

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálů

Školní rok: 1990/91

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

pro

Marta ŠENKÝŘOVÁ

obor

strojírenská technologie

Vedoucí katedry Vám ve smyslu zákona č. 172/1990 Sb. o vysokých školách určuje tuto diplomovou práci:

Název tématu: **Keramické a kovekeramické kompozity
ve strojírenské výrobě jakožto nástrojové
díly**

Zásady pro vypracování:

1. Proveďte literární rešerši se zaměřením na použití metalokeramických součástí na nástroji ve strojírenství podle dostupných materiálů.
Pokuste se o zmapování využití metalokeramických kompozitů v šs. strojírenské výrobě, event. s výhledem na nejbližší budoucnost.
2. V experimentální části se zaměřte na stanovení struktury a vybraných mechanických vlastností u dostupných materiálů; navrhněte metodu měření včetně přípravy vzorků.
3. Proveďte diskusi výsledků vzhledem k očekávaným vlastnostem a shrnutí tématu.

V. 26/91 S

VYSOKÁ ŠKOLA STROJNÍ A TEXTILNÍ
Ústřední knihovna
LIBEREC 1, STUDENTSKÁ 5
PSČ 461 17

KMT/SM

Rozsah grafických prací: **tabulky, grafy, schémata**
Rozsah průvodní zprávy: **cca 40 - 50 stran**
Seznam odborné literatury:

- /1/ BAREŠ, R.A.: Kompozitní materiály. SNTL Praha, 1988**
- /2/ ČECH, J., a kol.: Vysokoteplotní materiály. I. vydání, SNTL Praha, 1966**
- /3/ LUKAŠ, J.: Strojírenská výroba. sv.37, 1985, č. 11**

Vedoucí diplomové práce: **Doc. Ing. Miroslav Kořínek, CSc**
Konzultant: **Ing. Gabriel**

Zadání diplomové práce: **1.10.1990**
Termín odevzdání diplomové práce: **3.5.1991**



Karel Bažant
Doc. Ing. Karel Bažant, CSc

Vedoucí katedry

Ing. Zdeněk Kovář
Prof. Ing. Zdeněk Kovář, CSc

Děkan

V Liberci

dne 28.9. 19 90

Vysoká škola strojní a textilní v Liberci
Fakulta strojní

Obor 23-07-8
strojírenská technologie
zaměření
strojírenská metalurgie
Katedra materiálu

KERAMICKÉ A KOVOKERAMICKÉ KOMPOZITY
VE STROJÍRENSKÉ VÝROBĚ JAKOŽTO NÁSTROJOVÉ DÍLY

KMT - 379
Marta Šenkýřová

UNIVERZITNÍ KNIHOVNA
TECHNICKÉ UNIVERZITY V LIBERCI



Vedoucí diplomové práce: Doc. Ing. Miroslav Kořínek, CSc.
Konzultant: Doc. Ing. Vladimír Gabriel, CSc.

Rozsah práce a příloh:

Počet stran:	61
Počet tabulek:	9
Počet obrázků:	30
Počet příloh:	-
Počet výkresů:	-

3. května 1991

Místopřísežně prohlašuji, že jsem diplomovou
práci vypracovala samostatně s použitím uvedené lite-
ratury.

Marta Šenkýřová
Marta ŠENKÝŘOVÁ

O B S A H :

1. Úvod

2. Charakteristika řezné keramiky

2.1. Druhy řezných materiálů

2.2. Definice kompozitu

2.3. Rozdělení řezné keramiky

2.3.1. Požadavky na ŘK, charakteristika hlavních komponent

2.3.2. Druhy ŘK firmy KRUPP WIDIA

2.3.3. Druhy ŘK firmy DIAS

2.4. Výroba ŘK

2.4.1. Výroba oxidické keramiky

2.4.2. Výroba nitridické keramiky

2.4.3. Výroba whiskrové keramiky

2.5. Struktura a vlastnosti

2.5.1. Struktura bílé keramiky

2.5.2. Struktura černé keramiky

2.5.3. Struktura nitridické keramiky

2.5.4. Struktura whiskrové keramiky a charakteristika whiskrů

2.5.4.1. Proč whiskr?

2.5.4.2. Struktura

2.5.5. Vlastnosti ŘK

2.5.5.1. Povlekování ŘK

3. Použití ŘK

3.1. Použití jako řezného materiálu

3.2. Problémy při nasazení ŘK

3.3. Další možnosti použití

4. Experimentální část

4.1. Tvrdost

- 4.2. Mikrotvrdost
- 4.3. Kalotest
- 4.4. Měrná hmotnost
- 4.5. Zkoušení trvanlivosti
- 4.6. Struktury
- 5. Diskuse výsledků
- 6. Závěr
- 7. Použitá literatura

Seznam použitých zkratk:

ŘM - řezný materiál
ŘK - řezná keramika
RO - rychlořezná ocel
SK - slinutý karbid
PKD - pelykristalický diament
KBN - kubický nitrid bóru
OP - optický mikroskop
REM - rastrovací elektronový mikroskop
TEM - transmisní elektronový mikroskop
oxid. - oxidický
nitrid. - nitridický
whiskr. - whiskrový
 Al_2O_3 - oxid hlinitý
 Si_3N_4 - nitrid křemíku
TiC - karbid titenu
TiN - nitrid titanu
SiC - karbid křemíku
W - wolfram
Co - kobalt
Cr - chróm
Mo - molybden
MoC - karbid molybdenu
TaN - nitrid tantalu
Ar - argon
N - dusík

HIP (24)
CVD (33)

1. Ú V O D

Řezné materiály měly vždy rozhodující podíl na vývoji výrobní techniky. Toto platí neomezeně také dnes, protože přechodem od mechanizace k pružné automatizaci vstupují do popředí nová těžiště požadavků.

Plně automatizované obráběcí stroje, popřípadě pružné výrobní systémy, vyžadují vysoký podíl nasazeného kapitálu a vedou tím k vysokým pořizovacím nákladům. Řezný materiál musí proto vykazovat co nejvyšší třískové výkony při jakémkoliv speciálním úkonu. Stále kratší doby využívání výrobků na jedné straně a také nutnost stálého reagování na požadavky zákazníka na straně druhé, kladou vysoké požadavky na pružnou reakci výroby. Pro řezný materiál obráběcích strojů z toho vyplývá požadavek na maximální šíři jejich použití.

Změny materiálu nástrojů, především směrem k vyšší pevnosti při současném zajištění nízké hmotnosti vyráběných dílců, kladou rovněž nové požadavky na řezné materiály. S tím je spojena i snaha o stále menší přídavky na obrábění a o využívání přesnějších technologických procesů při objemovém i plošném tváření. Časy pro obráběcí operace jsou neustále zkracovány. S tím je spojen vývoj konstrukčně zesílených obráběcích strojů především z hlediska statické a dynamické tuhosti, aby bylo možné využít vysokých řezných rychlostí nově vyvinutých řm.

Všechny výše uvedené požadavky splňují pouze moderní řezné materiály, mezi které patří RO v povlakovaném stavu, SK také s povrchovou úpravou, ŘK, PKD a KNB /5/.

Úkolem této diplomové práce je shromáždit co nejvíce informací o řezné keramice se zaměřením především na výrobu, vlastnoti, stanovení struktury a použití.

2. CHARAKTERISTIKA ŘK

2.1. DRUHY ŘEZNÝCH MATERIÁLŮ

Už bezprostředně začátkem století dostalo třískové dokončování s geometricky definovaným břitem rozhodující impulsy díky vývoji různých řezných materiálů. Tehdy byly především vyvinuty RO, se kterými mohlo být dosaženo při stejném čase dvojnásobné rychlosti oproti obvyklým uhlíkovým ocelím. V r. 1926 byl pak poprvé použit SK pro třískové obrábění. U tohoto materiálu vyrobeného práškovou metalurgií se mohla měnit houževnatost, tvrdost a s tím spojená odolnost proti opotřebení, změnou podílu množství komponentů SK: plniva WC a pojiva Co.

Ve 30. letech byly podniknuty první pokusy, které využily vysokou pevnost za tepla Al_2O_3 -keramiky pro řezné účely. Nedostatek surovin, především W a Co, které jsou nutné ve velkém množství pro SK-průmysl, vedly především ve 2.sv. válce v SSSR a Německu k dalšímu vývoji oxidických keramických řezných materiálů. V 50. letech byly tyto materiály představeny na veletrzích v Chicagu a Hannoveru.

Od ideálního řezného materiálu je dnes požadováno spojení vysoké odolnosti za tepla s vysokou houževnatostí a současně chemická odolnost k obráběnému materiálu. Tato kombinace vlastností není přirozeně splnitelná v jednom jediném řezném materiálu. Proto dnes dosáhly rozhodujícího významu následující řezné materiály s rozdílnými vlastnostmi:

1. RO - vynikající vlastností je vysoká houževnatost, dobrá obrobitelnost, odolnost vůči rázovému mechanickému a teplotnímu namáhání. Nevýhodou jsou legury deficitních kovů (Cr, Mo, W, Co). Stále častěji se používají v povlakovaném stavu.
2. SK - vývoj spěje k výrobě jemnozrnných mikronových a submikronových SK a tím vlastně ke zlepšení houževnatosti. Nevýhodou jsou především drahé komponenty. Výhodou je vyšší tvrdost a pev-

nost než u RO. Používají se taktéž v povlakovaném stavu, přičemž trend spěje k vícevrstevným povlakům.

3. ŘK - zatím jsou používané keramiky na bázi Al_2O_3 a Si_3N_4 .

Snesou daleko vyšší řezné teploty než SK a tím vlastně umožňují vyšší řezné rychlosti.

4. Cermety - hlavní složkou je TiC a TiN nebo TiN s přísadou MoC, TaN s Ni a Ni-Mo s pojivem. Svůj název dostaly na základě tvrdosti jako má "ceramic" a houževnatosti jakou má "metal".

5. Velmi tvrdé materiály - KNB a PKD - oblastí použití je třískové obrábění kovových i nekovových materiálů a také řezání hornin.

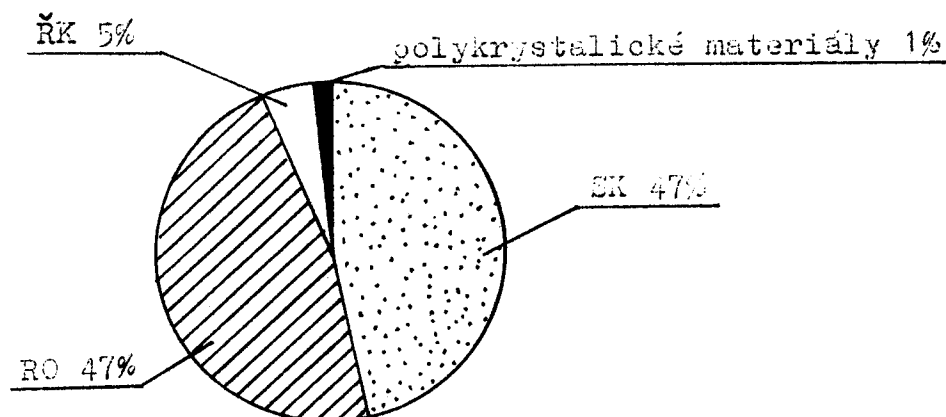
Jak je možné seřadit potenciál současných řezných materiálů, ukazuje srovnání vlastností v dnešní době nejdůležitějších řezných materiálů (tab.1.). Ukazuje se, že i přes zlepšení dosažená v posledních letech, zůstává pevnost v ohybu u keramických řezných materiálů stále zřetelně nižší, než u SK a podstatně nižší než u RO. Důležité dále je, že koeficient roztažnosti je nižší u keramiky nitridické oproti oxidické a také mimo jiné příznivě ovlivňuje vlastnosti z hlediska tepelných rázů. ŘK se liší od kovů větší tvrdostí, vysokou pevností v tahu, vysokým modulem pružnosti a malou hustotou. Další rozdíl je v poměru pevnosti v tlaku k pevnosti v ohybu. U keramických materiálů je pevnost v tlaku 7-10x vyšší, zatímco u kovů vykazuje pevnost v tlaku a ohybu skoro stejně velké hodnoty.

Podíl jednotlivých druhů řezných materiálů na obrábění v SKN ukazuje obr. 1. Podíl ŘK s 5% je dnes ještě relativně malý, vykazuje však soupající tendenci. Spektrum nasazení ŘK je na obr. 2. Obrázek ukazuje, že oblast nasazení ŘK se rozšiřuje směrem k hrubování a obrábění nečisto. Úspěšnou oblastí použití je dnes také soustružení tvrzené litiny, stejně tak jako obrábění oceli a kalené oceli /1, 2, 5, 6/.

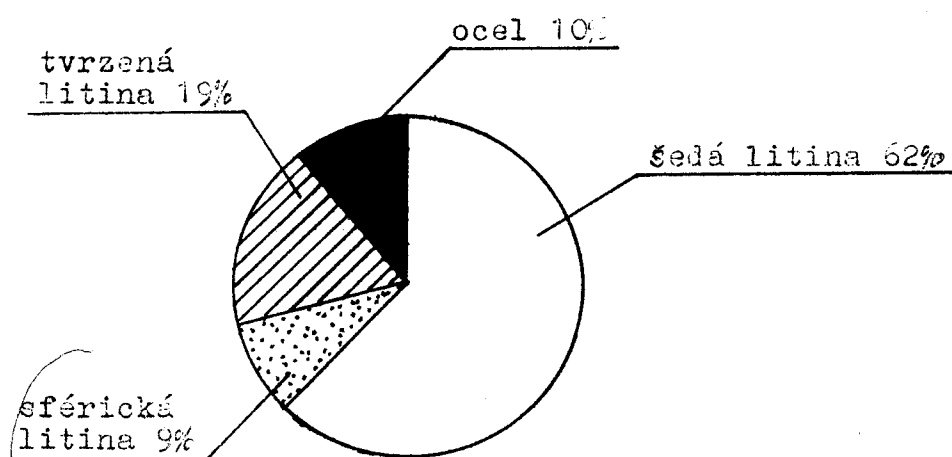
materiál vlastnost	RO	SK	oxidická keramika	nitridická keramika	KNB	PKD
hustota g/cm ³	8,0-9,0	6,0-15,0	3,9-4,5	3,2-5,6	3,12	3,50
HV 10/30	700-900	1200-1800	1450-2100	1350-1600	3500	5000+
pevnost v ohybu N/mm	2500-4000	1300-3200	400-800	600-900	500-800	600-1100
pevnost v tlaku N/mm	2800-3800	3500-6000	3500-5500	3000-4000	-	7600
E - modul GPa	260-300	470-650	300-450	280-320	680	840
koef. délkové roztah. 10 ⁻⁶ /K	9-12	4,6-7,5	5,5-8,0	3,0-3,3	-	-
tepelná vodivost W/Km	15-48	20-80	10-38	20-35	-	-

Tab. 1: Vlastnosti různých druhů řezných materiálů

+ tvrdost dle Knoop



Obr. 1: Podíl jednotlivých druhů řezných materiálů na obrábění



Obr. 2: Spektrum nasazení výměnných keramických břitových destiček v SRN

2.2. DEFINICE KOMPOZITU

Def.: "Kompozity jsou takové heterogenní materiály, u kterých se po smíšení materiálu se zcela odlišnými vlastnostmi vytvoří jediná struktura. Jestliže se tyto vlastnosti doplňují vzniká kompozitní materiál s přídatnými nebo lepšími vlastnostmi, než mají jednotlivé složky samy nebo smíšené dohromady".

V nejobecnějším smyslu by mohl být každý dnes užívaný materiál kompozitem. Nalézt materiál používaný v čisté formě je velmi neobvyklé.

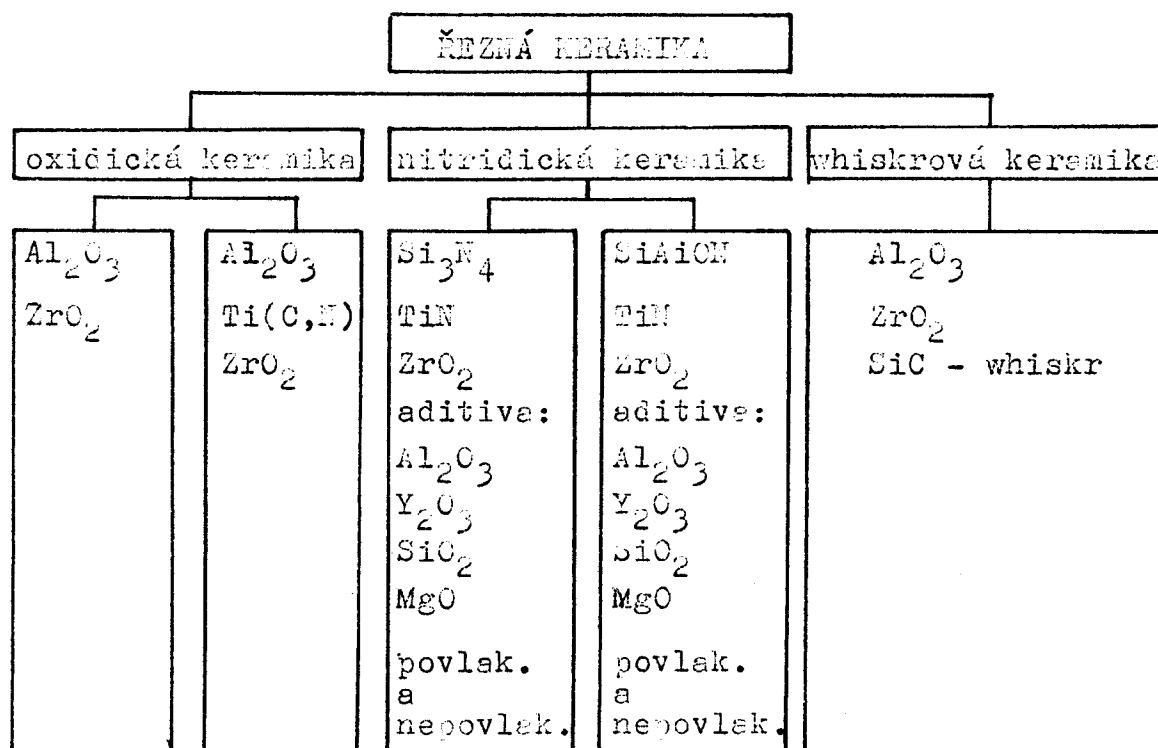
Kompozitní materiály nejsou nikdy univerzální, jsou navrhovány výhradně pro jisté použití při maximálním využití hmoty.

- Z hlediska struktury vložené fáze do matrice rozeznáváme:
- a) částicové kompozity
 - b) vláknové kompozity ///

Z výše uvedeného vyplývá, že i ŘK je vlastně kompozitním materiálem a to jak částicovým (na bázi Al_2O_3 a Si_3N_4) tak i vláknovým (vyztužená whiskry).

2.3. ROZDĚLENÍ ŘK

Technicky jsou dnes v podstatě používány tři skupiny řezných materiálů: oxidická keramika (bílá a černá), nitridická a v nepatrném množství whiskry vyztužená keramika (obr. 3).



Obr. 3: Rozdělení ŘK

Jak je vidět ze schematu, na výrobu ŘK se z chemického hlediska v podstatě používají jen tři druhy surovin:

1. oxidy: Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , Y_2O_3 , SiO_2 , CoO

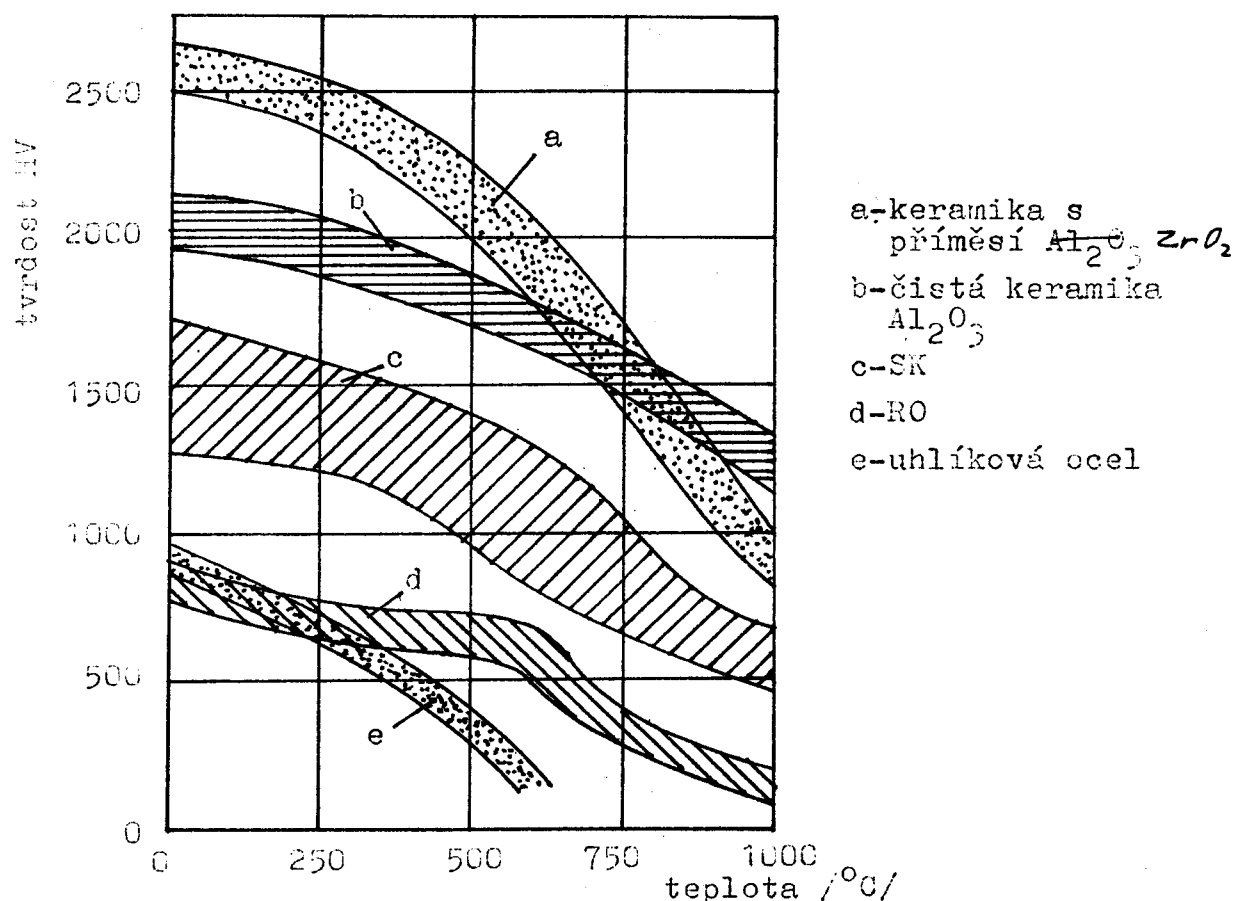
2. nitridy: Si_3N_4 , TiN

3. karbidy: TiC , SiC /6/.

2.3.1. Požadavky na řeznou keramiku, charakteristika hlavních komponent

Na keramický řezný materiál je kladeno několik požadavků:

- Řezný materiál musí být tvrdší než materiál obrobku, je třeba usilovat o co největší rozdíl v tvrdosti mezi oběma materiály. Deformačními a frikčními procesy vznikají při dělení materiálu vysoké teploty, které s přibývajícím rychlostí řezu stoupají. Může vzniknout teplota až 1000°C a více. Ztratí-li řezný materiál teplem vznikajícím při obrábění svoji převahu v tvrdosti, je tvoření třísek nemožné. Z toho vyplývá, že je nutná vysoká tvrdost i při vyšších teplotách (obr. 4).



Obr. 4: Závislost tvrdosti HV na teplotě řezání pro různé materiály

- vysoká odolnost proti tlaku
- dobrá pevnost v ohybu
- dostatečující houževnatost
- co největší odolnost proti opotřebení, tření mezi hřbetem a odvíjející se třískou způsobuje na nástroji opotřebení
- stálost při střídání teplot
- dobrá stálost řezného materiálu proti oxidaci vzdušným kyslíkem a malý sklon k reakci s materiály obrobků rozdílného složení - chemická stabilita (tab. 2) /1/.

Tab. 2. Stálost různých základních surovin ŘK

druh materiálu ŘK	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	Si ₃ N ₄	TiN	TiC	SiC
termodynamická stab. při 1000°C	stabilní					
oxidační stálost při 1000°C	vysoká			malá		
sklon k reakci s železnými materiály při 1000°C	žádný		je		žádný	

2.3.2. Druhy ŘK firmy KRUPP WIDIA

Tab. 3: Přehled druhů ŘK firmy KRUPP WIDIA

oxid. keramika (bílá)	WIDALOX-G	95,5% Al ₂ O ₃ + 3,5% ZrO ₂
	WIDALOX-U	86% Al ₂ O ₃ + 14% ZrO ₂
směsná keramika (černá)	WIDALOX-R	85% Al ₂ O ₃ + 5% TiC + 10% ZrO ₂
	WIDALOX-H	70% Al ₂ O ₃ + 30% Ti(C,N)
nitridická keramika	WIDIANIT N1000 ⁺	96% Si ₃ N ₄ + 4% sintr. přís.
	WIDIANIT N2000 ⁺	91% Si ₃ N ₄ + 9% sintr. přís.
whiskry vyztuž. keramika	WHISKERIT	75% Al ₂ O ₃ + 5% ZrO ₂ + 17% SiC whiskrů
⁺ / v povlakované formě CN 1000 a CN 2000		

Přehled spektra v současné době vyráběném ŘK firmy KRUPP WIDIA dává tab. 3, ve které je uvedeno složení různých druhů oxidické, nitridické a whiskrové keramiky. Nejdůležitější hodnoty vlastností odpovídajících druhů řezných materiálů jsou v tab. 4.

2.3.3. Druhy ŘK firmy DIAS

Tab. 5: Přehled druhů ŘK firmy DIAS

oxid. keramika (bílá)	DISAL 100	99% Al_2O_3 + 1% <i>slin.</i> strusk. přísady
	DISAL 210	80% Al_2O_3 + 20% ZrO_2
	DISAL 220	89,4% Al_2O_3 + 10% ZrO_2 + 0,6% CoO
směsná ker. (černá)	DISAL 310	85% Al_2O_3 + 15% TiC
	DISAL 320	70% Al_2O_3 + 30% TiC
nitrid. keram.	DISAL 400	94% Si_3N_4 + 4% Al_2O_3 + 2% Y_2O_3

Přehled spektra řezné keramiky vyráběné firmou DIAS Turnov dává tabulka 5. Odpovídající vlastnosti jsou v tab. 6.

Z tabulky 4 a tab. 6. vyplývá, že nitridická a whiskrová keramika vykazuje jasně vyšší hodnoty pevnosti v ohybu a lomu. Naproti tomu tvrdost je u nitridické keramiky nejnižší. Pozoruhodný je také nízký koeficient teplotní roztažnosti nitridické keramiky, které je mimo jiné také příčinou výborné odolnosti proti tepelným šokům.

Vlastnosti různých druhů ŘK se dají shrnout v následujícím:

oxidická keramika	nitridická keramika	whiskrová keramika
- vysoká tvrdost	- dobrá houževnatost	- vysoká tvrdost a
- nejvyšší odolnost	- nepatrná náchylnost	houževnatost
proti opotřebení	k lomu	- dobrá odolnost proti
	- dobrá odolnost proti	opotřebení
	měnícím se teplotám	- nepatrná náchylnost
		k lomu /6/

Vlastnost	WG	WU	WH	WR	N1000	N2000	WHISKERIT
hustota g/cm ³	4,2	4,16	4,25	4,12	3,16	3,26	3,91
tvrdost HV	1730	1700	1930	1730	1600	1400	1800
pevnost v ohybu MPa	700	800	620	650	900	1000	1000
pevnost v tlaku MPa	5000	4700	4800	4800	5500	5000	5000
E - modul GPa	380	420	400	340	300	280	400
lomová houževnatost MPa√m	4,5	5,1	4,5	4,2	7,5	7	7
teplotní roztažnost K ⁻¹ ·10 ⁻⁶	8	8	8	8	3	3,5	8
tepelná vodivost W/mK	16	15	20	15	29	29	16

Tab. 4: Vlastnosti různých druhů keramiky WIDIA

vlastnost	D100	D210	D300	D400
měrná hustota g/cm^3	3,94	4,22	4,00	3,3
střední velikost zrn μm	1-2	0,5-1,0	1,0-1,5	-
tvrdost HV	2000	1700	2000	1600
pevnost v tlaku MPa	4000	4000	4500	2500
pevnost v ohybu MPa	450	650	700	800
modul pružnosti GPa	390	380	360	320
tepelná vodivost W/mK	25	23	38	36
souč. tep. roztažnosti 10^{-6}C^{-1}	7,8	7,8	7,7	3,2
parametr tepl. šoku $^{\circ}\text{C}$	100	120	130	400

Tab. 6: Fyzikální a mechanické vlastnosti ŽK DISAL

2.4. VÝROBA ŘEZNÉ KERAMIKY

2.4.1. Výroba oxidické keramiky

Dnešní stav ŘK by nebyl možný bez použití moderních výrobních technologií. Schematické znázornění výrobního postupu ŘK je na obr. 4.

Základní postupy při výrobě kvalitní ŘK jsou:

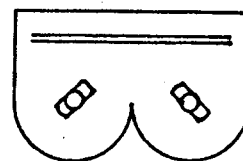
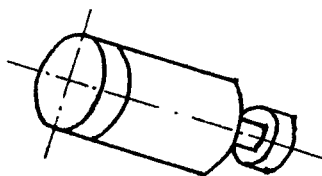
- příprava hmoty
- tvarování
- slinování
- finální opracování

Příprava hmoty - cílem je získat z různých surovin řadou vhodných operací homogenní hmotu. Suroviny jsou přesně naváženy dle daného složení. K vytvoření žádané poddajné struktury musí být pečlivě voleny výchozí suroviny, především s ohledem na jejich čistotu, tvar zrna, rozložení velikosti zrn. Nejvhodnější jsou neaglomerované jemnozrnné prášky s vysokou čistotou. Vlastnosti prášku je dobré po dodávce a přípravě hmoty chemicky a fyzikálně prozkoušet /1/. Mimo jiné je např. možné provádět kontrolu jemné struktury pomocí rentgenu, který umožní vyvodit závěry o fázovém složení prášku, velikosti jeho částic a také o vadném výskytu uspořádání v mřížkové konstrukci jednotlivých krystalů. Takové vlastnosti prášku mají vliv na chování při spékání, při pozdějším vypalování a tím také na docílení vlastností jako je hustota, složení, tvrdost apod. /10/. Do směsi se přidávají různé přísady pro požadované ovlivnění lisovatelnosti základní hmoty, slinování, strukturní stavby a proti zabránění nárůstu zrna. Směs se homogenizuje mletím, při kterém je zajištěno vnitřní promíšení a aktivace komponentů. Je důležitým předpokladem pro stejnoměrnost fyzikálních vlastností. Po semletí se voda ze směsi vysouší rozprašováním. Po vysušení se obdrží prášek schopný soudržnosti.

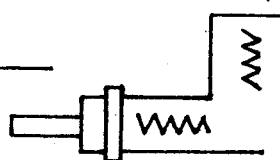
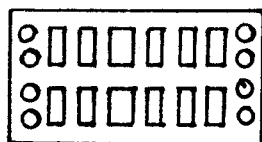
navážení suroviny

suché mletí

hnětení
granulování

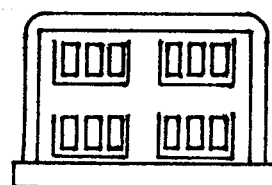
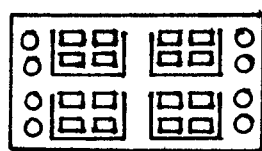


sušení



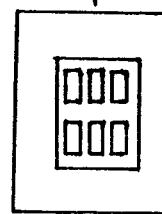
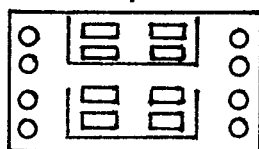
vakuové
vytlačování

přežehnutí



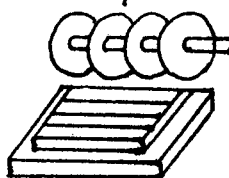
vakuové
předslinutí

oxidační
výpal

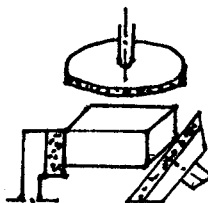


žárové
isostatické
dolisování
- HIP -

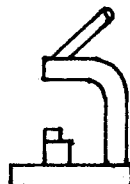
řezání



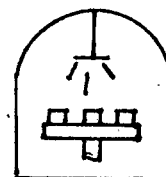
broušení



výstupní
kontrola



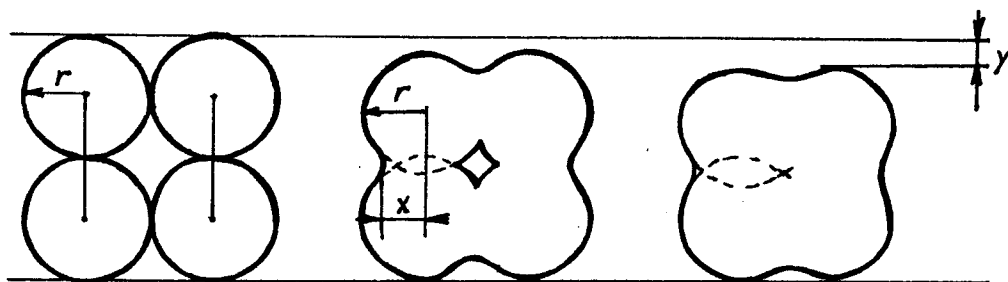
povlakování
CVD



*není
v seznamu
zdrojů*

Ve výrobní operaci tvárování se rozlišují následující základní varianty: Při lisování za studena se upravený prášek lisuje za pokojové teploty a nakonec slinuje. Při žárovém lisování jsou naproti tomu tvarování a ^{slinování} ~~lisování~~ jeden pracovní proces. Lisování keramických řezných materiálů se tedy provádí při slinovací teplotě (žárově) /1/.

Slinováním rozumíme zhutňovací postup navzájem se dotýkajících částic krystalů, které vlivem tepla slinují. Požadované teploty dosahují asi 80% teploty tání slinovaného materiálu (u Al_2O_3 je to asi 1500°C). Slinováním srůstají krystalky vylišovaných polotovarů. Obr. 5 ukazuje na modelu průběh slinovacího procesu smršťování a tvořením pórů. Mechanismy, které zde působí, jsou komplexní difuzní postupy (difuze povrchu, objemu a hranic zrn) a rekrytalizační pochody. Dochází přitom ke zmenšování měrného



Obr. 5: Průběh slinovacího procesu

povrchu novým tvořením nebo růstem krystalu a ke zmenšování prostorů pórů a povrchu pórů. Pro kvalitní ŘK je jemnozrnná směs ($1\ \mu\text{m}$ a méně) při optimální hustotě předpokladem. Aby se toho dosáhlo, musí se slinovací proces co nejpřesněji kontrolovat. To se týká nejen teploty, ale také všech dalších faktorů zúčastněných na slinování (např. oxidické prostředí nebo ochranná atmosféra). To platí zejména pro zhutňování, které se musí ukončit, když se navzájem dotýkající krystalky právě spojují, ale ještě nespojily ve velké zrna. Jen takto se dají vyrobit velmi hutné a neporézní struktury

a relativní hustota (poměr mezi zdánlivou a čistou hustotou) jsou rozhodujícím kritériem, které slouží k určení materiálové kvality ŘK /1/.

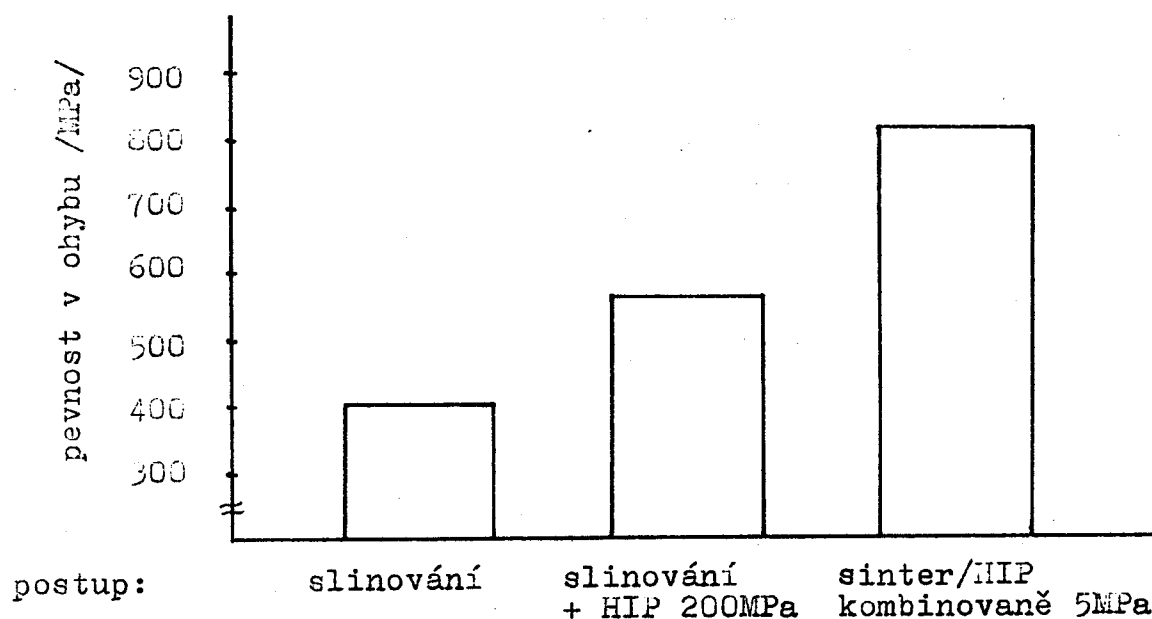
Vysoká hustota a jemná struktura je velmi těžko dosažitelná, protože v průběhu vypalování je zhuštění, to je hutné spečení jednotlivých krystalů možné jen při zvětšení zrna.

Systematickou řadou pokusů byly měněny střední velikosti zrna při stálé hustotě a obráceně hustota při stálé velikosti zrna, aby odděleně od obou kritérií bylo nalezeno pro nejrůznější zkušební soustružnické operace optimum ve vztahu k dosažitelnému množství. Při tom vyšlo najevo, že řezné destičky o hustotě více než 98,5% při nejjemnějších složeních vykazují sice ^{minimální} ~~maximální~~ opotřebení plochy avšak mají větší sklon k vylamování než destičky, jejichž hustota leží mezi 97,5 - 98,5%. Při nejvyšších hustotách se nástroje stanou příliš křehkými. Aby se dosáhlo dobré životnosti nástroje a dobré trvanlivosti, je proto nutné, aby se pohyboval v určitém rozsahu hustoty.

Podobné platí i pro složení. Zde nezáleží jen na střední velikosti zrna, ale také na rozdělení velikosti spečeného svazku zrn. Spektrum rozdělení zrn musí být udržováno pokud možno nízké, aby se zaručila homogenní struktura a složení. Bezpodmínečně je třeba zabránit velkým zrnům uvnitř svazků zrn. Je jasné, že v tom případě, kdy taková ohromná zrna leží na řezné hraně a při opracování se vytrhnou, může to vést k výpadku řezné hrany. /10/

Progresivní technologií je isostatické žárové lisování HIP, což je postup následného dohutňování již slinutých keramických tvarů. Keramické materiály jsou v autoklávu vystaveny při teplotě více jak 1500°C vysokému tlaku inertního plynu. Při tomto postupu se snižuje při zachování struktury výrazně porozita řezných destiček. Objemová hmotnost dosáhne teoretických hodnot /1/.

Nejnovějším typem slinovacího pochodu je kombinace sinter/HIP-technologie při které probíhá jak slinování, tak následné zhutnění pod tlakem ve speciálním zařízení. U směsné keramiky může být např. dosaženo zvýšení pevnosti v ohybu o více jak 30% (ohr. 6) /6/.



Obr. 6. Pevnost v ohybu různě zhutněných Al_2O_3 keramik s 5% TiC

Výroba oxidické keramiky s příměsí TiC nebo TiN, tzv. směsné nebo černé keramiky cestou beztlakového slinování je provázána obzvláště při vysokých obsazích TiC těžkostmi. Oproti bílé keramice, která bývá obvykle slinována na vzduchu při teplotách pod 1600°C do hutných těles, musí být slinování směsné keramiky prováděno v neoxidující atmosféře kvůli obsahu TiC. Kromě toho jsou nutné zvýšené slinovací teploty se stoupajícím obsahem TiC nebo TiN.

Kvůli zabránění následného silně zrychleného růstu zrna jsou vyráběny řezné destičky ze směsné keramiky z TiC od 20% a více ještě pomocí lisování za tepla. Tento postup je spojen se značně vysokou cenou a dovoluje zhotovování destiček jen s jednoduchou geometrií. Pomocí jednoosého tlakového namáhání při lisování za tepla je vyvolána další určitá anizotropie vlastností /6/.

V DIASu Turnov je směsná keramika vyráběna vakuovým tažením s následným sušením na vzduchu do asi 200°C a následným přežahem ve vakuové peci do 600°C. Dále už výroba probíhá v sinter/HIPu. Při teplotě 1400°C dochází ve vakuu ke slinutí, při teplotě 1500-1600°C k lisování v Ar při tlaku 0,2 MPa a při 1550-1600°C se napustí Ar pod tlakem 100 MPa a tím dojde k dokonalému dohutnění /11/.

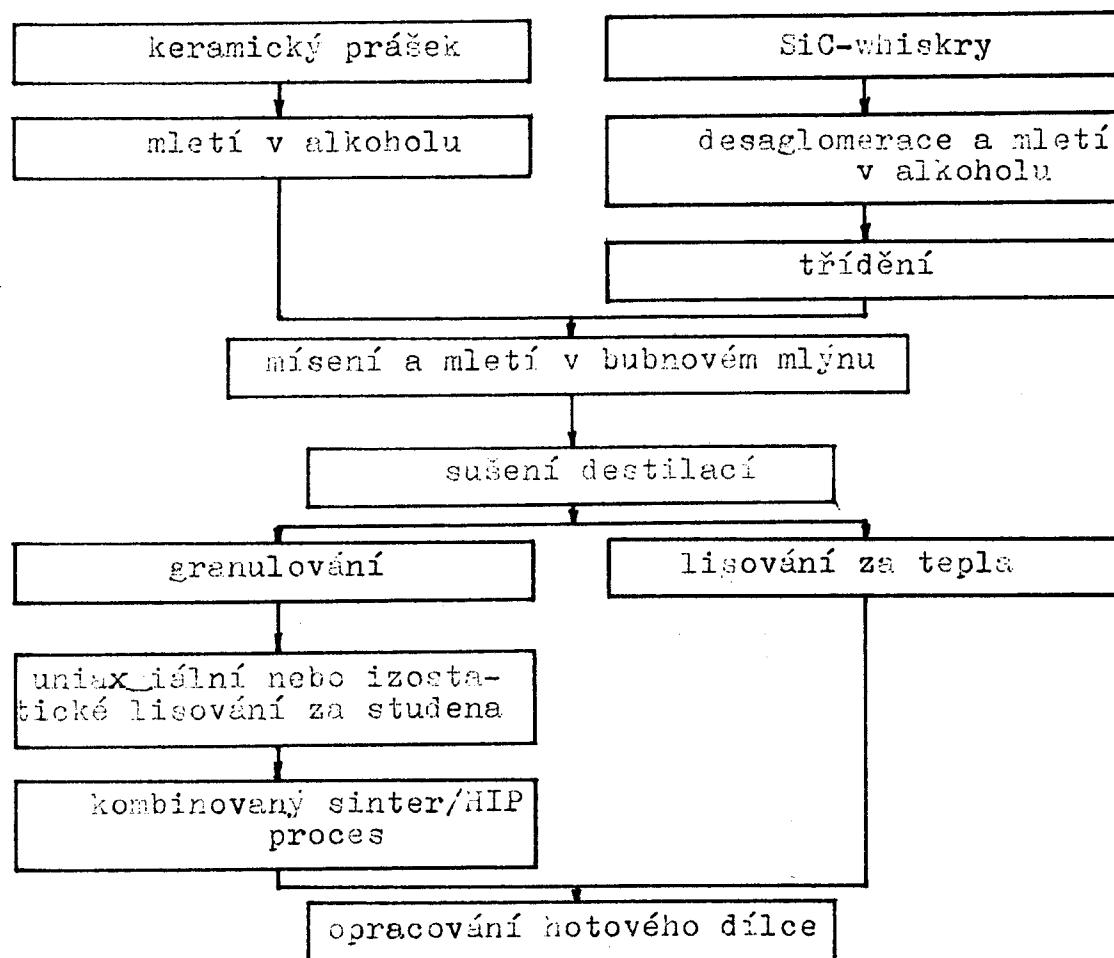
2.4.2. Výroba nitridické keramiky

Výroba nitridické keramiky je jen málo odlišná od výroby oxidické keramiky. Výchozí surovinou může být křemíkový prášek, který se nejdříve nitriduje nebo přímo Si_3N_4 - prášek. Si_3N_4 - prášek se vyskytuje ve dvou modifikacích. V modifikaci α , která je ochotnější slinovat a je proto žádoucí, aby výchozí prášek měl tuto modifikaci a v modifikaci β , která je tvrdší a houževnatější, což je zase typické pro hotový polotovár. Přeměna α fáze v β fázi probíhá už asi od 1300°C, ale pomalu. Není to vratná přeměna.

Výroba této keramiky v DIASu probíhá obdobně jako u směsné keramiky. Rozdíl je v tom, že do sinter/HIPu - se při 1400°C napustí dusík a až do 1600°C dochází při tlaku N_2 0,2 - 0,3 MPa k 95% slinutí. Zbylých 5% slinutí se dosáhne zvýšením tlaku asi na $\frac{0,3}{6 \div 10}$ MPa. Nakonec je ještě potřeba držet asi jednu hodinu teplotu nad 1700°C, aby došlo k přeměně fáze z α na β . /11/

Při sintrování nitridické keramiky se projevují problémy, které jsou spojeny s tím, že při nutných vysokých sintrovacích teplotách se začíná rozkládat Si_3N_4 . Ke snížení rozkladu Si_3N_4 byl proto vyvinut několika stupňový sintrovací pochod s tlakovým N_2 od 0,5 MPa - 1 MPa. Při beztlakovém sintrování muselo být přidáváno mnoho sintrovacích přísad. To však mělo špatný vliv na jinak dobré vlastnosti Si_3N_4 za vysokých teplot /1,6/.

2.4.3. Výroba whiskrové keramiky



Obr. 7. Vyrobní postup whiskry vystužené ěK

Při výrobě whiskry vystužené keramiky připadá kvalitě whiskrů rozhodující význam. Výroba vhodných whiskrů je problematická, protože jen málo výrobců je, kteří vyrábějí SiC-whiskry v dostatečném množství s reprodukovatelným profilem vlastností. Whiskry jsou v dodávaném stavu částečně spečené (aglomerované) a obsahují jak arnitý materiál, tak také whiskry s velkou délkou. Protože pro optimální využití zvýšeného pevnostního účinku přidáním whiskrů je požadováno rovnoměrné rozložení whiskrů v současně neporézní matici s rovnoměrným jemnozrným složením struktury, ukázalo se jako nutné, provést před konečným mícháním při výrobě pečlivou předběžnou úpravu whiskrů. Při ní dochází k desaglomeraci, oddělování jemného podílu a nadměrně dlouhých whiskrů. Upravené SiC-whiskry jsou pak v

požadovaném množství dobře smíchaný s lící břečkou odpovídajícího keramického jemně mletého prášku a nakonec sušený. Z tohoto prášku obsahujícího whiskry se dá pomocí izostatického lisování za studena nebo pomocí uniaxiálního lisování vyrobit surové těleso, jehož hustota je srovnatelná s tělísky bez whiskrů. Konečný zhutňovací proces pak následuje buď pomocí postupu sinter /HIP nebo pomocí axiálního lisování. Výroba hutnějších destiček pomocí sinter/HIP-procesu je ostatně v dnešní době jediná možná, neboť množství whiskrů nepřekračuje 10-15%. Zhotovování destiček axiálním lisováním za tepla dovolilo vyšší obsahy whiskrů. Whiskry jsou rovnoměrně rozděleny ve struktuře a vykazují v případě lisování za tepla přednostní orientaci v rovině kolmé na směr lisování za tepla.

Při výrobě whiskrové keramiky se objevuje problém, který přímo souvisí s rozměry whiskrů. Dnes vyráběné whiskry jsou monokrystalická anorganická vlákna s ϕ do $3\mu\text{m}$ a délkou od 5 do $100\mu\text{m}$. S touto geometrií leží whiskry v oblasti, která je známa u azbestu jako rakovinotvorná. Princip působení azbestu popř. SiC-whiskrů není tedy založen na chemickém složení, ale vyplývá z jeho geometrie. Při výrobě keramiky, především při přípravě, míchání a dávání do formy, musí být dodržovány nejprísnejší bezpečnostní předpisy. Žádné nebezpečí však nehrozí při obrábění a broušení/3,4,6/

2.5. STRUKTURA A VLASTNOSTI

2.5.1. Struktura bílé keramiky

První řezné materiály byly převážně z čisté keramiky na bázi Al_2O_3 (α modifikace) je to nejstabilnější oxid s největším slučovacím teplem, který má v oxidační atmosféře vynikající chemickou stálost až k teplotám v blízkosti svého bodu tání (2050°C). S současné době přibýlo v bílé keramice několik sintrovacích přísad. Al_2O_3 vykazuje při dnes obvyklých řezných teplotách více než 1000°C vysokých tepelnou odolnost a pevnost v tahu za tepla. Protože

Al_2O_3 kromě toho prakticky není rozpustný v oceli až do teploty tání, vykazuje oxidická keramika výbornou otěruvzdornost při třískovém opracování ocelových materiálů. Tyto obzvláště příznivé vlastnosti jsou spojeny s citlivostí vůči tahovému, ohybovému a rázovému namáhání a také vůči tepelným šokům. Nepřítomnost kovové pojivové fáze oproti SK vede k reletivně vysoké křehkosti.

Zlepšení houževnatosti a termošokových vlastností bez zmenšení dobré odolnosti proti opotřebení se podařilo překonat zmenšením velikosti Al_2O_3 -krystalů a vložení ZrO_2 -částic do Al_2O_3 -matrice. Zpevňovací mechanismus je založen na energii probíhající fázové přeměny při ochlazování z teploty nad 1150°C , kdy se struktura přeměňuje z tetragonální na monoklinickou. Je to přeměna martenzitického typu. Uskutečňuje se při ochlazování pod teplotu M_s , která je pro čistý ZrO_2 asi 1050°C . Teplotu M_s lze výrazně snížit až pod pokojovou teplotu přidáním vhodných přísad (Y_2O_3 , CaO , MgO) ve formě jemné disperze nebo zabudováním částic ZrO_2 (v množství asi 15% a velikosti pod $0,5\mu\text{m}$) do matrice Al_2O_3 . Tato přeměna je spojena s nárůstem objemu o 3-5% a se spotřebou energie matrice. Korund je díky svému vysokému modulu pružnosti (téměř 2x vyšší než ZrO_2) schopen zabránit objemové změně spojené s výše zmíněnou přeměnou martenzitického typu při ochlazování ze slinovací teploty. ZrO_2 -částice s podkritickou velikostí zůstávají zachovány v tetragonální modifikaci.

Přeměna těchto malých tetragonálních částic však může probíhat jen pomocí z vnějška přiložené tlakové změny. Tato tlakově indikovaná změna vede tedy k širšímu zesílení matrice. Částice ZrO_2 v matrici výrazně zpomalují rychlost šíření mikrotrhlin a posouvají hranici tahového porušení materiálu na podstatně nižší energetickou úroveň. U větších ZrO_2 -částic je jako důsledek přeměny při ochlazování vznik spontánních mikrotrhlin. Tento stav je u RK nežádoucí

neboť se tím značně zmenšuje odolnost proti opotřebení. Díky přesnému postavení a rozložení ZrO_2 -zrn a nebo díky stabilizaci částicemi CaO , MgO nebo Y_2O_3 se dají vyrobit keramická tělíska s lepší houževnatostí při současně vyšší odolnosti proti opotřebení./1,5, 8,9/

2.5.2. Struktura černé keramiky

Tato keramika obsahuje vedle Al_2O_3 také kovové materiály a to především TiC a v poslední době také $Ti(C,N)$ v množství asi 30% hmotnostních procent. Vyšší pevnost tlaku a vyšší odolnost proti otěru v porovnání s bílou ŘK způsobuje vložení tvrdých částic.

Další vývoj černé ŘK si vzal za cíl především zvyšovat houževnatost tohoto řezného materiálu. Metalurgicky tu má význam přechod od TiC k $Ti(C,N)$, to znamená postupné nahrazení uhlíku dusíkem. Dále mohlo být dosaženo významného zlepšení stejnoměrným rozložením obzvláště jemnozrné karbidické tvrdé složky při cíleně tvořené struktuře z Al_2O_3 . Čistý TiC má oproti Al_2O_3 výhodnější vlastnosti jako vyšší tepelnou vodivost, vyšší pevnost v tahu, menší modul E , menší tepelnou roztažnost a tak se podařilo vyrobením směsného druhu keramiky realizovat ŘK s lepší odolností proti tepelným šokům čistému Al_2O_3 . Z toho důvodu se také hodí tato keramika k opracování s chladicí kapalinou, kde je tepelný šok obzvláště velký /5,6,10/.

2.5.3. Struktura nitridické keramiky

Ve srovnání s keramikou na bázi oxidů, jsou pro výrobu, hutných materiálů na bázi Si_3N_4 nutné sintrovací přísady, které ve spojení s SiO_2 na povrchu Si_3N_4 -práškovitých částic, vedou ke vzniku skelné fáze na hranicích zrn. Tato skelná fáze však působí negativně na jinak velmi dobré vlastnosti Si_3N_4 z hlediska odolnosti proti vysokým teplotám. Podíl sintrovacích přísad je z toho důvodu držen

na pokud možno nízké úrovni a současně je možné pomocí cíleného řízení skelné fáze dosáhnout jejího částečného vykrytalizování. Běžné sintrovací přísady jsou: MgO , Y_2O_3 a Al_2O_3 v jednotlivých formách nebo jejich kombinace.

Z těchto sintrovacích aditiv má Al_2O_3 tu zvláštnost, že je ve značném množství rozpustný v Si_3N_4 a tvoří fázi SiALON. Jako řezný materiál nachází použití β -SiALON, který se snadněji zpracovává. Zvláštnost keramiky na bázi nitridů ve srovnání s oxidickou keramikou spočívá v tom, že část struktury vykazuje tyčinkovitý charakter. To má za následek poměrně vysokou odolnost proti lomu (vyšší houževnatost) a také nízký koeficient teplotní roztažnosti. Dobrou odolností proti lomu ve spojení s vynikající odolností proti tepelným rázům, vykazuje nitridická keramika i přes vysoké hodnoty posuvů nízké riziko zlomení. Nevýhodou této keramiky je poněkud vyšší opotřebení, obzvláště opotřebení vyvolané difusními účinky při obrábění ocelí. Použití je z těchto důvodů omezeno na opracování šedé litiny a speciálních slitin /5,6/. U ocelí totiž vznikají při obrábění vyšší teploty než u litiny. Ocel je ve srovnání s litinou houževnatější materiál a klade proto vynikajícímu nástroji větší odpor a z toho důvodu vznikají vyšší teploty než při obrábění litiny /12/. Vhodné povlakování této keramiky je proto výhodné. Síla vrstvy je pouze jeden μm Al_2O_3 , což vede ke značnému snížení difusního opotřebení /5,6/.

2.5.4. Struktura whiskrové keramiky a charakteristika shiskrů

2.5.4.1. Proč whiskr?

Největšího potenciálového "ztužení" kompozitů se dosáhne, jsou-li vlákna namáhána až do meze pevnosti napětím přeneseným matricí. Matrice tedy slouží k přenosu napětí do vlákna, které naopak přináší většinu pevnosti kompozitu. Matrice však také

slouží pro spojení vláken do vhodné struktury a chrání je před povrchovým poškozením, které by vedlo ke značné ztrátě pevnosti. Zvláštní pozornost je třeba věnovat stykové ploše mezi matricí a vláknou, neboť musí trvale přenášet napětí z matrice do vláken. Inkoherentní styk mezi vláknou a matricí zajistí, že se trhliny budou šířit spíše okolo vláken než přes ně. Pokud vlákna mají větší teplotní vodivost než matrice, mohou také zlepšit odolnost proti teplotnímu šoku. S odolností proti teplotním šokům také souvisí nepetrná tepelná roztažnost /6,7/.

Whiskry výrazně zlepšují pevnost, ale i houževnatost. Jsou to vláknové krystaly, u ŘK s ϕ do $10\mu\text{m}$ a délkou 5-10 μm . Jejich vlastnosti značně převyšují vlastnosti jiných forem tuhých látek. Jejich povrch i vnitřní struktura je bez trhlinek nebo jiných chyb. Jejich vlastnosti závisí především na podmínkách růstu. Tenké whiskry mohou obsahovat jen jednu šroubovou dislokaci podél osy whiskru, která se však nemůže pohybovat při osovém tahovém namáhání. Vlastnosti SiC-whiskrů:

objemová hmotnost: 3,2 g/cm³

pevnost v tahu: 8,4 GPa

modul pružnosti: 581 GPa

teplotní odolnost: 1600°C

průměr: 0,1-3 μm /4,7/.

Úspěšně jsou používány whiskry firmy TATEHO, které jsou asi z 95% tvořeny strukturou βSiC , mají ϕ 0,1-0,5 μm a délky okolo 5-40 μm .

Samozřejmě whiskery vykazují částečně odlišnou strukturu od ideálního monokrystalu. U whiskrů může být vrstevnatá skladba přerušena povrchovou strukturou. Jednotlivé whiskry vykazují rozdílně silné povlaky, což je s ohledem na pevnost hraničních ploch mezi základní matricí a whiskrem nevýhodné. V podélných osách



Obr. 8: Snímek z TEM - SiC-whiskry s charakteristickou vrstevnatou strukturou



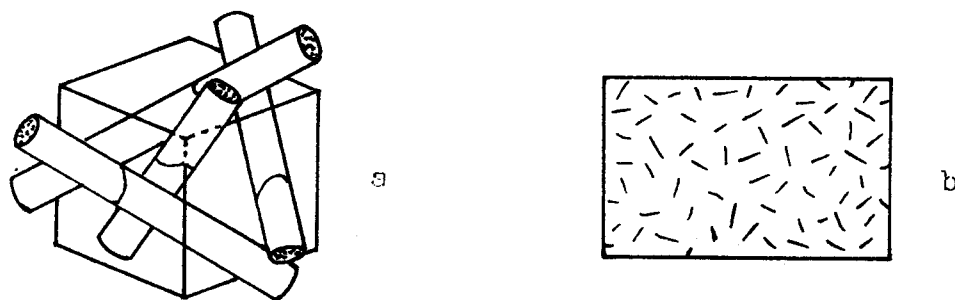
Obr. 9: Snímek z TEM - SiC-whiskr s póry a zřetelnou šroubovou dislokací

whiskrů lze místně nalézt také duté prostory, které jsou z důvodu pevnosti nežádoucí (obr. 8 a obr. 9) /4/.

2.5.4.2. Struktura

Whiskry mají často náhodné uspořádání v matici a to buď v

jedné rovině nebo v objemu (obr. 10). Vložení whiskrů ovlivňuje redukci velikosti zrn matrice. Lom whiskry vystužené keramiky probíhá po hranici mezi whiskry a matricí /4/.



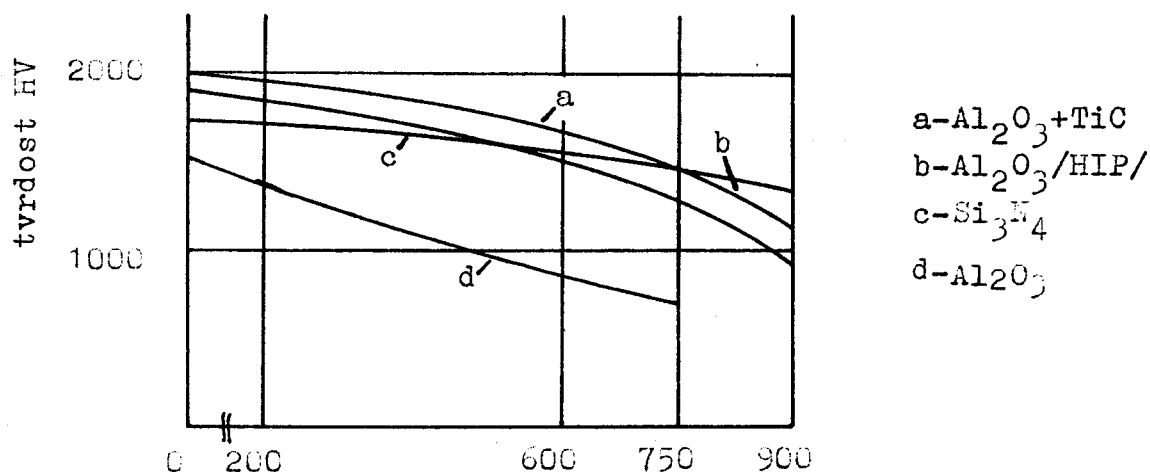
Obr. 10. Uspořádání whiskrů v matrici a) v objemu
b) v rovině

2.5.5. Vlastnosti ŘK

Hodnoty pevnosti, tvrdosti a opotřebení ŘK závisí nehlédě na materiál, značně na hustotě, velikosti zrna a rozdělení velikosti zrna spékané keramiky. Odolnost proti opotřebení, tvrdost, odolnost proti lomu stejně jako odolnost proti rázovému namáhání, roste úměrně se zvyšující se hustotou a snižující se velikostí zrna. Je proto třeba učit kompromisů k dosažení dobrého chování při řezu /11/.

Tvrdost

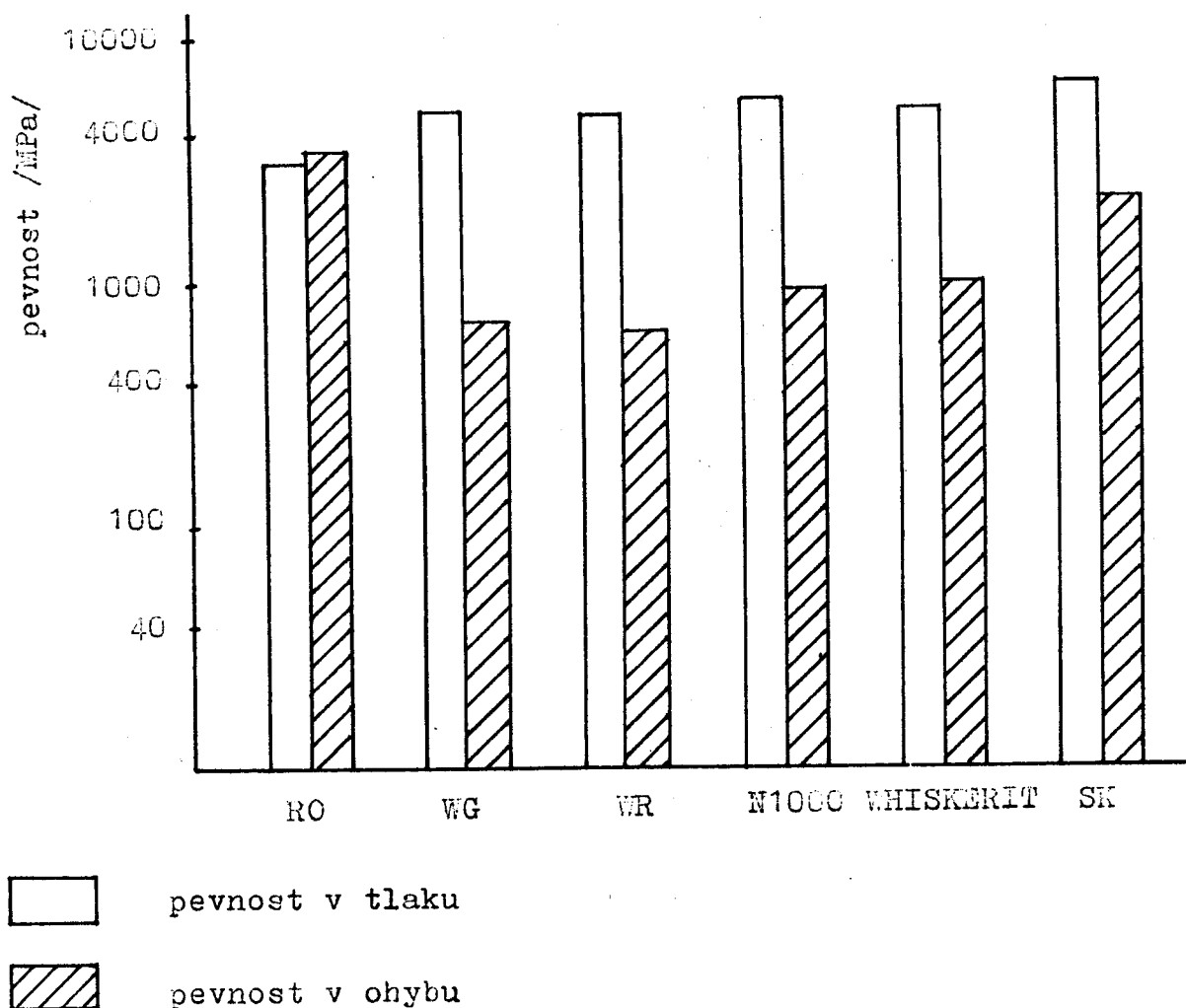
Na obr. 11 je znázorněna závislost tvrdosti HV různých ŘK na teplo-



Obr. 11: Vliv povrchové teploty na tvrdost HV řezných materiálů

tě řezání. Při teplotě 750°C klesá tvrdost čisté i směsné keramiky pod hodnotu tvrdost Si_3N_4 , který si zachovává výrazně vyšší hodnotu tvrdost i při teplotě řezání 900°C /1/.

Pevnost v tlaku a ohybu



Obr. 12. Porovnání pevnosti v tlaku a ohybu různých řezných materiálů

Pevnost v tlaku oxidické nebo směsné keramiky dosahuje téměř hodnot SK. Odolnost proti lomu oxidické respektive směsné keramiky je na _proti tomu pod hodnotami SK. Řezná geometrie se musí volit tak, aby při obráběcím procesu působily na keramickou břitovou destičku převážně tlakové síly a méně ohybové. U neoxidové a také whiskerové keramiky je naproti tomu výhoda v relativně vysoké

pevnosti v ohybu /1,5,6/.

Odolnost proti tepelným šokům

Nevýhodou keramiky je relativně malá stálost při změně teploty. Při spontánních skocích o více než 200°C se čistý Al_2O_3 rozruší. Značné zlepšení je možné jen použitím směsného materiálu, který obsahuje jednu fázi s lepší stálostí při změně teploty, což je např. TiC . Také keramika na bázi Si_3N_4 a whiskrová keramika vykazují značně lepší odolnost při střídání teplot. Parametr teplotního šoku R_1 vysvětluje chování při tepelném šoku.

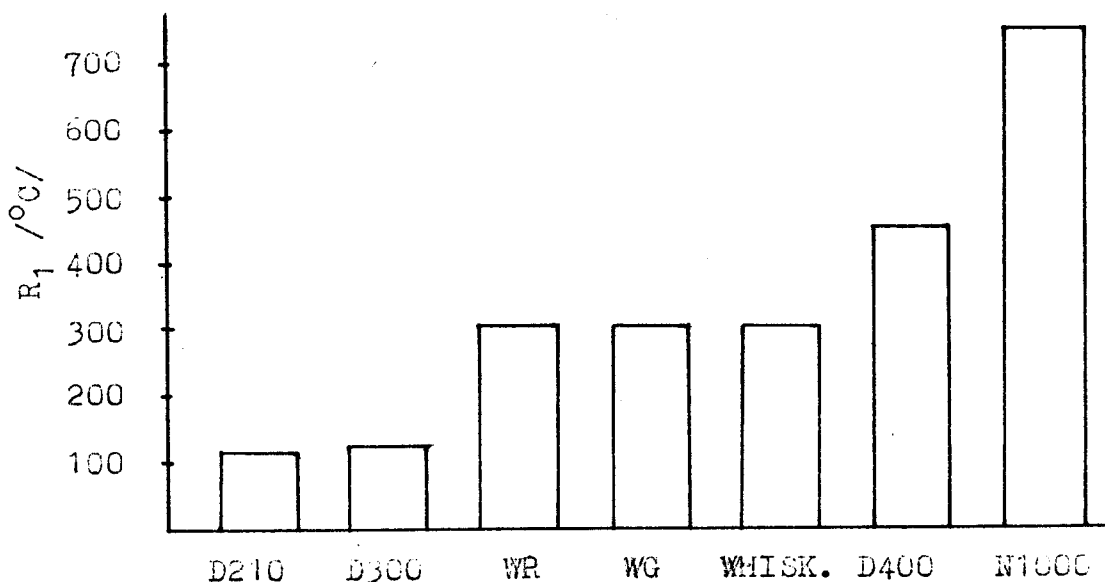
$$R_1 = \frac{\lambda \sigma}{\alpha E} \quad /^{\circ}\text{C}/ \quad (1)$$

λ - tepelná vodivost /W/Km/

σ - pevnost v tahu /MPa/

α - koeficient teplotní roztažnosti $/10^{-6}/^{\circ}\text{C}/$

E - modul pružnosti/GPa/

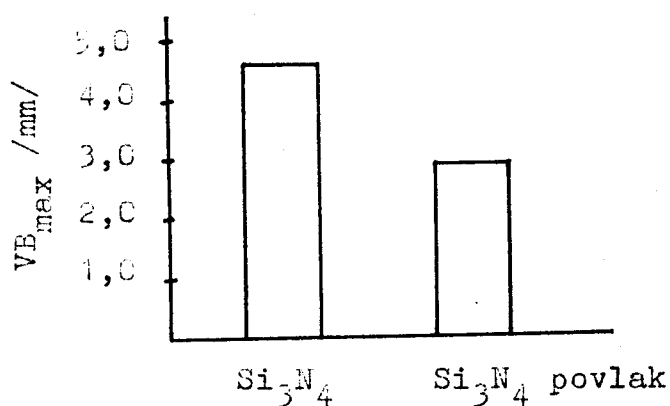


Obr. 13: Srovnání parametrů tepelného šoku R_1 různých ŘK

Na obr. 11 je zřetelně vidět, že nitridická keramika má nejlepší chování z hlediska termošokových vlastností. Díky tomu je také možné používat při soustružení s nitridickou keramikou chladicí kapalinu /1,2/.

2.5.5.1. Povlakování ŘK

Na povrchu tělísek z keramiky na bázi Si_3N_4 dochází k vytvoření skelné fáze SiO_2 , která má vliv na pevnost v ohybu a snížení odolnosti proti opotřebení. Byla proto snaha zabránit tomuto mechanismu pomocí povlaku Al_2O_3 . K povlakování jsou především vhodné metody CVD, které umožňují nanesení obzvláště tenkých vrstev tvrdých materiálů. Povlakování Si_3N_4 s Al_2O_3 není bez problémů, neboť probíhá v oxidační atmosféře (CO_2 se směsí plynů). Proto byly také vyzkoušeny povlaky TiN na Si_3N_4 . Vhodnou volbou parametrů procesu je možné vyloučit na povrch Si_3N_4 vrstvu Al_2O_3 s vynikající přilnavostí. Při zkouškách obrábění se ukázalo, že při soustružení litiny mohlo být v podstatné míře zmenšeno opotřebení už při síle povlaku Al_2O_3 1 μm . Toto platí jak pro řezné rychlosti 400m/min. a také 600m/min. (obráz. 14).



Obr. 14: Vliv povlaku Al_2O_3 na Si_3N_4 na opotřebení hřbetu břitů

Příklady ukazují, že povlakování má příznivý vliv na difúzi a oxidační mechanismy opotřebení při vysokých řezných rychlostech /3/.

3. POUŽITÍ ŘK

3.1. POUŽITÍ JAKO ŘEZNÉHO MATERIÁLU

Přehled o oblastech použití různých druhů ŘK dává tab. 7. Pro hrubování a soustružení na čisto u šedé litiny jsou v převážné míře používány oxidické keramiky, stejně tak jsou používány při hrubování a obrábění na čisto lité oceli, cementační oceli a oceli k zušlechťování. Pro jemné obrábění, u kterého záleží na dobré kvalitě soustruženého povrchu součásti, se dává přednost směsným keramickým materiálům s vyšším podílem TiC/TiN z důvodů její vyšší tvrdosti. Vhodná je také tehdy, když je špatná kvalita litiny nebo tvrdé povrchové vrstvy, to znamená, že jsou požadavky na odolnost proti opotřebení vyšší než tepelné zatížení, ukazuje se přednost směsné keramiky. Podle tvrdosti obráběného materiálu se dává přednost vyššímu nebo nižšímu obsahu TiC/TiN.

Oblastí použití nitridické keramiky je téměř výhradně opracování šedé litiny, obzvláště tehdy, jestliže je požadováno střídavé namáhání břitů. Druh SiALON může být také přednostně použit při hrubování. Na opracování ocelí je z důvodu vysokého difusního potřebení nitridická keramika nevhodná.

Whiskry vyztužená keramika ukázala svoje přednosti především při obrábění žárupevných ocelí na bázi Ni. Její hospodárné využití se ukazuje při obrábění litých ocelí a nad-eutektických grafitických ocelí/2,4,6/.

3.2. PROBLÉMY PŘI NASAZENÍ ŘK

Aby bylo možné využít technologické přednosti ŘK - vynikající vlastnosti za vysokých teplot a tím podmíněnou vhodnost pro vysoké řezné rychlosti při současně omezené houževnatosti -

materiál	řezné materiály pro obrábění		pro frézování	
	---	---	---	---
Šedá litina	N1000, CN1000 G	G CN2000, H	N1000 U	H
sférická litina	N2000, CN2000 CN2000	G CN2000, H	U	H
temperovaná litina	N2000, U CN2000 N2000, G	G CN2000, H	U	H
tvrzená litina	H, WHISKERIT R	H, WHISKERIT R	H	H
ocel k cementování	U G	U G	U	H
ocel k zušlechťování	U G	U G	U	H
kalená ocel	H, WHISKERIT R, U	H, WHISKERIT R	U	H
materiály na bázi Ni	WHISKERIT	WHISKERIT	WHISKERIT	WHISKERIT

-- hrubování -- obrábění na čisto --- jemné obrábění na čisto

Tab. 7: Druhy keramiky pro třískové obrábění

jsou na všechny zúčastněné komponenty v průběhu obrábění kladeny zvláštní požadavky. K tomu patří kromě optimalizace jednotlivých třískových operací, především statické a dynamické chování nástroje, obráběcího stroje a obráběného materiálu, tak jako napětí v materiálu. Mezi těmito komponenty existuje těsné měnící se působení.

Nástroj se skládá z keramické výměnné destičky a z k tomu příslušejícího držáku. Z důvodů mechanických vlastností se částečně geometrie a rozměry keramických řezných destiček liší od destiček ze SK. Keramické řezné destičky jsou obecně silnější a mají negativní geometrii. To platí obzvláště pro křehké oxidické keramiky. Kvůli negativní geometrii může být zatížený průřez tak velký, jak je to jen možné a vznikající napětí může být převedeno na tlakové namáhání.

Z důvodu negativní řezné geometrie jsou řezné síly odpovídajícím způsobem vyšší, než při pozitivní geometrii u SK. Kromě toho se pracuje především s vyššími řeznými rychlostmi. Proto musí stroj disponovat vysokými výkony pohonů a komplexní tuhostí celého systému. Numericky řízené stroje splňují tyto požadavky téměř beze zbytku /2, 6/.

Keramické řezné materiály jsou citlivé na řezné síly působící rázem. Totéž platí pro rychlé střídání teplot. Tato zatížení mohou vést k předčasnému křehkému lomu břitů. Použití účelné techniky záběru může toto nebezpečí podstatně snížit. Kritické oblasti pro mechanické a tepelné zatížení rázem jsou při vstupu nástroje do záběru a tam, kde nástroj ze záběru vychází. Doporučuje se, aby síla i teplota v těchto případech vzrůstala i klesala pozvolna /1/.

3.3. DALŠÍ MOŽNOST POUŽITÍ

V poslední době dochází k používání keramických dílců v lisovací technice, zejména u tažných nástrojů. Je ověřována jejich vysoká životnost a otěruvzdornost u různých funkčních dílců, zejména tahových nástrojů v provozních podmínkách za účelem podstatného snížení výměn a oprav nástrojů a tím dosažení úspory pracnosti při jejich údržbě a nástrojové úspoře kovových materiálů, energie, provozních nákladů a dalších společenských efektů. Keramické materiály jsou vhodné pro použití na tažnice pro svoje vlastnosti: otěruvzdornost a pevnost v tlaku /13/.

4. E X P E R I M E N T Á L N Í Č Á S T

K dispozici jsem měla jak výměnné keramické břitové destičky naší výroby, tak i německé výroby.

Destičky firmy DIAS:

DISAL 100 (slonově bílá barva)

DISAL 210 (křídově bílá)

DISAL 210 s povlakem $5\mu\text{m Ti(C,N)}$

DISAL 220 (modrá)

DISAL 310 (černá)

DISAL 400 (tmavě šedá barva a světlejší šedá; tyto dvě barevné odlišení vznikají při výrobě, ale zatím není známo proč)

Destičky firmy KRUPP WIDIA:

WIDALOX G (bílá)

WIDALOX R (černá)

WIDIANIT CN1000 (tmavě šedá barva, s neznámým povlakem)

WHISKERIT (šedá)

Přehled o tvarech a rozměrech některých destiček je možné si udělat z obr. 15.



Obr. 15: Pohled na keramické destičky na síti 10 x 10 mm

4.1. TVRDOST

Tvrdotí se rozumí odpor, který klade materiál vnikajícím cizímu tělesu. Vnikající těleso způsobuje trvalou deformaci, jejíž velikost je mírou tvrdosti materiálu. Pro keramické materiály se běžně používá měření tvrdosti podle Vickers. Vnikajícím tělesem tedy je čtyřboký diamantový jehlan se čtvercovou základnou o vrcholovém úhlu 136° .

Měření bylo prováděno na tvrdoměru HPO 250 (výrobce VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig). Zatěžovací síla byla 300 N, doba zatěžování 15-20 s. V tab. 8 jsou uvedeny naměřené hodnoty.

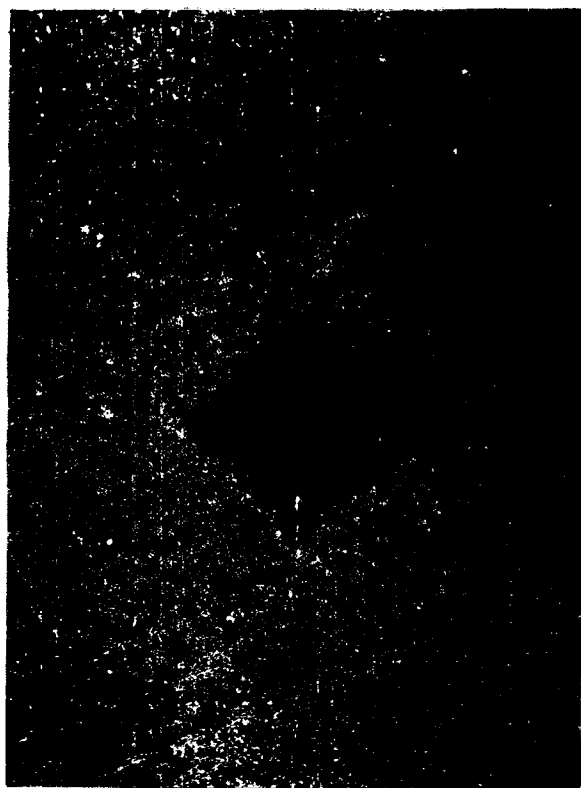
Tab. 8: Hodnoty tvrdosti

materiál	HV		poznámka
	naměřená	podle výrobce	
D100	1600	2000	leštěno
D210	1810	1700	- " -
WG	2080	1730	- " -
D220	1930	-	- " -
D310	2000	2000	- " -
WR	-	1730	nešlo změřit
D400 N ⁺	1700	1600	leštěno
D400 Č ⁺	1600	1600	- " -
CN1000	1850	1600	- " -
WHISK.	1900	1800	
+ označením N je myšlena normální barva nitridické keramika a označením Č tmavší barva			

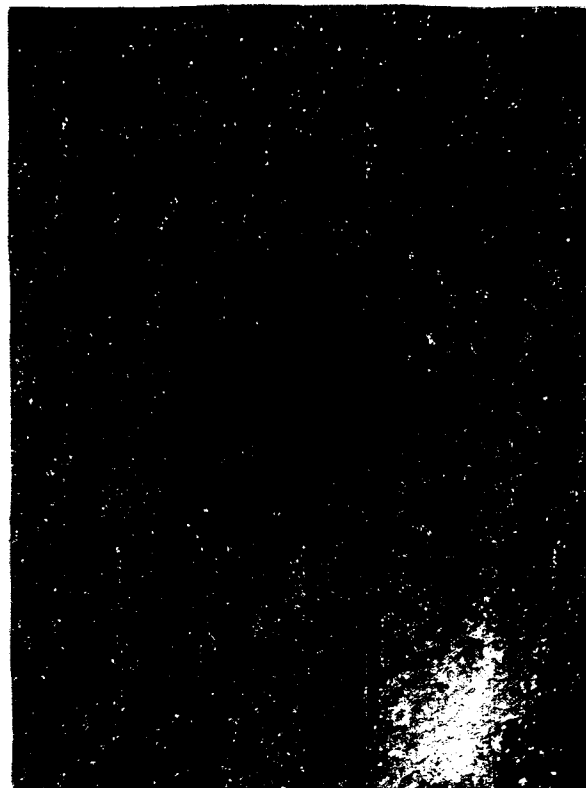
Jak je vidět z tabulky, naměřené hodnoty tvrdosti jsou většinou o něco vyšší, než uvádějí výrobci. Pro toto měření

je velmi důležitý povrch vzorku. Je třeba jej co nejlépe vy-
leštit, aby se od povrchu vzorku odrazilo co nejvíce světla
do objektivu.

Na obr. 15 jsou snímky s vtisky od vnikacího tělíska u
dvou druhů černé keramiky se stejným obsahem Al_2O_3 . V kern-



WIDALOX R: 85% Al_2O_3 200x
5% TiC
10% ZrO_2



DISAL 310: 85% Al_2O_3 200x
15% TiC

Obr. 15: Destrukční praskliny po vnikací zkoušce

mice WIDALOX R je kromě toho ještě 5% TiC a 10% ZrO_2 a v
DISALu 310 15% TiC. Jak je vidět, u keramiky WR nejsou téměř
znatelné destrukční trhlinky vyběhající z rohů vtisků. Tyto
velmi nápadné a zřetelné trhlinky se objevily po zkoušce tvr-
dosti u všech druhů ŘK. Nejméně patrné však byly právě u WR.
Podotýkám ještě, že všechny vzorky byly zatěžovány stejnou

silou. Vtisky zajímavým způsobem dokreslují nedostatek plasticity keramických materiálů, což se zřetelně projevuje křehkostí při zkoušce tvrdosti.

4.2. MIKROTVRDOST

Měření mikrotvrdosti se provádí především u tenkých vrstev. Diamantový jehlan je stejný jako při měření tvrdosti podle Vickerse, ale používá se mnohem menší zatížení, aby nedošlo k porušení tenké vrstvy.

Měření bylo prováděno na mikrotvrdoměru Zwick německé výroby. Dvě břitové destičky měly být s povlakem: D210 s povlakem 5 μ m karbonitridu titanu a CN1000 s neznámým povlakem. Podle údajů výrobce se mělo jednat nejpravděpodobněji o povlak Al_2O_3 . Naměřené hodnoty mikrotvrdosti:

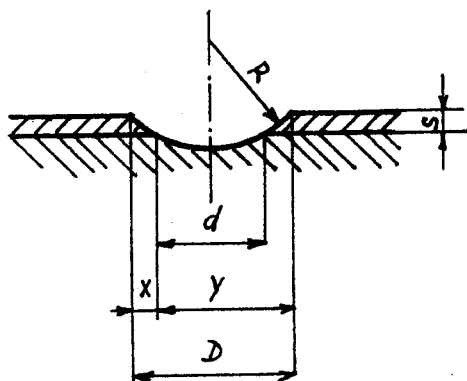
DISAL 210 - 3580 HVO,05

CN1000 - 2490 HVO,05

Jak je vidět, povlak na oxidické keramice způsobil poměrně vysoké zvýšení tvrdosti. Oproti tomu povlak na nitridické keramice nedosahuje tak vysoké hodnoty, jak by se očekávalo, neboť substrát je o něco měkčí, než oxidická keramika.

4.3. KALOTEST

Kalotest je zařízení sloužící ke zjišťování tloušťky povlaků. Zkoušený předmět je upnut a mezi něj a otáčející se kouli se dá diamantová pasta. Na vzorku zůstane vybroušený důlek (obr. 16). V tomto důlku je pod optickým mikroskopem zřetelné mezikruží, jehož proměření se dá zjistit tloušťka vrstvy. Měření bylo prováděno v UNITERMu Liberec na jimi vyrobeném zařízení.



R - poloměr koule
 s - tloušťka vrstvy
 d - malý průměr mezikruží
 D - velký - " -

Obr. 16: Princip kalotestu

Výpočet tloušťky vrstvy se provádí podle vztahu:

$$s = \frac{x y}{2 R} 10^3 \quad / \mu\text{m} / \quad (2)$$

R - poloměr koule (40 mm)

y, x - jsou patrné z obrázku

U vzorku D210 byly naměřeny tyto hodnoty:

$$d_1 = 1,505 \quad D_1 = 1,585$$

$$d_2 = 1,460 \quad D_2 = 1,575$$

Po dosazení do vzorce byla zjištěna tloušťka vrstvy s 1,87 μm , to znamená mnohem tenší, než uvádí výrobce (5 μm).

Na druhém vzorku CN1000 nebyla kalotestem zjištěna žádná vrstva. Došlo pravděpodobně k omylu při balení destiček a jedná se tedy o destičku C1000.

4.4. MĚRNÁ HMOTNOST

Měrná hmotnost neboli hustota je podíl hmotnosti a objemu při určité teplotě.

Měření měrné hustoty bylo provedeno vážením na laboratorních vahách a zjišťování objemu bylo prováděno pomocí odměrného válce naplněného vodou. Výsledky měření jsou shrnuty v tab. 9.

Při porovnání hodnot naměřených a hodnot uvedených výrobcem je zřejmé, že toto měření nebylo přesné. Důvodem bylo

Tab. 9: Tabulka hodnot hustoty

materiál	objem /cm ³ /	hmotnost /g/	hustota /g/cm ³ /	
			naměřená	dle výrobce
D100	1	5,0	5,0	3,94
D210	1	4,6	4,6	4,22
D220	1	5,1	5,1	-
D310	0,95	3,6	3,97	4,0
D400	2,25	6,5	2,89	3,2
WG	1,9	6,4	3,37	4,02
WR	0,5	2,18	4,36	4,12
N1000	1,5	4,9	3,27	3,16
WHISKR.	0,8	2,24	2,8	3,91

nepřesné odečítání objemu. Ke kvalitnějšímu měření by bylo potřebné větší množství materiálu, nejlépe, podlouhlého tvaru, což by umožnilo zlepšení odečítání zvýšené vodní hladiny v odměrném válci.

4.5. ZKOUŠENÍ TRVANLIVOSTI

Výsledky těchto zkoušek jsou převzaty z dostupných materiálů. Při zkoušení trvanlivosti výměnných keramických břitových destiček se vždy jedná o zkoušky podélným soustružením nebo frézováním. Kriteriem trvanlivosti ostří je vždy opotřebení na hřbetě VB v závislosti na čase (bývá voleno 0,3 mm).

Ve starších pracech, zabývajících se touto tematikou, byly např. srovnávány výměnné keramické břitové destičky firmy Feldmühle a destičky DISAL. V laboratorních podmínkách při podélném soustružení vykazovaly destičky naší výroby srovnatelnou trvanlivost jako německé destičky. Naproti tomu při použití destiček DISAL ve výrobní lince, dosahovala životnost

destiček podstatně nižších hodnot. Německé destičky byly na lince bez problémů používány /14/. Jisté problémy také vykazovaly destičky DISAL při frézování /15/.

V novější práci /16/ byly porovnávány destičky jugoslávské firmy COMET (vyrábějící^{ne} v licenci Feldmühle), firmy DIAS, firmy SANDVIK COROMANT, firmy KRUPP WIDIA a neznámé firmy z NDR. Destičky byly porovnávány opět při podélném soustružení. U bílé keramiky byla největší trvanlivost zjištěna u destiček z NDR, následovala destičky WIDIA, DISAL a COMET. U černé keramiky byly nejlepší destičky DISAL, za nimi pak destičky z NDR, SANDVIK COROMANT a poslední opět COMET.

4.6. STRUKTURY

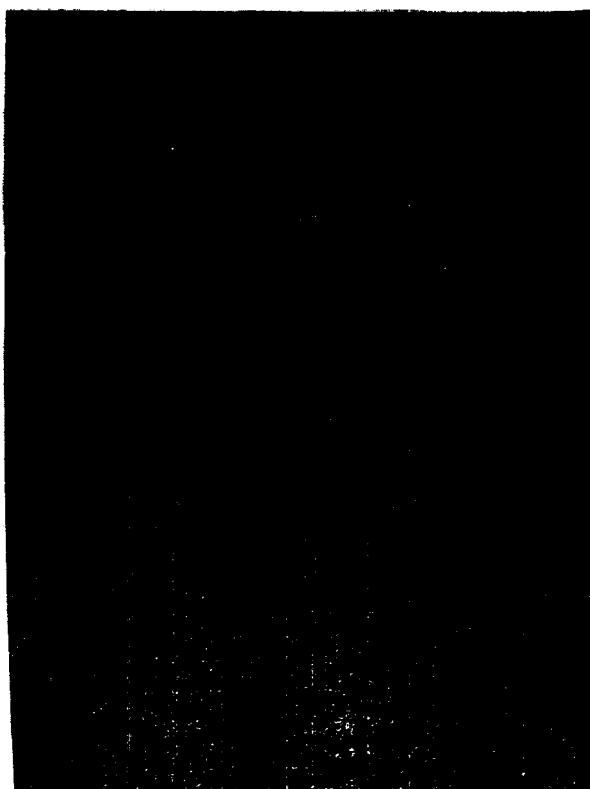
Snímky struktur byly dělány jednak po vyleštění na optickém mikroskopu a jako lomy naprášené vrstvičkou zlata na REM. K leštění byla použita suspenze ferogen naší výroby.

Ve všech případech bylo potvrzeno heterogenní složení jednotlivých struktur keramických materiálů.

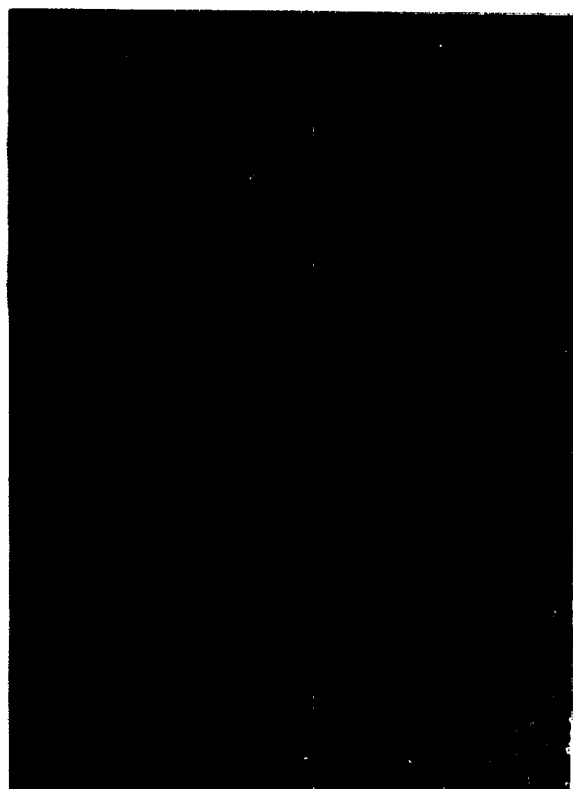
Snímky z optického mikroskopu jsou na obr. 17 - 19.

Na obr. 17 je struktura bílé keramiky WIDALOX G v menším zvětšení (200x) ve vyleštěném stavu a ve větším zvětšení (1000x) v nevyleštěném stavu. Na obr. 18 je keramika DISAL 100 a DISAL 210 v leštěném stavu po naleptání kyselinou fluorovodíkovou (zvětšeno 200x). Za povšimnutí stojí poněkud výraznější řádkovitost obou druhů keramik, z toho u D2100 je řádkovitost výraznější. Porovnáme-li německou a naši keramiku, je zřetelně znát rovnoměrnější rozložení jednotlivých částic u německé keramiky.

Na obr. 19 a obr. 20 jsou struktury černé keramiky.



200x, nelept.



1000x, nelept.

Obr. 17: Snímky z OM ŘK WIDALOX G

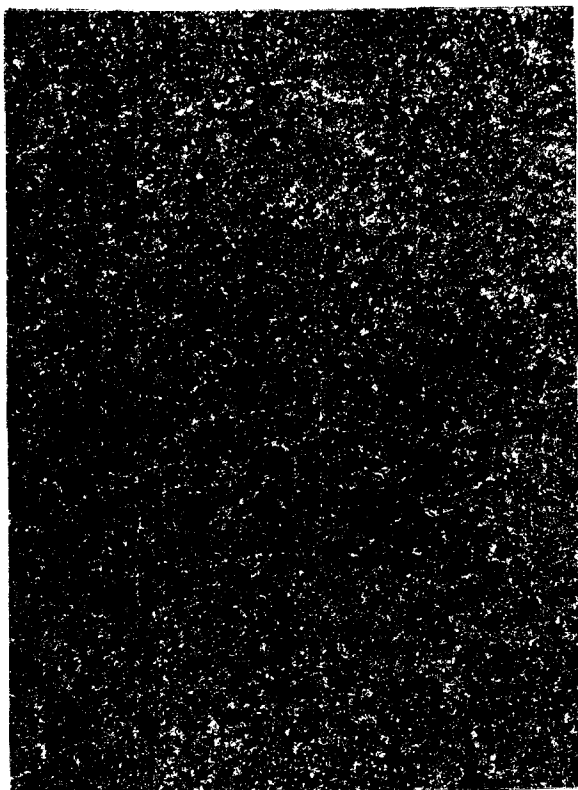


200x, lept. kys. fluorovodíková

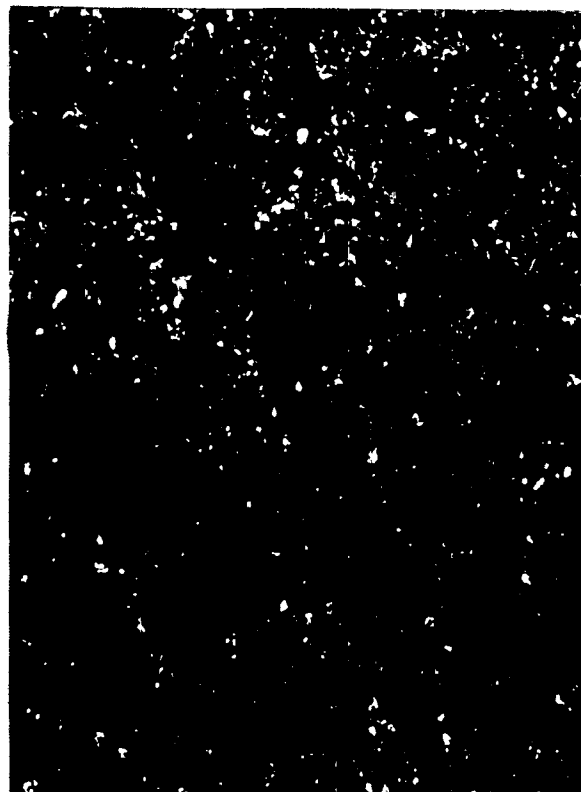


200x, lept. kys. fluorovodíková

Obr. 18: Snímky z OM ŘK DISAL 100 a DISAL 210

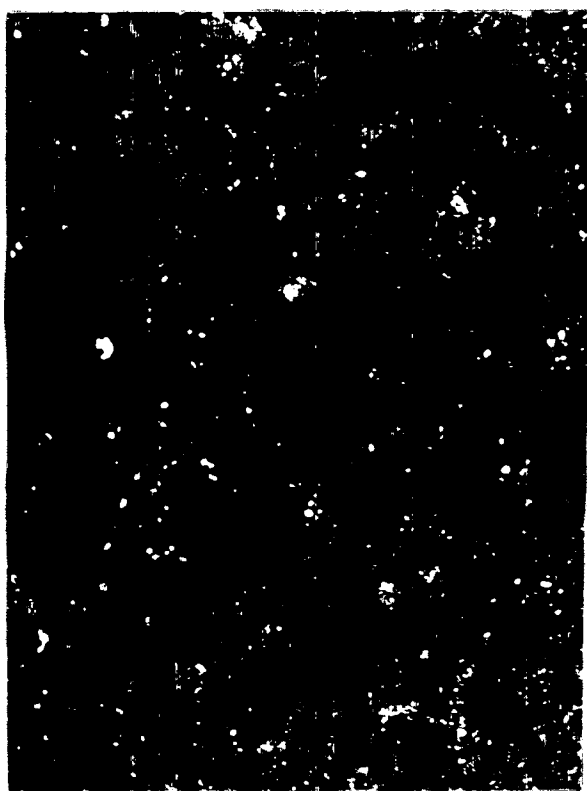


250x, nelept.



1000x, nelept.

Obr. 17: Snímky z OM ŘK WIDALOX R



1000x, nelept.

Obr. 20: Snímek z OM ŘK DISAL 310

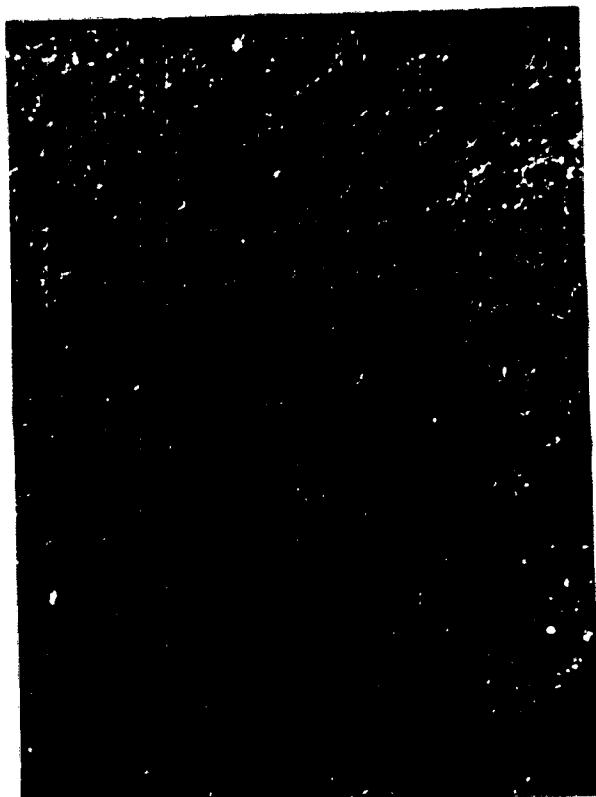
obr. 19 ukazuje pohledový snímek na povrch černé keramiky WIDALOX R a to v menším a větším zvětšení (250x a 1000x) v neleštěném stavu. Naproti tomu na obr. 20 je keramika DISAL 310 v leštěném stavu strukturně odlišná. Nápadné jsou zde větší tmavé shluky na světlejším podkladu.

Další série snímků jsou fotografie lomových ploch, zhotovené na REM, seřazené vždy od nejmenšího k největšímu zvětšení. Snímky jsou uvedeny nevytříděné, tj. v úplné řadě zvětšení, jak byly prováděny, to proto, aby nebyla porušena návaznost strukturních míst při jejich hodnocení.

Na obr. 21 - 24 jsou lomové plochy oxidické keramiky. Ze snímků je patrné, že nejjemnější zrno má keramika DISAL 100 a DISAL 210 a největší zrno WIDALOX G. U keramiky D210 a D220 jsou patrné větší shluky bílých zrn, což určitě nemá dobrý vliv na mechanické vlastnosti ŘK. Na obr. 23 a obr. 24 je při větších zvětšeních patrné, že lom prochází jak přes zrna, je tedy transkrystalický, tak i podél zrn - lom mezikrystalický. Poměr transkrystalického a mezikrystalického lomu ukazuje na pevnostní poměry ŘK.

Obr. 25 a obr. 26 jsou lomy černé keramiky DISAL 310 a WIDALOX R. U keramiky WR je patrnější větší zrno a zdá se, že je zde větší podíl transkrystalického lomu. Struktura D310 se nejeví tak pravidelná jako u německé keramiky.

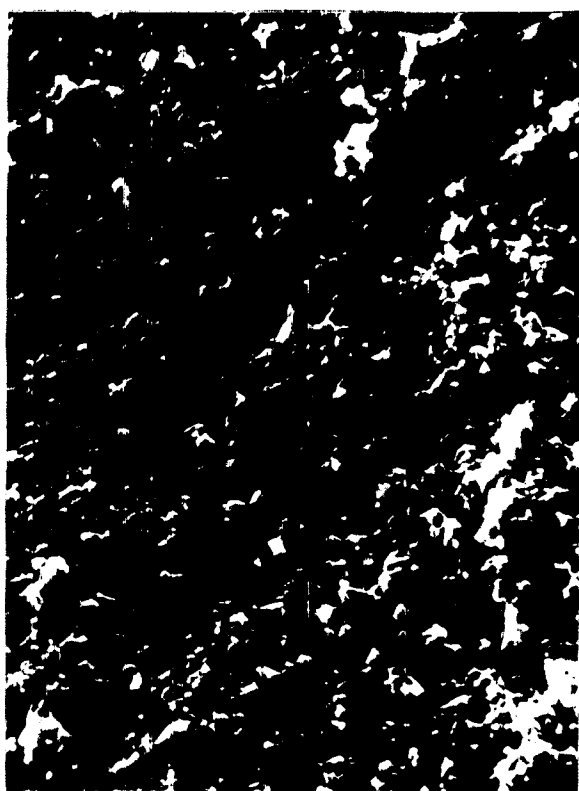
Na obr. 27 - 29 jsou lomové struktury nitridické keramiky a sice na obr. 27 DISAL 400, jehož barva na povrchu byla normální, na obr. 28 DISAL 400, jehož barva byla tmavá a na obr. 29 WIDIANIT CN1000. Nitridické keramiky vykazují zcela odlišnou strukturu ve srovnání s oxidickou keramikou. Zrno se jeví daleko jemnější a vykazuje mírně tyčinkovitý charakter. Velmi



500x

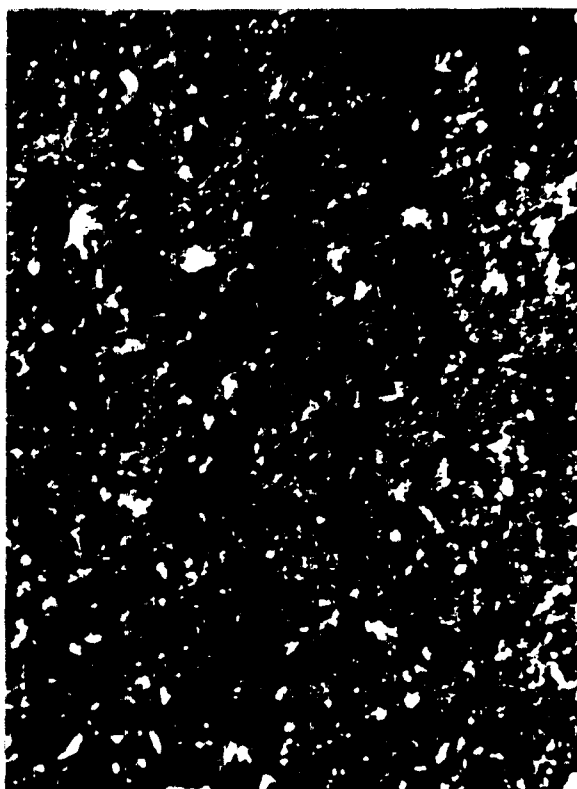


1000x



3000x

Obr. 21: Snímky z REM keramiky DISAL 100



1000x



3000x

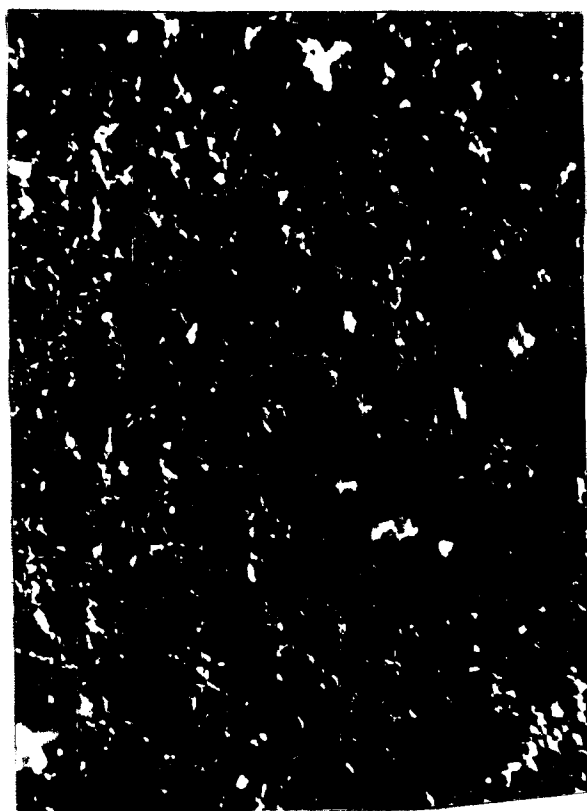
Obr. 22: Snímky z RIM keramiky DISAL 210

nápadné jsou u keramiky D400 velké shluky bílých zrn. Rozdíl mezi "normální" a "černou" nitridickou keramikou není nijak zvlášť patrný.

Snímky whiskrové keramiky jsou na obr. 30. Tady je patrná velmi jemnozrnná struktura s místy vyčnívajícími whiskry. Tuto lomovou plochu by bylo asi nutné naleptat, aby byly whiskry více zřetelné.



500x



1000x

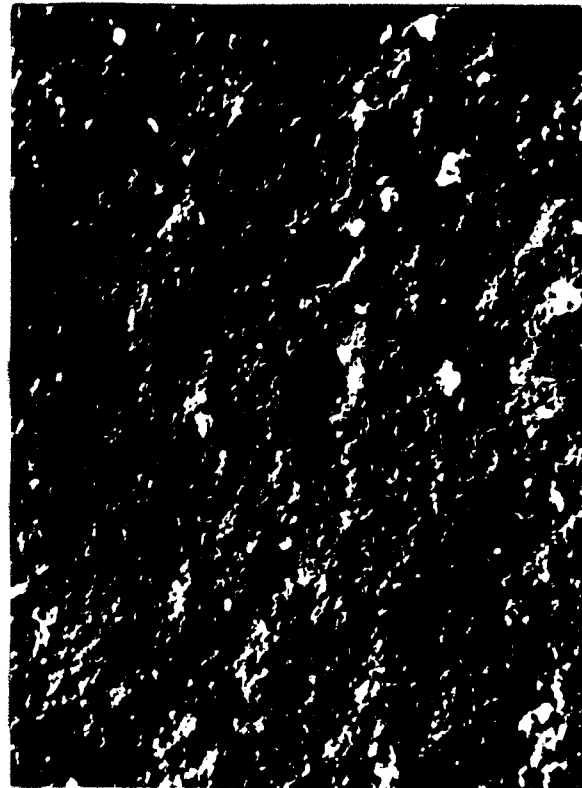


3000x

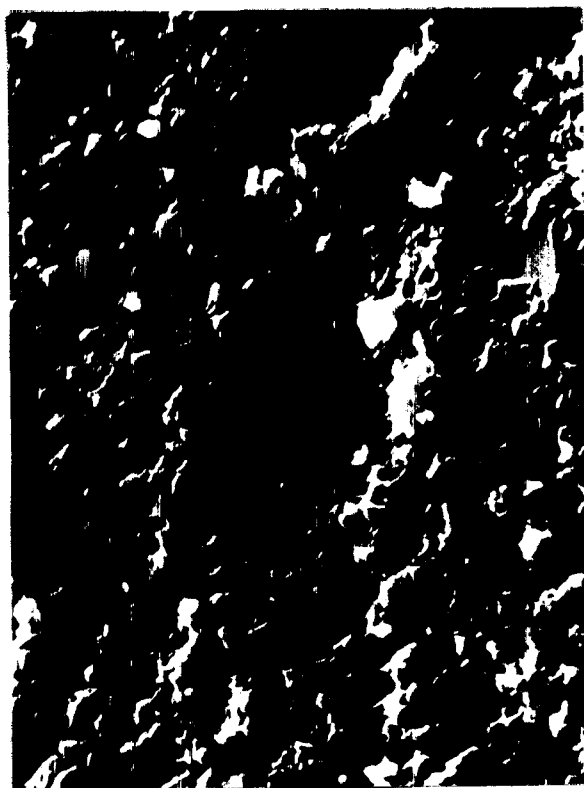
Obr. 23: Snímky z REM keramiky WIDALOX G



500x



1000x

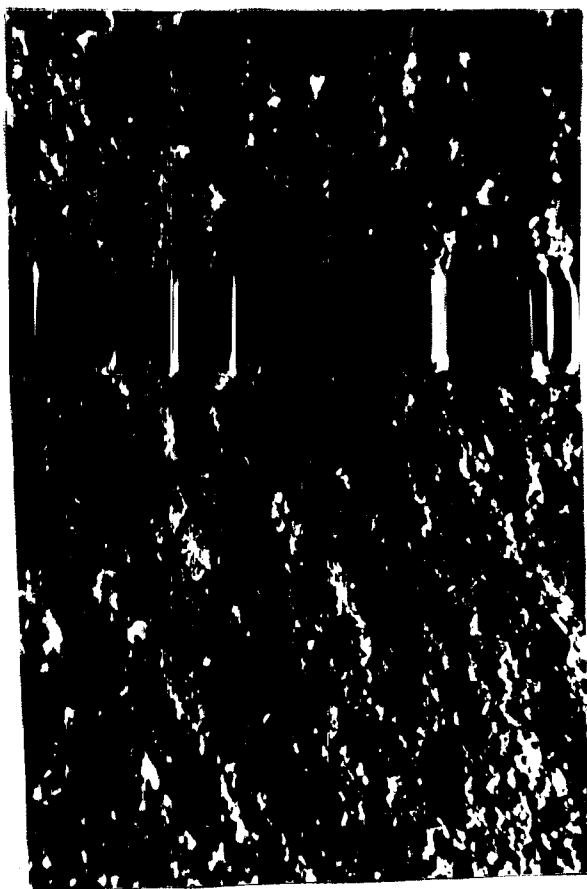


3000x



5000x

Obr. 24: Snímky z REM keramiky DISAL 220

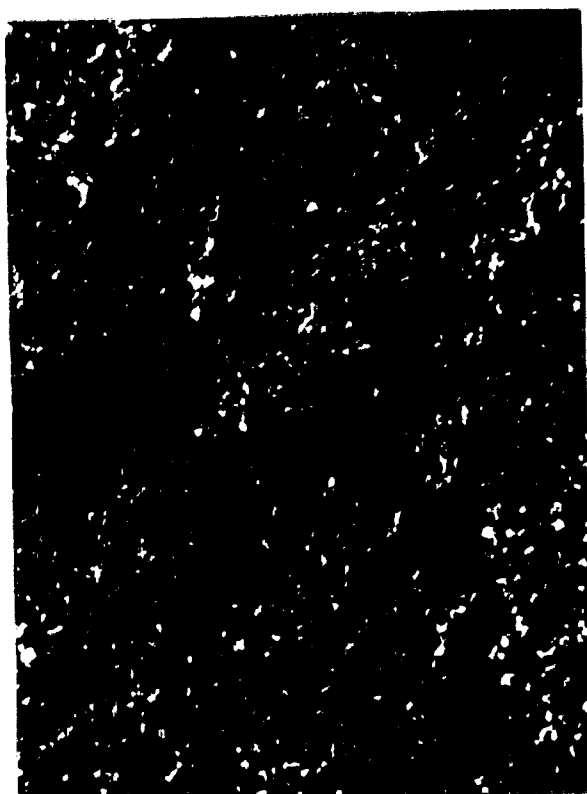


1000x

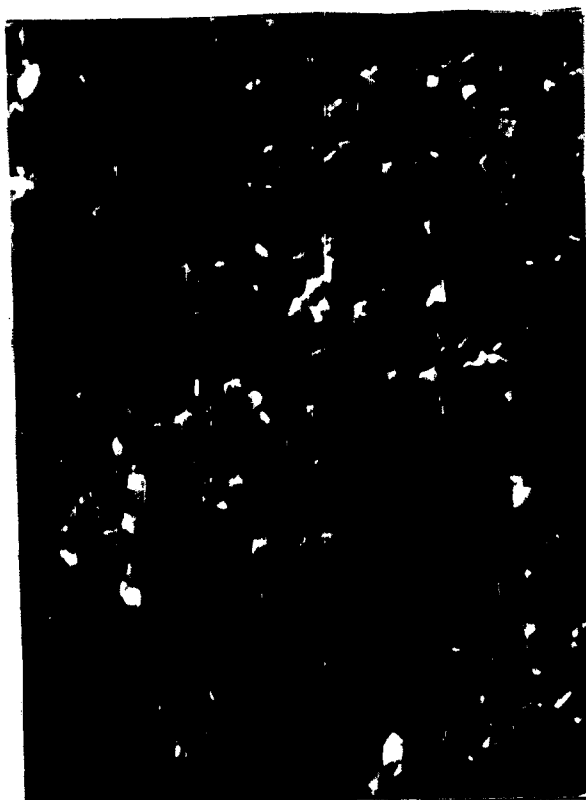


3000x

Obr. 25: Snímky z REM keramiky DISAL 310



1000x



3000x

Obr. 26: Snímky z REM keramiky WIDALOX R



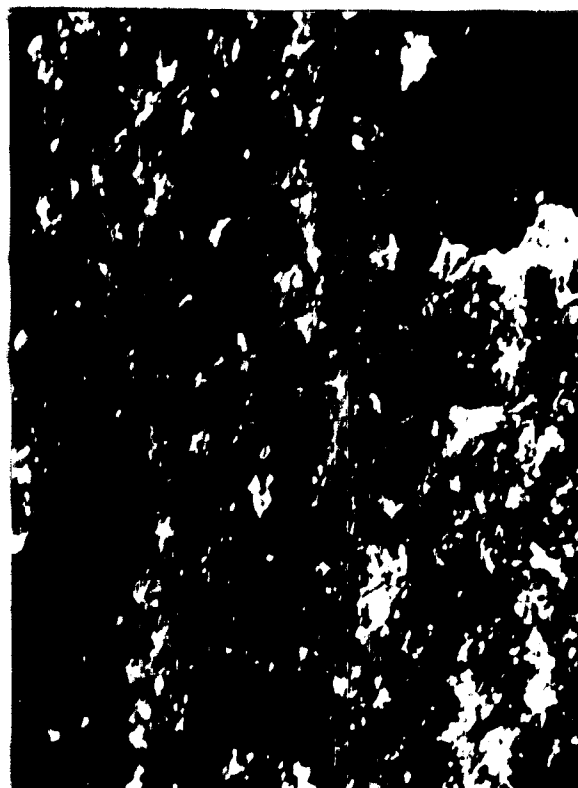
80x



500x



1000x

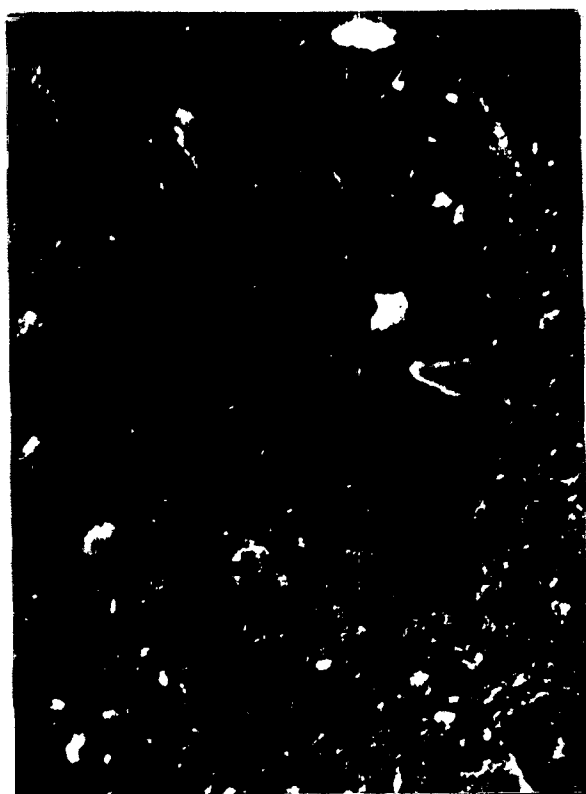


3000x

Obr. 27: Snímky z REM keramiky DISAL 400 "normální"



500x



1000x

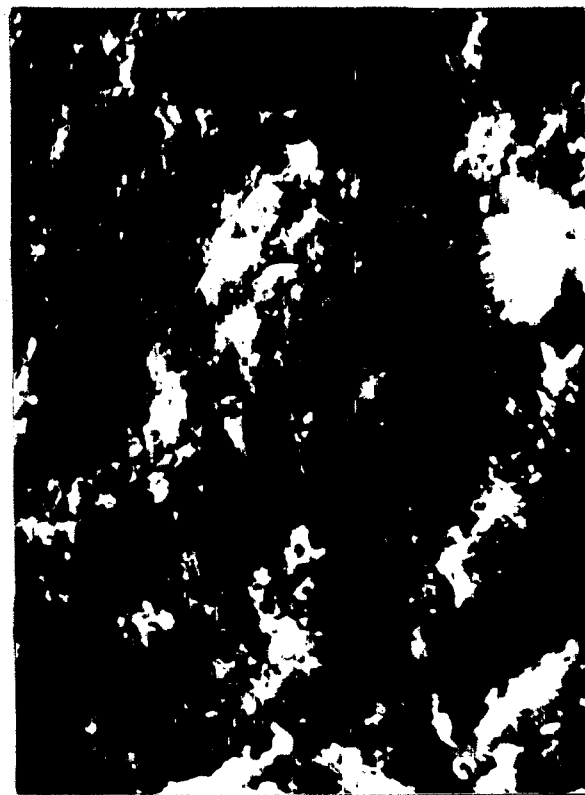


3000x

Obr. 28: Snímky z REM keramiky DISAL 400 "černé"



1000x

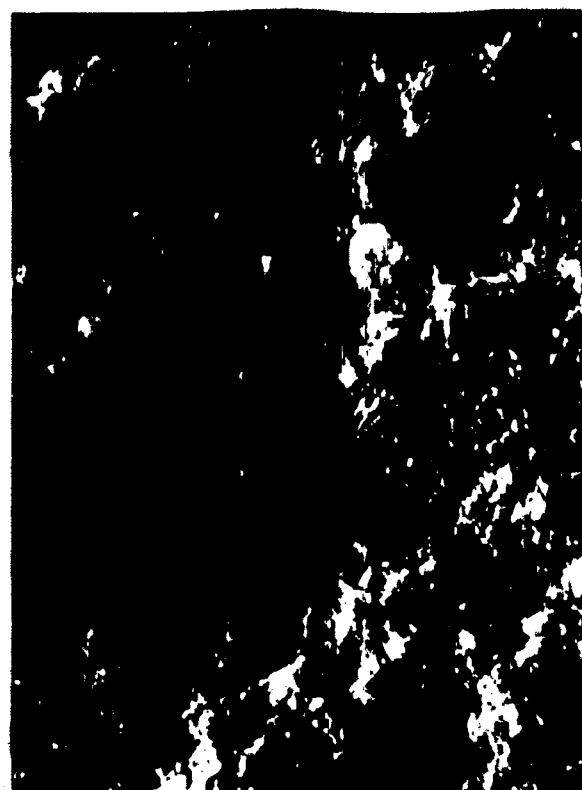


3000x

Obr. 29: Snímky z REM keramiky WIDIANIT N1000



1000x



3000x

Obr. 30: Snímky z REM keramiky WHISKERIT

5. DISKUSE VÝSLEDKŮ

Při měření tvrdosti podle Vickerse, byly naměřeny větší hodnoty, než uvádějí výrobci. Byla vždy měřena jen jedna destička, takže by určitě bylo vhodnější proměřit více destiček a určit průměr těchto hodnot. Moje měření však bylo omezeno množstvím destiček. Na druhou stranu se však rozptýly v tvrdosti mohou vyskytovat /14/. Jak už bylo uvedeno, je žádoucí vyleštit povrch vzorku do co nejvyššího lesku. Za pokus by určitě stálo, porovnávat tvrdosti jednotlivých druhů keramik u nás ještě ne moc používanými zkouškami a sice Shoreho zkouškou nebo vrypovou zkouškou.

Měření mikrotvrdosti potvrdilo, že na vzorku WIDIANIT 1000 nebyl povlak. Tenké povlaky mají jinou strukturu než masivní materiál, což je vlastně příčinou vysoké tvrdosti. Zde byl rozdíl v tvrdosti mezi povlakem Ti(C,N) na DISAL 210 a s předpokládaným povlakem na WIDIANIT CN1000 více jak 1000 HV0,05. Měření tloušťky vrstvy pomocí kalotestu tento poměrně velký rozdíl jen uvedlo na pravou míru. Firmě DIAS Turnov bych doporučila, aby si občas překontrolovala tloušťky vrstev, které si nechávají dělat v Prometu Šumperk. Jak bylo uvedeno, vrstva na keramice DISAL 210 měla tloušťku jen 1,87 μm místo uvedených 5 μm . Když je povlak o tolik tenší, určitě v provozu nesplňuje všechny funkce tak jak by měl (zabránění šíření mikrotrhlinek, zlepšení kluzu třísek počele destičky, zvýšenou odolnost proti teplotnímu šoku).

Měření měrné hmotnosti bylo velmi nepřesné. Kdyby měly vzorky ostré hrany, bylo by možné zjišťovat objem proměřením, což by určitě bylo přesnější. Pokud je žádoucí měřit měrnou hmotnost u keramických břitových destiček, je nutné jejich

větší množství, aby bylo odečítání z odměrného válce s vodou 2
co nejpřesnější. Vůbec nejpřesnější metodou prozjišťování hustoty by asi bylo měření pomocí ultrazvuku.

Zkoušky trvanlivosti ŘK podávají důkaz o značném rozptýlení vlastností u jednoho druhu. U našich destiček je běžné, že jedna destička stejného druhu vydrží několik desítek kusů při obrábění, zatímco druhá jen několik kusů. Toto by mohlo být způsobeno nedodržováním jednotlivých technologických kroků při výrobě.

Příprava vzorků pro optickou mikroskopii byla velmi pracná. Zvlášť u destiček naší výroby se objevovaly problémy s velmi hrubě broušeným povrchem, který bylo nutné pro pozorování struktury pracně odstranit. Takto hrubě broušený povrch určitě také nemá dobrý vliv na řezné vlastnosti keramiky, neboť tak jsou i řezné hrany drsnější, což může být při obrábění příčinou rychlého opotřebení keramiky. Vhodnější a méně pracné by určitě také bylo, použít na přípravu vzorků pro optickou mikroskopii diamantových prášků.

Struktury z ŘK se ukázaly jako velmi zajímavé, zvlášť porovnáváním stejných druhů keramik naší a německé výroby. Za pokus by určitě stálo vyvolat strukturu pomocí chemického, tepelného nebo plazmového leptání /9/. Povrch vzorků pro ŘK je vždy nutné opatřit vodivou vrstvou, protože jinak není možné dosáhnout tak velkých zvětšení (3000 - 5000x).

Nepodařilo se mně zjistit, čím se liší různě zbarvené destičky naší keramiky DISAL 400. Při výrobě vznikají jak destičky světlejší barvy, tak i tmavší a dokonce i kombinované. Hustota je u nich stejná, tvrdost se ^Pne^Pstrně liší a na elektronovém mikroskopu nebyl nápadný žádný rozdíl. Zjistit pří-

činu tohoto barevného odlišení by se snad dalo pomocí rentgenu.

Moje experimenty byly omezené velikostí destiček, takže nebylo možné určovat např. pevnost v tlaku, pevnost v ohybu nebo rázovou houževnatost.

6. Z Á V Ě R

Řezná keramika má svůj vrchol určitě ještě před sebou. Důvodem nejsou jen suroviny, které se pro její výrobu používají, ale především to, že umožňuje dosáhnout vysokých rezných rychlostí a tím urychlit celý výrobní proces. Má svoje nesporné přednosti ve vysoké tvrdosti a pevnosti a na druhé straně zase velkou nevýhodu ve své křehkosti a s tím spojené malé houževnatosti.

Je třeba neustále vylepšovat vlastnosti ŘK. Firma KRUPP WIDIA vidí budoucnost své ŘK ve snižování podílu skelných fází na hranicích zrn, v disperzi tvrdých materiálů do matrice, v přechodu od zdraví škodlivých whiskrů k plátkům, které jsou navíc ochotnější slinovat a ve vytváření speciálních struktur. V DIASu Turnov se chtějí do budoucnosti zaměřit na vylepšování vlastností nitridické keramiky. Zkoušeli tu už také whiskry vyztuženou keramiku, ale v tomto zatím nevidí žádnou budoucnost. Navíc se při pokusné výrobě této keramiky setkali s obavami o zdraví u svých zaměstnanců.

V naší republice je zatím obráběno řeznou keramikou méně jak 1% obrobků, což je ve srovnání s 5% v SRN velmi málo. Příčinou je jednak zastaralý strojový park nevyhovující požadavkům ŘK, neznalost předností keramiky a nutná častější obsluha stroje vzhledem ke zkráceným časům obráběcích operací.

V keramice, nejen řezné, ale také konstrukční, je velká budoucnost. V její prospěch svědčí i to, že základní suroviny, ze kterých se keramika vyrábí, existují už takto "připravené" v přírodě. není tedy nutná jejich nákladná a ekologicky škodlivá výroba, jak je tomu např. při výrobě oceli. To znamená, že výroba keramiky je i ekonomická, protože díky su-

rovinám není energeticky náročná, což bude hrát v budoucnosti určitě velkou roli.

V této diplomové práci jsem se pokusila, i přes poměrný nedostatek materiálů a informací, o shrnutí co nejvíce informací o ŽK. A sice o tom, co to vlastně žezná keramika je, jaké jsou druhy ŽK, jak se vyrábí, jaké má vlastnosti a přednosti, pokusila jsem se také nahlédnout do struktury těchto materiálů a nastínila jsem možnosti zkoumání vlastností žezné keramiky.

7. POUŽITÁ LITERATURA

1. LANG, F. a kol.: Rezná keramika. Koncernový projektový a inženýrsko-dodavatelský podnik IMPRO - PRAHA, Odborové informační středisko VUMAM Nové Zámky, 1987.
2. KOLASKA, J., DREYER, K.: Maschinenmarkt, 94, 1988, 7, s.54.
3. KOLASKA, J.: Metallbearbeitung, 83, 1988, s.354.
4. KOLASKA, J., DREYER, K.: Zeitschrift für wirtschaftliche Fertigung und Automatisierung, 83, 1988, s.354.
5. KRUPP WIDIA, Essen - SRN, Technische Information, 1988.
6. KOLASKA, J., DREYER, K.: Maschinen und Anlagebau, s. 1.
7. BAREŠ, R.A.: Kompozitní materiály. SNTL Praha, 1988.
8. KÖNIG, U., van der BERG, H., KOLASKA, J.: Technische Keramik, 1988, s.235.
9. DOKAZIL, E., MÜNSTEROVÁ, E.: Speciální technologie. VÚT Brno, 1990.
10. FELDMÜHLE AG, Plochingen - SRN, Technische Mutterlagen für Feinstfräsen, 1978.
11. KVAPILOVÁ, M.: osobní informace, DIAS Turnov, Turnov 1991.
12. ŠÍDA, V.: osobní informace, DIAS Turnov, Turnov 1991.
13. LUKEŠ, J.: Strojírenská výroba, sv. 37, 1985, č.11.
14. ŘEHÁČEK, J.: Náhraka keramických destiček z dovozu tuzemskými. /Dipl. práce/ Liberec, 1987, KOM, VŠST.
15. ANWARY, M.N.: Ověřovací zkoušky nástrojů s keramickými reznými destičkami. /Dipl. práce/ Liberec, 1987, KOM, VŠST.
16. STANĚK, J.: Srovnání jednotlivých druhů rezné keramiky. /Výzkumná zpráva/Praha, VÚOSO, 1990.