kůře je obsaženo velké množství oxidu hlinitého, většina je uložena v rudě bauxitu. Bayerovým procesem je možné odstranit nečistoty SiO_2, Fe_2O_3, TiO_2 a Na_2O a získat 99,5% čistý Al_2O_3. Běžně se prodává oxid hlinitý o čistotě 85 – 99,9% a požadované velikosti zrn.

Oxid hlinitý je vědecky nejčastěji zkoumaným keramickým materiálem a je také materiálem, na kterém se nejčastěji demonstruje chování keramik. Má výbornou chemickou odolnost a stabilitu až do teploty tavení (2050°C), tvrdost za zvýšených teplot, a nízkou tepelnou vodivost. Mechanické vlastnosti jsou též výtečné (viz tab. 2.1). Oxid hlinitý je polymorfní, různých struktur lze dosáhnout odlišnou chemickou syntézou. Pro konstrukční aplikace se nejčastěji používá α-Al_2O_3. γ-Al_2O_3 nachází široké uplatnění jako katalyzátor.

V závislosti na slinovacím procesu lze získat různé mikrostruktury s rozdílnými mechanickými vlastnostmi. Slinovací teploty se pohybují od 1450°C (pro nanometrickou velikost prášku) do 1600°C pro komerčně nejčastěji používaný prášek o mikrometrické velikosti zrn.

Ačkoliv byly mechanické vlastnosti oxidu hlinitého zlepšeny, houževnatost je stále relativně nízká a materiál je stále velmi křehký. Z tohoto důvodu nabývají na významu kompozity založené na oxidu hlinitém. Mezi nejvýznamnější patří oxid hlinitý zpevněný whiskery z karbidu křemíku a dále ZTA (oxid hlinitý zpevněný oxidem zirkoničitým).

Tab.2.1: Charakteristické hodnoty vlastností v závislosti na obsahu Al_2O_3

	symbol	< 90%	92 – 96%	99%	>99%
Hustota	ρ [g/cm^3]	> 3,2	3,4 – 3,8	3,5 – 3,9	3,75 – 3,98
Pevnost (4 – b.o.)	σ [MPa]	> 200	230 - 400	280 - 400	300 - 580
Weibullův modul	m [-]	10 - 15			
Modul pružnosti	E [GPa]	> 200	220 - 340	220 - 350	300 - 380
Tvrdost	HV	1200 - 1500	1200 - 1500	1200 - 2000	1700 -2300
Lomová houževnatost	K_{IC} [MPa·m$^{1/2}$]	3,5 – 4,5	4 – 4,2	4 – 4,2	4 -5,5
Teplotní roztažnost	α [10^{-6}K^{-1}]	6-8			7-8,5
Poissonův poměr	μ [-]	0,21-0,27.			

- *ZrO_2– oxid zirkoničitý*

Byl objeven v roce 1892 jako hlavní složka baddeleyitu. Má vynikající ohnivzdornost (teplota tavení je 2680°C), dobré optické vlastnosti, excelentní chemickou a korozní odolnost, odolnost proti opotřebení a nízkou tepelnou vodivost. Uplatnění nachází při výrobě bioimplantátů, kuchyňských nožů, tlakových ventilů, částí ložisek, součástí pro chemický a důlní průmysl apod. [3, 11, 12] V zemské kůře se vyskytuje pouze v malém

množství (0,02-0,03%), ale naštěstí je koncentrován v jedné oblasti. Oproti Al_2O_3 je relativně drahý (asi 10×). Čistý se vyskytuje ve 3 polymorfních stavech, v monoklinickém, tetragonálním a kubickém. Při atmosférickém tlaku se nad 2400°C vyskytuje v kubické mřížce. Mezi 1000°C a 2400°C je mřížka tetragonální a pod teplotou 1000°C je monoklinická. Transformace kubické mřížky na tetragonální je difuzní. Transformace z tetragonální na monoklinickou mřížku je martenzitická se čtyřprocentním nárůstem objemu.

Zájem o ZrO_2 narostl, když bylo zjištěno, že dopováním lze ovlivnit fázovou transformaci. Tato transformace je zodpovědná za jedinečné mechanické vlastnosti materiálů obsahujících ZrO_2. Teplota transformace tetragonální fáze na monoklinickou může přidáním vhodných aditiv (nejčastěji kovové oxidy: Y_2O_3, MgO, CeO_2 a CaO) klesnout pod pokojovou teplotu. Proto je při pokojové teplotě tetragonální fáze v metastabilním stavu. V případě, že dojde k zatížení této metastabilní fáze, např. koncentrací napětí na čele trhliny při jejím růstu, dojde k přetransformování na stabilní monoklinickou fázi. V důsledku nárůstu objemu může být zabráněno růstu trhliny vznikem tlakových napětí, která se vytváří v okolí čela trhliny (napěťově indukovaný transformační mechanismus). [12]

Tab.2.2: Charakteristické hodnoty vlastností částečně stabilizovaného ZrO_2 [8, 10]

	symbol	Částečně stabilizovaný ZrO_2
Hustota	ρ [g/cm^3]	5 – 6
Pevnost (4 – b.o.)	σ [MPa]	500 – 1000
Modul pružnosti	E [GPa]	200 – 210
Tvrdost	HV	1100 – 1250
Lomová houževnatost	K_{IC} [MPa·m$^{1/2}$]	5,8 – 10,5
Teplotní roztažnost	α [10^{-6}K^{-1}]	10-12,5

Neoxidové keramiky

Neoxidové keramiky se používají již od konce 19. století, kdy byl Achesonem syntetizován karbid křemíku. Mezi neoxidovou keramiku se řadí především karbidy, nitridy, oxynitridy, boridy a silicidy. Uplatnění nacházejí jako řezné nástroje (WC), tvrdá abraziva (Si_3N_4, B_4C, BN, SiC), raketové trysky (TiB_2), hořáky (Si_3N_4) elektrody pro tavení kovů (ZrB_2) či jako topné články ($MoSi_2$). [10]

Mezi nejdůležitější konstrukční neoxidové keramiky patří karbid a nitrid křemíku (SiC, Si_3N_4) a sialony (systém Si-Al-O-N). Neoxidové keramiky mají oproti ostatním mnoho vynikajících vlastností, mezi které se řadí vysoká houževnatost (Si_3N_4), vysoká pevnost (i za vysokých teplot – Si_3N_4), vynikající odolnost proti teplotním šokům (Si_3N_4), mimořádná otěruvzdornost Si_3N_4, SiC), malá tepelná roztažnost (Si_3N_4, SiC), korozní odolnost za vysokých teplot (SiC) a vysoká tvrdost (SiC). Největší nevýhodou je příliš nákladná výroba, která je oproti oxidovým keramikám náročnější, zejména proto, že neoxidové keramiky s převládající kovalentní vazbou se musí připravovat vysokoteplotními procesy v redukční nebo inertní atmosféře. [13]

Tab.2.3: Vlastnosti vybraných neoxidových keramik [13]

	symbol	Si_3N_4	β- sialony	SiC
Hustota	ρ [g/cm^3]	3,2	3,25	3,2
Pevnost (4 – b.o.)	σ [MPa]	400 - 1000	do 1000	450 - 650
Modul pružnosti	E [GPa]	280 - 320		420
Tvrdost	HV	1400 - 1800	1500-2400	2100 - 2500
Lomová houževnatost	K_{IC} [MPa·m$^{1/2}$]	2 - 8	4 - 8	3 - 6
Teplotní roztažnost	α [10^{-6}K^{-1}]	2-3	3	4-5

2.2 Kompozitní keramiky

Kompozitní je takový materiál, ve kterém jsou specifickým způsobem kombinovány dvě nebo více komponent o značně odlišných fyzikálních a chemických vlastnostech. Od slitiny, která je též heterogenní, se liší tím, že je vyráběn mechanickým mísením jednotlivých složek. Pro kompozitní materiály je charakteristický tzv. synergismus, tedy, že některé vlastnosti kompozitu jsou vyšší, než by odpovídalo pouhému poměrnému sečtení vlastností jednotlivých složek dle objemového podílu. [14]

Kompozit může být tvořen kombinacemi různých materiálových skupin, ale tato práce se zaměřuje pouze na kompozity skládající se z keramické výztuže a keramické matrice. Kvalita rozhraní mezi matricí a výztuží má zásadní vliv na vlastnosti výsledného kompozitu.

Jak již bylo dříve uvedeno, keramika je materiál náchylný k náhlému křehkému porušení. Problémem je jak snadná iniciace trhliny, tak její následné šíření. Iniciace trhliny je důsledkem velké koncentrace napětí na vnitřní nebo povrchové vadě materiálu. Snadné šíření trhliny souvisí s nízkou lomovou houževnatostí. Citlivost vůči vadám a nízká lomová houževnatost jsou zodpovědné za nízkou spolehlivost keramik v konstrukčních aplikacích.

Prvním přístupem, jak překonat malou spolehlivost, je omezit počet a velikost vad přítomných v keramice (ultrajemné výchozí suroviny, lepší uspořádání, menší porozita. Od 70. let 20. st. převládá snaha o zvýšení lomové houževnatosti. Cílem je snížit citlivost materiálu vůči obsaženým vadám a vyvarovat se náhlému lomu zvýšením odolnosti proti šíření trhliny. Tím je dosaženo spolehlivějšího materiálu pro konstrukční a teplotní aplikace. [3, 5]

2.2.1 Zhouževnaťující mechanismy

Polykrystalická keramika obsahuje ve své struktuře mnoho různě velkých vad. Pokud je zatěžována napětím menším než kritickým, dochází k elastickému ukládání energie uvnitř materiálu. Při dosažení kritického napětí začne trhlina iniciovat na největším vhodně orientovaném defektu a na čele trhliny se koncentruje nashromážděná energie. Běžná keramika se tomu nemůže účinně bránit, a proto se trhlina šíří rychle skrz materiál, což vede k náhlému křehkému porušení. Cílem je vyrobit houževnatou keramiku, která bude odolná vůči koncentraci energie na čele trhliny, nebo která dokáže tuto nashromážděnou energii

rozptýlit. Rozptýlení (disipace) energie lze dosáhnout některým z dále uvedených zhouževnaťujících mechanismů.

Přenos modulu pružnosti

Působící napětí na kompozit je „přeneseno“ z matrice na vlákna tak, že pevná vlákna nesou tahové zatížení. Vlákna by měla mít optimálně alespoň 2× tak velký modul pružnosti než okolní matrice. Stejnosměrně položená vlákna (1D) poskytují zhouževnatění a zpevnění pouze ve směru kolmém na vlákna. Vlákna mohou být kontinuální nebo krátká. Aby bylo možno přenést napětí z matrice na vlákna, musí být vazba (resp. tření) mezi vlákny a matricí dostatečně silná. [15]

Předpětí

Porušení keramických materiálů nastává obvykle v tahu, kdy dochází k otvírání trhliny. Z tohoto pohledu se jeví jako vhodný koncept vystavit část keramiky zbytkovému tlakovému napětí, tj. předepnout ji. Pokud je keramika tlakově předpjatá, nemůže dojít ke vzniku, či rozšíření trhliny. Lom vznikne pouze za předpokladu, že je napětí dostatečně vysoké k překonání tlakového předpětí a k vytvoření dostatečně velkého tahového napětí na defektu kritické velikosti.

Předpětí vzniká díky rychlému ochlazení povrchu, iontové výměně či vrstvení. Dále u vláknového kompozitu, kde jsou vlákna při výrobě předepnutá, aby došlo k následné kompresi matrice po odlehčení. Vlákna musí být dostatečně pevná a musí existovat pevná vazba mezi vlákny a matricí. Příkladem může být beton s kovovými tyčemi.

Častějším případem je předpětí povrchu. Toho lze dosáhnout ohřátím materiálu na teplotu creepu s následným prudkým ochlazením povrchu. Protože je materiál uvnitř stále teplý, dojde při chladnutí ke tvorbě tlakového napětí na povrchu. Příkladem mohou být bezpečnostní skla.

Dále zbytkové napětí vzniká kvůli rozdílné teplotní roztažnosti vláken a matrice. Matrice je formována kolem vláken za zvýšené teploty. Po zchladnutí dojde kvůli vyšší teplotní roztažnosti vláken k jejich většímu zkrácení oproti matrici, ve které se proto utvoří tlakové napětí. Rozdílný koeficient teplotní roztažnosti je také důležitý u vrstevnatých materiálů, kde je cílem získat tlakové pole na povrchu (viz kapitola 2.2.4). [15]

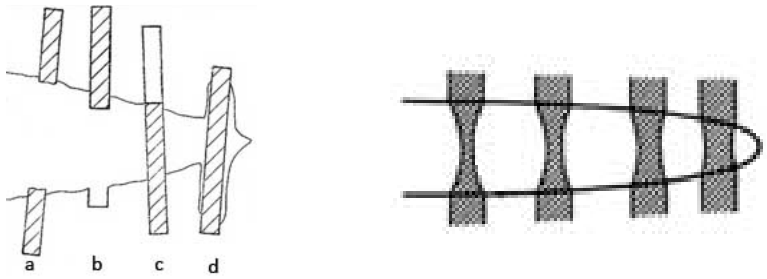
Odklon trhliny

Lomová houževnatost úzce souvisí s mikrostukturou dané keramiky. Pokud se trhlina šíří přímo a nově utvořený povrch je minimální, byla spotřebována malá energie. S takovým lomem se můžeme setkat u skel či monokrystalů - lomová plocha je hladká, bez viditelných překážek, tyto materiály vykazují nízkou lomovou houževnatost.

V polykrystalech je každé zrno jinak orientované, a proto se trhlina nemůže šířit rovně, ale odklání se na překážkách. Nově vzniklý povrch proto zabírá větší plochu než u monokrystalů. K porušení je potřebná větší lomová energie. Lomová houževnatost narůstá více než dvojnásobně. Z výše uvedeného vyplývá, že houževnatost lze zvýšit vhodnou modifikací mikrostruktury, např. prodlouženými zrny, disperzí cizích částic, whiskery, krátkými vlákny či přidáním další fáze. Nárůst houževnatosti závisí na objemu a tvaru částic (kulaté částice – asi dvojnásobný, vlákna až čtyřnásobný nárůst). [15]

Přemostění trhliny

Přemostění, které brání otvírání trhliny, je hlavním zhouževnaťujícím mechanismem u kompozitů s dlouhými vlákny. Pod zatížením se trhlina začne šířit přes matrici, ale vlákna poblíž čela trhliny mají dostatečnou tuhost a pevnost, aby se neporušila, takže dojde ke zmenšení koncentrace napětí na čele trhliny a zpomalí či zastaví se její šíření. K prodloužení, vytažení či porušení vláken musí být dodána další energie. Po překonání této energie se může trhlina teprve dále šířit. Tento mechanismus se uplatňuje nejen u vláknových kompozitů, ale také u keramik zpevněných částicemi či whiskery. K přemostění trhliny dojde i v případě, že se prodlouží tvárná fáze, která tím zabrání otevření trhliny.



Obr. 2.2: Ukázky přemostění trhliny krátkými vlákny [15] (1, a- lom vlákna, b- trhlina obcházející vlákno, c – pull-out, D – odtrhávání, 2, přemostění tvárnými vlákny)

Pull-out

Pull-out znamená vytahování vláken, částic či zrn z okolní matrice během otevírání trhliny. Energie, která jindy vede k šíření trhliny, je částečně spotřebována na přerušení vazeb a na tření mezi vlákny (částicemi, zrny) a okolní mikrostrukturou (matricí). Díky tomu dochází k nárůstu lomové houževnatosti. Stejně jako přemostění, které často doprovází, je nejčastěji pozorován u vláknových kompozitů. Hlavní charakteristikou je povaha rozhraní vlákno/matrice, které nesmí být příliš pevné, aby nedošlo k porušení vláken v trajektorii trhliny před jejich vytažením. [15]

Stínění trhliny

Stínění trhliny je napětím indukovaná mikrostrukturní změna, která má za následek snížení napětí na čele trhliny. Ke stínění dochází v okolí čela trhliny a rozšiřuje se podél trhliny. Ke stínění dochází kvůli mikropraskání a vzniku tvárné či transformační zóny.

Při mikropraskání dochází kvůli lokálnímu snížení modulu pružnosti k rozprostření působícího napětí na mnoho malých trhlinek (napětí se nekoncentruje do jedné primární trhliny). Stínící efekt může být také vyvolán plastickou deformací kolem čela trhliny.

Nejdůležitějším stínícím mechanismem je fázová transformace, která byla pozorována především u ZrO_2. Při chladnutí transformuje tetragonální ZrO_2 na monoklinický (při 1150°C). Tetragonální fáze není za pokojové teploty v rovnovážném stavu, a proto se snaží transformovat na stabilní monoklinickou fázi. Tato transformace je spojena s nárůstem objemu. Pokud jsou zrna (či precipitáty) dostatečně malá (menší než 0,5µm), tak sousední zrna kvůli nárůstu objemu zabrání transformaci. V případě, že se při zatížení začne v ZrO_2 šířit trhlina, tak metastabilní tetragonální zrna přilehlá k čelu trhliny mohou

konečně transformovat na stabilní monoklinickou fázi. Nárůst objemu způsobí stlačení trhliny, takže nemůže dále růst. Pro opětovné šíření je nutné další, vyšší tahové napětí.

Aby transformační mechanismus dobře fungoval, je nutná částečná stabilizace ZrO_2 jednou z následujících sloučenin: CaO, MgO, Y_2O_3 či CeO_2. Množství stabilizátoru musí být přesné, jinak by došlo k stabilizaci kubické fáze, která nemá stínící efekt. ZrO_2 se díky této mimořádné transformaci přidává jako vytvrzující fáze do mnoha keramik (např. Al_2O_3, mullit, Si_3N_4) [15].

Příkladem může být ZTA (Al_2O_3 vytvrzený ZrO_2). Tyto 2 fáze jsou vzájemně zcela nerozpustné. Stabilizované částice oxidu zirkoničitého jsou rozmístěny v matrici oxidu hlinitého a vzájemně jsou slinuty do ZTA. Částice oxidu zirkoničitého jsou při pokojové teplotě v metastabilní tetragonální fázi. V případě, že je metastabilní fáze oxidu zirkoničitého vystavena tahovému napětí (např. šíření trhliny), dojde k martenzitické transformaci na monoklinickou fázi. Nárůst objemu spojený s fázovou transformací stlačí trhlinu (stínění trhliny). Takto je zabráněno dalšímu šíření trhliny pod stejným napětím. Pevnost, houževnatost a odolnost vůči teplotním rázům a otěru je vyšší vzhledem k čistému oxidu hlinitému. [8]

2.2.2 Kompozity s diskontinuální výztuží

Částicové kompozity jsou materiály, u kterých je diskontinuální výztuž tvořená většinou částicemi nevlákenného tvaru. Někdy se do této skupiny řadí také whiskery či kompozity s krátkými vlákny. Objemový podíl částicové výztuže, která je obvykle orientována nahodile, je oproti vláknovým kompozitům menší (max. desítky procent).

Na cizích částicích, které nereagují s matricí, dochází k vychýlení trhliny, čímž narůstá houževnatost. V případě, že částice mají nepravidelný tvar, nebo jsou mnohem větší v porovnání s matricí, tak se navíc může aktivovat mechanismus přemostění. Pokud mají částice velmi odlišnou teplotní roztažnost, může zhouževnatění probíhat také díky mikropraskání. Příkladem může být kompozit skládající se z matrice Al_2O_3 vyztužené částicemi TiC, nebo matrice Si_3N_4 s 20 obj. % SiC (40μm). Ve druhém případě narůstá houževnatost z 5 $MPam^{1/2}$ (matrice) až na 8 $MPam^{1/2}$. Kromě zvýšené pevnosti a houževnatosti narůstá také spolehlivost a snášenlivost vůči defektům. Avšak deformace do lomu je pořád přibližně stejná jako u monolitických keramik, takže stále dochází ke křehkému lomu. Výroba částicových kompozitů probíhá stejnými keramickými procesy, které jsou užívány pro výrobu vícefázových keramik. [15, 16]

Keramika vyztužená whiskery:

Whiskery patří do skupiny diskontinuálních výztuží. Od polykrystalických vláken se odlišují zejména tím, že to jsou monokrystaly, které rostou podél jedné své osy. Obvykle dosahují průměru 0,01-10 μm a délky od několika mikrometrů až po desítky milimetrů. Ve srovnání s částicemi vykazují lepší mechanické vlastnosti, např. malou defektnost, pevnost se blíží teoretické pevnosti.

Whiskery mohou v kompozitu existovat jako samostatná výztuž nebo se používají v kombinaci s vlákny, pro větší nárůst houževnatosti. Kompozit se většinou vyrábí lisováním za tepla. Výroba whiskerů se bohužel stále potýká s potížemi (např. dosažení rovnoměrné distribuce).

Do keramických matricí se nejčastěji přidávají whiskery SiC nebo Si_3N_4. Např. přidáním 30 obj. % whiskerů SiC do matrice Al_2O_3 vzroste lomová houževnatost za pokojové teploty dvakrát a pevnost asi o 50%. [15]

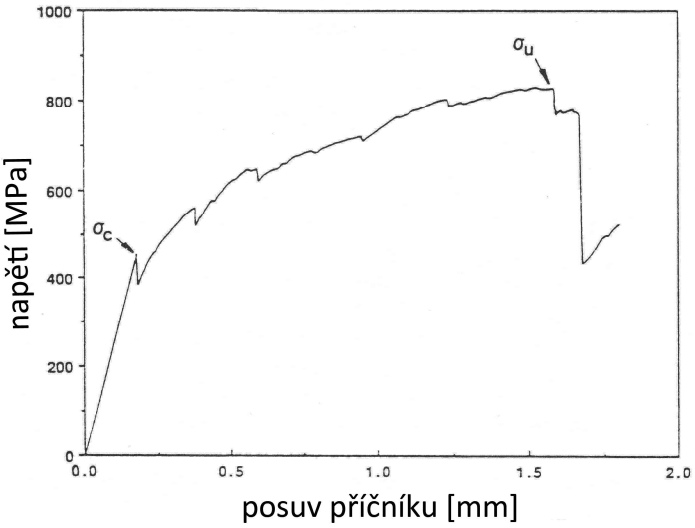
Kvůli nespojitosti výztuže dosahují částicové kompozity (včetně whiskerů) nižších mechanických vlastností než kompozity vyztužené kontinuálními vlákny. [16]

2.2.3 Kompozity s kontinuální výztuží

Vláknové kompozity jsou vyztuženy vlákny, která mají délkové rozměry podstatně větší než průřezové [14]. Dělí se na jednovrstvé a vícevrstvé. Jednovrstvé se dále dělí na dlouho- a krátkovláknové. Dále bude podrobněji pojednáno o dlouhovláknových kontinuálních vláknech, která mohou být různě orientována (jednosměrně, dvousměrně, atd). Vláknové kompozity stejně jako předchozí skupiny mají lepší mechanické vlastnosti (houževnatost, pevnost), a navíc u nich, na rozdíl od částicových, již nedochází ke katastrofálnímu lomu.

Vlákna jsou obvykle amorfní či polykrystalická s velmi malými zrny (nm). Díky tomu jsou přítomny pouze malé defekty, takže pevnost může být značně vysoká. Vlákna se vyrábí z různých keramických materiálů. Nejstarší jsou skelná vlákna, která se kvůli nízkému modulu pružnosti nehodí do keramických matricí. Důležitou skupinu tvoří uhlíková vlákna, která mají výborné mechanické vlastnosti (modul pružnosti 200-500 GPa, pevnost v tahu 1500 - 5000 MPa), ale horší odolnost proti oxidaci, takže se hodí pouze pro použití za teplot menších než 300°C. Vyrábějí se například pyrolýzou polyakrylonitrilu. Velmi kvalitní a hojně používaná vlákna jsou na bázi karbidu křemíku – např. Nicalon (obsahuje SiC, C, SiO_2), taktéž vyráběná pyrolýzou polymeru. SiO_2 a C jsou ve větší koncentraci na povrchu vlákna, kde ovlivňují kvalitu rozhraní vlákno/matrice. Pevnost v tahu Nicalonu je až 3000 MPa). Do další skupiny se řadí oxidová vlákna, která mají oproti neoxidovým lepší odolnost vůči oxidaci, ale často mají tendenci reagovat s okolní matricí. Většinou jsou do matrice „zabudovány“ sol-gel procesem nebo pomocí CVD. Všechna vlákna mají malý průměr a málokdy jsou tvořena pouze jedním kusem, většinou jsou spletena z několika menších vlasů.

Příkladem vláknového kompozitu může být cement s kontinuálními uhlíkovými vlákny, který je lehčí než beton, a v důsledku je dokonce levnější. Uhlíková vlákna často tvoří kompozit se skelnou matricí. Pokud kompozit obsahuje 30 obj. % vláken, může lomová práce narůst z 20 J/m^2 až na 460 J/m^2. Vlákna i matrice mohou mít podobné složení, jako například kompozit složený z Nicalonu v matrici SiC. Většinou je mezi vlákny SiC a matricí SiC tenká vrstvička uhlíku, která zajistí následný pull-out a přemostění trhliny. Posledním příkladem je kompozit tvořený vlákny SiC v matrici Si_3N_4. Konkrétně byl zkoumán kompozit s 35 obj. % vláken v matrici tvořené Si_3N_4 s přídavkem 5 obj. % mullitu. Z grafu na obr. 2.3 je patrné, že nedošlo k náhlému lomu (při napětí 450 MPa, kdy došlo k prvnímu porušení matrice), ale díky následnému vytahování vláken a přemostění trhliny vzrostla výsledná ohybová pevnost až na 900 MPa. Mimoto je tento kompozit velice vhodný pro vysokoteplotní aplikace. [15]



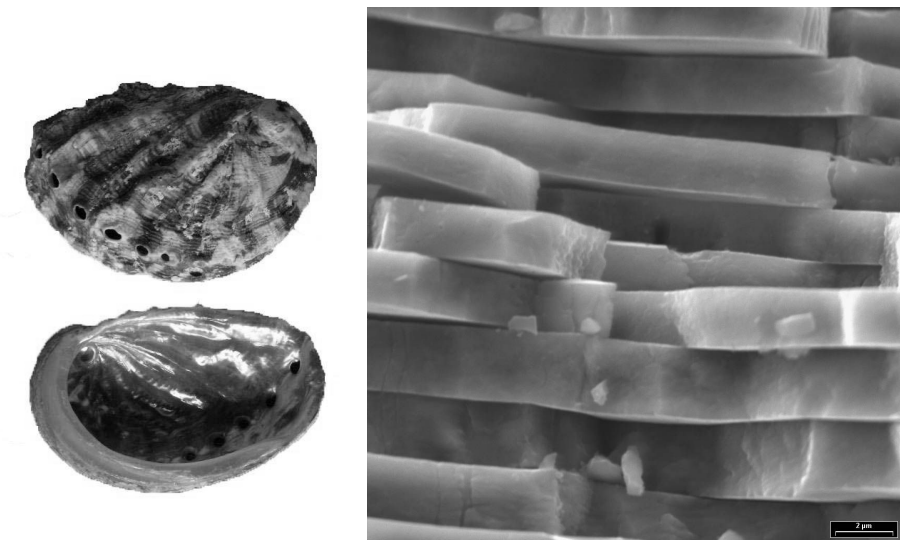
Obr. 2.3: Závislost napětí na průhybu [15]

Výroba vláknových kompozitů je všeobecně náročná a nákladná. Oxidové matrice se vyrábějí například sol-gel procesem, po kterém může následovat lisování za tepla (1250-1700°C). Kompozit s vlákny karbidu křemíku se vyrábí pomocí CVD metody.

2.2.4 Keramické lamináty

Keramické lamináty jsou složeny z vrstev o rozdílném chemickém složení a mikrostruktuře. Největší výhodou kompozitních struktur, kam se řadí také keramické lamináty, je fakt, že jako celek mají lepší vlastnosti než monolity materiálů, ze kterých jsou tvořeny. Jejich využitelnost a poptávka po nich v dnešní době díky průmyslovým požadavkům roste. Výroba vrstevnatých struktur je nejjednodušší a nejlevnější cestou, jak efektivně kombinovat různé materiály.

Kompozitní materiály laminárního typu jsou v přírodě používány už odpradávna. Jedním z příkladů vrstevnaté struktury může být skořápka ušně mořské. [3] (obr. 2.4)



Obr. 2.4: Fotografie a mikrofotografie skořápky ušně mořské [17]

Skořápka tohoto měkkýše je tvořena pevnými nanostrukturními bloky uhličitanu vápenatého, které jsou spojeny organickou fází (pružným slizem). Trhliny, iniciované na povrchu skořápky jen obtížně pronikají dovnitř. Struktura skořápky ztěžuje šíření trhliny, jejíž dráha je při překonávání jemných bloků klikatá, čímž dochází k rozptýlení energie potřebné k lomu. Důležitou roli hraje i pružná složka, která vytváří houževnaté nanostruny, které brání vzájemnému oddálení nanobloků při šíření trhliny. Výsledkem je struktura, která je schopna odolat ostrým zobákům, zubům, případně i úderům kladiva [17]. Většina přírodních vrstevnatých struktur se skládá z bloků propojených polymery. [6]

Oproti vláknovým kompozitům mají vrstevnaté kompozity několik výhod. Hlavní výhodou jsou mnohem nižší nároky na rozhraní, a proto je snadnější spojit téměř jakékoliv materiály. [3]

Typ rozhraní mezi vrstvami určuje celkové chování vrstevnatého materiálu. Existují dva základní typy rozhraní, slabé a silné. Keramické lamináty mohou vykazovat nízkou mez pevnosti a (nebo) houževnatosti či dosahovat téměř teoretické pevnosti s dokonalou přilnavostí. V prvním případě je nekřehkého porušení dosaženo díky značnému odchýlení trhliny, ve 2. případě dochází k nárůstu houževnatosti díky zbytkovým napětím.

Lamináty se slabě vázanými vrstvami

Skořápku výše uvedeného měkkýše by bylo možno zařadit do skupiny vrstevnatých kompozitů se slabě vázanými vrstvami. Díky stupňovitému šíření trhliny nedochází u takové struktury k náhlému katastrofickému lomu, ale k postupnému. Tento typ lamelární struktury je levnou a snadnou cestu k houževnaté keramice [18].

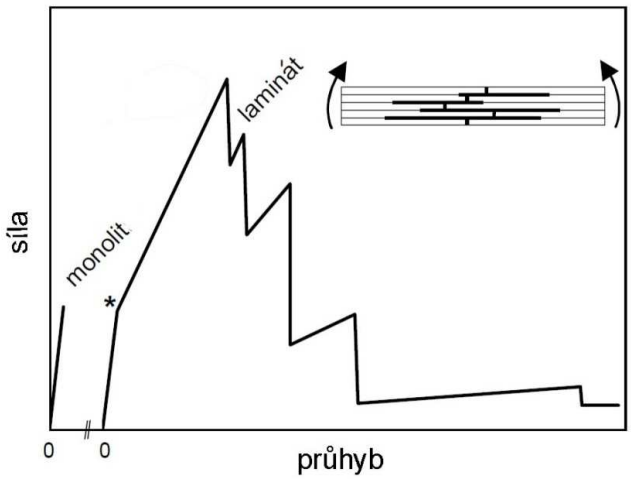
Slabého rozhraní mezi vrstvami může být docíleno několika způsoby. Jednak přidáním vhodného materiálu mezi vrstvy před slinutím nebo tvorbou porézního rozhraní [19]. Nejčastěji zkoumaným zástupcem první podskupiny je kompozit složený z vrstev karbidu křemíku povlakovaných grafitem, který po slinutí vytvoří slabou vrstvičku mezi vrstvami karbidu [20]. I přes odlišný koeficient tepelné roztažnosti by se v takovém materiálu teoreticky neměly vytvořit zbytková napětí. Jak ukazuje druhá podskupina, jednotlivé vrstvy nemusí být z různých materiálů. Slabého rozhraní lze dosáhnout také střídáním různě porézních vrstev stejného složení. Vzhledem k jednotnému složení nedojde ke vzniku zbytkových napětí (porézní vrstva se smršťí stejně jako okolní hutná matrice). [19]

Přínos slabých mezivrstev se uplatňuje zejména u těch laminátů, ve kterých se trhlina šíří kolmo k rozhraní. Rostoucí trhlina se stočí do slabé vrstvy, kde způsobí delaminaci mezi dvěma tlustými přilehlými keramickými vrstvami.

Na obr. 2.5 je znázorněna křivka síla-průhyb po ohybové zkoušce těles s V vrubem. Zkoumány byly 2 materiály se stejným složením, jeden monolitický a druhý se slabě vázanými vrstvami. V první části grafu se oba materiály pod zatížením chovají totožně. V místě označeném hvězdičkou praská monolit a zároveň první vrstva laminátu. Při nárůstu síly se trhlina stáčí do rozhraní, kde dochází k delaminaci. Sklon křivky je menší z důvodu menšího zbývajícího průřezu. V další vrstvě dochází k nové iniciaci trhliny; při dosažení maximálního lomového napětí vrstva praská a trhlina se opět odklání do rozhraní. Lom dále pokračuje tímto mechanismem. Křivka síla-průhyb má pilovitý tvar, který je typický pro stupňovitý lom laminátů se slabým rozhraním. [19]

Jak bylo uvedeno v příkladu, trhlina po delaminaci neiniciuje na čele trhliny, ale na vadě uvnitř vrstvy, nejčastěji v blízkosti středu, kde je vysoké napětí. Pevnost tohoto typu

laminátu je tak dána pevností jednotlivých keramických vrstev. Houževnatost laminátů ve srovnání s monolity může narůst až 4 krát, nárazová práce dokonce více než 100 krát. [19]

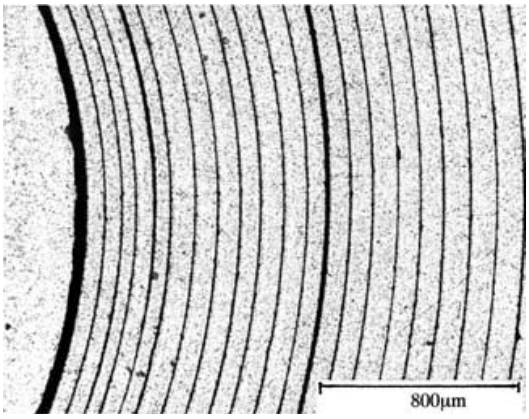


Obr. 2.5: Průběh zatížení monolitu a laminátu se slabě vázanými vrstvami a nákres laminátu po provedené zkoušce [19]

K podobným výsledkům dospěli také Clegg a spol., kteří zkoumali laminát složený z vrstev SiC/C v poměru 19:1. Lomová houževnatost laminátu narostla 4 krát (z 3,6 $MPa \cdot m^{½}$ (SiC) na 15 $MPa \cdot m^{½}$ (laminát)), lomová práce vzrostla 165 krát (z 28 $J \cdot m^{-2}$ na 4,6 $kJ \cdot m^{-2}$). [18]

Současně se zvýšením lomové houževnatosti bohužel klesá pevnost a soudržnost materiálu. Proto není tento typ keramiky pro všechny aplikace vhodný. [4]

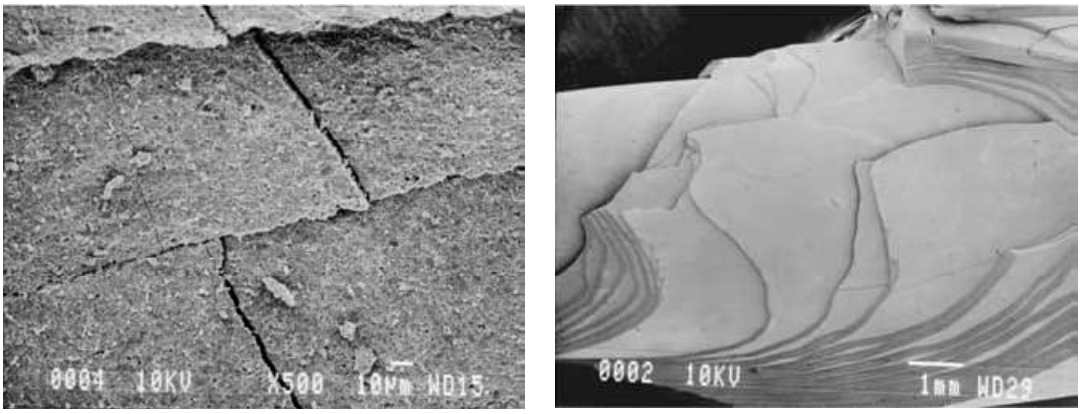
Masivnějšímu rozšíření laminátů s vrstevnatou strukturou brání především fakt, že u nich dochází k delaminaci ve dvou směrech, což může vést ke ztrátě integrity. Řešení je možné hledat v přírodě a deskovou strukturu nahradit soustřednou válcovou jako je tomu například u kmenu stromu. Při změně deskové struktury na samotěsnící prstencovou dojde k redukci směrů delaminace ze dvou až na žádný. [20]



Obr. 2.6: Fotografie laminátu SiC/C – šedé jsou vrstvy SiC o vysoké hustotě, černé jsou porézní vrstvy SiC (vzniklé z grafitu) [20]

Oproti monolitům a deskovým laminátům je hlavní výhodou prstencové struktury fakt, že při šíření trhliny drží materiál pohromadě. V porovnání s monolitem SiC klesla

pevnost jenom asi jeden a půlkrát, zatímco lomová houževnatost narostla 2-4×, hlavně však nedocházelo k náhlému lomu. [20]

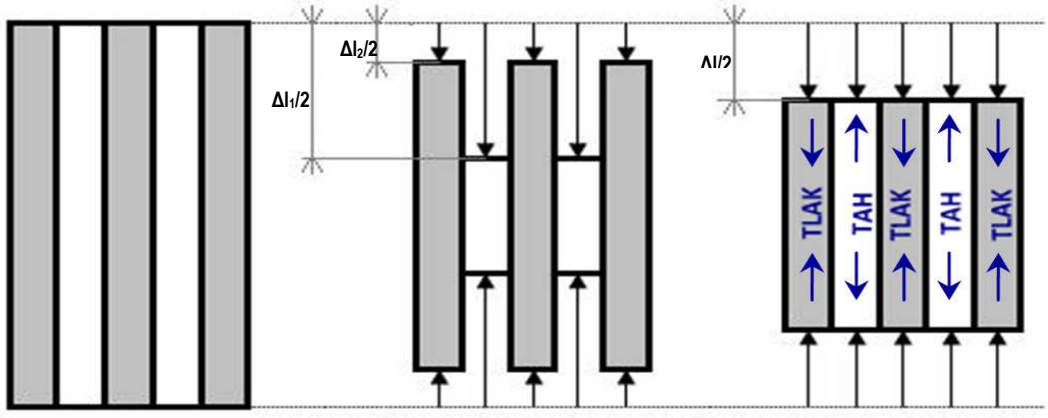


Obr. 2.7: Lomová plocha SiC/C (30:1), odkloněná trhlina mezi vrstvami [20]

Na obrázku 2.7 je vidět, že i přes postupující delaminaci těleso stále drží pohromadě. Postupný lom je podobný jako u kompozitů zpevněných jednosměrně orientovanými kontinuálními vlákny. Výroba je však výrazně snadnější a levnější.

Lamináty se silně vázanými vrstvami

Druhou skupinu tvoří vrstevnaté kompozity se silným rozhraním, resp. silně vázanými vrstvami. Tato skupina vykazuje ostrou změnu mechanických a fyzikálních vlastností na rozhraní, které je většinou velmi tenké [21]. Oproti výše uvedeným laminátům se slabým rozhraním mají nesmírnou výhodu v tom, že u nich nedochází k poklesu pevnostních charakteristik [3, 4]. Vývoj vrstevnatých struktur se silným rozhraním byl postaven na předpokladu, že lze navrhnout materiál, který obsahuje zbytková napětí, která zvyšují mechanické a tribologické vlastnosti soustavy [5]. Zbytková napětí vznikají ve vrstevnatém materiálu v důsledku rozdílného technologického a fyzikálního chování jednotlivých složek.



Obr. 2.8: Vznik zbytkových tepelných napětí (a, slinovací teplota, bez napětí; b, smrštění nespojených vrstev při chladnutí; c, vznik zbytkových napětí v důsledku ochlazení pevně spojených vrstev)

Relativně vysokých hodnot zbytkových napětí je možné dosáhnout u materiálů s pevně spojenými vrstvami díky rozdílnému koeficientu tepelné roztažnosti a modulu pružnosti. [3, 4, 5, 22]. Konkrétně se zbytková napětí tvoří během ochlazování ze slinovací teploty (viz obr. 2.8).

Rizikem tohoto zhouževnaťujícího mechanismu může být vznik trhlin ve vrstvách s kladným napětím, deformace tvaru a delaminace [21], proto je nesmírně důležitá přesná kontrola jak velikosti, tak rozdělení residuálních napětí [5].

Materiály se zbytkovým napětím vykazují vyšší pevnost, houževnatost a lepší odolnost proti otěru než monolitické materiály (ze kterých je laminát složen). Mezi nejčastěji zkoumané keramické materiály se silně vázanými vrstvami patří kompozit na bázi oxidu hlinitého a zirkoničitého. A to z několika důvodů. Má vynikající spojení vrstev bez přílišné difuze mezi složkami, má dobré termo-mechanické vlastnosti a celkem snadno se vyrábí. Rozdíl v koeficientu tepelné roztažnosti mezi oxidem hlinitým a zirkoničitým je 1×10^{6}, což je dostačující pro vytvoření silného pole residuálních napětí nutných ke zlepšení mechanických vlastností, ale zároveň ještě nedochází ke zhoršení spolehlivosti celé struktury. [5]

Velikost tahového napětí ve vrstvě oxidu zirkoničitého lze popsat následujícím vztahem: [4]

$$\sigma_{rZrO_2} = \frac{\left(\alpha_{ZrO_2}-\alpha_{Al_2O_3}\right)\cdot\Delta T\cdot E_{ZrO_2}}{1-\nu_{ZrO_2}} \cdot \left(1+\frac{\overline{t_{ZrO_2}}}{\overline{t_{Al_2O_3}}}\cdot\frac{\frac{E_{ZrO_2}}{1-\nu_{ZrO_2}}}{\frac{E_{Al_2O_3}}{1-\nu_{Al_2O_3}}}\right)^{-1}, \qquad (1)$$

kde $\overline{t_{ZrO_2}}$ a $\overline{t_{Al_2O_3}}$[μm] je průměrná tloušťka vrstvy, ν_{ZrO_2}, $\nu_{Al_2O_3}$ [-] je Poissonův poměr, α_{ZrO_2}, $\alpha_{Al_2O_3}$[K^{-1}] je součinitel délkové teplotní roztažnosti a E_{ZrO_2}, $E_{Al_2O_3}$ [MPa] je modul pružnosti.

Pozn. Tlakové napětí ve vrstvě Al2O3 získáme záměnou indexů, tj:

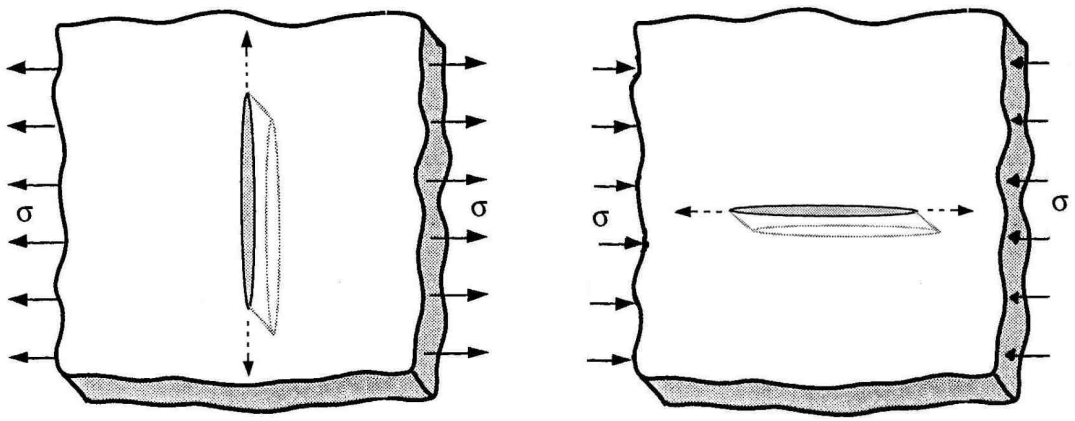
$$\sigma_{rAl_2O_3} = \frac{\left(\alpha_{Al_2O_3}-\alpha_{ZrO_2}\right)\cdot\Delta T\cdot E_{Al_2O_3}}{1-\nu_{Al_2O_3}} \cdot \left(1+\frac{\overline{t_{Al_2O_3}}}{\overline{t_{ZrO_2}}}\cdot\frac{\frac{E_{Al_2O_3}}{1-\nu_{Al_2O_3}}}{\frac{E_{ZrO_2}}{1-\nu_{ZrO_2}}}\right)^{-1}, \qquad (2)$$

Z výše uvedených vztahů je zřejmé, že residuální napětí jsou závislá na poměru tlouštěk jednotlivých vrstev, takže jejich pouhou změnou lze vyrobit kompozit s různě velkým napětím ve vrstvách.

Na rozhraní dvou materiálů dochází vlivem zbytkových napětí ke změně směru šířící se trhliny, což má za následek zvýšení lomové houževnatosti při zachování vysoké pevnosti a ostatních mechanických vlastností [3]. Je známo, že apriorní trhlina, která je orientována kolmo ke směru tahového namáhání, se šíří k němu kolmo (viz obr. 2.9a). Působí-li tahové napětí šikmo k rovině trhliny, snaží se trhlina stočit opět kolmo k tomuto napětí. Naopak, trhlina rovnoběžná se směrem tlakového napětí se šíří k němu rovnoběžně (viz obr. 2.9b).

Z tohoto konceptu vychází i mechanismus šíření trhliny ve vrstevnatém materiálu. Jak je vidět z obrObr. 2.8:8, směr působení residuálních napětí je rovnoběžný s vrstvami.

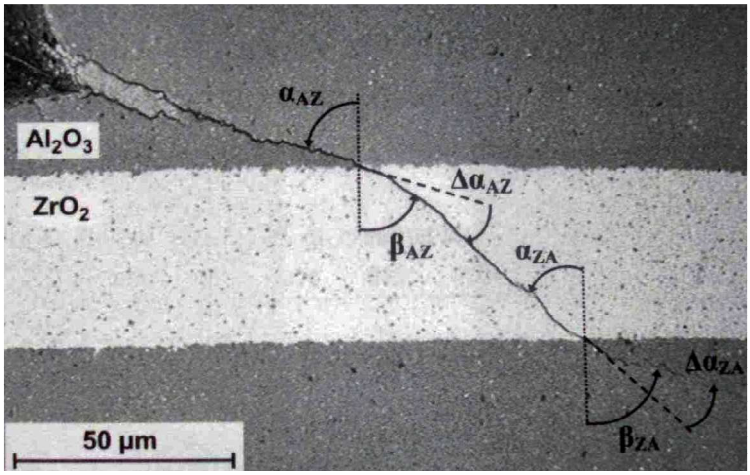
Trhlina se ve vrstvě s tlakovým napětím stočí směrem k rozhraní, a naopak pryč od rozhraní ve vrstvě, která obsahuje tahová napětí.



Obr. 2.9: Šířením trhliny v tahovém a tlakovém poli

Pro lepší pochopení bude uvedeno vysvětlení na konkrétním příkladě. Jak je patrné z mikrofotografie na obr. 2.10, trhlina se v tahovém napěťovém poli ZrO_2 odklání od rozhraní vrstev („otevírá se“). Při přechodu přes rozhraní do vrstvy Al_2O_3 se naopak stáčí k rozhraní, aby se přiblížila směru rovnoběžnému s tlakovým napětím v této vrstvě.

Z obr. 2.9 lze dále vyčíst, že směr šíření trhlin se opakuje a v jednotlivých vrstvách stejného materiálu je rovnoběžný – viz $\Delta\alpha_{ZA} = \Delta\alpha_{AZ}$



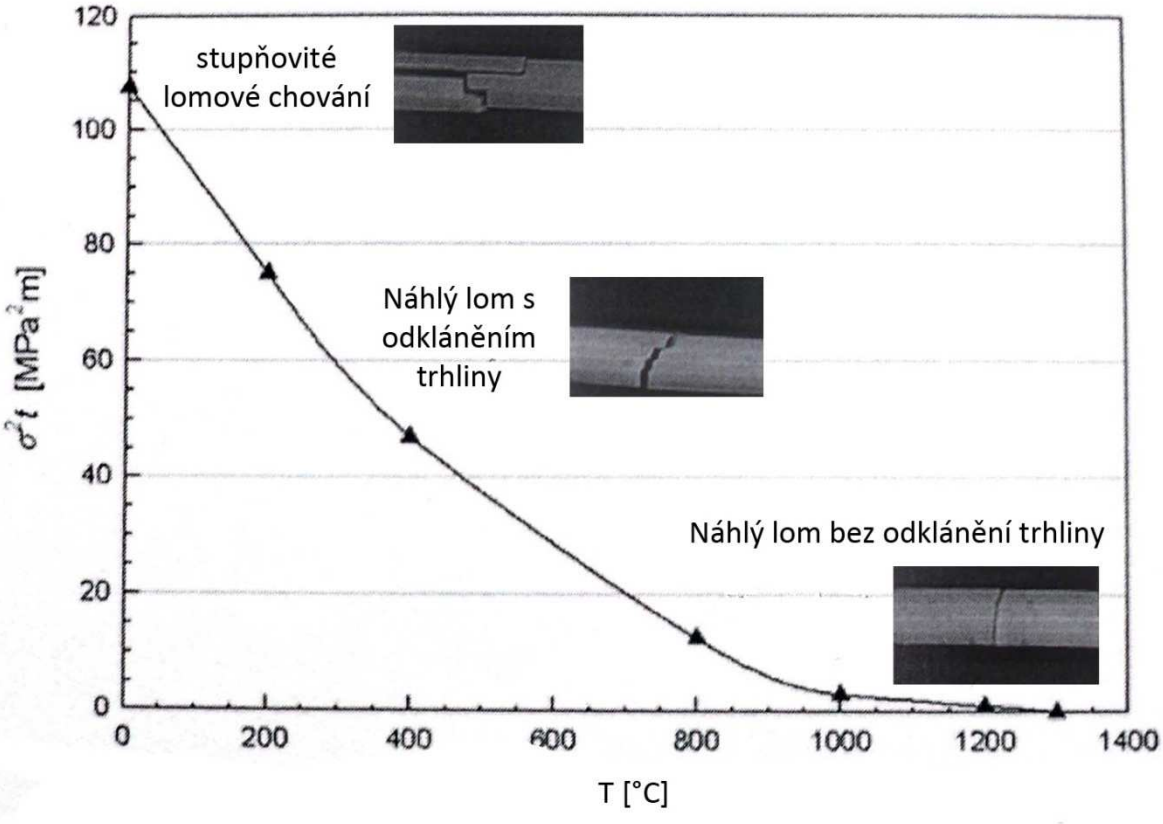
Obr. 2.10: Šíření trhliny v kompozitu Al_2O_3/ZrO_2 [21]

Šíření trhliny, iniciované z vtisku, bylo zkoumáno v závislosti na odlišných vstupních úhlech. Bylo zjištěno, že ve směru kolmém k rozhraním nedochází k žádné výchylce ve směru šíření trhliny. Naopak v případě, kdy se trhlina šíří pod vstupním úhlem 45°, dochází na rozhraní k největšímu odklonu, který v daném případě činil 15°. [21]

Vzorky s různým poměrem tlouštěk vrstev, a tedy s výrazně rozdílnými hodnotami zbytkových napětí, vykazovaly při indentační metodě přibližně stejně velké odklonění trhliny.

Proto by se mohlo zdát, že k odklonu trhliny nedochází kvůli zbytkovým napětím, ale zejména v důsledku změny modulu pružnosti mezi vrstvami a kvůli přítomnosti silně vázaného rozhraní [21]. Tato hypotéza se potvrdila pouze v blízkosti povrchu, který tato napětí ovlivňuje. Ve vnitřních vrstvách byl pozorován větší odklon trhliny v důsledku právě zbytkových napětí.

Hatton a Nicholson [22] zkoumali chování vrstevnaté keramiky na bázi Al_2O_3/ZrO_2 za různých teplot. Bylo zjištěno, že se vzrůstající teplotou se lomové chování mění od spontánní delaminace přes lomové chování s odklonem trhliny až k náhlým lomům s i bez odklonu trhliny (viz obr. 2.11.). Tento příklad by mohl být důkazem vlivu zbytkových napětí na šíření trhliny. Se vzrůstající teplotou se totiž materiál vrací k podmínkám při slinování, kdy v materiálu žádna napětí nebyla.



Obr. 2.11: Šíření trhliny v závislosti na teplotě [22, 4]

2.2.5 Použití vrstevnatých keramik

Keramické materiály s vrstevnatou strukturou mohou přizpůsobit své mechanické vlastnosti podle konkrétních konstrukčních požadavků. Proto se používají např. v kondenzátorech [23], palivových článcích, optických přístrojích, kyslíkových membránách [11], senzorech [23], v mikroelektronických zařízeních [21, 23], v automobilovém průmyslu, či při výrobě elektřiny [21].

Dalším z možných využití je výroba implantátů. V dnešní době jsou už celkem rozšířené keramické klouby (z Al_2O_3 a ZrO_2) jako náhrada za kovové (s plastovou jamkou). Výborná biokompatibilita a otěruvzdornost současných keramických implantátů je však vyvážená nepříjemnou křehkostí. Cílem výzkumu je tedy zvýšit odolnost proti šíření trhlin,

a tím dosáhnout zvýšení celkové spolehlivosti těchto komponent. Dobrým řešením se jeví právě vrstevnaté keramiky, které kombinují dobrou otěruvzdornost povrchu spolu s vysokou provozní spolehlivostí. [3]

Keramické kompozity mají také šanci uplatnit se ve vysokoteplotních aplikacích. Cílem je vyrobit materiál, který by odolával tepelným cyklům bez zhoršení mechanických vlastností. Vrstevnaté keramiky jsou, na rozdíl od monolitických, schopny absorbovat větší deformace v případě, že je materiál vystaven prudkým teplotním změnám. Keramické lamináty jsou tolerantní vůči různým výrobním defektům, proto se dají využít i na výrobu součásti, které jsou vystaveny cyklickému zatěžování. [3]

Oxidické vrstevnaté keramiky s vysokou optickou průhledností a vysokým indexem lomu mohou být dobrými dielektrickými zrcadly v další generaci bezdrátových systémů, která bude pracovat v THz frekvenčním rozsahu. [5]

2.3 Výroba

Keramické vrstevnaté materiály se obvykle připravují pravidelným střídáním minimálně dvou materiálů. Laminární struktury umožňují kombinovat různorodé materiály, vrstvy mohou být orientovány různě a tak tvořit komplikované makrostruktury. Další zpracování vrstevnatých materiálů lze omezit pouze na několik kroků. Součást je formována do požadovaného tvaru a další opracování, jako vyvrtání děr apod. je možné provést ještě před slinutím.

Téměř všechny metody mají společné, že kompozit se z jednotlivých vrstev utváří v tzv. „syrovém“ stavu (green body, před slinutím). Laminát vzniká po následném vyžíhání a slinutí. Při výrobě musí být počítáno s možnými problémy. Nežádoucí je například, pokud dochází k vzájemným interakcím materiálů na rozhraní. Tomu lze zamezit použitím systémů, u nichž je omezena vzájemná rozpustnost a nevzniká žádná intermediární fáze – např. Al_2O_3/ZrO_2 nebo $Al_2O_3/Y_3Al_5O_{12}$(YAG) [24]. Dalším problémem je odlišné chování různých materiálů při slinování. Pokud se jeden materiál tvořící laminát slinuje pomaleji, bude druhý materiál omezovat. Ve dvouvrstvém kompozitu může dojít ke značnému zakřivení, či dokonce k prasknutí. V případě vícevrstvového kompozitu už k zakřivení nedochází i přes případná značná zbytková napětí.

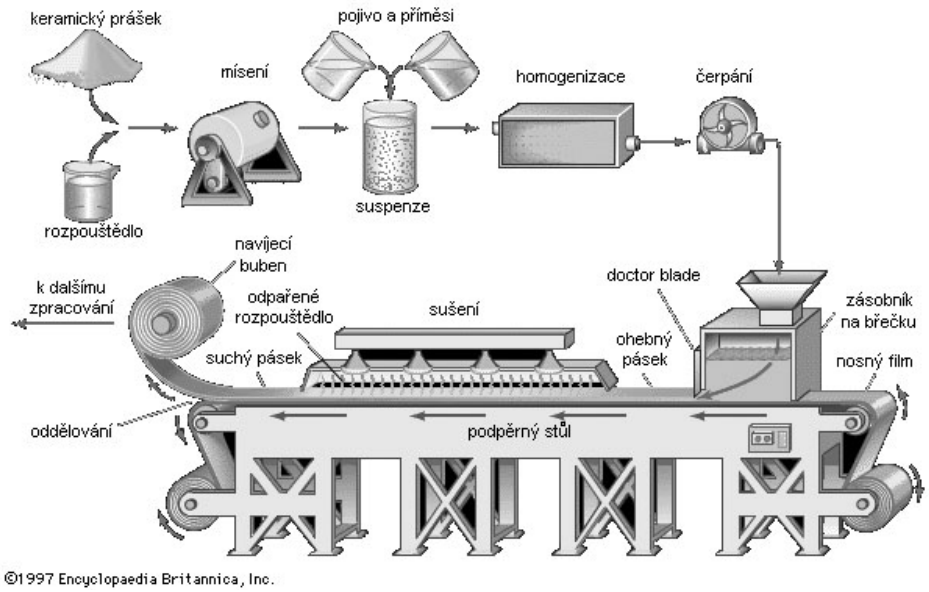
V podstatě pomocí téměř všech metod zpracování keramiky lze vyrobit „syrové“ vrstvy odlišného složení. V závislosti na tvaru vzorku a jeho tloušťce jsou některé metody vhodnější než jiné. Mezi nejpoužívanější metody patří tape casting, sekvenční suspenzní lití, odstředivé lití a elektroforetická depozice. [24]

2.3.1 Tape casting (Lití pásků)

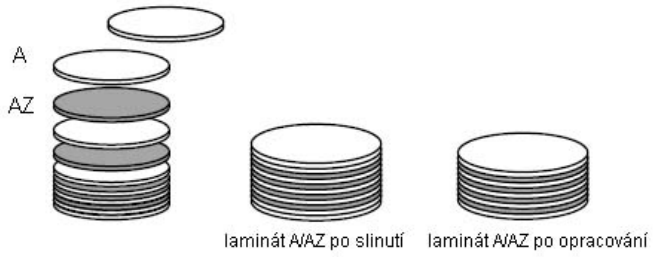
Značně rozšířená technika, jejíž vznik se datuje již do 60. let minulého století. Lamináty vyrobené metodou tape casting se používaly při výrobě polovodičů v mikroelektronice. V roce 1973 [3] byla takto vyrobena první třívrstvá konstrukční keramika (Al_2O_3/Al_2O_3-MgO).

Metodou tape casting se vyrobí pásky neslinuté keramiky (viz schéma na obr. 2.12). Ty se na sebe pravidelným střídáním navrství (viz obr. 2.13) a následně za zvýšené teploty

a tlaku utvoří „green body“. Vyžíháním a slinutím dojde k pevnému spojení vrstev. Vzorky připravené tape castingem mají velmi ostré a rovné rozhraní [5]. Tato technika nachází široké uplatnění v komerční výrobě elektronických substrátů a vícevrstvých kondenzátorů. Pomocí tape castingu byly úspěšně vyrobeny lamináty o tomto složení Al_2O_3/ZTA, Al_2O_3/ZrO_2, Al_2O_3/Al_2TiO_5, $MoSi_2$:$Al_2O_3/MoSi_2$ [5] a Al_2O_3/Ni [25]. Kvůli obtížné manipulaci s tenkými pásky je tato metoda vhodná až od tlouštěk vrstev 50-100 µm. Naopak tlusté vrstvy lze tvořit jednoduše skládáním stejných pásků na sebe. Příprava je časově náročná.



Obr. 2.12: Schéma tape castingu [26]



Obr. 2.13: Příprava laminátu tape castingem [27]

2.3.2 Sequential slip casting (Sekvenční suspenzní lití)

Vrstevnatá struktura vzniká střídavým litím suspenzí o různém složení do porézní formy. Odlévání jednotlivých vrstev se řídí kinetickými křivkami, které byly spočteny pro jednotlivé materiály. Vztah pro výpočet tloušťky vrstvy je následující [3]

$$e^2 = k \cdot t, \tag{3}$$

kde *e* je tloušťka vrstvy, *k* kinetická konstanta a *t* čas

Nejdříve se z keramických částic o submikrometrické až mikrometrické velikosti a malého množství tenzidů či organických polyelektrolytů vyrobí vodní suspenze. Pro dosažení dobré soudržnosti surového tělesa je dobré použít suspenze s vysokým podílem pevné fáze (více než 60 hm. %) [3, 24] a velmi nízké viskozitě (méně než 40 mPa·s) [24].

Těsné uspořádání částic vede k menšímu smrštění, takže nevzniknou napětí, která by mohla ovlivnit výslednou pevnost. První ze suspenzí se následně odlije do pórovité sádrové formy, kde zůstane po předdefinovanou dobu určenou z kinetické licí křivky. Kapalina může pomocí pórů vzlínat ven z formy (kapilární tlak 0,1-0,2 MPa) [3]. Zbytek suspenze se vylije a na již usazenou 1. vrstvu se nalije suspenze 2. složení. Postup se opakuje, dokud není vytvořený kompozit o požadovaném počtu vrstev. Materiál zůstane ve formě tak dlouho, než smrštění dovolí jeho vyjmutí. Mimo formu dojde k dosušení a nakonec je laminát slinut. Ve skutečnosti není metoda až tak snadná, časy se musí kompenzovat v závislosti na počtu vrstev. Čím je kompozit tlustší, tím jsou potřebné delší časy na vzlínání vody.

Sekvenčním litím byly vyrobeny například tyto lamináty MgO:ZrO_2/MgO:PSZ; Al_2O_3:ZrO_2/Al_2O_3:PSZ; Al_2O_3/Al_2O_3:m-ZrO2; Al_2O_3/$ZrSiO_4$ a Al_2O_3/TiO_2 [24]; ATZ/AMZ [3]. Výhodou této techniky oproti předchozí je možnost vytvářet složité tvary v jediném kroku.

Obr. 2.14: Schéma suspenzního lití [3]

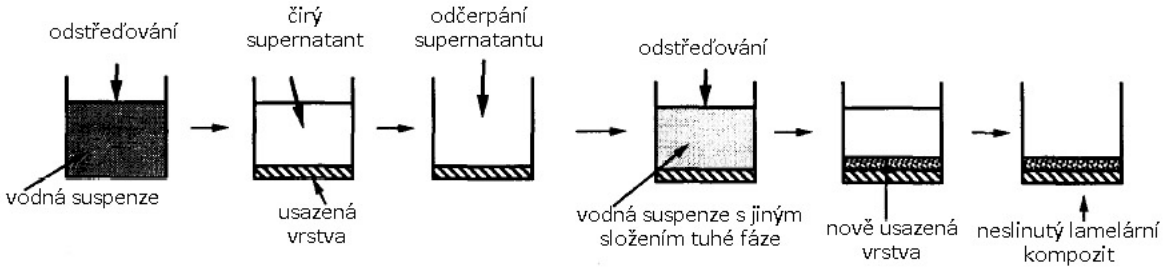
2.3.3 Centrifugal Casting (Odstředivé lití)

Mladší technika příbuzná sekvenčnímu lití, pomocí níž lze vyrobit kompozity s vrstvami o tloušťkách již od 10 µm [28, 24]. Průkopníkem této metody byli Lange, Marshall a spol [28], kteří zjistili, že přidáním indiferentního elektrolytu (např. NH_4NO_3 nebo NH_3Cl [28]) o vysoké koncentraci lze upravit interakční potenciál. Nejdříve se připraví kyselá vodná suspenze (pH 2 [28] - 4 [29]), ve které mezi částicemi působí odpudivé elektrostatické síly dlouhého dosahu, takže jsou částice v suspenzi dobře separované a dispergované. Po přidání indiferentní soli se utvoří odpudivé síly krátkého dosahu a redukuje se velikost elektrostatických sil dlouhého dosahu mezi částicemi rozptýlenými v suspenzi. Vzniká slabá přitažlivá síť částic, která brání velké segregaci během odstřeďování. Díky dostatečně silným odpudivým silám krátkého dosahu dochází k vysokému zaplnění.

Podle požadované tloušťky vrstvy se do např. teflonové [28, 29] válcové nádoby nalije požadované množství koloidní vodné suspenze, která obsahuje přibližně 15 -20 obj. % tuhé fáze [29]. Nádoba je následně v odstředivce roztočena (např. 800 ot/min – 2 hodiny a 3000 ot/min – posledních 5 min [29]). Po odstředění je odstraněn supernatant (zbylá tekutina) a do nádoby je umístěna suspenze druhého složení. Postup se opakuje, dokud není vyroben laminát o požadovaném počtu vrstev. Viz obr 2.14. Následně se doporučuje usazený materiál lisovat, případně tvarovat, usušit a následně slinout v kompozit.

Rozhraní mezi lamelami jsou ostrá, dochází tedy k prudkému střídání tahových a tlakových vnitřních napětí.

Tímto způsobem byly připraveny např. lamináty ZrO_2 (stabilizovaný CeO_2)/ Al_2O_3. [28], či ZA/AZ (ZrO_2 (stabilizovaný Y_2O_3)) [29]



Obr. 2.15: Výroba laminátu odstředivým litím [29]

2.3.4 Elektroforetická depozice (EPD)

Nejmladší, nenáročná a relativně rychlá technika pro přípravu vrstevnatých keramických materiálů. Umožňuje ukládat částice nanometrických až mikrometrických velikostí do vrstev různých tvarů od několika nanometrů po několik milimetrů [23]. Typická tloušťka vrstvy je od 1 do 3000 µm. Rozhraní mezi vrstvami jsou přímá a dobře definovatelná.

Elektroforetická depozice je založena na pohybu nabitých keramických částic ve stejnosměrném elektrickém poli (= elektroforéza). Hutná vrstva se utváří depozicí částic na opačně nabité elektrodě. EPD se rozděluje na katodickou a anodickou.

Klíčem k dosažení hutného homogenního tělesa je příprava stabilní koloidní suspenze (nesmí docházet ke koagulaci ani k sedimentaci). V kapalném systému s elektrostaticky stabilizovanými keramickými částicemi jsou částice obalovány volnými ionty, které zvyšují svoji hustotu v okolí částice a vytvářejí elektrickou dvojvrstvu. Stabilita částic v suspenzi je zajištěna v důsledku odpudivých interakcí mezi dvojvrstvami. Na elektrodě dochází k neutralizaci povrchového náboje. V důsledku toho poklesne koncentrace iontů u elektrody, čímž se změní lokální pH suspenze a díky Van der Waalsovým silám dojde ke koagulaci částic. [11]

Zhang odvodil vzorec pro hmotnostní přírůstek depozitu v čase. Za předpokladu, že v suspenzi dochází pouze k depozici částic, lze zapsat kinetickou rovnici takto [převzato z 30]:

$$m = m_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{\mu \cdot E}{d}\right) \cdot t}\right), \tag{4}$$

kde m_0 [kg] je počáteční hmotnost částic v suspenzi, μ [$m^2 \cdot V^{-1}$] elektroforetická pohyblivost, E [$V \cdot m^{-1}$] intenzita elektrického pole, t [s] čas a d [m] vzdálenost elektrod. Součin $\mu \cdot E$ představuje vztah pro ustálenou rychlost částic v v suspenzi.

Kvalita depozitu závisí na mnoha parametrech, jako jsou intenzita elektrického pole, typ, množství a velikost prášku; na druhu rozpouštědla a stabilizátoru, času depozice, vzdálenosti elektrod, rozměrech cely apod.

Průkopníkem použití EPD pro tvorbu vrstevnatých keramik byli Sarkar, Nicholson a spol. Laminární struktury je dosaženo přesouváním elektrod mezi dvěma odlišnými suspenzemi. Po dosažení optimální tloušťky první vrstvy je elektroda přesunuta do suspenze

s rozdílným keramickým materiálem. Pro společnou depozici rozdílných prášků musí mít zeta potenciál stejnou polaritu. Pro dosažení homogenního depozitu by měla být také podobná elektroforetická pohyblivost.

EPD je vhodná pro vytváření struktur se složitou geometrií. Byly vyrobeny např. tyto lamináty: Al_2O_3/ZrO_2 (stabilizovaný 3 mol% Y_2O_3) - (různé tvary a tloušťky vrstev). [11, 23, 30, 31, 32], Al_2O_3/Ni, $Al_2O_3/MoSi_2$, YSZ/Ni [32]; SiC/C [23]

2.4 Mechanické vlastnosti

Jak již bylo výše uvedeno, keramické materiály mají mnoho atraktivních vlastností, jako jsou chemická a tepelná stabilita, nízká hustota, vysoká tvrdost a vysoké moduly pružnosti.

Jejich inherentní křehkost a nedostatečná schopnost deformovat se bohužel limitují jejich použití pod zatížením, které ve většině případů vede k jejich neočekávanému katastrofickému porušení. Dalším problémem je proměnlivost napětí, která souvisí s vnitřními (výrobními) a / nebo vnějšími (z opracování vzniklými) defekty. Jedním z hlavních cílů na poli výzkumu keramických materiálů je proto vytvoření nekřehkého, defekty snášejícího materiálu se zvýšenou lomovou houževnatostí.

Mezi klíčové vlastnosti keramik patří zejména tvrdost, pevnost, modul pružnosti a lomová houževnatost. Únavové chování je důležité v případě cyklického namáhání, za vyšších teplot začíná být podstatný i creep.

2.4.1 Tvrdost

Tvrdost vyjadřuje odpor materiálu proti trvalé deformaci způsobené vnikacím tělískem. Závisí na krystalové mřížce, typu a hustotě vazeb, velikosti zrn, čistotě a samozřejmě i na velikosti defektů. Tvrdost úzce souvisí s modulem pružnosti. Tvrdost patří mezi jednu z nejčastěji měřených vlastností keramiky. Pomáhá charakterizovat odolnost proti deformaci či lomu. Vysoká tvrdost je důležitá u řezných nástrojů a u součástí, které mají být odolné vůči otěru a abrazi.

U keramických materiálů se většinou měří mikrotvrdost pomocí indentačních metod. Používají se diamantové indentory ve tvaru jehlanu, nejčastěji Vickersův nebo Knoopův. Drůhý zmíněný indentor má výhodnější geometrii (úhlopříčky v poměru 1:7), proto je následný vtisk mělčí a nedochází k tak masivnímu rozvoji trhlinek jako v případě Vickersova indentoru. Z tohoto hlediska se jeví být nepatrně vhodnější pro měření tvrdosti křehkých materiálů.

Tvrdost se určuje ze zátěžné síly F_i (většinou menší než 10N) a velikosti vtisku

podle Vickerse [33]: $$HV = 0{,}1891 \cdot \frac{F_i}{d^2}, \quad (5)$$

podle Knoopa [33]: $$KHN = 1{,}4509 \cdot \frac{F_i}{h^2}, \quad (6)$$

kde F_i [N] je zátěžná síla, d [mm] je průměrná délka úhlopříček (Vickers) a h [mm] je delší úhlopříčka (Knoop).

Tvrdosti vybraných keramických materiálů jsou uvedeny v tabulkách v kapitole 2.1.2

Tvrdost izotropního kompozitu se zpravidla řídí směšovacím pravidlem

$$H_{komp} = \sum_{i=1}^{n} H_i \cdot v_i, \quad (7)$$

kde *H* je tvrdost a *v* objemový podíl.

Univerzální tvrdost

Univerzální tvrdost je definována jako podíl zkušební síly *F* a plochy *A (h)* vtisku vypočítané z hloubky vtisku pod zatížením [33]:

$$HU = \frac{F}{A\,(h)} = \frac{F}{26{,}43 \cdot h^2}\,. \quad (8)$$

Vickersův indentor (pyramida s vrcholovým úhlem 136° mezi protilehlými stěnami) je vtlačován do povrchu vzorku. Zkušební síla je aplikována buď v režimu řízeného posuvu, nebo řízené síly. Zkušební síla F a hloubka vtisku h se průběžně měří ve fázi zatěžování i odlehčování, z čehož je získána závislost hloubky vpichu na zatěžovací síle [34].

Univerzální tvrdost se vypočítává z odpovídajících párů zkušební síly F a hloubky vtisku, při zvyšování síly. Tato metoda dále umožňuje vyhodnotit podíly elastické a plastické práce, plastickou tvrdost, elastický tvrdostní modul, plastickou tvrdost, creep, relaxaci a další.

2.4.2 Modul pružnosti

Křehké materiály se z makroskopického hlediska až do lomu chovají čistě elasticky. K lomu dojde, jakmile je překročeno kritické napětí, což je u většiny keramik ještě před vznikem plastické deformace. K porušení obvykle dochází asi při 0,1% deformaci [3]. Za normálních teplot a tlaků nastane lom v oblasti lineárně elastické lomové mechaniky. Plasticky se začínají keramické materiály deformovat přibližně nad teplotami vyššími než je polovina teploty tavení.

Modul pružnosti závisí na pevnosti a hustotě atomových vazeb v materiálu. Keramiky se slabými iontovými vazbami vykazují nízký modul pružnosti, zatímco kovalentní keramiky vysoký. Se zvyšující se teplotou klesá pevnost a hustota vazeb v mřížce, proto klesá taktéž Youngův modul.

Měření modulu pružnosti

Nejčastěji se modul pružnosti zjišťuje experimentálně, a to statickými nebo dynamickými zkouškami. Mezi (kvazi)statické zkoušky patří tahová či ohybová zkouška. Mezi dynamické metody měření modulu pružnosti se řadí resonanční frekvenční techniky nebo techniky založené na měření rychlosti zvuku v tuhé fázi. Mezi výhody dynamických zkoušek patří, že jsou na rozdíl od statických, nedestruktivní a navíc přinášejí řádově přesnější výsledky [3]. Dynamicky určený modul pružnosti je vyšší oproti statickému.

a) Měření modulu pružnosti v tahu přímou metodou

Základní mechanickou rovnicí, která popisuje elastické chování, je Hookův zákon, který praví, že deformace (až po mez úměrnosti) je lineárně úměrná tahovému napětí. Stejný vztah platí i při jednoosém tlaku

$$\sigma = E \cdot \varepsilon, \tag{9}$$

kde σ je tahové napětí, E modul pružnosti v tahu a ε poměrná deformace.

Mezi smykovým napětím a smykovou deformací platí analogický vztah:

$$\tau = G \cdot \gamma, \tag{10}$$

kde τ je smykové napětí, G modul pružnosti ve smyku a γ smyková deformace

b) Měření modulu pružnosti v ohybu přímou metodou

3-bodový ohyb (vztah platí pro těleso ve tvaru kvádru) [40]:

$$E = \frac{(F_2 - F_1) \cdot l^3}{4 \cdot b \cdot h^3 \cdot (d_c - d_s)}, \tag{11}$$

kde F_1 a F_2 je spodní a horní velikost síly z lineární části záznamu σ-ε, l vzdálenost podpěr, b šířka zkušebního tělesa, h výška, d_c průhyb odpovídající intervalu sil F_1 až F_2, d_s průhyb tělesa odpovídající intervalu sil F_1 až F_2.

4-bodový ohyb (vztah platí pro těleso ve tvaru kvádru) [40]:

$$E = \frac{2 \cdot (F_2 - F_1) \cdot d_1^2 (d_1 + 3d_2)}{b \cdot h^3 \cdot (d_c - d_s)}, \tag{12}$$

kde F_1 a F_2 je spodní a horní velikost síly vybraná z lineární části záznamu σ-ε, d_1 vzdálenost mezi vnitřními a vnějšími válečky přípravku, d_2 poloviční vzdálenost vnitřních válečků přípravku, b šířka zkušebního tělesa, h výška, d_c průhyb odpovídající intervalu sil F_1 až F_2, d_s [m] posunutí tyče odpovídající intervalu sil F_1 až F_2.

c) Rezonanční metoda – moduly pružnosti v tahu a tlaku, ve smyku a Poissonovo číslo se určují z vlastních frekvencí kmitání. Metoda je vhodná pro tvarově jednoduché vzorky. Vibrace je většinou vybuzena akusticky nebo mechanicky.

Ohybová rezonance (těleso musí mít tvar kvádru) [převzato z 40]:

$$E = 0{,}946 \cdot \left(\frac{m f_f^2}{b}\right) \cdot \left(\frac{l}{h}\right)^3 \cdot A_f, \tag{13}$$

kde f je rezonanční frekvence, m hmotnost zkoušeného tělesa, b šířka, h tloušťka, l délka vzorku, A_f tvarový faktor $A_f = \left[1 + 6{,}585 \cdot \left(\frac{h}{l}\right)^2\right]$

Longitudinální rezonance:

$$E = \frac{4 \cdot m \cdot l \cdot f_l^2}{b \cdot h \cdot n^2}, \tag{14}$$

kde f je rezonanční frekvence, m hmotnost zkoušeného tělesa, b šířka, h tloušťka, l délka vzorku, n vibrační mód

d) Impulsní ultrazvuková odrazová metoda – vychází z rychlosti šíření a útlumu UZ impulsu při průchodu zkoušeným materiálem.

Dynamické moduly pružnosti jsou určeny z následujících rovnic:

$$E_d = \rho \cdot \left(\frac{3 \cdot v_l^2 \cdot v_t^2 - 4 v_t^4}{v_l^2 - v_t^2}\right), \tag{15}$$

$$G_d = \rho \cdot v_t^2 = \frac{E_d}{2 \cdot (\mu_d + 1)}, \tag{16}$$

kde E_d je dynamický modul pružnosti, G_d je dynamický modul pružnosti ve smyku, ρ hustota, v_L podélná rychlost vlnění, v_t příčná rychlost vlnění a μ_d Poissonovo číslo.

Typické moduly pružnosti u vybraných materiálů jsou uvedeny v tabulkách v kapitole 2.1. Modul pružnosti izotropního kompozitu se zpravidla řídí směšovacím pravidlem [15]

$$E_{komp} = E_a \cdot V_a + E_b \cdot V_b + \cdots + E_i \cdot V_i, \tag{17}$$

kde E je modul pružnosti jednotlivých fází a V objemový podíl.

S modulem pružnosti úzce souvisí také další materiálové charakteristiky. Už Griffith [převzato z 35] popsal závislost teoretické pevnosti na 2. odmocnině modulu pružnosti. Tento vztah však platí pouze pro velmi křehké materiály.

$$\sigma_0 \approx \sqrt{\frac{E \cdot \gamma}{d}}, \tag{18}$$

kde γ je povrchová energie lomu a d velikost defektu.

Podobně také lomová houževnatost, která vychází z lineárně elestické lomové mechaniky je úměrná modulu pružnosti [35]:

$$K_{Ic} \approx \sqrt{E \cdot \gamma}. \tag{19}$$

Sanditov [převzato z 35] popsal vztah pro výpočet tvrdosti skel. Tento vztah se u keramických materiálů příliš neliší od změřené tvrdosti podle Vickerse či Knoopa:

$$H = \left(\frac{1-2\nu}{6+6\nu}\right) \cdot E, \tag{20}$$

kde v je Poissonovo číslo. Společně s tahovým napětím a koeficientem teplotní roztažnosti popisuje odolnost vůči teplotním šokům [35]:

$$R \approx \frac{\sigma \cdot (1-\nu)}{\alpha \cdot E}. \tag{21}$$

Keramické materiály vykazují všeobecně vysoký modul pružnosti. Ještě lepší se ve srovnání s ostatními materiály (kovy, polymery) jeví specifický modul pružnosti, který zohledňuje i měrnou hmotnost. Například Al_2O_3 má specifický modul pružnosti téměř 4× větší než ocel.

Určit moduly pružnosti jednotlivých vrstev keramických laminátů je v i v dnešní době stále značně obtížné. Většina autorů určuje tuhosti buď izolovaných materiálů tvořících kompozit, či udává jakousi průměrnou hodnotu laminátu jako celku. Podle Lauwagieho [36] se pro měření tuhosti vrstevnatých materiálů nejlépe hodí přístup založený na vibrační metodě podložené jak numericky, tak experimentálně.

2.4.3 Pevnost

Neexistuje pouze jedna hodnota pevnosti u keramických materiálů. Hodnoty se liší v závislosti na metodě pomocí níž byly změřeny. Pevnost je také jiná v závislosti na teplotě. Obecně lze říci, že pevnost většiny keramik klesá se vzrůstající teplotou.

Teoretická pevnost

Teoretická, neboli kohezivní pevnost je definována jako tahové napětí potřebné pro přerušení atomových vazeb a rozlomení součásti na několik částí.

Je dána vztahem [15]:

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma}{a_0}} \tag{22}$$

kde E je modul pružnosti, γ energie potřebná pro vznik nového povrchu a a_0 meziatomová vzdálenost

Obvykle se pohybuje mezi desetinou a pětinou modulu pružnosti. Kvůli přítomnosti defektů není možné teoretické pevnosti dosáhnout.

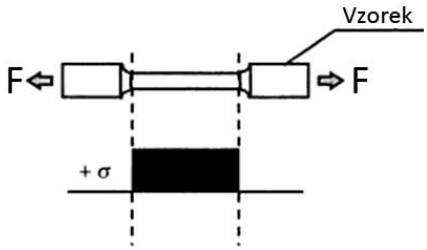
Pevnost v tahu

Zkouška tahem se u keramických materiálů příliš často nepoužívá a to z několika důvodů. Jedním z nich je složitá a drahá příprava zkušebních těles. Další souvisí se statistickou povahou křehkého lomu a jednoosým zatěžováním. Je velmi obtížné uchytit vzorek tak, aby bylo přeneseno zatížení. Nesouosost může vést ke koncentraci napětí na povrchovém defektu, což vede k chybným výsledkům

Pevnost v tahu lze vypočítat z následujícího vztahu:

$$R_f = \frac{F_f}{S_0}, \tag{23}$$

kde F_f je síla při lomu a S_0 původní průřez zkoušeného tělesa. [7]

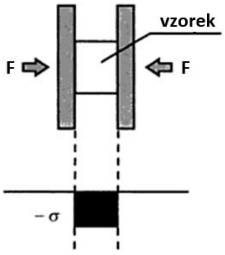


Obr. 2.16: Tahové zatěžování zkušební tyče a napěťové pole [12]

Pevnost v tlaku

Zkouška tlakem se obvykle používá k hodnocení křehkých materiálů, zřídkakdy se provádí u kovů. Pevnost v tlaku se testuje zejména u keramických materiálů, které jsou v provozu vystaveny tlakovému zatížení – např. cihly. Pevnost v tlaku je u keramik obvykle značně vyšší než pevnost v tahu. Proto je vhodné navrhovat keramické komponenty tak, aby byly zatíženy přednostně v tlaku. Jak již bylo uvedeno v kapitole 2.2.1, keramické součásti jsou často tlakově předepjaty, aby mohly lépe snášet tahové napětí.

Zkouška tlakem se obvykle provádí na válečku o výšce h_0 a průměru d_0. Zkušební těleso je umístěno mezi 2 podložky, z nichž jedna je uložena v kulovém sedle (kvůli zatížení v ose). Při zkoušce je zaznamenávána tlaková síla v závislosti na stlačení válečku.



Obr. 2.17: Tlakové zatížení vzorku a napěťové pole [12]

Pevnost v tlaku je dána následujícím vztahem [převzato z 37]:

$$R_{Pd} = \frac{F_{Pd}}{S_0}, \tag{24}$$

kde F_{Pd} je síla při lomu a S_0 původní průřez zkoušeného tělesa. Stejně jako u tahové zkoušky je zkoumána i závislost skutečného napětí na skutečné tlakové deformaci [7]

Pevnost v tlaku narůstá se snižující se velikostí zrn.

Pevnost v ohybu

Ohybová pevnost je definována jako maximální tahové napětí při porušení. Zkouška se provádí ve dvou variantách, a to ve tří a čtyř bodovém uspořádání. Účelem je získat závislost síla – průhyb [37] Ohybová pevnost je obecně dána [převzato z: 12,3]:

$$\sigma = \frac{M \cdot c}{I}, \tag{25}$$

kde *M* je ohybový moment, *c* vzdálenost neutrální osy k tahovému povrchu a *I* moment setrvačnosti.

Pro těleso obdélníkového průřezu platí:

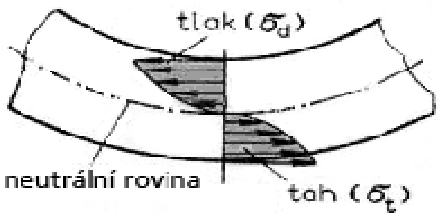
3 – bodový ohyb: $M = \frac{Fl}{4}\ I = \frac{bd^3}{12}\ c = \frac{d}{2}$ (26)

4 – bodový ohyb: $M = \frac{F \cdot a}{2}\ I = \frac{bd^3}{12}\ c = \frac{d}{2}$ (27)

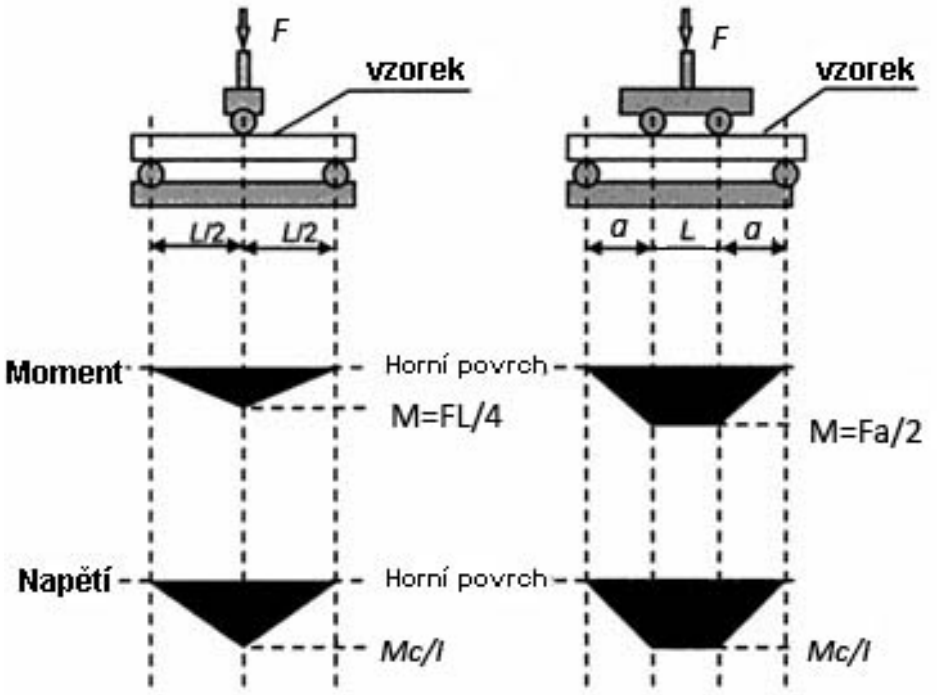
kde F [N] je maximální síla, *l* [mm] vzdálenost mezi podporami, *b* [mm] šířka a *d* [mm] tloušťka vzorku, *a* vzdálenost mezi vnějším a vnitřním válečkem u 4bo (viz obr.2.19)

Tělesa pro zkoušku v ohybu mají kruhový nebo obdélníkový průřez po celé délce, a proto je jejich výroba mnohem snadnější a levnější v porovnání s tahovými tyčemi [15].

Lom je ovlivněn zejména defekty na tahovém povrchu nebo blízko něj. A to proto, že maximální tahové napětí působí v oblasti podél povrchu vzorku, směrem ke středu klesá a dále nabývá záporných hodnot (tlaková strana) – viz obr 2.18.



Obr. 2.18: Rozložení napětí



Obr. 2.19: a) 3-bodový ohyb b) 4-bodový ohyb [12]

V případě vícevrstvých materiálů, kde mají jednotlivé vrstvy odlišné tuhosti, může být pevnost při čtyřbodovém ohybu odhadnuta dle následujícího vztahu:

$$\sigma_{i,y} = \frac{E_i \cdot M}{(E \cdot I)} \cdot (y - y_{na}), \tag{28}$$

kde E_i je modul pružnosti odpovídající vrstvě, M je moment setrvačnosti (při čtyřbodovém ohybu je (M=F·a, kde F je síla a a je vzdálenost mezi vnitřními a vnějšími opěrnými válečky), y_{na} je poloha neutrální osy

- *Porovnání 3- a 4- bodového ohybu*

Naměřená velikost pevnosti je závislá na velikosti vzorku a na geometrii zatěžování, proto je nutné výsledky následně statisticky zpracovat.

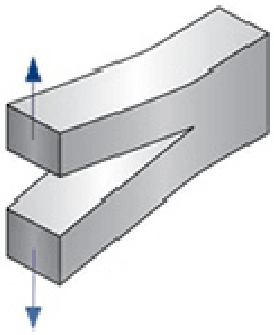
Jak je patrné z obrázku 2.19 u 3- bodového ohybu, je maximálního ohybového momentu a také napětí dosaženo v úsečce. Pravděpodobnost, že se bude největší, vhodně orientovaná vada vyskytovat v oblasti s maximálním napětím je velmi nízká. Lom nejspíš nastane na menší vadě nebo v oblasti s nižším napětím. [15]

Hodnoty pevnosti získané 4 – bodovým ohybem jsou reprezentativnější než pevnosti naměřené ve 3 – bodovém uspořádání. Důvodem je odlišný průběh napětí (a momentu) Viz obr. 2.19). U 3 bodového ohybu působí maximální ohybový moment v úsečce, zatímco u 4-bodového je moment (a napětí) konstantní v oblasti mezi vnitřními válečky. Proto tedy roste i pravděpodobnost, že vada kritické velikosti bude obsažena v této oblasti.

2.4.4 Lomová houževnatost

Lomová houževnatost je definována jako odpor materiálu proti iniciaci a růstu trhliny. Může být charakterizována jedinou hodnotou svého parametru (např. K_{Ic}), nebo je dána závislostí odpovídajícího parametru na přírůstku délky trhliny (např. R-Δa).

Koncentrace napětí na čele trhliny je popsána součiniteli koncentrace napětí K_I, K_{II}, K_{III}. Při zkoušce v tahu a ohybu dochází při zatížení k otevírání trhliny. Proto je vhodné lomovou houževnatost popisovat pomocí módu I, někde též nazývaného otevíracího.



Obr. 2.20: Mód I

Keramické materiály za pokojové teploty vykazují téměř nulovou deformaci, a proto se chovají podle lineárně elastické lomové mechaniky. Odolnost materiálu proti statické iniciaci křehkého porušení při rovinné deformaci v oblasti kořene trhliny charakterizuje při platnosti LELM součinitel intenzity napětí K_{Ic}. Čím vyšší je lomová houževnatost, tím obtížnější je iniciace a šíření trhliny.

Podle Irwina platí pro trhlinu v nekonečně široké desce následující vztah:

$$K = \sigma\sqrt{\pi a}, \tag{29}$$

kde *K* je lomová houževnatost, *σ* napětí a *a* délka trhliny

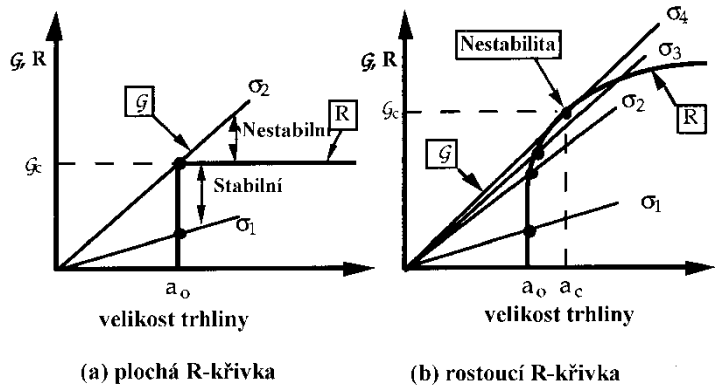
Obecně lze lomovou houževnatost pro danou geometrii určit z následujícího vztahu:

$$K_I = \frac{F}{B \cdot \sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right), \tag{30}$$

kde *F* je lomová síla, *B* tloušťka tělesa, *W* výška a *a* délka trhliny

Stabilní a nestabilní lom

K iniciaci trhliny dojde v případě, že hnací síla trhliny *G* je větší než odpor materiálu proti šíření trhliny R, následovat může stabilní nebo nestabilní šíření lomu. V případě stabilního lomu trhlina neroste, pokud se nezvyšuje síla. U nestabilního lomu se trhlina šíří díky nahromaděné elastické energii. Závislost parametru R na délce trhliny se nazývá křivka odporu proti šíření trhliny neboli R-křivka.



Obr. 2.21: Grafické vyjádření odolnosti proti šíření trhliny. [39]

Určení lomové houževnatosti

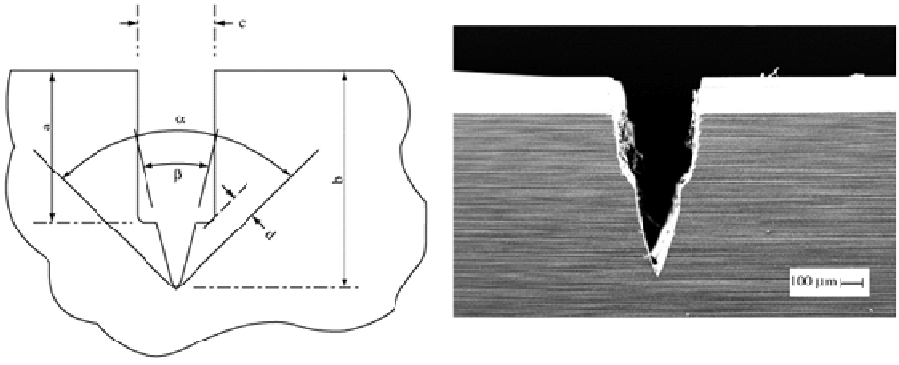
Lomovou houževnatost křehkých materiálů lze určit mnoha způsoby, mezi které patří jak indentační, tak vrubové techniky [42]. Jednotlivé techniky se vzájemně liší obtížností přípravy a přesností dosažených výsledků.

- *SEPB – těleso s počáteční trhlinou na jedné straně*

Zkouška probíhá na tělese, na jehož napěťové straně je krátká přímá ostrá trhlina [42] která vzniká z počátečního indentačního vtisku po předzatížení ve speciálním přípravku tzv. můstkovou metodou.

- *SEVNB- Single-Edge-V-Notched beam*

Zkušební těleso je ve tvaru trámečku opatřeného vrubem. Vrub je ve tvaru písmene V s ostrou špičkou, která vzniká pomocí diamantové pasty na ostří žiletky. V vrub je použitelný pro široké spektrum materiálů [43]

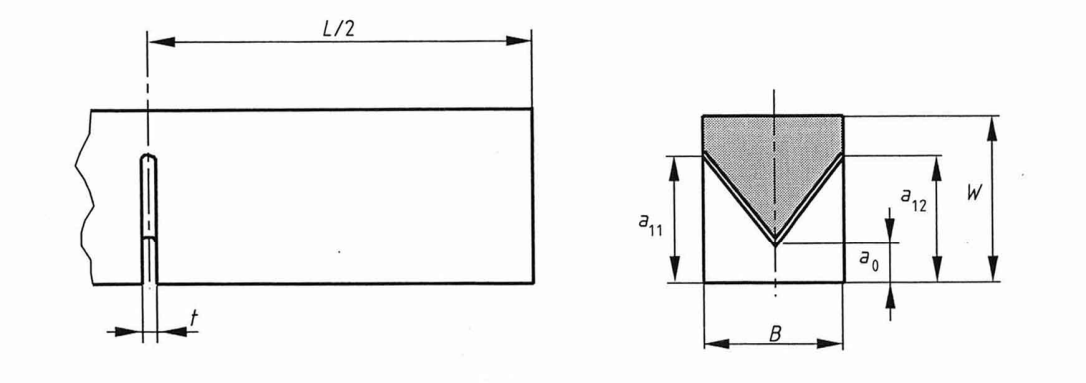


Obr. 2.22: Ukázka V vrubu v karbidu křemíku, který vznikl doostřením zářezu [38]

- *CNB-chevron notch test piece – Chevronový vrub*

Vrub typu chevron vzniká vyříznutím 2 zářezů ve vzájemném úhlu v jedné rovině. Zbylý průřez má špičku ostrého tvaru, ze které se trhlina může šířit polořízeným způsobem. Čelo trhliny se od ostré špičky rozšiřuje, což vede k nárůstu síly potřebné k udržení jejího růstu. Tato zkouška využívá pomalu se šířící trhlinu, a proto může být číselná hodnota

houževnatosti odlišná od ostatních zkoušek, při kterých se trhlina šíří nestabilně. Metoda je vhodná pro izotropní materiály. [44]



Značka	L	B	W	t	a_0	a_{11}, a_{12}
Přednostní rozměry, mm	>45	3	4	<0,2	≈0,8	3,6 – 4,0

Obr. 2.23: Ukázka chevronova vrubu včetně doporučených rozměrů tělesa [44]

- *SCF – povrchová trhlina v ohybu*

Zkouška probíhá na tělese s malou polokruhovou vadou, která byla zhotovena vtiskem na tahové straně a na kterém bylo odstraněno poškození povrchu způsobené vtiskem. [42]

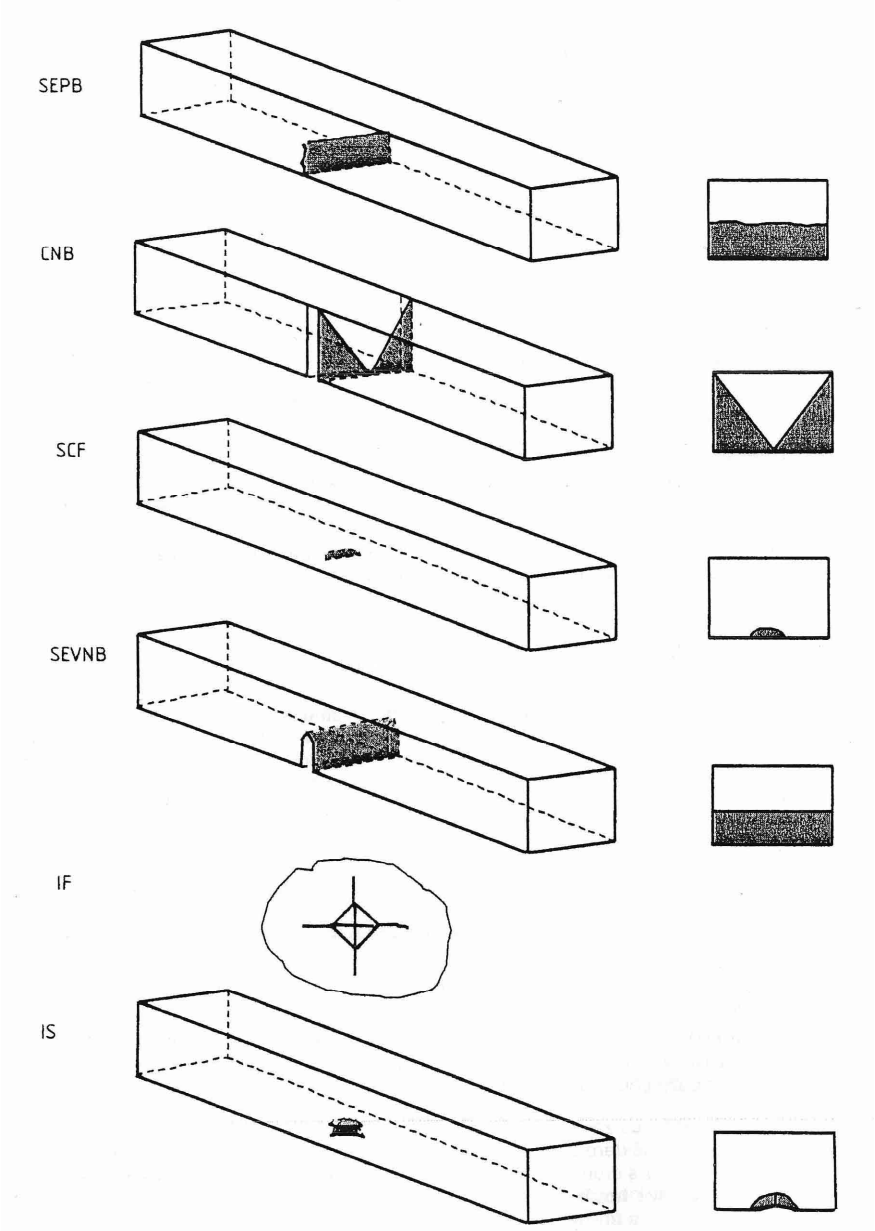
- *IF – lom při vtisku*

Indentační technika založená na změření délky trhlin šířících se z rohů vtisku po zkoušce tvrdosti podle Vickerse. Metoda je velice rychlá, nenáročná na přípravu vzorku, ale není příliš přesná díky komplikovanému stavu napjatosti a s tím spojeného vzniku trhlin různého typu. [42]

- *IS – pevnost při vtisku*

Zkouška v ohybu probíhá na tělese, které je na tahové straně opatřeno vtiskem. Oproti lomu při vtisku je tato metoda časově náročnější, ale poskytuje přesnější výsledky. Stejně jako výše uvedená metoda se nehodí pro porézní materiály. [42]

Pro hodnocení lomové houževnatosti vrstvených keramických laminátů neexistuje žádná standardizovaná metoda. Nejčastěji se k odhadu velikosti odporu proti šíření trhliny používá analýza za použití váhové funkce („fracture mechanical weight function analysis“). Touto metodou byly porovnávány lomové houževnatosti monolitické a vrstevnaté keramiky a dle očekávání bylo potvrzeno, že je houževnatost u laminátů vyšší. [3] Dále bylo u vrstevnatých keramik vypočteno, že zdánlivá houževnatost narůstá v oblastech, kde převažují tlaková napětí a naopak klesá v tahových oblastech.



Obr. 2.24: Ukázky geometrie vrubů a vtisků na zkušebních tělesech [42]

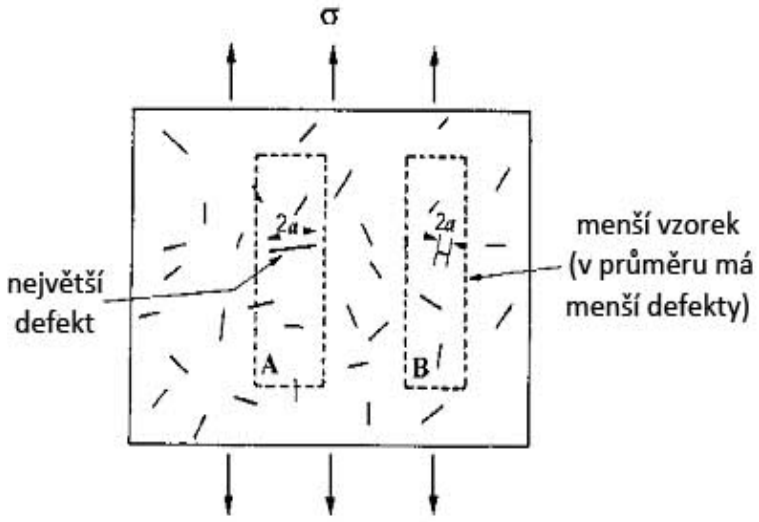
2.4.5 Statistické zpracování dat

Při použití křehkého materiálu nelze předpokládat, že nedojde k porušení dílu. Jestliže připustíme přijatelné riziko lomu během provozu, pak je možné keramiku používat jako konstrukční materiál. [39]

Přijatelná pravděpodobnost porušení je různá podle použití. Jedná-li se například o řezný nástroj, jehož výměna je bezproblémová, je postačující $P_f = 10^{-2}$ (1 ze 100 nástrojů). V případě, že jsou na kvalitě keramického dílu závislé životy, jako třeba v raketoplánu, musí být pravděpodobnost porušení výrazně menší - $P_f = 10^{-8}$.

Statistická povaha pevnosti a Weibullovo rozdělení

Dva nominálně stejné keramické vzorky mohou mít značně odlišnou pevnost – rozdíl může být až trojnásobný [39]. Jak je patrné z obr. 2.25. vzorek A bude vykazovat menší pevnost než vzorek B, neboť ve struktuře obsahuje větší defekt. Teorie nejslabšího článku - pevnost celého systému je dána pevnostní nejslabšího článku, což znamená, že při porušení nejslabší části dojde k selhání celého systému. Typickým příkladem je řetěz, který je tak pevný, jako jeho nejslabší článek.



Obr. 2.25: Rozložení defektů v keramickém materiálu [39]

Pevnost má stochastickou povahu, což znamená, že nelze určit přesnou hodnotu pevnosti pro danou keramiku, ale pouze pravděpodobnost, že daná součást má danou pevnost. Velký vzorek se s větší pravděpodobností poruší při nižším napětí než malý vzorek. Existuje však také jistá malá pravděpodobnost, že nejdelší trhlinu bude obsahovat právě nejmenší vzorek. Statistická povaha lomu vysvětluje i rozdílné hodnoty pevnosti v tahu a ohybu. V ohybu působí maximální napětí pouze v malé oblasti na povrchu, je tedy menší pravděpodobnost, že se zde bude vyskytovat největší defekt, a proto je ohybová pevnost větší ve srovnání s tahovou (kde tahové napětí působí na celý vzorek se všemi defekty).

Weibull definoval pravděpodobnost neporušení (přežití) vzorku jako poměr identických vzorků (oba o objemu V_o), které přežijí zatížení napětím σ, k celkovému počtu vzorků. Pravděpodobnost přežití (nezlomení) je dána následujícím vztahem [45]

$$P_s(V_0) = exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right], \tag{33}$$

kde m je Weibullův modul a σ_o –parametr měřítka.

Pravděpodobnost porušení je dána rozdílem od jedné, tj.

$$P_f(V_0) = 1 - exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]. \tag{34}$$

Weibullův modul *m* charakterizuje rozptyl – (jak moc se mění pevnost v okolí σ_o). Čím je modul menší, tím je větší rozptyl. Konstrukční keramika má přibližně o řád menší Weibullův modul než kovy. Charakteristiky *m* a σ_o se určují experimentálně.

Stanovení Weibullova modulu m a parametru měřítka σ_o

Nejdříve se naměřené hodnoty (pevnosti) seřadí vzestupně a opatří pořadovým číslem *i*, dále se vypočítá pravděpodobnost porušení, např. ze vztahu [45]

$$P_{fi} = \frac{i-0,5}{N}, \tag{35}$$

kde *N* je počet vzorků.

Hodnoty se vynesou do souřadného systému, kde je na ose y dvakrát logaritmovaná pravděpodobnost porušení $ln\left(ln\left[\frac{1}{1-P_{fi}}\right]\right)$ a na ose x logaritmus napětí $\ln\sigma$. Díky logaritmickým souřadnicím je závislost téměř lineární, směrnice přímky je hledaným parametrem m.

Parametr měřítka σ_o je charakteristická pevnost, při které je pravděpodobnost porušení 0,6321 [45, 15].

Vliv zatíženého objemu

Pravděpodobnost neporušení (přežití) součásti o objemu *V* zatížené napětím σ je dána vztahem [39]:

$$P_s(V) = exp\left\{-\frac{V}{V_o}\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m\right\}, \tag{36}$$

Pravděpodobnost porušení

$$P_f(V) = 1 - exp\left\{-\frac{V}{V_o}\left(\frac{\sigma}{\sigma_o}\right)^m\right\} \tag{37}$$

V případě, že napětí není rozděleno rovnoměrně, ale mění se v závislosti na místě v tělese (např. u ohybového namáhání), pak je potřeba podíl integrovat:

$$P_f = 1 - exp\left[-\frac{1}{V_0}\int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m dV\right] \tag{38}$$

kde $\sigma = \sigma(x,y,z)$ vyjadřuje napětí závislé na místě v tělese.

Výše uvedené vztahy weibullovy pravděpodobnosti jsou dvouparametrové. V literatuře [15] je popsána taktéž 3-parametrová weibullova funkce, kde kromě Weibullova modulu *m* a parametru měřítka σ_o vystupuje také prahové napětí σ_μ (napětí, při kterém je nulová pravděpodobnost porušení). Vztah pro výpočet pravděpodobnosti je poté dán:

$$P_f = 1 - exp\left[-\int_V \left(\frac{\sigma-\sigma_\mu}{\sigma_0}\right)^m dV\right] \tag{39}$$

Čím více je testovaných vzorků, tím přesněji je určený parametr *m*. V případě 10 vzorků je odchylka asi 40%, zatímco při 60 vzorcích klesá odchylka na pouhých 10%.

Weibullovo rozdělení je na rozdíl od Gaussova asymetrické.

3 CÍLE PRÁCE

Základním cílem práce je získání informací o chování trhliny, která není kolmá k rozhraním keramického laminátu. Bude sledováno, zda dojde k delaminaci, odklonu trhliny z původního směru šíření, popřípadě k jejímu větvení. V práci budou studovány keramické lamináty na bázi Al_2O_3 a ZrO_2, připravené elektroforetickou depozicí. Dílčím cílem bude objasnění vlivu přítomnosti vnitřních napětí v jednotlivých vrstvách laminátu na lomové chování jak u těles s vrubem, tak i u těles bez vrubu. Stanovení základních mechanických vlastností, jakými jsou modul pružnosti a pevnost v ohybu, bude nezbytné jak pro vrstevnaté kompozity, tak i pro jednotlivé složky. Přesné stanovení zejména elastických charakteristik bude klíčové pro stanovení vnitřních napětí. Rovněž seznámení se s metodikami kvantitativního popisu struktury, resp. lomových projevů bude nezbytné k dosažení hlavních cílů. K objasnění zjištěných skutečností v rámci experimentální části práce bude přínosné zvládnutí vybraných pokročilých technik, jako například techniky měření mikrodeformací založené na interferenčních obrazcích povrchu (ESPI) zkoušených vzorků, rezonanční metody pro stanovení elastických charakteristik a 3D rekonstrukce lomových ploch pomocí laserové konfokální mikroskopie. V neposlední řadě bude cílem kvalifikovaně diskutovat o výsledcích experimentálních prací na základě důkladné literární rešerše.

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Experimentální část práce zahrnovala přípravu zkušebních vzorků, mechanické zkoušky a následnou dokumentaci lomového chování.

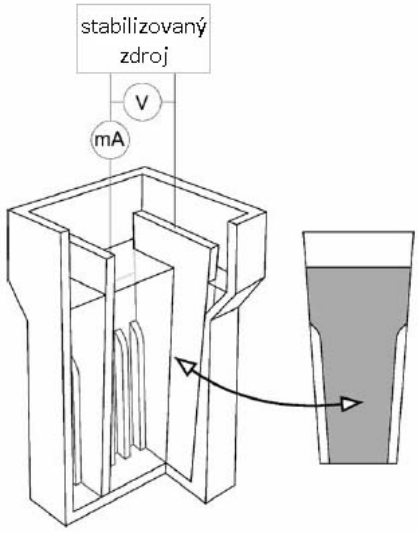
4.1 Materiál

Jako zkušební materiál byl použit mikrolaminát složený z vrstev oxidu hlinitého a ytriem stabilizovaného oxidu zirkoničitého, který byl připraven elektroforetickou depozicí na odboru keramiky a polymerů na Fakultě strojního inženýrství v Brně.

Pro přípravu suspenzí byl použit prášek Al_2O_3 se střední velikostí zrn 470 nm (typ RC-HP-DBM, Malakoff Ind., USA) a ZrO_2 stabilizovaný 3 mol% Y_2O_3 (TZ-3YSE, Tosoh, Japonsko) o střední velikosti zrn 140 nm, isopropanol (p.a., Onex, Česká republika) a monochloroctová kyselina (p.a. Penta, Česká republika).

Složení suspenzí bylo následující: 15 hm. % keramického prášku, 12,75 hm. % kyseliny monochloroctové a 72,25 hm. % isopropanolu.

Elektroforetická depozice probíhala v elektroforetické cele se dvěma korozivzdornými ocelovými elektrodami o efektivní ploše 18,7 cm^2, mezi nimiž byla konstantní vzdálenost 26 mm (viz obr. 4.1). Depozit se díky zápornému náboji částic v obou suspenzích ukládal na anodě.



Obr. 4.1: Schéma elektroforetické cely s elektrodami [30].

Keramický laminát byl vyroben přesouváním elektrod mezi dvěma celami s 80 ml suspenze o odlišném složení. Depozice probíhala při konstantním proudu 5 mA po dobu přibližně 4 hodin. Po vyjmutí ze suspenze byl kompozit při pokojové teplotě sušen asi 24 hodin. Následně byl vyžíhán při teplotě 800°C po dobu 1 hodiny (nárůst teploty 2°C/min) a ve vzdušné atmosféře slinut při 1500°C (2 hodiny, nárůst 2°C/min).

Výše uvedeným postupem byly připraveny 3 typy vrstevnatého kompozitu, jejichž přehled je uveden v tab. 4.1.

Tab. 4.1: Zkušební materiál

označení	složení	počet vrstev	tloušťka vrstev [µm]	poměr tlouštěk	Zbytková napětí	
					Al_2O_3	ZrO_2
H150 (1A / 1Z)	α-Al_2O_3 / t-ZrO_2	150 (75+75)	52,5/53	1 : 1	-294	+292
1A / 2Z	α-Al_2O_3 / t-ZrO_2	150 (75+75)	26 / 60	1 : 2	-455	+197
2A / 1Z	α-Al_2O_3 / t-ZrO_2	150 (75+75)	52,5 / 25,5	2 : 1	-176	+362

Jako referenční materiály byly dále, taktéž elektroforetickou depozicí, připraveny monolity Al_2O_3 a ZrO_2.

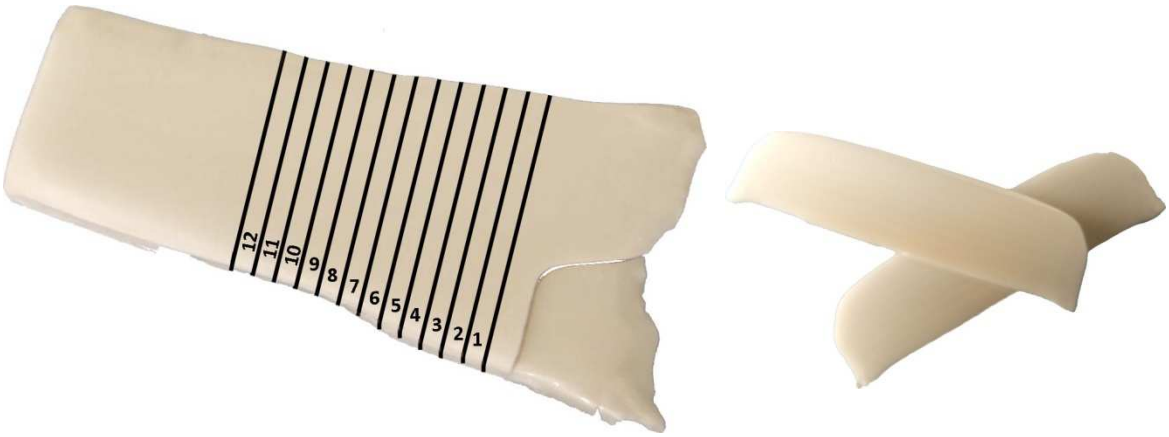
Obr. 4.2: Ukázka slinutého depozitu

4.2 Příprava vzorků

Kvalitní příprava vzorků je nezbytná pro dosažení reprezentativních výsledků mechanických zkoušek. Nejen vzhledem k malým rozměrům výchozího materiálu byla příprava velice náročná a zdlouhavá.

4.2.1 Řezání

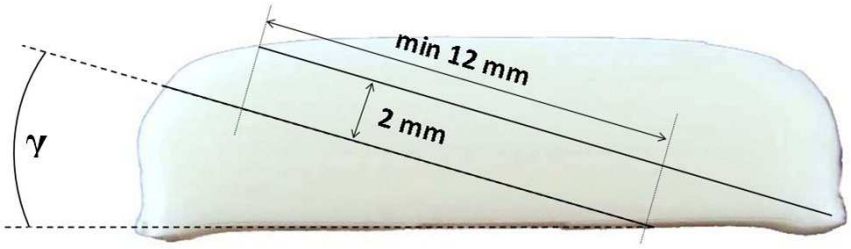
Prvním krokem bylo nařezání výchozího materiálu na plátky o tloušťce 1,7 – 2,1 mm. Řezání probíhalo na přímé kotoučové pile IsoMet 5000 (Buehler, USA) pomocí diamantového kotouče 15LC (ϕ127 mm × 0,381 mm). Řezné podmínky byly následující: rychlost 4000 ot./min, rychlost posuvu max 3 mm/min.



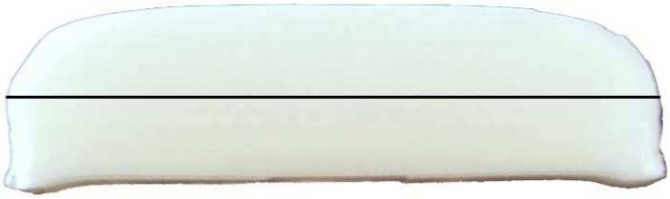
Obr. 4.3: Výchozí materiál s naznačenými řezy a plátky po řezu

Po nařezání plátků následovalo první rovinné broušení pro úpravu tvaru. O broušení bude podrobněji pojednáno v podkapitole 4.2.2.

Dalším krokem bylo nařezání plátků na trámečky, a to jak rovnoběžně s vrstvami (obr. 4.5), tak i šikmo k nim (obr. 4.4). Úhel γ mezi vrstvami a povrchem vzorku se pohyboval mezi 4 až 20°.



Obr. 4.4: Schéma řezu šikmého vzorečku pro zkoušku v 4 – bodovém ohybu



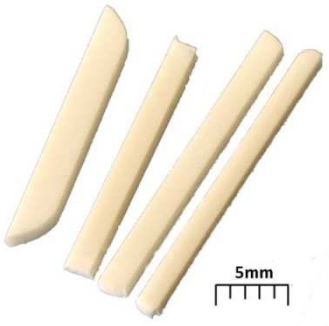
Obr. 4.5: Nákres řezu rovného vzorku pro zkoušku v 3 – bodovém ohybu

4.2.2 Broušení

Broušení probíhalo na laboratorní brusce Kompakt 1031 (MTH, ČR) na jemném diamantovém kotouči o zrnitosti 10-20 µm. V některých případech bylo potřeba zbrousit delaminující se vrstvy kompozitu ještě před řezáním, aby bylo možné vzorek vůbec do pily upnout. Po prvním řezu byly zbroušeny plochy tak, aby byly vzájemně rovnoběžné a kolmé k vrstvám. Po dalším řezání byl trámeček upraven broušením do požadovaného pravidelného tvaru. Rozdíly v rovinnosti byly v obou případech maximálně 10 µm. U těles určených na zkoušku pevnosti v 3 – bodovém ohybu byly navíc zkoseny 2 hrany na tahové straně vzorku. Kvůli malým rozměrům těles a požadované přesnosti probíhalo broušení výlučně ručně. Otáčky brusky se pohybovaly od 150 do 250 ot. / min.

4.2.3 Leštění

Leštění bylo uskutečněno na stejné brusce jako broušení s tím rozdílem, že byly využity leštící kotouče. U všech vzorků byly nejprve větší plochy vyleštěny na kotouči MD Dur™ s diamantovou suspenzí DP-Suspension P o velikosti částic 9 µm a smáčedlem DP – Lubricant Blue (vše Struers, Dánsko). U těles určených pro měření pevnosti v 3 - bodovém ohybu byla navíc ještě vyleštěna tahová strana vzorku včetně zkosených hran. Toto leštění probíhalo na suspenzích o zrnitostech 9, 6, 3 a 1 µm. Otáčky byly většinou voleny menší než 200 ot. /min. Přítlačná síla byla relativně malá, neboť při větším zatížení docházelo k vytrhávání zrn. Z tohoto důvodu byla příprava velice časově náročná, leštění jednoho vzorku na kotouči o jedné zrnitosti trvalo přibližně 20 minut.



Obr. 4.6: Ukázka hotových vzorků pro 3 - bodový ohyb

4.2.4 Příprava vrubů

Tělesa určená pro měření lomové houževnatosti byla opatřena V vrubem (SEVNB). Vrub byl vyřezán žiletkou, která byla v pravidelných intervalech natírána diamantovou pastou (o zrnitosti 1 μm). K přípravě vrubu byl použit jednoduchý stroj, vykonávající přímočarý vratný pohyb (Exakt 6010, Německo). Žiletka byla pevně připevněna k rámu stroje a držák se vzorky se vratně pohyboval po přímce. Hloubka vrubu byla v průběhu přípravy kontrolována digitálním úchylkoměrem.

Obr. 4.7: Ukázka V vrubu na vzorku 2Z/1A_002

4.3 Zkoušky a metodiky

4.3.1 Stanovení ohybové pevnosti

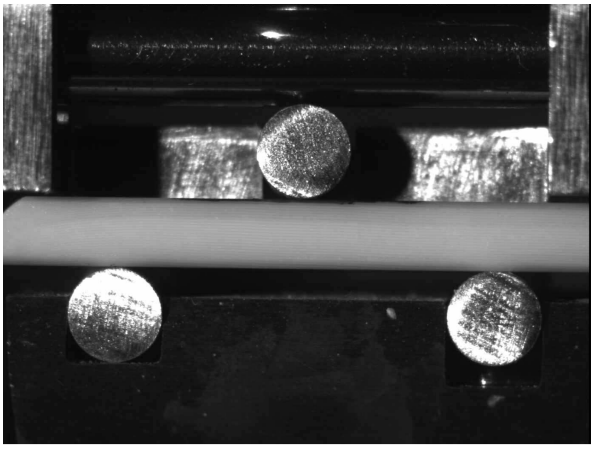
Pro zkoušku pevnosti v 3 - bodovém ohybu byly zvoleny trámečky bez vrubu s vyleštěnou tahovou stranou a zkosenými přilehlými stranami (viz obr. 4.6). Měření probíhalo na universálním zkušebním stroji Zwick / Roell Z050 (Německo). Během zkoušky byly vzorky umístěny ve speciálním přípravku (viz obr. 4.8 a 4.9), který měl vnější rozestup opěrných válečků roven 10 mm. Rychlost posuvu příčníku v_p během měření činila 50 μm/min. Zkouška byla řízena softwarem pro záznam a vyhodnocení dat TestXpert taktéž od firmy Zwick / Roell. Mikrodeformace tělesa v průběhu zkoušky byly snímány pomocí elektronické laserové interferometrie (ESPI) na zařízení Q-300 (Dantec Dynamics, Dánsko).

Pevnost tělesa byla vypočtena z následujícího vztahu [41]:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F_m \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2}, \tag{40}$$

kde σ_f je lomové napětí, F_m maximální síla, l vzdálenost podpěrných válečků, b šířka a h výška tělesa.

Obr. 4.8: Fotografie přípravku se vzorkem před zkouškou



Obr. 4.9: Detail přípravku pro zkoušku 3 – bodovým ohybem

4.3.2 Lomová houževnatost

Houževnatost byla měřena na tělesech opatřeným V-vrubem. Zkouška probíhala na zkušebním zařízení Zwick/Roell Z050 v přípravku pro 4 – bodový ohyb, jehož vnější opory byly od sebe vzdáleny 10 mm a vnitřní 5 mm. Rychlost posuvu příčníku v_p byla 20 µm/min. Na zlomených tělesech byla ze změřené plochy vrubu vypočtena jeho hloubka a. Houževnatost pro 4 - bodový ohyb byla spočtena podle následujícího vztahu [43]:

$$K_{Ic,\,SEVNB} = \frac{F}{B\cdot\sqrt{W}} \cdot \frac{S_1 - S_2}{W} \cdot \frac{3\cdot\sqrt{\alpha}}{2\cdot(1-\alpha)^{1,5}} \cdot Y, \tag{41}$$

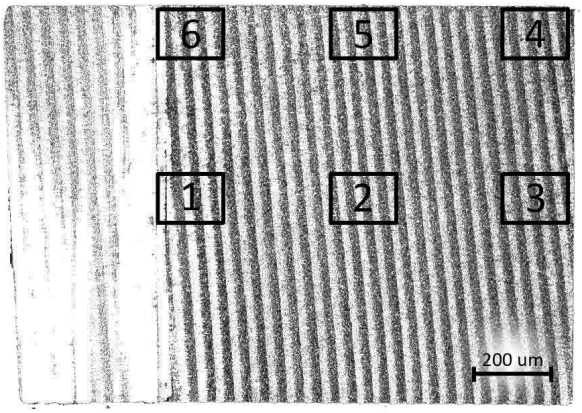
kde $\alpha = \frac{a}{W}$ a $Y = 1{,}9887 - 1{,}326 \cdot \alpha - \frac{(3{,}49 - 0{,}68\cdot\alpha + 1{,}35\cdot\alpha^2)\cdot\alpha\cdot(1-\alpha)}{(1+\alpha^2)}$,

$K_{Ic,\,SEVNB}$ je houževnatost v lomu, σ pevnost v lomu, F zatížení při lomu, B šířka a W výška zkušebního tělesa, S_1 vzdálenost vnějších a S_2 vnitřních opěrných válečků, a průměrná hloubka zářezu, α relativní hloubka zářezu a Y tvarový faktor intenzity napětí.

4.3.3 Dokumentace a analýza dat - konfokální mikroskopie

Zlomené vzorky byly pozorovány a lomové plochy následně hodnoceny na laserovém konfokálním mikroskopu LEXT OLS3100 (Olympus, Japonsko).

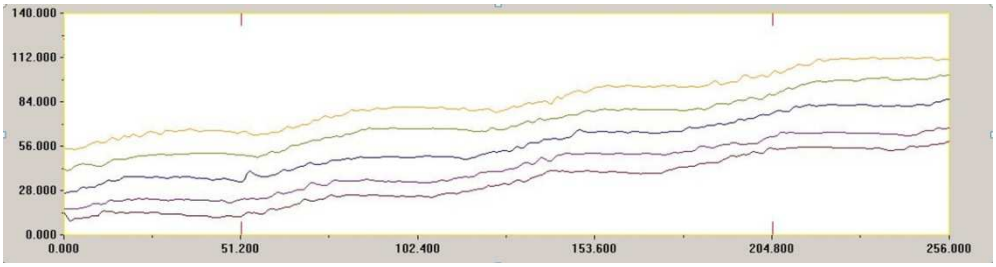
U všech zlomených těles byla vyfotografována lomová plocha při přehledovém zvětšení 120×. U šikmých vzorků byla provedena důkladnější fotografická dokumentace. Na lomové ploše bylo vybráno 6 oblastí, které byly pozorovány při zvětšení 1200× (viz obr. 4.10). Dále byl ve 2D módu zaznamenán boční pohled na trhlinu, a to při zvětšeních 120 a 1200×.



Obr. 4.10: Ukázka fotografovaných oblastí na lomové ploše (vlevo je viditelná plocha vrubu)

Analýza naměřených dat

Mikrofotografie lomových ploch pořízených při zvětšení 1200× byly hodnoceny v programu LEXT-OLS, který je součástí konfokálního mikroskopu. Před samotným měřením byly snímky digitálně upraveny (například byl redukován šum). Měření úhlů probíhalo v modulu ‚Analysis' pomocí funkce ‚step measurement'. Krokové měření umožnilo měřit úhly v jednotlivých virtuálních řezech vzorku. Vzdálenost mezi jednotlivými řezy byla rovna 12 µm (na obr. 4.11 je ukázka pěti z nich).

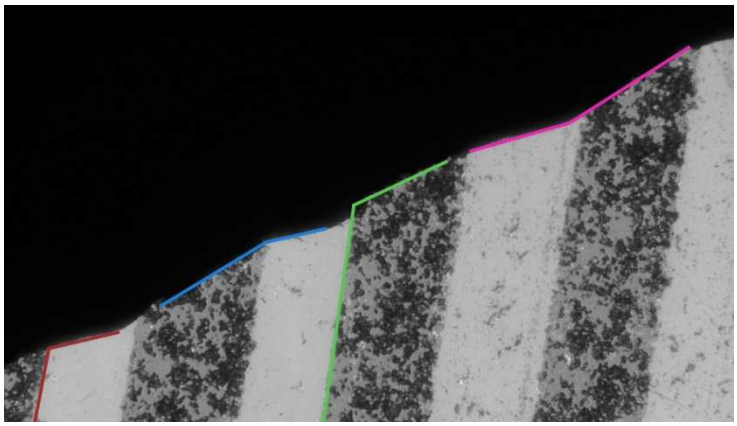


Obr. 4.11: Ukázky profilů vzniklých virtuálními řezy (vodorovně je ZrO_2, šikmo je Al_2O_3)

V jednotlivých řezech byl měřen odklon trhliny od vodorovného směru (viz obr. 4.12). Nutno podotknout, že vzorky byly fotografovány ve svislé poloze.

Obr. 4.12: Ukázky měření úhlu jednoho profilu v programu LEXT

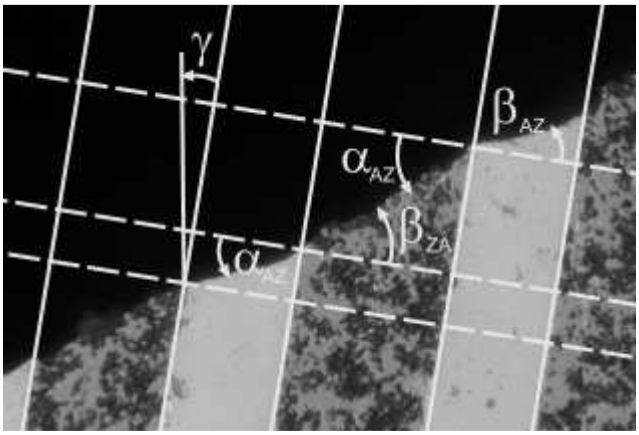
Trojrozměrné obrazy lomových ploch byly doplněny fotodokumentací bočních pohledů. Fotografie byly vytvořené taktéž na konfokálním mikroskopu, avšak na rozdíl od předcházejících, v nekonfokálním 2D módu. Hodnocení probíhalo v programu Analysis.



Obr. 4.13: Boční pohled na lomovou plochu

Stejně jako u lomových ploch byly úhly měřeny směrem od vrubu, tj. ve směru šíření trhliny (u vzorku na obr. 4.13 byl vrub vlevo). Na výše uvedeném obrázku je dále znázorněno, které úhly byly měřeny. Konkrétně se jednalo o úhly mezi šířící se trhlinou a rozhraním (zobrazeno červeně a zeleně) a o úhly mezi sousedícími vrstvami (modře a růžově).

Aby bylo možné porovnávat chování trhliny na povrchu a uvnitř vzorku, bylo nutné sjednotit naměřená data. Jako nejvhodnější se jeví popisovat chování trhliny pomocí jejího odklonu na bimateriálovém rozhraní [21]. Z tohoto důvodu musely být dříve naměřené úhly přepočteny dle následujícího obrázku.



Obr. 4.14: Schéma odklánění trhliny, analogie k lomu světla na rozhraní (vrub je vlevo)

Analogicky k lomu světla je α úhel dopadu a β úhel lomu. Indexy popisují směr šíření trhliny, kde AZ označuje směr z Al_2O_3 do ZrO_2 a naopak.

Z obr. 4.11 a 4.12 není patrná změna šíření trhliny v rámci jedné vrstvy. Z tohoto důvodu byl vždy v příslušné vrstvě měřen pouze jeden úhel, takže přepočtené úhly α_{ZA} a β_{AZ}, resp. α_{AZ} a β_{ZA} byly totožné. Na povrchu vzorku (při bočním pohledu) byly v některých případech úhly α_{AZ} a β_{ZA} odlišné.

4.3.4 Měření modulu pružnosti

Modul pružnosti byl určován třemi metodami, tj. rezonanční metodou a dvěma metodami, které vycházely ze závislosti síly na průhybu.

Rezonanční metoda

Měření probíhalo na zařízení GrindoSonic MK5 'Industrial' (J. W. Lemmens, Inc., Belgie). Prvním krokem byla příprava, pokud možno, co největšího geometricky pravidelného tělesa. Z tohoto důvodu byl vybrán vzorek laminátu s 200 pravidelně se střídajícími stejně tlustými vrstvami, který byl zbroušen do tvaru kvádru. K podepření tělesa v normou [40] definovaných místech byla použita uhlíková vlákna. Do středu tělesa bylo udeřeno paličkou zakončenou ocelovou kuličkou o průměru 2 mm. Tento úder vybudil vlastní frekvenci tělesa, která byla systémem GrindoSonic změřena na 3 desetinná místa a pomocí softwaru GSDATA přímo zaznamenána do počítače. Bylo provedeno 10 měření pro každý materiál. Kontrola metody byla provedena otočením tělesa o 90 stupňů, tj. na užší stranu a opětovného provedení zkoušky. Zkouška byla automaticky vyhodnocena v programu EMOD, který pracuje pod systémem Windows.

Stanovení modulu pružnosti ze závislosti síly na korigovaném průhybu

Modul pružnosti nebylo možno vypočítat přímo ze závislosti síly na zaznamenaném pohybu příčníku během ohybové zkoušky (kontaktní snímač deformace nebyl díky malým rozměrům vzorku použit). Při zatěžování docházelo kromě žádoucí deformace vzorku také k nežádoucí a bohužel mnohem výraznější elastické deformaci přípravku a stroje. Výsledkem byl řádový nárůst průhybu, a z toho plynoucí pokles směrnice přímky (potažmo modulu pružnosti). Poddajnost soustavy byla vypočítána ze záznamu průhyb – síla vzorku o známém modulu pružnosti. Jako referenční vzorek byl vybrán nitrid křemíku (referenční materiál NIST, USA) o modulu pružnosti 314,956 GPa (změřeno rezonanční metodou). Modul pružnosti je dán směrnicí přímky v osách σ – ε, proto musel být upraven do tvaru nezohledňující rozměry součásti v souřadnicích y - F:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{F \cdot l^3}{4 \cdot b \cdot h^3 \cdot y} \Rightarrow \frac{y}{F} = \frac{l^3}{4 \cdot E \cdot b \cdot h^3}, \tag{42}$$

$$y = \frac{l^3}{4 \cdot E \cdot b \cdot h^3} = \frac{10^3}{4 \cdot 314965 \cdot 2{,}986 \cdot 3{,}998^3} = 4{,}1597 \cdot 10^{-6} \cdot F, \tag{43}$$

Postup korekce průhybu je patrný z obr. 4.15, kde světle zelená křivka zobrazuje nekorigovanou závislost celkového průhybu (soustavy včetně vzorku) na síle. Pro zjednodušení následných výpočtů a vzhledem k očekávanému lineárně elastickému chování byla tato křivka nahrazena přímkou o rovnici $y = 3{,}14 \cdot 10^{-4} \cdot F$ (tmavě zelená). Modul pružnosti z rovnice (43) je v grafu vynesen modře. Odečtením rovnice známého modulu pružnosti od rovnice přímky (tmavě zelená) byla vypočítána poddajnost soustavy, která je v grafu zobrazena červeně. Poddajnost stroje byla popsána následující rovnicí:

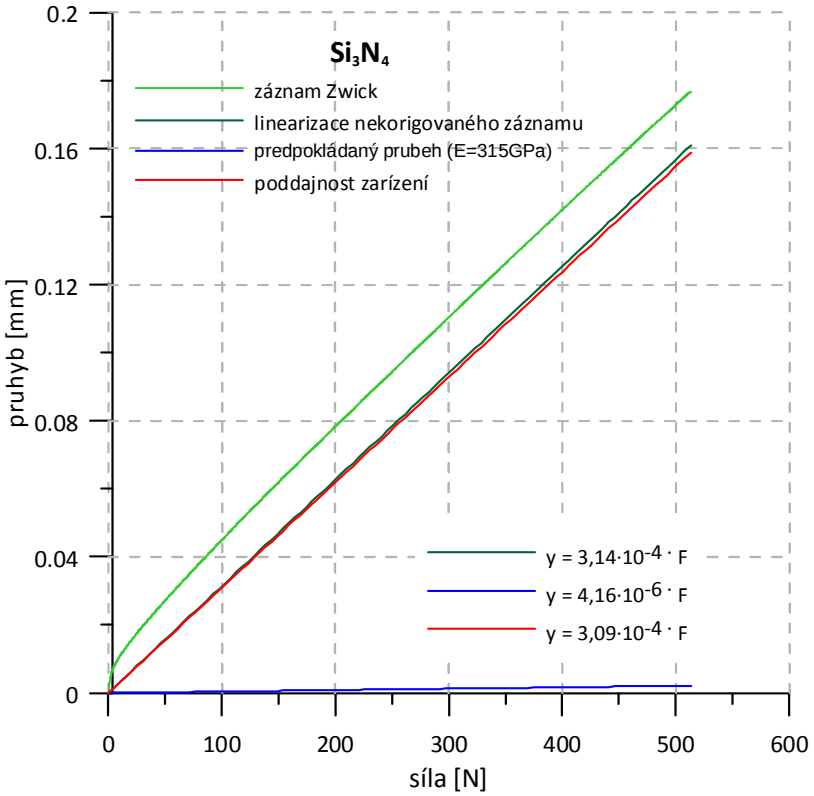
$$y = 3.09419 \cdot 10^{-4} \cdot F, \tag{44}$$

kde *y* je průhyb a *F* síla.

Při hodnocení záznamů ohybových zkoušek laminátů byl proveden opačný postup, tj. od naměřených dat pohybu příčníku byla odečtena poddajnost soustavy a tím byl získán skutečný průhyb.

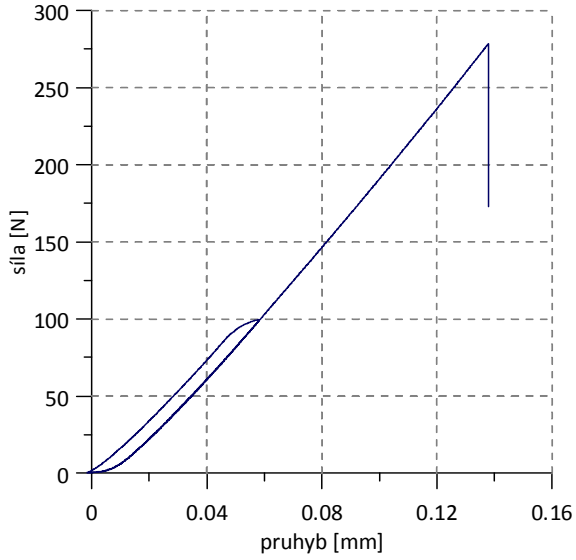
Skutečný průhyb vzorku byl přepočítán na deformaci podle následující rovnice:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} = \frac{3 \cdot \cancel{F_m} \cdot l}{2 \cdot \cancel{b} \cdot \cancel{h^2}} \cdot \frac{4 \cdot \cancel{b} \cdot h^3 \cdot y}{\cancel{F} \cdot l^3} = \frac{6 \cdot h \cdot y}{l^2}. \tag{45}$$



Obr. 4.15: Ukázka korekce záznamu v osách průhyb – síla

Záznam bylo možné korigovat pouze u laminátů s poměrem vrstev 1:2 (a 2:1), neboť při zkoušce proběhlo předtížení soustavy pomocí hysterezní smyčky do 100 N (viz obr. 4.16 a 4.20). Při zkoušení laminátů s poměrem vrstev 1:1 toto předtížení neproběhlo, takže záznam byl ovlivněn postupným „usedáním“ prvků soustavy, které ovlivnilo naměřený průhyb.

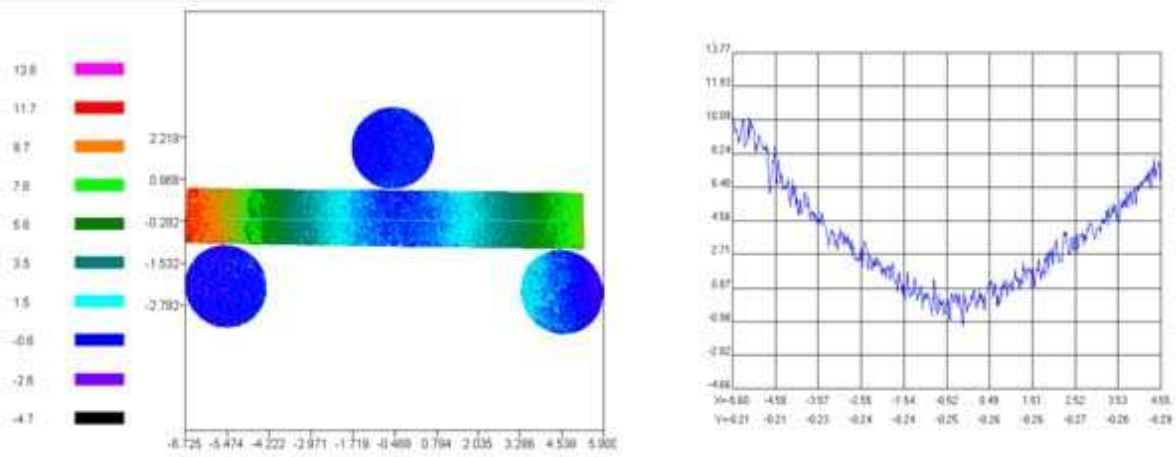


Obr. 4.16: Závislost síly na průhybu; v levé části záznamu je patrné předtížení soustavy

Stanovení modulu pružnosti pomocí metody ESPI

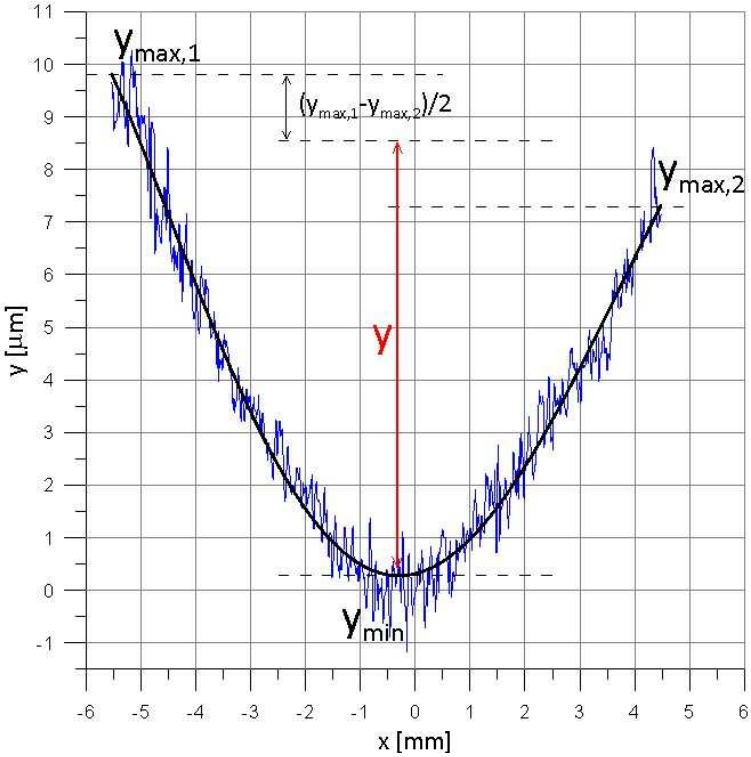
Výpočet modulu pružnosti opět vycházel z naměřených dat při zkoušce v ohybu. Pro měření skutečného průhybu byl použit systém elektronické laserové interferometrie (ESPI) DANTEC Q-300 (Dantec Danymics, Dánsko), který vyhodnocuje deformace s přesností menší než jeden mikrometr.

V průběhu zkoušky byly v určitých časových intervalech ukládány snímky, ze kterých je patrná deformace tělesa, popsána průhybovými čarami (viz obr. 4.17).



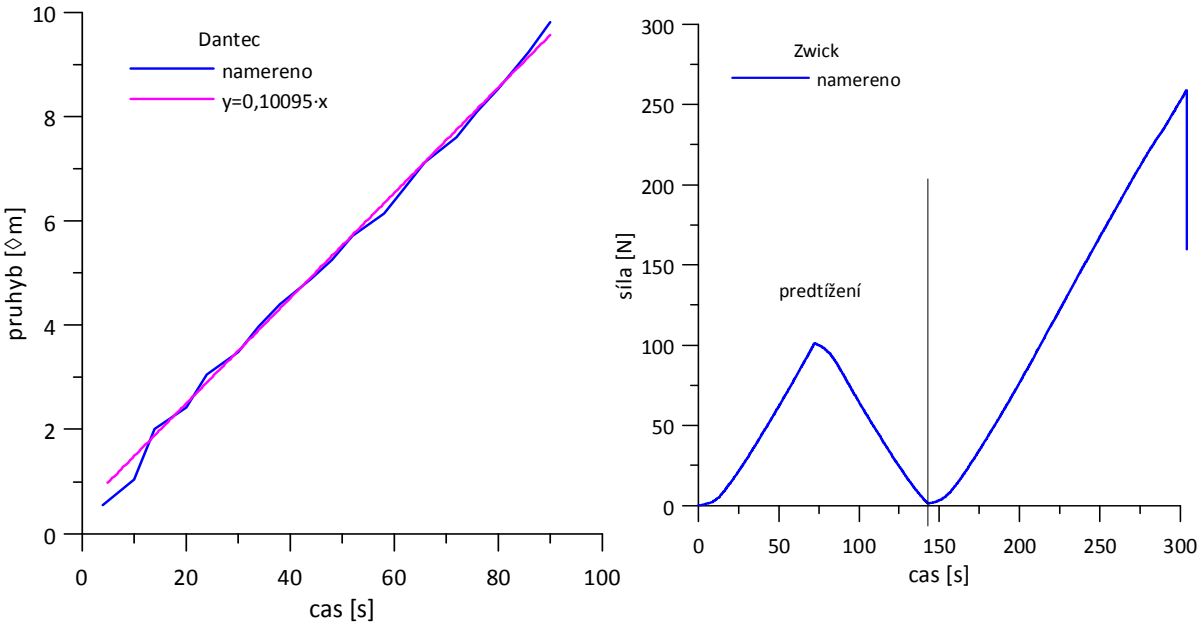
Obr. 4.17: Ukázka deformace vzorku (1Z2A_08b) ve směru osy *y* při ohybové zkoušce a odpovídající průhybová čára

Každá průhybová čára byla proložena vhodnou křivkou (většinou polynomem pátého stupně), na které byly následně odečteny minimální a maximální hodnoty, jejichž rozdíl byl hledaným průhybem (viz obr. 4.18).

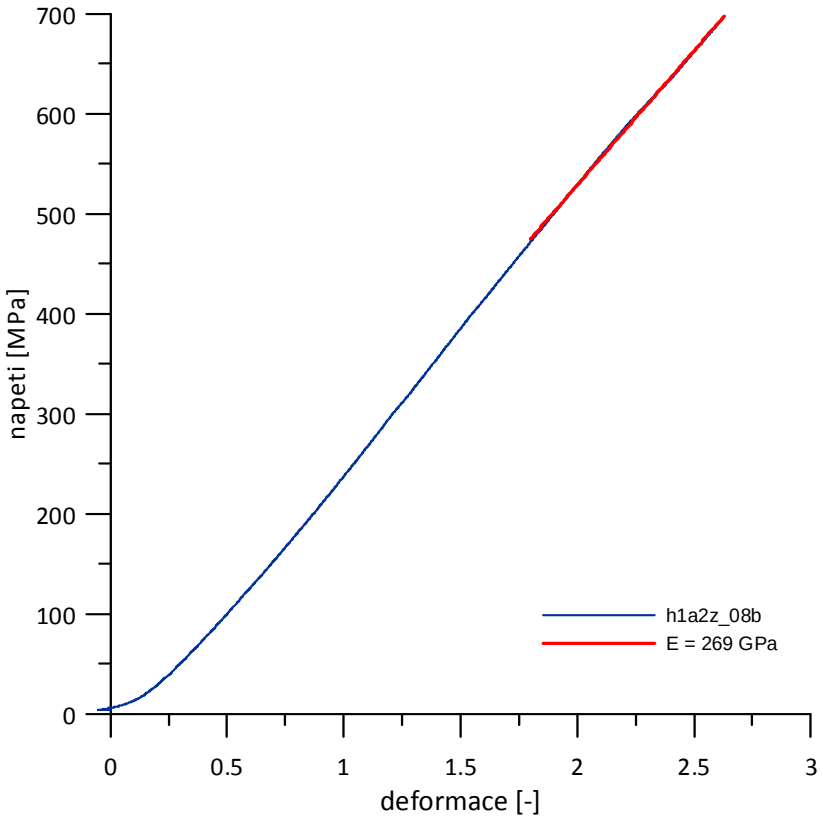


Obr. 4.18: Ukázka měření průhybových čar

Skutečné průhyby byly dále vyneseny v závislosti na čase vytvoření snímku (viz obr. 4.19a). Stejně tak byla vynesena síla v závislosti na čase ohybové zkoušky (viz obr. 4.19b). Eliminací časových os pomocí rovnice přímky byla získána závislost síly na průhybu, resp. napětí na deformaci. Na obr. 4.20 je červeně zvýrazněna lineární část křivky, jejíž směrnice byl hledaný modul pružnosti.



Obr. 4.19: a) Závislost skutečného průhybu tělesa na čase, b) závislost síly na čase



Obr. 4.20: Závislost skutečné deformace na napětí

5 VÝSLEDKY

5.1 Pevnost v ohybu

Pevnost v ohybu byla vypočítána z maximální síly odpovídající lomu, odečtené ze záznamu závislosti průběhu síly na čase a z rozměrů zkušebního tělesa, dosazením do rovnice (40). Vypočtené hodnoty pevnosti v ohybu pro všechny typy zkoumaných materiálů včetně vstupních údajů jsou uvedeny v tabulce 5.1. Pro jednotlivé materiály jsou také uvedeny průměrné hodnoty a odpovídající směrodatné odchylky. V závorkách jsou uvedeny hodnoty výrazně se lišící od ostatních, tzv. outliery. V některých případech bylo možné vysledovat příčinu z faktografické analýzy lomové plochy (např. existenci defektu vzniklého při přípravě zkušebního tělesa). Pokud byl u daného materiálu zaznamenán výskyt takové odchylky (outlieru), bylo provedeno statistické zpracování i pro soubor hodnot pevnosti v ohybu s vyloučením takové hodnoty.

Tab 5.1: Vypočítané hodnoty pevnosti v 3 - bodovém ohybu

Označení	Šířka b [mm]	Tloušťka h [mm]	max síla F (N)	Pevnost σ [MPa]
2A / 1Z_04a	1,665	2,125	322	**719,2**
2A / 1Z_04b	1,666	1,733	279	**784,7**
2A / 1Z_05a	1,668	2,148	369	**642,0**
2A / 1Z_05b	1,668	1,696	251	**836,4**
2A / 1Z_08a	1,616	1,419	159	**733,0**
2A / 1Z_08b	1,619	1,830	283	**783,9**
Průměrná pevnost **σ = 749,9 MPa,** směrodatná odchylka s = 61,5 MPa				
H150_06a	1,490	2,342	508	**932,4**
H150_06b	1,471	1,687	236	**845,6**
H150_07a	1,425	1,396	159	**858,8**
H150_07b	1,424	1,691	270	**994,6**
H150_08a	1,483	1,867	300	**870,5**
H150_08b	1,344	1,707	180	**689,4**
Průměrná pevnost **σ = 865,2 MPa,** směrodatná odchylka s =93,6 MPa				
1A / 2Z_07a	1,686	2,374	492	**776,7**
1A / 2Z_07b	1,685	1,827	395	**1053,4**
1A / 2Z_08a	1,950	2,010	441	**839,7**
1A / 2Z_08b	1,953	1,688	259	**698,1**
1A / 2Z_10a	1,801	2,109	585	**1095,4**
1A / 2Z_10b	1,802	2,075	236	**(456,3)**
Průměrná pevnost **σ = 820 MPa,** směrodatná odchylka s =215,9 MPa (po úpravě: **σ = 892,7 MPa**, s = 155,6 MPa)				
HAl_2O_3_01	1,491	2,080	301	**699,9**
HAl_2O_3_02	1,504	2,054	299	**706,8**
HAl_2O_3_03	1,552	2,054	303	**694,1**
HAl_2O_3_04	1,547	1,957	289	**731,7**
HAl_2O_3_05	1,486	2,045	370	**(893,1)**
HAl_2O_3_06	1,530	2,039	298	**702,7**
Průměrná pevnost **σ = 738,1 MPa**, směrodatná odchylka s =70,31 MPa (po úpravě: **σ = 707,1 MPa**, s = 13 MPa)				
$HZrO_2$_01	1,516	2,177	783	**1634,7**
$HZrO_2$_02	1,507	2,174	676	**1423,7**

$HZrO_2$_03	1,571	2,094	693	**1509,0**
$HZrO_2$_04	1,524	2,117	423	**(929,0)**
$HZrO_2$_05	1,530	2,078	628	**1425,8**
$HZrO_2$_06	1,532	1,937	652	**1701,5**
Průměrná pevnost **σ = 1437,3 MPa,** směrodatná odchylka s =249,2 MPa (po úpravě**: σ = 1538,9 MPa,** s = 112,8 MPa)				

5.1.1 Weibullovo rozdělení

Aby bylo možné porovnávat jednotlivé materiály podle spolehlivosti, byly výše uvedené hodnoty pevnosti v ohybu zpracovány statisticky. Pravděpodobnost porušení byla vypočtena z následujícího vztahu:

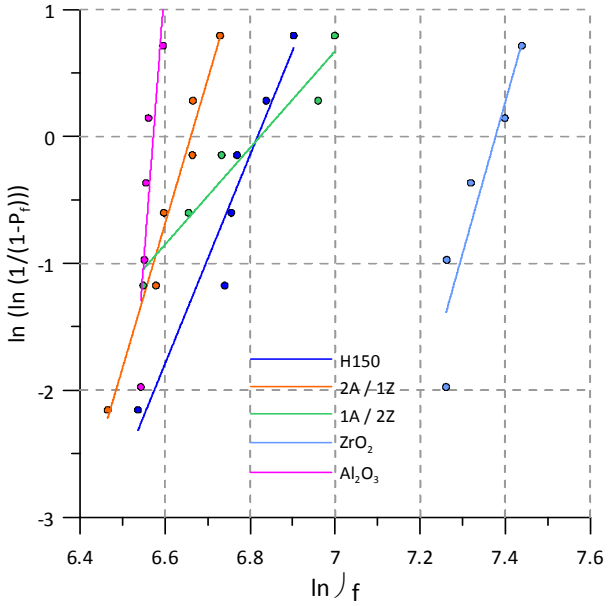
$$P_f = \frac{n-0,3}{N+0,4}, \tag{46}$$

kde *n* je pořadové číslo odpovídající seřazeným hodnotám pevnosti a *N* celkový počet naměřených hodnot.

Do statistického zpracování, stejně jako do grafického znázornění pevností, nebyly zahrnuty od ostatních výrazněji se odlišující hodnoty pevností (na obr. 6.1 jsou znázorněny křížkem). V tab. 5.2 jsou uvedeny příslušné Weibullovy moduly a hodnoty charakteristické pevnosti.

Tab 5.2: Statistické zpracování naměřených hodnot pevnosti.

materiál	Weibullův modul *m*	Parametr měřítka σ_0
2A / 1Z	10,08	781,0
H150	8,23	913,8
1A / 2Z	3,81	919,2
Al_2O_3	43,9	715,2
ZrO_2	11,91	1599,5

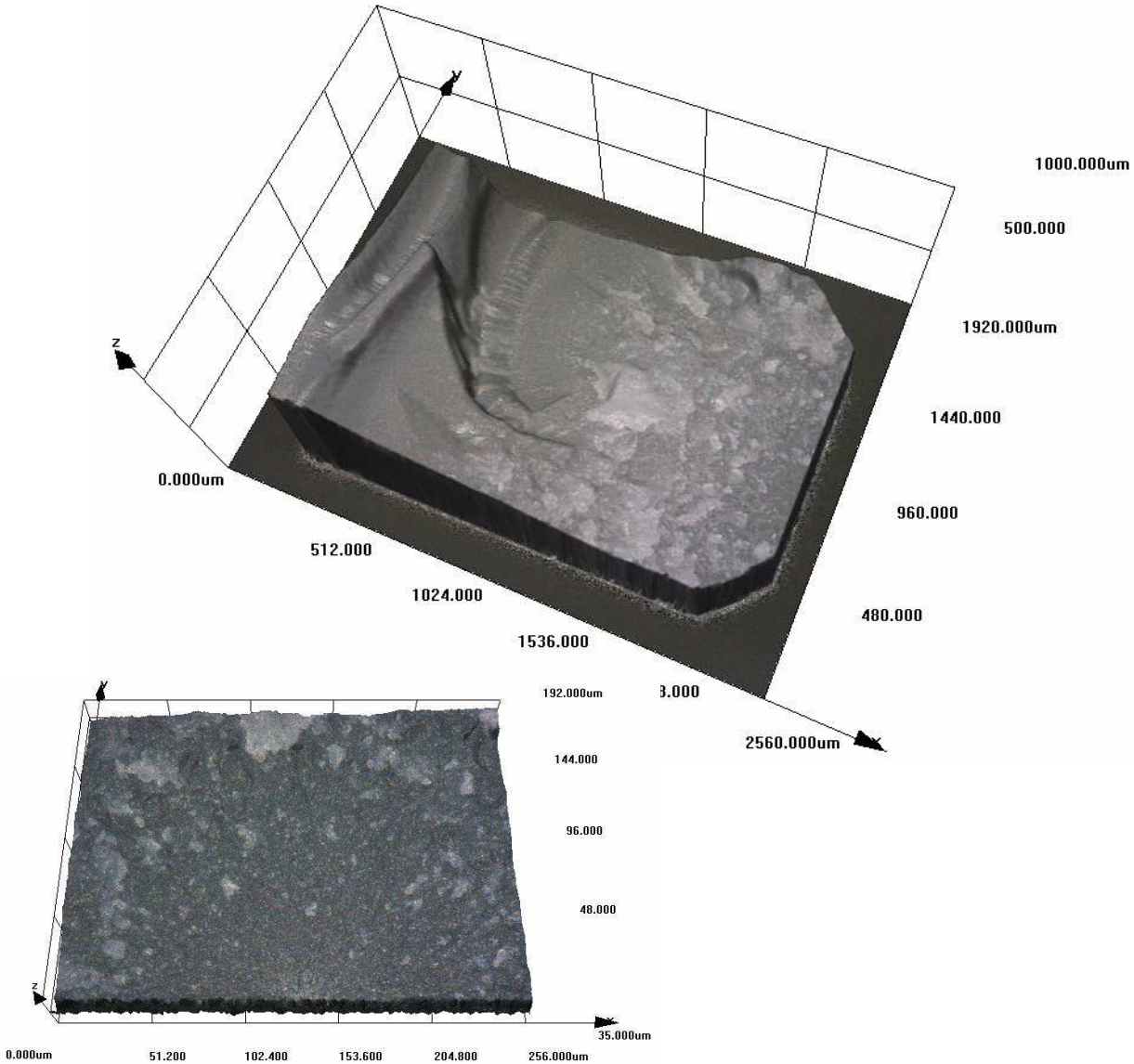


Obr. 5.1: Grafické znázornění Weibullových přímek

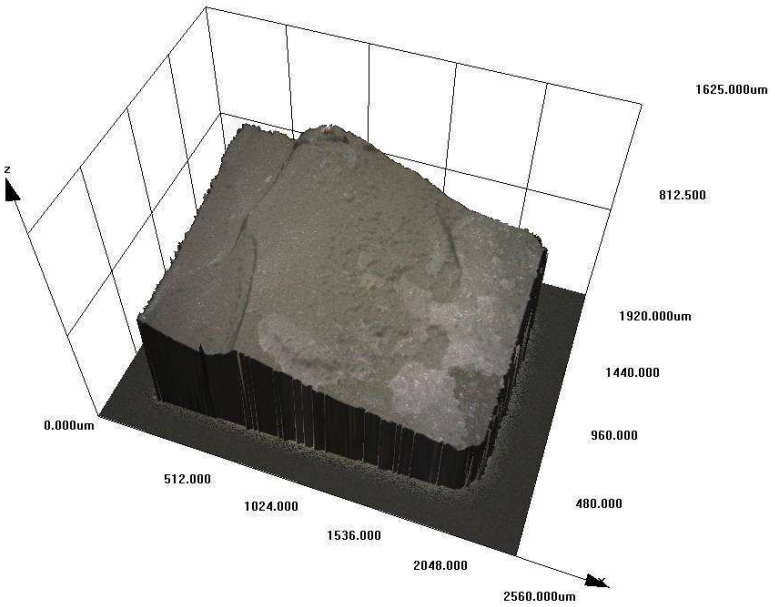
Výše vypočítané Weibullovy parametry mají v daném případě, z důvodu malého počtu vstupujících dat, značně informativní charakter, nicméně dobře popisují chování jednotlivých materiálů. Norma [45] doporučuje provést více než 30 měření pro dokonalé statistické zpracování, což je 5× více než bylo uskutečněno. Tento požadavek nemohl být splněn díky omezenému množství experimentálního materiálu a primárnímu zaměření práce na studium šíření trhlin skloněných k rozhraní.

5.1.2 Fraktografická analýza

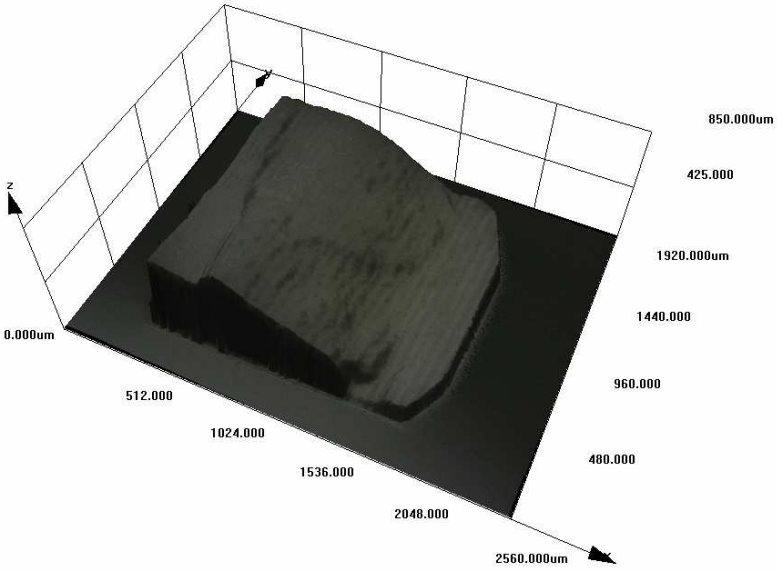
Lomová plocha všech testovaných těles byla zaznamenána ve 3D pomocí laserového konfokálního mikroskopu při přehledovém zvětšení 120×. Ukázky lomových ploch těles s vrubem jsou uvedeny v kapitole 5.4. V této kapitole bude věnována pozornost zejména rozdílům v lomovém chování těles určených pro zkoušku pevnosti v ohybu. Na obr. 5.2 a 5.3 jsou uvedeny lomové plochy vybraných těles vyrobených z monolitického Al_2O_3 a ZrO_2. Trhlina obvykle iniciovala na (pod)povrchovém defektu na tahové straně vzorku (viz detail iniciačního místa na obr. 5.2)



Obr. 5.2: Ukázka lomové plochy ZrO_2 a detail místa iniciace trhliny (1200x)



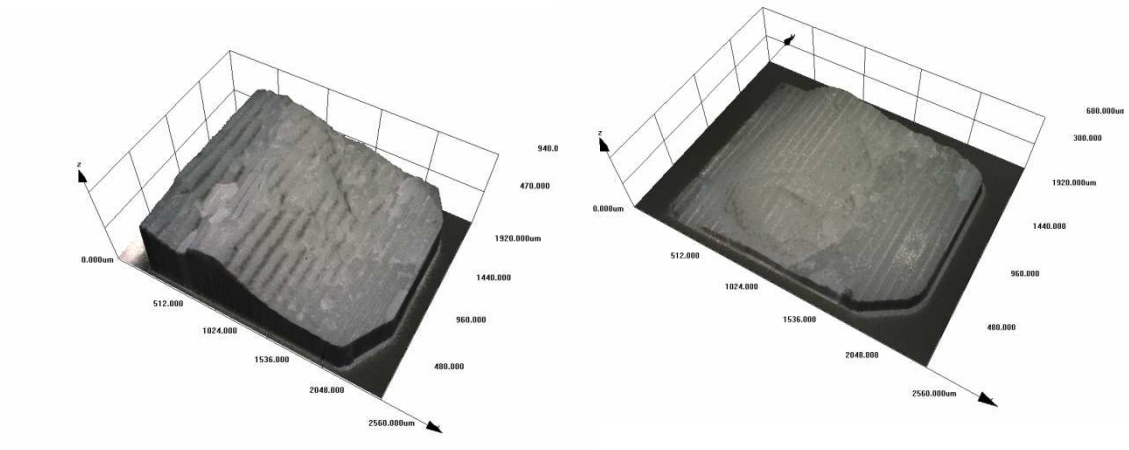
Obr. 5.3: Ukázka lomové plochy Al_2O_3



Obr. 5.4: Ukázka lomové plochy laminátu s poměrem vrstev 1A:1Z

Z lomových ploch těles pro stanovení pevnosti v ohybu vrstevnatých keramik je patrné, že k odklonu trhliny částečně docházelo. Na lomových plochách jsou viditelné jednotlivé stupínky vytvořené odklonem trhliny. Ke stáčení trhliny nedocházelo ihned, jako tomu bylo u těles s vrubem, ale až po nějakém čase, kdy trhlina ztratila část své energie.

Na obr. 5.5 jsou ukázky vrstevnatých kompozitů s poměrem tloušťek vrstev 1:2, resp. 2:1. Stejně jako u těles opatřených vrubem narůstal sklon (členitost) lomové plochy se vzrůstajícím obsahem ZrO_2. Z lomových ploch je patrné, že se trhlina šířila poměrně komplikovaně (její čelo nebylo rovnoběžné s vrstvami) a není snadné vypozorovat přímý účinek vnitřních tahových a tlakových napětí, jak tomu bylo u těles s vrubem



Obr. 5.5: Ukázka lomových ploch laminátů s poměrem vrstev a) 1A:2Z, b) 1Z:2A

5.2 Modul pružnosti

5.2.1 Rezonanční metoda

Pomocí rezonanční metody byl měřen modul pružnosti pouze u laminátu s poměrem vrstev 1:1. U laminátů s poměrem vrstev 1:2 a 2:1 nemohla být zkouška provedena z důvodů příliš malých rozměru výchozího materiálu a z toho pramenící nemožnosti výroby dostatečně velkého tělesa ve tvaru kvádru. Důvodem nemožnosti určení vlastní frekvence nutné k výpočtu modulu pružnosti u velmi malých těles bylo frekvenční omezení použitého zkušebního zařízení (vlastní frekvence malého tělesa byla příliš vysoká). U monolitického ZrO_2 také nebylo možné provést měření modulu pružnosti rezonanční metodou, a to kvůli přítomnosti trhlin, které znemožňovaly přípravu dostatečně velkého zkušebního tělesa.

Laminát s pravidelně se střídajícími vrstvami v poměru 1:1

Z laminátu s 200 pravidelně se opakujícími stejně tlustými vrstvami bylo vyrobeno zkušební těleso o rozměrech 1,6 × 4,32 × 22 mm a o hmotnosti 0,75 g. Z výše uvedených hodnot byla spočtena hustota ρ, která byla rovna 4,93 g/cm^3. V tabulce 5.3 jsou v levém sloupci zaznamenány změřené rezonanční frekvence, v pravém sloupci potom odpovídající moduly pružnosti. V tomto případě nebylo kvůli příliš malé tloušťce vzorku provedeno kontrolní měření na otočeném tělese.

Tab 5.3: Moduly pružnosti změřené rezonanční metodou pro laminát H200

Frekvence [kHz]	Modul pružnosti [GPa]
26,340	307,56
26,336	307,47
26,325	307,21
26,344	307,66
26,341	307,59
26,339	307,54
26,342	307,61
26,335	307,45
26,337	307,49
26,339	307,54

Průměrná hodnota modulu pružnosti *E* vrstevnatého kompozitu s pravidelně se opakujícími vrstvami byla 307,51 GPa; směrodatná odchylka s = 0,12 GPa.

Referenční vzorek Al_2O_3 *(označený: etalon rey5_A4)*

Rozměry a hmotnost tělesa byly následující: l = 33,17 mm, b = 3,36 mm, h =2,9 mm, a m = 1.2774 g. Z rozměrů a hmotnosti byla spočtena hustota ρ = 3.939 g/cm3.

Tab 5.4: Moduly pružnosti změřené rezonanční metodou pro Al_2O_3

Širší strana		**Užší strana**	
frekvence [KHz]	**modul pružnosti [GPa]**	**frekvence [KHz]**	**modul pružnosti [GPa]**
26,019	380,55	29,735	379,17
26,017	380,49	29,739	379,27
26,02	380,58	29,743	379,37
26,021	380,61	29,74	379,30
26,023	380,67	29,737	379,22
26,02	380,58	29,739	379,27
26,019	380,55	29,743	379,37
26,023	380,67	29,737	379,22
26,02	380,58	29,739	379,27
26,02	380,58	29,74	379,30

Průměrná hodnota modulu pružnosti Al_2O_3 měřená při správné orientaci vzorku (ležel na širší straně) byla 380.6 GPa (směrodatná odchylka s = 0.05033). Při kontrolním měření otočeného vzorku (když ležel na užší straně) byl modul pružnosti roven 379,3 GPa (se směrodatnou odchylkou 0.061 GPa).

Referenční vzorek Si_3N_4

Rozměry a hmotnost tělesa byly následující: 2,99 × 4 × 45 mm, m = 1.7222g. Hustota ρ = 3.199926 g/cm^3

4 × 2,99 - širší strana, dle normy		**2,99 × 4 - užší strana**	
frekvence [KHz]	**modul pružnosti [GPa]**	**frekvence [KHz]**	**modul pružnosti [GPa]**
19,605	315,13	14,821	314,78
19,606	315,16	14,822	314,83
19,607	315,19	14,82	314,74
19,601	315,00	14,821	314,78
19,606	315,16	14,821	314,78

Průměrná hodnota modulu pružnosti nitridu křemíku, který byl dále používán ke korekci záznamu síla – průhyb, byla 314,96 GPa, směrodatné odchylka *s* činila 0,18 GPa.

5.2.2 Směšovací pravidlo

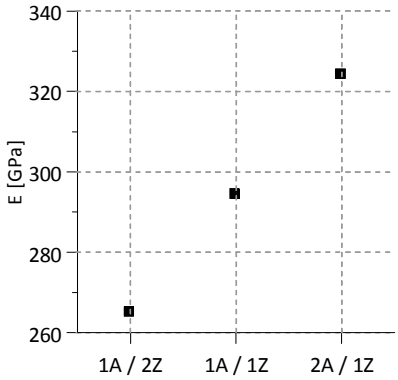
Při výpočtu se vycházelo z rezonanční metodou změřeného modulu pružnosti oxidu hlinitého a tabulkové hodnoty modulu pružnosti ytriem stabilizovaného oxidu zirkoničitého, která se většinou udává na úrovni 210 GPa. Poměry objemů jednotlivých složek byly počítány

ze skutečných tlouštěk vrstev. Moduly pružnosti vrstevnatých kompozitů stanovených na základě směšovacího pravidla jsou graficky znázorněny na obr. 5.7.

1A / 2Z: $E_{1a2z} = 380 \cdot 0{,}325 + 210 \cdot 0{,}675 = 265{,}3\ GPa$

1A / 1Z (H150): $E_{1a1z} = 380 \cdot 0{,}498 + 210 \cdot 0{,}502 = 294{,}6\ GPa$

1Z / 2A: $E_{2a1z} = 380 \cdot 0{,}673 + 210 \cdot 0{,}327 = 324{,}4\ GPa$



Obr. 5.6: Moduly pružnosti ze směšovacího pravidla

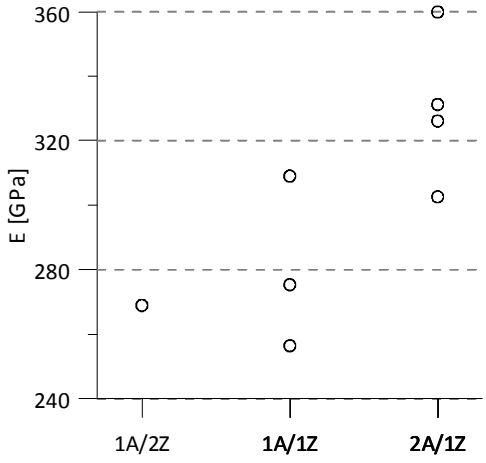
5.2.3 ESPI metoda

Jak již bylo uvedeno v předcházející kapitole, je tato metoda velmi přesná, mikrodeformace lze měřit s přesností menší než jeden mikrometr. Zařízení je však také značně citlivé na ruchy z okolí, které mohou negativně ovlivnit záznam difrakčních obrazců. Z tohoto důvodu musely být některé záznamy upraveny odstraněním vadných snímků. Někdy se nepodařilo získat dostatečný počet kvalitních, po sobě jdoucích snímků k hodnocení, a proto nebylo pomocí této metody možno vyhodnotit všechny vzorky.

Hodnocení probíhalo podle podrobně popsaného postupu v kapitole 4.3.4. Spočítané moduly pružnosti jsou uvedeny v tabulce 5.5. a znázorněny na obr. 5.4.

Tab 5.5: Moduly pružnosti vybraných vzorků získaných metodou ESPI

Označení vzorku	Modul pružnosti [GPa]
1z2a_04a	331.2
1z2a_05b	359.9
1z2a_08a	326.1
1z2a_08b	302.6
h150_06b	309
h150_07b	275.3
h150_08b	256.4
1a2z_08b	268.9



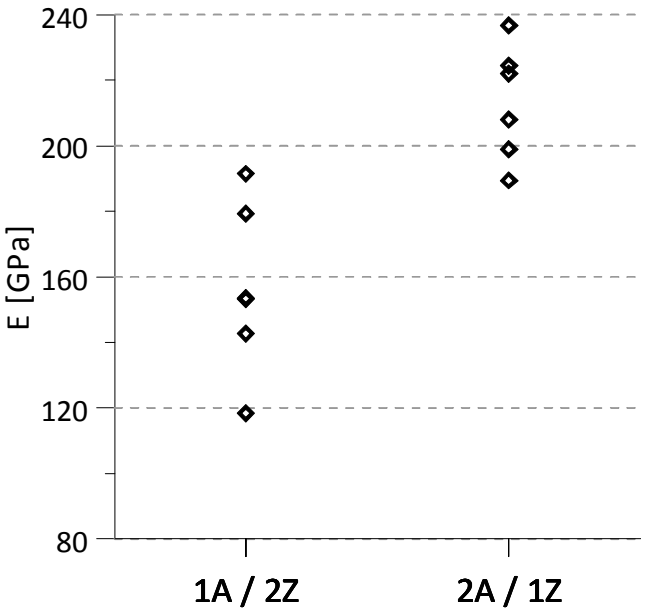
Obr. 5.7: Moduly pružnosti získané pomocí ESPI

5.2.4 Měření modulu pružnosti pomocí korigovaného průhybu

Metoda založená na korekci průhybu je velmi často požívaným postupem pro stanovení modulu pružnosti. Tento postup, podrobně popsaný v kapitole 4.3.4, byl aplikován pouze na vrstevnaté kompozity s poměrem složek 2:1 a 1:2, kde bylo na základě předchozích zkušeností aplikováno dostatečné předtížení, vedoucí k eliminaci vymezování vůlí a usazování zatěžovacích válečků. Výsledky jsou uvedeny v tabulce 5.6 a na obr. 5.8

Tab 5.6: Moduly pružnosti vypočítané z korigovaného záznamu

Označení vzorku	E [GPa]
1z/2a_04a	189,5
1z/2a_04b	236,8
1z/2a_05a_2	224,5
1z/2a_05b	208
1z/2a_08a	222
1z/2a_08b	199
1a/2z_07a	153,2
1a/2z_07b	191,2
1a/2z_08a	153,6
1a/2z_08b	142,7
1a/2z_10a	179,4
1a/2z_10b	118,4



Obr. 5.8: Moduly pružnosti z korigovaného průhybu

Průměrná hodnota modulu pružnosti v materiálu obsahujícím větší podíl Al_2I_3 byla 213,3 GPa. U vzorku s vyšším obsahem ZrO_2 byl průměrný modul pružnosti roven 156,5 GPa.

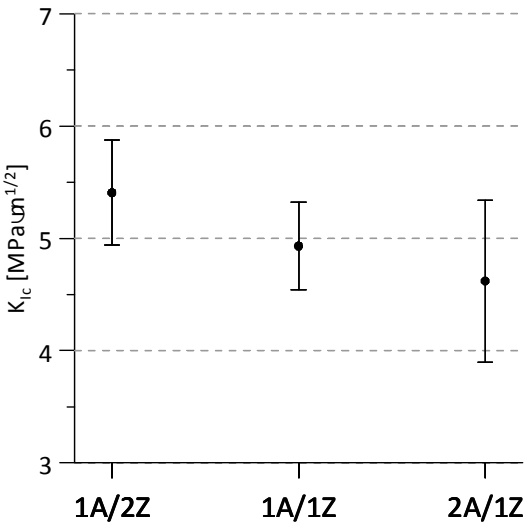
Už na první pohled je zřejmé, že moduly pružnosti vypočítané z korigovaného záznamu nedávají smysluplné hodnoty. Není možné, aby modul pružnosti neporézního kompozitu byl menší než moduly pružnosti složek, ze kterých se skládá.

5.3 Lomová houževnatost

Lomová houževnatost byla stanovena jako vedlejší produkt zkoušky sledující šíření trhliny skloněné k rozhraní. Její stanovení bylo umožněno použitím zkušebního tělesa opatřeného zaostřeným V-vrubem. Výsledky lomové houževnatosti vypočítané z maximální síly a geometrie zkušebního tělesa podle vztahu (41) jsou uvedeny v následující tabulce (tab. 5.7). Statistické charakteristiky pro jednotlivé materiály, vynesené v samostatném grafu na obr. 5.9, jsou taktéž součástí tabulky 5.7.

Tab 5.7: Vypočítaná houževnatost pro všechny šikmé vzorky

označení	složení	úhel [°]	F [N]	B [mm]	W [mm]	a [µm]	K_{Ic} [MPa·m$^{1/2}$]
1z/2a_01	33% ZrO_2, 67% Al_2O_3	9,8	115,6	1,63	1,97	468	**5,66**
1z/2a_02	33% ZrO_2, 67% Al_2O_3	8,7	89,2	1,68	2,08	545	**4,15**
1z/2a_03	33% ZrO_2, 67% Al_2O_3	10,5	61,0	1,63	1,66	433	**4,12**
1z/2a_11	33% ZrO_2, 67% Al_2O_3	4,4	97,9	1,69	2,06	529	**4,54**
Průměrná houževnatost: **4,6 MPa·m$^{1/2}$** (směrodatná odchylka s = 0,63)							
h150_02	50% ZrO_2, 50% Al_2O_3	6,8	99,8	1,48	2,10	575	**5,37**
h150_03	50% ZrO_2, 50% Al_2O_3	8,5	82,0	1,50	2,01	555	**4,66**
h150_04	50% ZrO_2, 50% Al_2O_3	10,1	129,0	1,48	2,44	595	**5,15**
h150_05	50% ZrO_2, 50% Al_2O_3	10,7	68,2	1,50	1,69	398	**4,55**
Průměrná houževnatost: **4,9 MPa·m$^{1/2}$** (směrodatná odchylka s = 0,34)							
1a/2z_01	67% ZrO_2, 33% Al_2O_3	14,5	105,9	1,22	1,98	378	**6,07**
1a/2z_04	67% ZrO_2, 33% Al_2O_3	11,0	118,3	1,68	1,97	430	**5,32**
1a/2z_05a	67% ZrO_2, 33% Al_2O_3	19,2	77,2	1,61	1,64	367	**4,87**
1a/2z_05b	67% ZrO_2, 33% Al_2O_3	17,5	82,6	1,61	1,68	392	**5,13**
1a/2z_06	67% ZrO_2, 33% Al_2O_3	8,3	90,0	1,63	1,65	377	**5,65**
Průměrná houževnatost: **5,4 MPa·m$^{1/2}$** (směrodatna odchylka s = 0,42).							



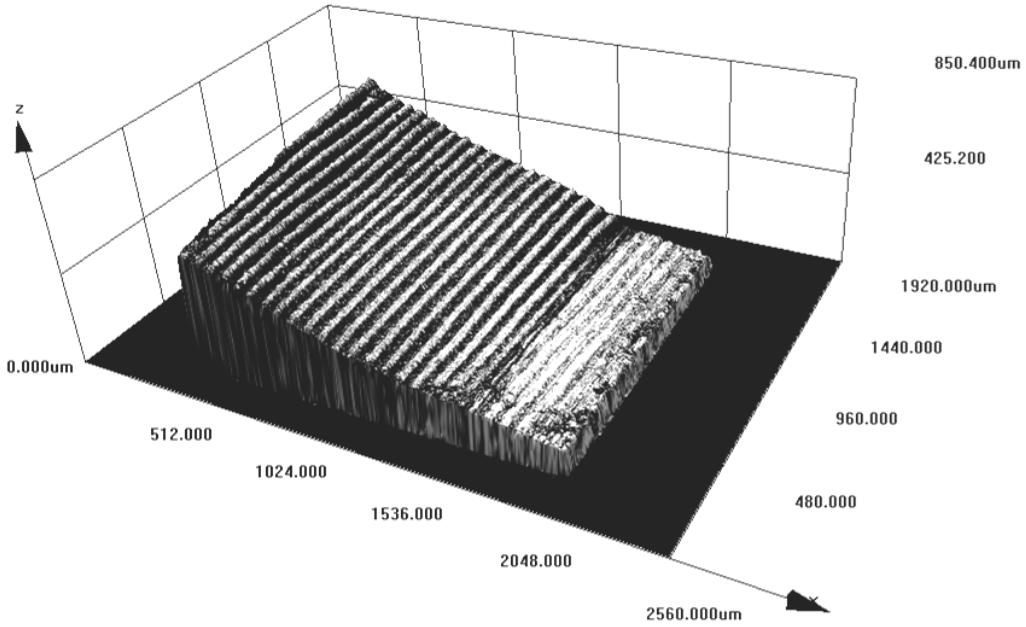
Obr. 5.9: Přehled houževnatosti jednotlivých laminátů

5.4 Trojrozměrná rekonstrukce povrchu

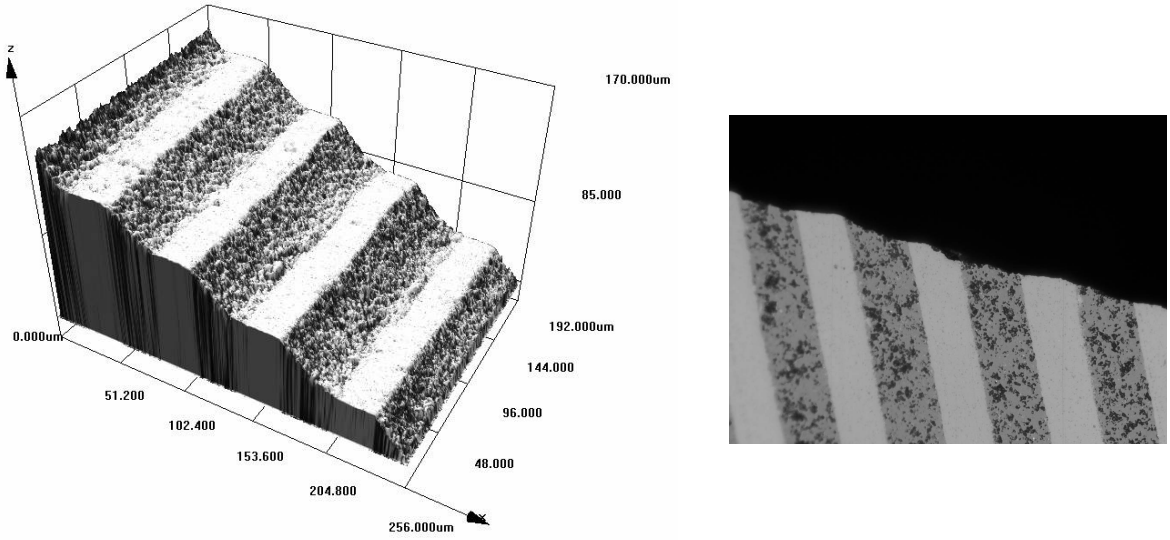
V této podkapitole bude podrobně popsáno chování trhliny v průběhu jejího šíření a vzhled lomových ploch jednotlivých typů zkoumaných laminátů. Na první pohled (viz obr. 5.10, 5.12 - 5.14) je patrné, že lomová plocha porušeného vzorku SEVNB není zcela hladká jak je běžné u monolitických keramik, ale vykazuje vytvoření výrazného reliéfu. Při snímání lomových ploch byly všechny sledované vzorky umístěny svisle, proto byl sklon lomové plochy dán vstupním úhlem mezi vrstvami a povrchem vzorku a dále složkou, která byla dána odkláněním trhliny přes bimateriálové rozhraní.

5.4.1 Laminát skládající se ze stejného poměru složek

Laminát zobrazený na obr. 5.10 měl (mezi vzorky s poměrem složek 1:1) největší vstupní úhel mezi vrstvami a povrchem, který byl roven 10,7°.



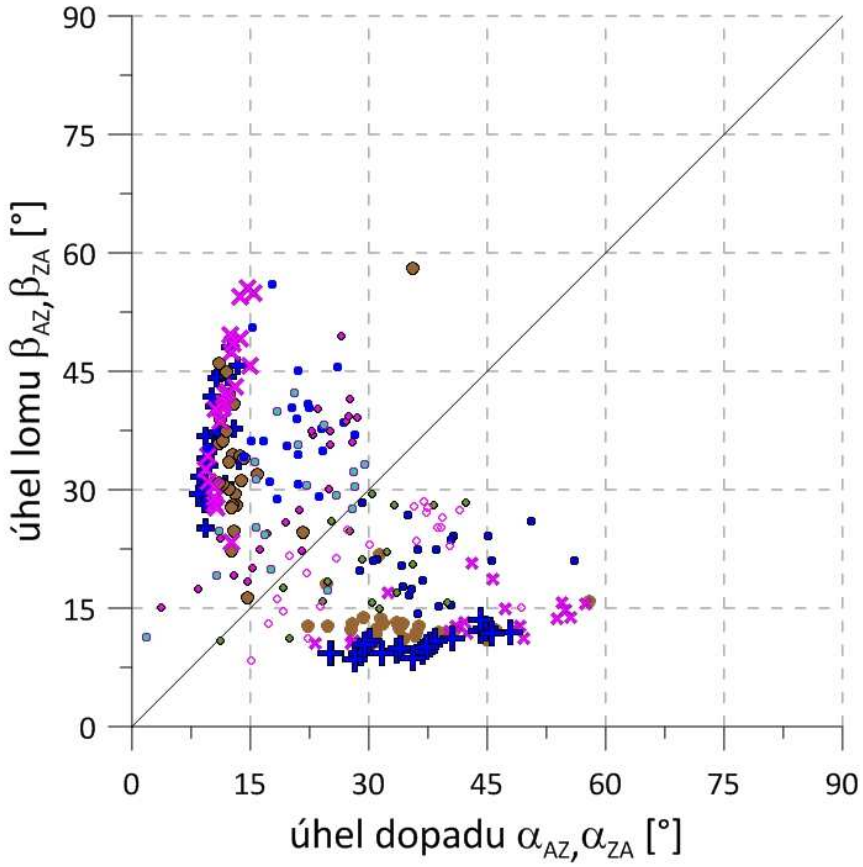
Obr. 5.10: Ukázka lomové plochy laminátu s poměrem vrstev 1:1.



Obr. 5.11: a) Detail lomové plochy laminátu s poměrem vrstev 1:1; b) snímek povrchu

Na obr. 5.11a je detail obr. 5.10, který zobrazuje středovou část vzorku v nejvzdálenějším místě od vrubu. Z detailu lomové plochy je patrné, jak se trhlina šíří přes rozhraní. Změna směru šíření trhliny na rozhraní probíhá postupně. Na virtuální hraně detailu lomové plochy není vidět ostrý skok, ale spíše oblouk, kterým se trhlina šíří při přechodu přes rozhraní. Trhlina potřebovala určitý čas, resp. dráhu, aby se mohla stočit do směru odpovídajícího změněným podmínkám synergie působícího napětí a zbytkového napětí v dané vrstvě. Ve vrstvě ZrO_2 se trhlina stáčela kolmo k působícímu napětí, zatímco v tlakové vrstvě Al_2O_3 se snažila stáčet do směru rovnoběžného s napětím.

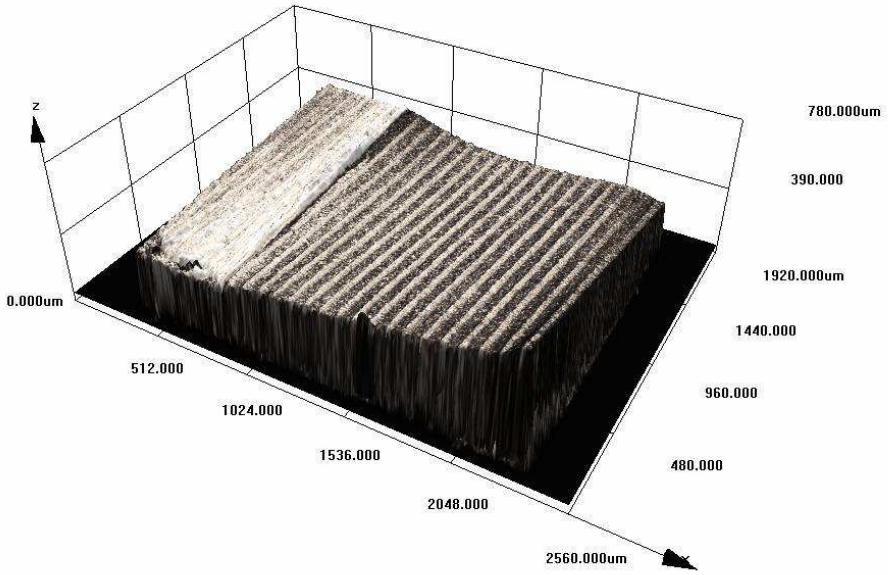
Z porovnání obr. 5.11a a 5. 11b je patrné odlišné chování na povrchu a uvnitř vzorku. I přesto, že je 3D fotografie zkreslena perspektivou, jeví se být odklon trhliny výraznější než u povrchového snímku. To odpovídá naměřeným datům z obr. 5.12.



Obr. 5.12: úhly dopadů a lomů trhliny u laminátu s poměrem složek 1:1

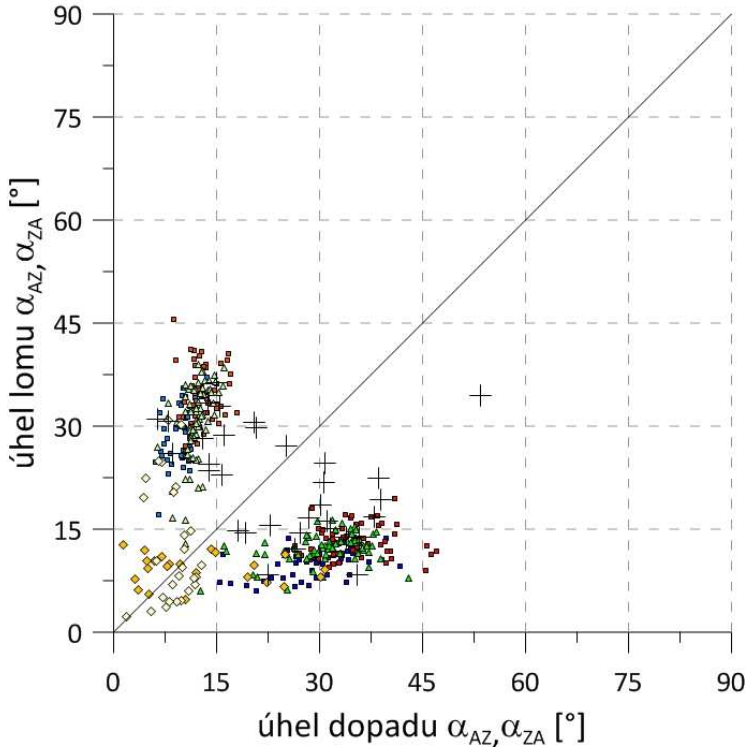
Na obr. 5. 12 je znázorněna změna úhlu šíření trhliny při přechodu přes bimateriálové rozhraní. Modré znaky náležely vstupnímu úhlu 8,5°, fialové pak úhlu 10,1° a hnědé 6,8°. Grafu naznačuje, že čím byly vstupní úhly větší, tím byly větší také následné odklony. Trhlina, která se šíří pod maximálním úhlem 60° se na rozhraní lomí do úhlu 15°a naopak (viz fialové znaky). Kolečka umístěná ve vnitřní oblasti grafu byly získány z měření úhlů na povrchu. Úhly naměřené na povrchu vzorku vykazovaly větší rozptyl, protože každý úhel byl měřen právě jednou. Úhly na lomové ploše u tohoto konkrétního vzorku byly získány průměrováním 15 naměřených hodnot.

5.4.2 Laminát s poměrem vrstev 2A : 1Z



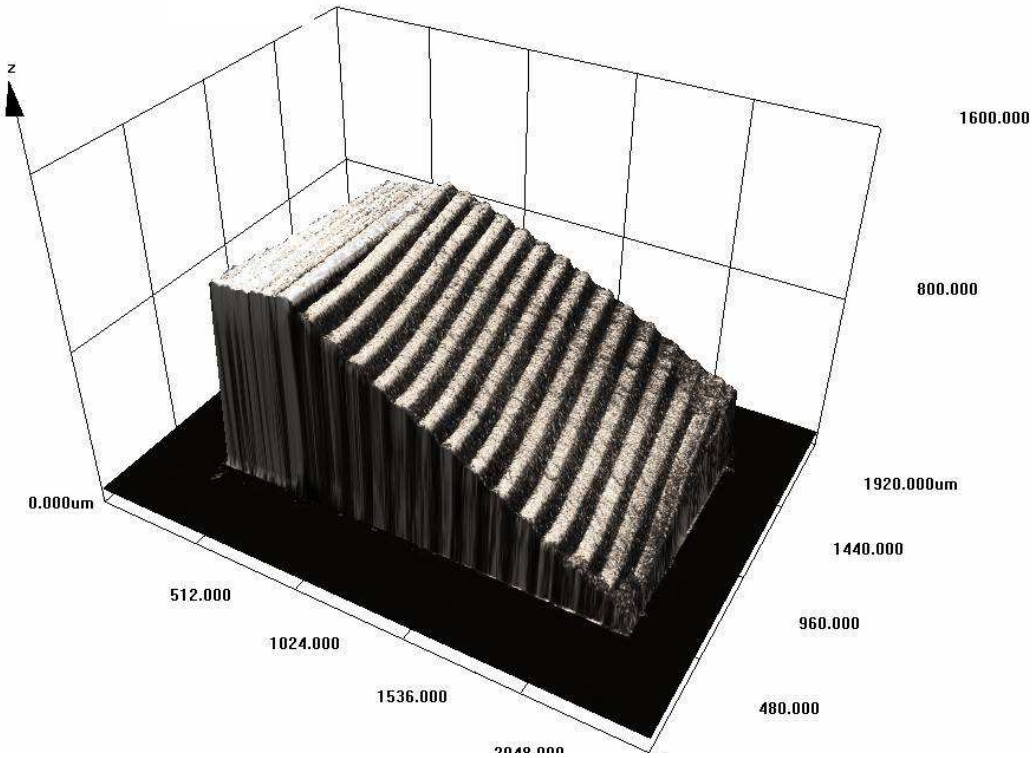
Obr. 5.13: Lomová plocha laminátu s dvojnásobným obsahem Al_2O_2

Už z prvního vizuálního pozorování lomové plochy je patrné, že odklon šířící se trhliny byl výrazně menší než v předcházejícím případě. Nejnižší úhly dopadu a lomu byly naměřeny u vzorku s nejnižším vstupním úhlem, který byl roven 4,5° (tento laminát je na obr. 5.13), v obrázku 5.12 mu náleží žluté body. Ostatní body se víceméně překrývají. Tento překryv je ve shodě s podobnými vstupními úhly, které činily 9 až 10.5°. Úhly naměřené na povrchu laminátu jsou v grafu zobrazeny křížky (opět leží blíže středové čáře).



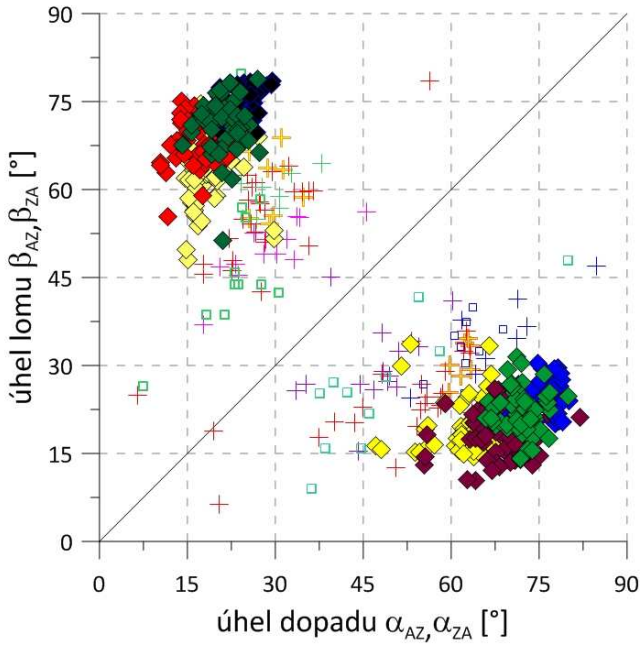
Obr. 5.14: Naměřené odklony trhlin pro laminát 1Z:2A

5.4.3 Laminát s poměrem vrstev 2Z : 1A



Obr. 5.15: Ukázka laminátu s poměry složek 1A : 2Z a vstupním úhlem 14,5°

Sklon lomové plochy se jeví být u laminátu na obr. 5.15 oproti předcházejícím největší. Sklon vytvořeného vrubu a vrstev laminátu byl sice 14,5°, přesto k odklonu trhlin docházelo zejména vlivem působícího vnitřního napětí.



Obr. 5.16: změřené úhly u laminátu 1A : 2Z

Z polohy bodů vynesených do grafu na obr. 5.16 je patrné, že u tohoto typu laminátu, s poměrem vrstev 1A : 2Z docházelo k největšímu odklánění trhliny. Žluté čtverečky charakterizují odklánění trhliny ve vzorku s šikmostí vrstev 14,5°(viz obr. 5.15), červené čtverečky - 11°, zelené - 17,5°a modré 19,2°. Úhly měřené na povrchu tělesa jsou opět vyneseny ve střední části grafu.

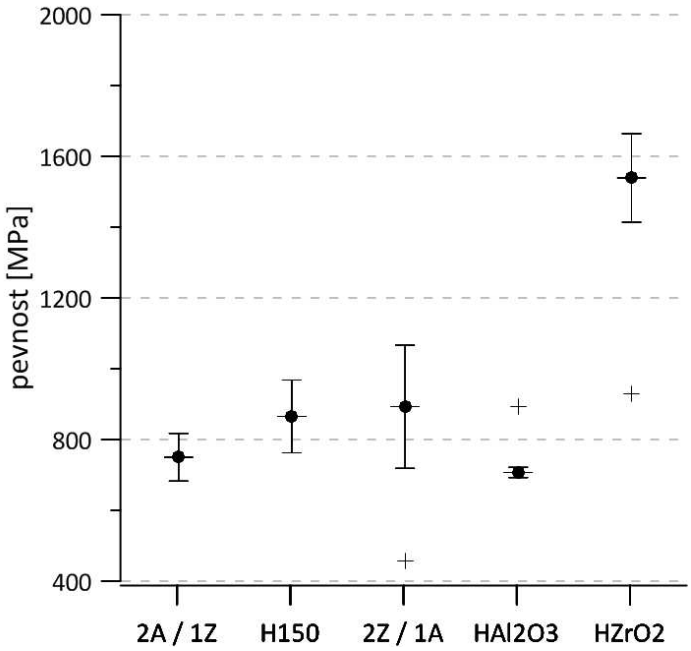
6 DISKUZE

6.1 Pevnost v ohybu

Laminátní struktury se připravují zejména kvůli zvýšení houževnatosti komponenty. Otázkou bylo, jak vrstevnatá struktura ovlivní pevnost materiálu. Z obr. 6.1 je patrné, že nejvyšší pevnost byla experimentálně naměřena na monolitickém ZrO_2. Pevnost se pohybovala kolem 1550 MPa, což byla více než dvojnásobná hodnota oproti pevnosti Al_2O_3.

Nezaujatý pozorovatel by očekával, že laminátní struktury budou ležet někde mezi těmito hraničními hodnotami a že se jejich pevnost bude zvyšovat s narůstajícím obsahem ZrO_2. Ve skutečnosti tomu tak není. Pevnost je obecně dána nejslabším místem, které se v daném případě bude pravděpodobně nacházet ve vrstvě Al_2O_3, proto je také pevnost celého kompozitu dána pevností Al_2O_3. Z grafu na obr. 6.1 je patrný mírný nárůst pevnosti se zvyšujícím se obsahem ZrO_2 v laminátu. Tento nárůst je možné vysvětlit vzdálením méně pevné vrstvy Al_2O_3 od tahové strany zkušebního tělesa přítomností tlustší a pevnější vrstvy (ZrO_2). Další příčinou snížení pevnosti nebo zvýšení rozptylu hodnot vrstevnatého kompozitu může být i výskyt rozhraní dvou vrstev na tahové straně zkušebního tělesa daného malou tloušťkou vrstev (50 μm). Přítomnost takového rozhraní působí jednak vrubovým účinkem a také přítomností tahových napětí ve vrstvě ZrO_2.

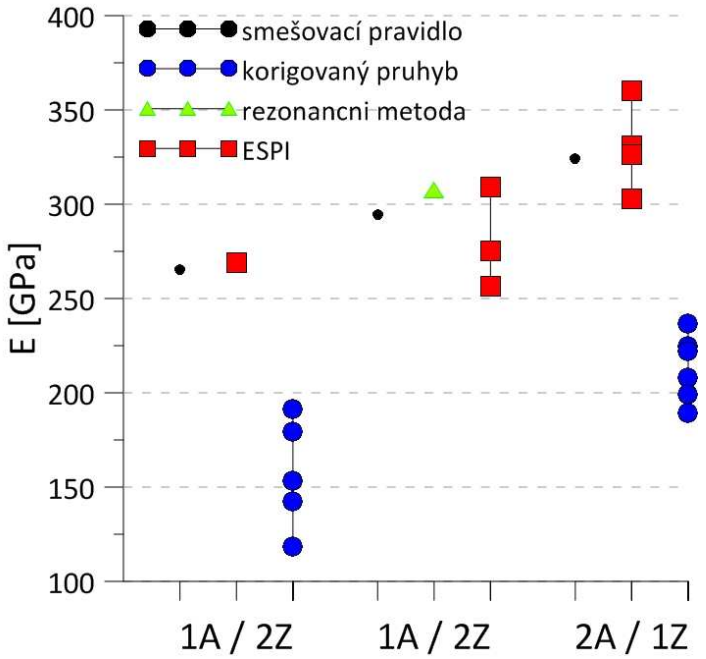
Vzájemně srovnávat pevnosti jednotlivých vrstevnatých kompozitů je v tomto okamžiku kvůli velkému rozptylu dat poměrně problematické. Pro přesné vzájemné porovnání by bylo nutné provést výrazně více zkoušek a teprve poté chování statisticky vyhodnotit. Nicméně, i přes poměrně malý soubor dat je možné spolehlivě stanovit trendy a vyslovit jednoznačný závěr, že pro tento typ vrstevnatých materiálů se pevnost bude blížit pevnosti nejslabší komponenty systému.



Obr. 6.1: Pevnosti jednotlivých materiálů (křížkem jsou označeny

6.2 Moduly pružnosti

Do grafu na obr. 6.2 byly vyneseny všechny moduly pružnosti stanovené třemi různými metodami. Na první pohled je patrné, že moduly pružnosti určené všemi dílčími metodami rostou se vzrůstajícím obsahem oxidu hlinitého, který má jak známo vyšší modul pružnosti než oxid zirkoničitý. Problematická se jeví pouze absolutní hodnota modulu pružnosti stanovená jednotlivými metodami.



Obr. 6.1: Souhrnný graf všech změřených modulů pružnosti.

Černě vynesené body vypočtené směšovacím pravidlem můžeme považovat za referenční. Porovnáme-li s nimi červené čtverečky patřící metodě ESPI, zjistíme, že tato metoda dává všeobecně nižší hodnoty modulu pružnosti, navíc se značným rozptylem. Již dříve bylo uvedeno, že zařízení Q300 použité ke snímání ohybové zkoušky má rozlišení menší než jeden mikrometr. Takové rozlišení je vzhledem k bezkontaktnímu měření 3D deformačních polí dostačující, ale v intencích průhybu malého keramického vzorku dosahujícího maximálně 40 µm není pro přesné stanovení modulu pružnosti dostačující. Odtud mohla pramenit určitá nepřesnost. Každopádně oproti prosté korekci průhybů dává vynikající výsledky. I přesto, že jsou naměřené hodnoty nižší, jsou nižší v podobném poměru, což je pochopitelné díky podstatě metody. Obecně dynamické metody (mezi něž rezonanční metoda patří) poskytují vyšší hodnoty modulu pružnosti než metody založené na mechanickém zatěžování.

Hodnoty modulu pružnosti, stanovené metodou založenou na korekci naměřené zatěžovací křivky síly a průhybu pomocí referenčního měření jsou v grafu na obr. 6.2 označena modrými kolečky. Tyto hodnoty zjevně poskytují minimální informaci o modulu pružnosti díky skutečnosti, že klesají pod hodnotu modulu pružnosti méně tuhé komponenty kompozitu. Hlavní problém pramenil z nemožnosti odečtení skutečného průhybu, neboť ten tvořil pouze značně nepatrnou část v záznamu pohybu příčníku. Dále závislost průhybu

na napětí nebyla zcela lineární, křivka se postupně zvedala, což vedlo k vyšším hodnotám naměřeného modulu pružnosti u vzorků s vyšší pevností (čím vyšší pevnost, tím vyšší sklon a linearita křivky). Úspěšnost této metody by se velmi zvýšila, pokud by byl měřen průhyb přímo na zkušebním tělese, což by eliminovalo většinu elastické deformace měřící soustavy zahrnuté do pohybu příčníku. Ve zde uvedené konfiguraci se tedy tato metoda měření ukázala být pro daný účel zcela nevhodná.

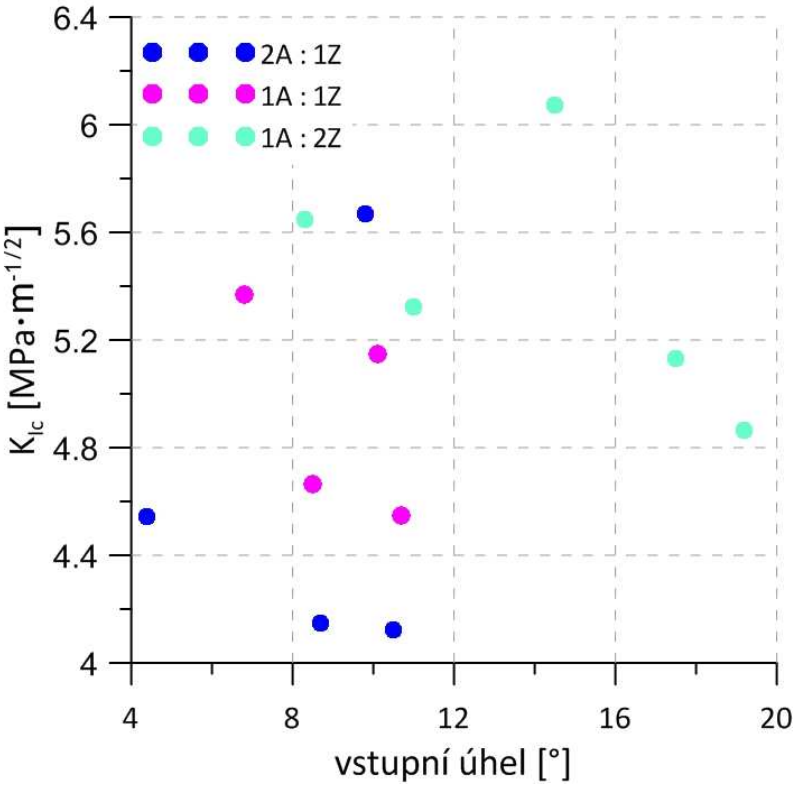
Z použitých metod by měla nejpřesnějších výsledků dosahovat rezonanční metoda (zelený trojúhelník na obr. 6.2). Vzhledem k tomu, že byl měřen pouze jeden vzorek laminátu, je obtížné takové tvrzení dokázat. Takto určený modul pružnosti dosahoval 307,5 ± 0,1 GPa. Rozptyl hodnot byl na vynikající úrovni, samotná hodnota však byla asi o 10 GPa vyšší než by odpovídala směšovacímu pravidlu. Vzhledem k tomu, že se modul určuje na základě jiného fyzikálního principu, může být skutečně vyšší. Otázkou k diskuzi zůstává, proč takto změřené moduly pružnosti referenčních materiálů (Al_2O_3, Si_3N_4) byly ve shodě s tabulkovými hodnotami. Odpovědí může být přítomnost rozhraní ve vrstevnatém kompozitu a možné odchylky při šíření elastických vln v materiálu obsahujícím střídající se tahová a tlaková napětí. Vzorce pro výpočet modulu pružnosti z vlastní frekvence jsou odvozeny pro homogenní tělesa. Existují analýzy provedené u laminátů, ale tato problematika přesahuje rámec této práce.

6.3 Houževnatost

Na obr. 6.3 jsou hodnoty lomové houževnatosti vyneseny v závislosti na sklonu vrstev ve vzorku. Závislost není zcela patrná, ale dalo by se nečekaně říci, že čím je úhel natočení menší, tím je vyšší houževnatost. Tento jev je nejlépe pozorovatelný u vzorků s dvojnásobným množstvím ZrO_2 (tyrkysová kolečka na obr. 6.3). Je to značně překvapivé, neboť by se dalo očekávat přesně opačné chování. Při nulovém náklonu by se trhlina měla šířit víceméně rovně, bez dodatečného rozptýlení energie a tedy by měla dosahovat nižší houževnatosti. Naopak pod vstupním úhlem 45° byl v literatuře [21] dokumentován největší odklon trhliny, a proto by se dal očekávat také nárůst houževnatosti. Tento předpoklad je ovšem založen na skutečnosti, že lomová houževnatost je stanovena při šíření trhliny. To však v tomto případě nebylo a nemohlo být splněno díky použité metodě stanovení hodnoty lomové houževnatosti. Metoda založená na zatěžování zkušebního tělesa SEVNB umožňuje pouze stanovení hodnoty lomové houževnatosti při iniciaci trhliny, nikoliv při jejím šíření. Tato skutečnost vede k domněnce, že záleží na tom, v které vrstvě se špice vrubu nachází. Dalším faktorem je i sklon vrstev ve vzorku, který mění stav napjatosti v okolí špice vrubu přítomností zbytkových napětí. Jistým faktorem vnášejícím neznámou do možnosti přesně objasnit vliv náklonu vrstev na lomovou houževnatost je i jistá nerovnoběžnost špice vrubu s danou vrstvou po celé šířce vzorku.

Teprve analýza lomových ploch (tj. projevu šíření trhliny) objasní, v kterém případě se trhlina více odkláněla. Pro každý materiál byly provedeny 4, resp. 5 zkoušek, což je příliš málo pro vyvození konkrétního závěru. Velikosti houževnatosti mohly být také ovlivněny kvalitou vrubu, takže body v grafu na obr. 5.2 mohou být rozmístěny statisticky náhodně.

Co se týče samotné houževnatosti, tak roste se zvyšujícím s podílem ZrO_2 v laminátu. Hodnoty se pohybovaly mezi 4 až 6 $MPa \cdot m^{1/2}$. V porovnání s tabulkovými hodnotami se jedná o očekávaný výsledek vzhledem k zastoupení jednotlivých složek.



Obr. 6.2: Závislost houževnatosti na vstupních úhlech

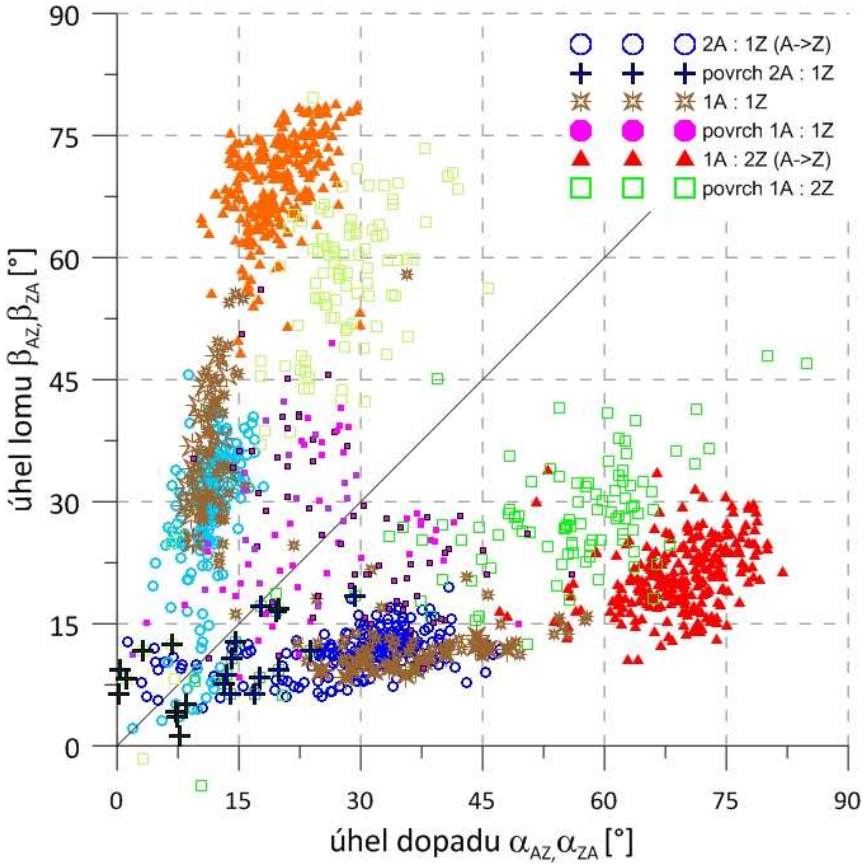
6.4 Analýza lomových ploch

Hlavní náplní této práce bylo popsat chování trhliny při přechodu přes materiálové rozhraní v keramickém vrstevnatém kompozitu. Jako nejvhodnější koncept se ukázalo popisovat šíření trhliny v materiálu analogicky k přechodu světla mezi prostředími o různé optické hustotě.

Na základě provedených experimentálních prací a vyhodnocení úhlů z rekonstruovaných lomových ploch bylo zjištěno, že míra odklonu trhliny je závislá na vstupním úhlu a dále pak na objemovém podílu jednotlivých složek laminárního systému. Tento poznatek lze demonstrovat na souhrnném grafu na obr. 6.3. Čím větší byl vstupní úhel trhliny vzhledem ke kolmici k rozhraní, tím větší byl i následný odklon. Vždy ale platilo, že trhliny šířící se z Al_2O_3 do ZrO_2 měly tendenci stáčet se ke kolmici s rozhraním, zatímco trhliny šířící se z vrstvy ZrO_2 do Al_2O_3 se stáčely směrem k rozhraní.

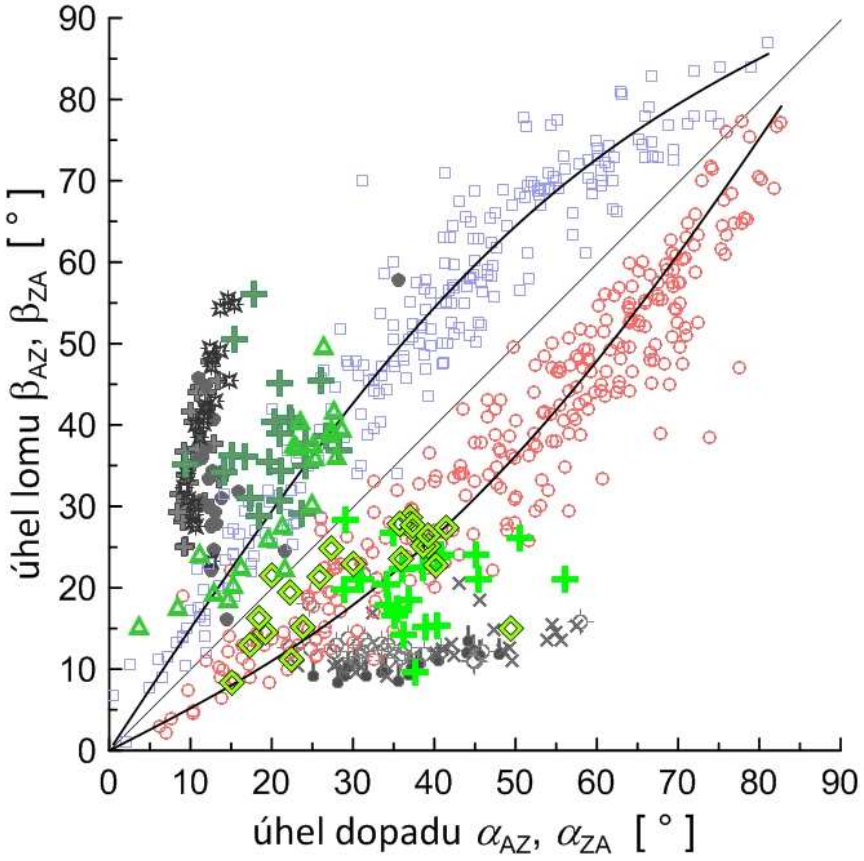
Dále bylo zjištěno, že uvnitř materiálu dochází k většímu odklonu trhliny, než bylo pozorováno na povrchu téhož materiálu. Z hlediska stavu napjatosti by se podobné, nicméně co do charakteru projevů opačné, chování mohlo projevit vlivem přechodu ze stavu rovinné deformace (působící uprostřed tělesa) na rovinnou napjatost (působící u povrchu tělesa) u plasticky se deformujících materiálů. Keramické materiály vykazují pouze lineárně elastické chování, a tudíž ve změně stavu napjatosti příčina tohoto jevu neleží. Příčina tohoto pozorovaného zdánlivého rozporu v chování trhliny může být spatřena v přítomnosti zbytkových napětí, která se směrem k volnému povrchu zmenšují, až nakonec zcela vymizí.

Z této hypotézy lze vyvodit možnost stanovení vlivu existence vnitřních napětí. Toho lze tedy dosáhnout porovnáním odklonu trhliny získané měřením na povrchu vzorku a v objemu vzorku (tj. uvnitř lomové plochy).



Obr. 6.3: Souhrnný graf naměřených úhlů.

Problematika vrstevnatých keramických kompozitů je intenzivně zkoumána. Tato diplomová práce vychází, resp. navazuje na odborný článek [21], jehož výsledkem byl mimo jiné obdobný graf, vytvořený z dat získaných indentační technikou, jako je uveden na obr. 5.12. Zajímavé proto bylo srovnání výstupů těchto dvou prací. Na obr. 6.4 je zmíněný graf (obr. 5.12) doplněn o data naměřená v již zmíněném článku [21].



Obr. 6.4: Laminát 1A : 1Z doplněný úhly změřenými indentační metodou

Úhly naměřené na trhlinách šířících se z Vickersova vtisku jsou na obr. 6.4 zobrazeny červeně a modře. Zelené jsou úhly naměřené na povrchu SEVNB tělesa v rámci této studie. Šedé jsou úhly naměřené na lomové ploše. Z obrázku je patrné, že úhly naměřené na indentační trhlině jsou ve shodě s úhly získanými měřením na povrchu tělesa SEVNB. Rozdíl je pouze v rozptylu těchto hodnot, který byl u SEVNB těles větší. Nutno podotknout, že každý úhel byl na povrchu měřen vždy právě jednou. Při opakovaném měření by pravděpodobně došlo k menšímu rozptylu. V článku [21] byly dále zkoumány SEVNB tělesa, u kterých byl vysloven předpoklad, že se trhlina na lomové ploše odkláněla více než na povrchu. Tento závěr byl v předkládané práci potvrzen detailním měřením rekonstruovaných lomových ploch.

7 ZÁVĚRY

Keramické lamináty na bázi Al_2O_3 a ZrO_2, mající různé objemové podíly jednotlivých složek připravené technikou elektroforetické depozice, byly studovány z pohledu jejich odezvy na mechanické namáhání. Zejména byla řešena problematika šíření trhlin skloněných k materiálovému rozhraní v keramických laminátech.

Konkrétně byly studovány vrstevnaté kompozitní materiály mající poměr obou výše zmíněných složek 1:1, 1:2 a 2:1. Aby bylo možné popsat chování kompozitních systémů, bylo nezbytné získat znalosti o jednotlivých složkách.

Na základě důkladné literární rešerše byly navrženy postupy hodnocení šíření trhlin přes rozhraní a dále pak metody stanovení základních mechanických vlastností. Mezi zkoumané vlastnosti patřil modul pružnosti, pevnost v ohybu a lomová houževnatost. V teoretické části práce je pojednáno o keramických materiálech obecně s detailním pohledem na kompozitní materiály včetně metod přípravy vrstevnatých kompozitů, dále jsou shrnuty poznatky o lomovém chování a mechanismech zhouževnatění. V neposlední řadě jsou popsány metody charakterizace keramických materiálů. Díky charakteru chování materiálů na bázi keramik bylo nezbytné zmínit i statistické postupy umožňující stanovit spolehlivost těchto materiálů.

Z dodaných polotovarů keramických materiálů byly připraveny sady zkušebních těles umožňujících experimentálně studovat chování těchto materiálů. Tato část práce byla velmi náročná, a to i časově, jelikož nebylo možné jednoduché zautomatizování procesu. Celkem bylo připraveno a následně testováno 45 zkušebních těles.

Hlavním cílem práce bylo stanovit chování trhliny při přechodu přes rozhraní. Z literatury jsou známy čtyři základní možnosti: a) trhlina postupuje přes rozhraní beze změny, b) trhlina se odkloní, c) trhlina se šíří po rozhraní – delaminuje a d) trhlina se větví. Ve všech sledovaných případech došlo k odklonu trhliny a k delaminaci ani větvení nedošlo. Tento fakt vyplynul z přítomností silně vázaných vrstev dané metodou přípravy laminátu.

Sledovaný odklon trhliny procházející přes rozhraní byl zapříčiněn přítomností vnitřních zbytkových napětí a rozdílného modulu pružnosti jednotlivých složek. Pro sledování tohoto fenoménu byla navržena nestandardní zkušební tělesa umožňující šíření trhliny pod zvoleným úhlem směrem k rozhraní. Na základě experimentálních prací bylo zjištěno, že míra odklonu trhliny je závislá na vstupním úhlu a dále pak na objemovém podílu jednotlivých složek laminárního systému.

Vždy platilo, že trhlina šířící se z Al_2O_3 do ZrO_2 se stáčela ke kolmici s rozhraním a trhliny šířící se z ZrO_2 do Al_2O_3 vrstvy se stáčely směrem k rozhraní.

Důležitým poznatkem je také fakt, že uvnitř materiálu docházelo k většímu odklonu než bylo pozorováno na povrchu. Studium tohoto jevu významně podpořily výsledky získané z 3D rekonstrukce lomových ploch s využitím konfokální mikroskopie. Vysvětlení tohoto jevu zřejmě spočívá v přítomnosti zbytkových napětí, která se směrem k volnému povrchu zmenšují.

Porovnáním odklonu trhliny získané měřením na povrchu vzorku a v objemu vzorku (tj. uvnitř lomové plochy) lze elegantně rozlišit vliv způsobený rozdílnými moduly pružnosti jednotlivých složek a vliv způsobený zbytkovým napětím ve vrstvách.

Dále byly stanoveny základní elastické a pevnostní charakteristiky laminátů, které byly srovnány s charakteristikami stanovenými pro jednotlivé složky. Z porovnání modulu pružnosti byla ověřena platnost směšovacího pravidla. Jako nejvěrohodnější metoda stanovení modulu pružnosti laminátu se jeví dynamická rezonanční metoda, která vykazovala velmi malý rozptyl hodnot. Metoda měření polí deformací pomocí elektronické

difrakční interferometrie vede k podobným hodnotám modulu pružnosti jako rezonanční metoda s tím rozdílem, že vykazuje násobně větší rozptyl hodnot. Metoda založená na korekci zatěžovací křivky na základě znalosti chování referenčního vzorku nevykazovala uspokojivé výsledky. Byl navržen postup vedoucí ke zpřesnění odhadu modulu pružnosti touto metodou.

Změřené moduly pružnosti laminátů se mírně lišily s hodnotami stanovenými dle směšovacího pravidla. Důvodem může být přítomnost rozhraní ve vrstevnatém kompozitu a možné odchylky při šíření elastických vln v materiálu obsahujícím střídající se tahová a tlaková napětí. Navíc vzorce pro výpočet modulu pružnosti z vlastní frekvence jsou odvozeny pro homogenní tělesa.

Pevnostní charakteristiky laminátů vykazovaly tendenci blížit se hodnotě pevnosti nejméně pevné složky systému a nelze tedy využít směšovací pravidlo, jak tomu bylo u modulu pružnosti. Toto zjištění je možné připsat na vrub synergii několika příčin. Změna objemového podílu jednotlivých složek laminátu vede k výrazné změně velikosti rozptylu hodnot ohybové pevnosti. Patrný je i mírný nárůst pevnosti se zvyšujícím se obsahem ZrO_2 v laminátu. Tento nárůst je možné vysvětlit vzdálením méně pevné vrstvy Al_2O_3 od tahové strany zkušebního tělesa přítomností tlustší a pevnější vrstvy (ZrO_2). Zvýšení rozptylu může být způsobeno výskytem rozhraní dvou vrstev na tahové straně zkušebního tělesa, které působí vrubovým účinkem, a také přítomností tahových napětí ve vrstvě ZrO_2.

V práci bylo popsáno chování trhliny skloněné k bimateriálovému rozhraní u keramického laminátu a byl zjištěn pozitivní vliv vnitřních tlakových napětí na trajektorii trhliny. Díky poznatkům získaným v této práci o šíření trhlin a stanovení základních mechanických charakteristik bude jednodušší navrhnout vhodný laminát dle potřeb aplikace.

8 LITERATURA

[1] RICHERSON, David W. *Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design*. Third edition. Boca Raton (Florida) : CRC Press, 2006. 711 s. ISBN 1-57444-693-2

[2] HANYKÝŘ, V.; KUTZENDÖRFER , J. *Technologie keramiky*. Hradec Králové : Vega, 2000. 287 s.

[3] BERMEJO MORATINOS, Raúl *Structural integrity of alumina – zirconia multilayred ceramics*. Barcelona, 2006. XXVIII, 199 s. Dizertační práce. Universidad Politécnica de Cataluña.

[4] KLIMEŠ, Jan. *Studium šíření trhlin ve vrstevnatém materiálu*. Brno, 2004. 45 s. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství.

[5] MICELE, Lorenzo. *Preparation and characterization of laminated ceramic composites*. Bologna, 2005. 153 s. Dizertační práce. University of Bologna, Faculty of Industrial Chemistry, Department of Industrial and Materials Chemistry

[6] MAYER, G. New classes of tough composite materials—Lessons from natural rigid biological systems. *Materials Science & Engineering*. 2005, 26, s. 1261-1268.

[7] PTÁČEK, Luděk, et al. *Nauka o materiálu I*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2002. 392 s.

[8] *Index of /sil/keramika/Ceramic_Technology* [online]. 2007-01-12 [cit. 2010-05-01]. Oxidová keramika. Dostupné z WWW: <http://www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic_Technology/SM-Lect-8-C.pdf>.

[9] *Index of /sil/keramika/Ceramic_Technology* [online]. 2007-01-12 [cit. 2010-05-01]. Silikátová keramika. Dostupné z WWW: <http://www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic_Technology/SM-Lect-6-C.pdf>.

[10] *Brevier Technical Ceramics* [online]. 2004-12-15 [cit. 2010-04-21]. Dostupné z WWW: <http://www.keramverband.de/brevier_engl/inhaltsverzeichnis.htm>.

[11] DRDLÍK, Daniel. *Vrstevnaté keramické kompozitní materiály – příprava, struktura a vlastnosti*. Brno, 2009. 45 s. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

[12] BENGISU, Murat. *Engineering Ceramics*. Germany: Springler-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2001. 589 s. ISBN 3-540-67687-2.

[13] *Index of /sil/keramika/Ceramic_Technology* [online]. 2007-01-12 [cit. 2010-05-01]. Neoxidová keramika. Dostupné z WWW: <http://www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic_Technology/SM-Lect-9-C.pdf>.

[14] LAŠ, Vladislav. *Mechanika kompozitních materiálů*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2004. 156 s. ISBN 80-7043-273-X.

[15] RICHERSON, David W. *Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design*. 2nd ed. New York: Marcel Dekker, Inc., 1992. 860 s. ISBN 0-8247-8634-3.

[16] RÝGLOVÁ, Šárka. *Ústav struktury a mechaniky hornin* [online]. 2009 [cit. 2010-05-09]. Částicové kompozitní materiály a některé jejich bioaplikace . Dostupné z WWW: <http://www.irsm.cas.cz/?Lang=CZE&Menu=20,52,0,0>.

[17] PRNKA, Tasilo; ŠPERLINK, Karel. *Bionanotechnologie, nanobiotechnologie, nanomedicína*. Ostrava : Repronis, 2006. 177 s.

[18] CLEGG, W. J., et al. A simple way to make tough ceramics. *Nature*. 1990, 347, s. 455-457.

[19] LUBE, Tanja. Mechanical Properties of Ceramic Laminates. *Key Engineering Materials*. 2007, 337, s. 87-96.

[20] YU, Z. B.; KRSTIC, V. D. Fabrication and characterization of laminated SiC ceramics with self-sealed ring structure. *Journal of materials science*. 2003, 38, s. 4735-4738.

[21] CHLUP, Zdeněk; HADRABA, Hynek. Alumina and Zirconia Based Composites: Part 2 Fracture Response. *Key Engineering Materials*. 2009, 412, s. 227-232.

[22] HATTON, Benjamin; NICHOLSON, Patrick S. Design and Fracture of Layered Al2O3/TZ3Y Composites Produced by Electrophoretic Deposition. *Journal of the American Ceramic Society*. 2001, 84, 3, s. 571-576.

[23] VAN DER BIEST, O., et al. Laminated and functionally graded ceramics by electrophoretic deposition.. *Key Engineering Materials*. 2007, vol. 333, s. 49-58.

[24] CHAN, Helen M. LAYERED CERAMICS: Processing and Mechanical Behavior. *Annual Review of Materials Science*. 1997, 27, s. 249-282.

[25] ZUO, Kai Hui; JIANG, Dong Liang; LIN, Qing Ling. Fabrication and interfacial structure of Al2O3/Ni laminar ceramics. *Ceramics International*. 2006, 32, 6, s. 613-616.

[26] *Britannica Online Encyclopedia* [online]. 2010 [cit. 2010-03-21]. Doctor blading. Dostupné z WWW: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic-art/583086/262/Steps-in-doctor-blading-a-tape-casting-process-employed-in>.

[27] PORTU, G. de; MICELE, L.; PEZZOTTI, G. Laminated ceramic structures from oxide systems. *Composites : Part B: engineering*. 2006, 37, s. 556-567

[28] MARSHALL D. B. et al. *Partially stabilized ZrO2 - based laminar ceramic composites*. US 5284698. 1994-02-08.

[29] LUCCHINI, E.; SBAIZERO, O. Alumina/Zirconia Multilayer Composites Obtained by Centrifugal Consolidation.*Journal of the European Ceramic Society*. 1995, 15, s. 975-981.

[30] HADRABA, Hynek; MACA, Karel; CHLUP, Zdeněk. Alumina and Zirconia Based Composites: Part 1 Preparation.*Key Engineering Materials*. 2009, vol. 412, s. 221-226.

[31] HADRABA, Hynek; MACA, Karel; CIHLÁŘ, Jaroslav. Electrophoretic deposition of alumina and zirconia II. Two-component systems. *Ceramics International*. 2004, 30, s. 853-563.

[32] SARKAR, P.; DATTA, S.; NICHOLSON, P.S. Functionally graded ceramic/ceramic and metal/ceramic composites by electrophoretic deposition. *Composites. Part B, Engineering*. 1997, 28, 1-2, s. 49-56.

[33] ENV 843-4. *Advanced technical ceramics - Monolithic ceramics- Mechanical properties at room temperature - Part 4: Determination of hardness*. Brussels : CEN, December 1995. 24 s.

[34] *Katedra fyziky* [online]. 2006 [cit. 2010-03-13]. Měření mikrotvrdosti. Dostupné z WWW: <http://www.kfy.zcu.cz/vyzkum/pristroje/fischerscope.php>.

[35] PABST, Willi; GREGOROVÁ, Eva. *Ceramics and composite materials: new research*. New York : Nova Science Publishers, 2006. Effective Elastic Moduli of Alumina, Zirconia and Alumina-Zirconia Composite Ceramics, s. 31-100.

[36] LAUWAGIE, Tom. *Vibration-Based Methods for the Identification of the Elastic Properties of Layered Materials*. Leuven, 2005. 301 s. Dizertační práce. Katholieke Universiteit Leuven, Faculteit der toegepaste wetenschappen, departementbwerktuigkunde.

[37] PTÁČEK, Luděk, et al. *Nauka o materiálu I.*. Brno : Akademické nakladatelství CERM, 2003. 516 s.

[38] STRECKER, Kurt; RIBEIRO, Sebastião and HOFFMANN, Michael-Johannes. Fracture toughness measurements of LPS-SiC: a comparison of the indentation technique and the SEVNB method. *Materials Research*]. 2005, vol.8, n.2, s. 121-124.

[39] ANDERSON, T. L. *Fracture mechanics, Fundamentals and Applications*. Boca Raton (Florida) : CRC Press, 1995. 688 s.

[40] ENV 843-2. *Advanced technical ceramics - Monolithic ceramics- Mechanical properties at room temperature - Part 2: Determination of elastic moduli*. Brussels : CEN, December 1995. 26 s.

[41] ENV 843-1. *Advanced technical ceramics - Monolithic ceramics- Mechanical properties at room temperature - Part 1: Determination of flexural strength*. Brussels : CEN, December 1995. 19 s.

[42] ČSN P CEN/TS 14425-1. *Speciální technická keramika - Zkušební metody pro stanovení houževnatosti v lomu monolitické keramiky - Část 1: Pokyn pro výběr zkušební metody*. Šumperk: CEN, Červenec 2003. 12 s.

[43] 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)*. Šumperk: CEN, Srpen 2004. 18 s.

[44] ČSN P CEN/TS 14425-3. *Speciální technická keramika - Zkušební metody pro stanovení houževnatosti v lomu monolitické keramiky - Část 3: Metoda zkoušky v ohybu se zářezem chevron (CNB)*. Šumperk: CEN, Červenec 2003. 16 s.

[45] ENV 843-5. *Advanced technical ceramics - Monolithic ceramics- Mechanical tests at room temperature - Part 5:Statistical analysis*. Brussels : CEN, November 1996. 41 s.

9 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

Veličiny

α	[K^{-1}]	součinitel délkové teplotní roztažnosti
A	[m]	délka trhliny
a	[m]	průměrná hloubka zářezu
a_0	[m]	meziatomová vzdálenost
A_f	[-]	tvarový faktor
A	[-]	relativní hloubka zářezu
A	[°]	úhel dopadu
B	[°]	úhel lomu
B	[mm]	šířka zkušebního tělesa
B	[m]	tloušťka tělesa
Y	[mm]	Průhyb
Y	[-]	tvarový faktor intenzity napětí
Γ	[-]	smyková deformace
D	[m]	vzdálenost elektrod
D	[mm]	průměrná délka úhlopříček (Vickers)
D	[m]	velikost defektu
E_d	[Mpa]	dynamický modul pružnosti
E	[MPa]	modul pružnosti
E_i	[MPa]	modul pružnosti odpovídající vrstvě
F	[N]	zátěžná síla
f	[Hz]	rezonanční frekvence
F_m	[N]	maximální síla
G	[MPa]	modul pružnosti ve smyku
G_d	[MPa]	dynamický modul pružnosti ve smyku
h	[mm]	delší úhlopříčka (Knoop)
h	[mm]	výška tělesa
I	[kg . m^2	moment setrvačnosti
K	[MPa·$m^{-1/2}$]	lomová houževnatost
l	[mm],	vzdálenost mezi podporami
l	[mm]	délka vzorku
m	[-]	Weibullův modul
M	[Kg]	moment setrvačnosti
M	N.m	ohybový moment
μ	[m^2·V^{-1}]	elektroforetická pohyblivost
μ_d	[-]	Poissonův poměr
m_0	[kg]	počáteční hmotnost částic v suspenzi
n	[-]	pořadové číslo odpovídající seřazeným hodnotám pevnosti
N	[-]	celkový počet naměřených hodnot
ρ	[g.cm-^{3}]	Hustota
S_0	[mm^2]	původní průřez
σ_r	[MPa]	zbytkové napětí
σ_o	[MPa]	parametr měřítka
σ	[MPa]	tahové napětí

σ_f	[MPa]	lomové napětí
τ	[MPa]	smykové napětí
$\bar{t}$	[µm]	průměrná tloušťka vrstvy
t	[s]	čas
ΔT	[K]	změna teploty
v_L	[m ·s^{-1}]	podélná rychlost vlnění
v_t	[m ·s^{-1}]	příčná rychlost vlnění
V	[-]	objemový podíl
W	[m]	výška

Zkratky

EPD – electrophoretic deposition - elektroforetická depozice
ESPI - Electronic speckle pattern interferometry – laserová interferometrie
PSZ – partialy stabilized zirconia- částečně stabilizovaný ZrO2
SEVNB - single edge V-notch bending specimen - ohybové těleso s V vrubem
ZTA - Zirconia toughned Alumina - Oxidem zirkoničitým zhouževnatělá korundová keramika
UZ - ultrazvuk