

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 3911T016 Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vlastnosti slinutých karbidů a jejich aplikace na řezné nástroje

Autor: **Bc. Antonín Janoušek**
Vedoucí práce: **Doc. Dr. Ing. Antonín KŘÍŽ**

Akademický rok 2013/2014

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

V Plzni dne:

.....

podpis autora

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Janoušek	Jméno Antonín	
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
VEDOUČÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Dr. Ing. Kříž	Jméno Antonín	
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Vlastnosti slinutých karbidů a jejich aplikace na řezné nástroje		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2014
----------------	---------	----------------	-----	------------------------	------

POČET STRAN

CELKEM	71	TEXTOVÁ ČÁST	50	GRAFICKÁ ČÁST	21
---------------	----	---------------------	----	--------------------------	----

STRUČNÝ POPIS	<p>Cílem této práce je uvést informace o slinutých karbidech a jejich fyzikálních a mechanických vlastnostech a jejich měření. Určení tvaru trhlin u třech typů slinutých karbidů po vnikací zkoušce dle Vickerse. Stanovení podmínek pro měření lomové houževnatosti indentační metodou. Provedení tepelně cyklického zatěžování. Dalším cílem je studie korozních vlastností v prostředích, ve kterých jsou slinuté karbidy využívány.</p>
KLÍČOVÁ SLOVA	<p>Slinutý karbid, lomová houževnatost, K_{Ic}, Palmqvist, Shetty, příprava povrchu, teplotní cyklické zatěžování, tvrdost, koroze slinutých karbidů, polarizační křivka, korozní rychlost, WC, Co, kyselina octová, mořská voda</p>

SUMMARY OF DIPLOMA SHEET

AUTHOR	Surname Antonín	Name Janoušek	
FIELD OF STUDY	3911T016 “ Materials Engineering and Engineering Metallurgy“		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Dr. Ing. KRÍŽ	Name Antonín	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Properties and Cutting Tool Applications of Sintered Carbides		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	KMM	SUBMITTED IN	2014
----------------	------------------------	-------------------	-----	---------------------	------

NUMBER OF PAGES

TOTALLY	71	TEXT PART	50	GRAPHICAL PART	21
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION	<p>The aim of the thesis is to give a general overview about sintered carbides, their physical and mechanical properties and their measuring. In the experimental part are determined crack profiles for three similar sintered carbides. The cracks initiated during Vickers hardness measuring. The conditions for surface preparation before fracture toughness measuring by indentation method are determined. Thermal cyclic loading of sintered carbides. Another aim of this thesis is study of corrosion properties in typical using enviroments by polarizing curves.</p>
KEY WORDS	<p>Sintered carbide, fracture toughness, K_{Ic}, Palmqvist, Shetty, thermal cyclic loading, hardness, sample preparation, polarizing curve, corrosion speed, sintered carbide corrosion, seawater, acetic acid</p>

Poděkování

Tato diplomová práce vznikla za podpory projektu ESF OP VpK „Posílení spolupráce mezi vysokými školami, výzkumnými ústavy a průmyslovými partnery v Plzeňském kraji -

CZ.1.07/2.4.00/17.0052“. Tento projekt napomohl při propojení výstupů diplomové práce mezi aplikačním a akademickým prostředím.

Tato práce byla řešena v rámci projektu ESF OPVK „Systém vzdělávání pro personální zabezpečení výzkumu a vývoje v oblasti moderního trendu povrchového inženýrství – integrity povrchu“, reg.č. CZ.1.07/2.3.00/20.0037.

Děkuji vedoucímu mé diplomové práce doc. Dr. Ing. Antonínu Křížovi za podporu, vedení i za čas, který mi věnoval. Dále mé poděkování patří Dr. Christine Toufar, Ing. Zbyňkovi Špiritovi, Ing. Kamilu Kolaříkovi Ph.D, Ing. Aleši Shornému, Ing. Ondřeji Chocholatému Ph.D, Bc. Janě Sladké a Ing. Petru Flašarovi za jejich ochotu a cenné rady. Poté chci rovněž poděkovat společnosti CERATIZIT Austria GmbH za cenné zkušenosti na stáži, kterou jsem absolvoval. V neposlední řadě chci poděkovat rodině a přátelům za jejich podporu.

Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka/Symbol	Jednotka []	Popis
SK		Slinutý karbid
HV		Tvrдость dle Vickerse
d	μm	Průměrná délka úhlopříček
F	N	Zkušební zatížení
α	°	Polovina vrcholového
L	μm	Délka trhliny
K_{Ic}	MN*m ^{-3/2} ; MPa*m ^{1/2}	Statická lomová houževnatost
E	MPa	Modul pružnosti v tahu
W_k	MN*m ^{-3/2}	Lomová houževnatost dle Palmqvista
W_s	N*m ⁻¹	Houževnatost dle Palmqvista
a	μm	Polovina úhlopříčky vtisku
c	μm	Součet poloviny úhlopříčky vtisku s délkou trhliny
D	μm	Úhlopříčka vtisku před odleštěním vrstvy
d	μm	Úhlopříčka vtisku po odleštění vrstvy
b	μm	Tloušťka odleštěné vrstvy
T_{min}	°C	Nejnižší teplota při tepelně cyklickém zatěžování
T_{max}	°C	Nejvyšší teplota při tepelně cyklickém zatěžování
R_p	Ω*cm ²	Polarizační odpor
E_{kor}	V	Korozní potenciál
I_{kor}	A/cm ²	Proudová hustota
B	V	Konstanta úměrnosti
b_a, b_b	V	Tafelovy konstanty
v_{kor}	mm/rok	Korozní rychlost
M	g/mol	Relativní atomová hmotnost
ρ	g/cm ³	Hustota
Z	-	Počet elektronů
F	C/mol	Faradayova konstanta

Obsah

Poděkování	5
Seznam použitých zkratk a symbolů	6
1 Úvod	10
2 Popis slinutých karbidů, progresivní skupiny, výrobci	11
2.1 Požadované vlastnosti vybraných skupin SK	11
2.2 Složky SK	12
2.2.1 Úvod	12
2.2.2 Karbid wolframu	12
2.2.3 TiC	13
2.2.4 Karbid tantalu	13
2.2.5 Karbid niobu	13
2.2.6 Kobalt	13
2.2.7 Nikl	13
2.2.8 Železo	14
2.2.9 Vlastnosti ostatních složek používaných při výrobě SK	14
2.3 Výroba SK	14
2.3.1 Výroba prášku	14
2.3.2 Lisování	15
2.3.3 Slinování	15
2.4 Progresivní SK	16
2.5 Přehled výrobců SK	17
2.5.1 Sanvik Coromat	17
2.5.2 Ceratizit	17
2.5.3 Widia	17
2.5.4 Pramet Tools	17
2.5.5 Čínské firmy	17
3 Úprava povrchu SK	18
3.1 Broušení	18
3.2 Tryskání	18
3.3 Kartáčování	18
3.4 Magnetické dokončování	18
3.5 Omílání	18
3.5.1 Vibrační omílání	18
3.5.2 Odstředivé omílání	18

3.5.3	Vlečné omílání	19
3.6	Depozice tenkých vrstev	19
3.6.1	CVD	20
3.6.2	PVD	20
4	Požadované vlastnosti SK pro řezné nástroje	23
4.1	Úvod	23
4.2	Tvrдость	23
4.3	Pevnost v ohybu	24
4.4	Lomová houževnatost	25
4.4.1	Měření lomové houževnatosti indentační metodou	26
4.4.2	Vliv úpravy povrchu na sumu délek trhlin	28
4.5	Modul pružnosti v tahu	30
5	Teplotní a chemické zatěžování	31
5.1	Difúzní opotřebenění	31
5.2	Odolnost proti tepelným šokům	31
5.3	Oxidace	31
5.4	Koroze	32
5.4.1	Odolnost karbidů proti korozi v závislosti na pH	33
5.4.2	Koroze slinitých karbidů WC-Co	33
6	Experimentální program	36
6.1	Použité materiály	36
6.2	Zkoumání hloubkového tvaru trhlin v rozích vtisků po indentační zkoušce Vickers	36
6.2.1	Úvod	36
6.2.2	Materiál A	38
6.2.3	Materiál B	41
6.2.4	Materiál C	45
6.2.5	Skutečný profil trhlin	48
6.2.6	Závěr měření	49
6.3	Závislost lomové houževnatosti zjištěné indentační metodou na úpravě povrchu	50
6.3.1	Úvod	50
6.3.2	Postup testu	50
6.3.3	Výsledky měření	50
6.3.4	Diskuze výsledků	57
6.3.5	Závěr	57
6.4	Cyklické tepelné zatěžování	57
6.4.1	Úvod	57

6.4.2	Použité materiály	57
6.4.3	Použité zařízení	57
6.4.4	Použité zkušební těleso	58
6.4.5	Postup	58
6.4.6	Optimalizovaná lomová houževnatost dle Shettyho	59
6.4.7	Výsledky měření	59
6.4.8	Závěr cyklického měření	60
6.5	Korozní odolnost SK	61
6.5.1	Úvod	61
6.5.2	Popis měření pomocí polarizačních křivek	61
6.5.3	Použitá korozní média	63
6.5.4	Polarizační křivky a korozní rychlost	64
6.5.5	Zkoumání zkorodovaného povrchu na řádkovacím elektronovém mikroskopu	66
6.5.6	Závěr měření polarizačních křivek	68
7	Závěr	69
8	Zdroje	70

1 Úvod

Slinuté karbidy (dále jen SK) se v dnešní době využívají v celé řadě aplikací. Používají se na výrobu vrtacích korunek do skal, přes klasické řezné nástroje až po výrobu šperků. SK mají tedy široké portfolio aplikací a jejich vlastnosti musí všem typům aplikací vyhovět. Díky heterogenní dvoufázové struktuře lze jejich vlastnosti do značné míry měnit. SK se skládá z karbidů a pojiva, které jsou během několika operací smíchány a za použití teploty a tlaku velmi pevně spojeny. K dispozici je nepřehledné množství karbidů a řada různých druhů pojiv. První karbidy byly vyrobeny zcela náhodou ve 20. letech minulého století v Německu, při jednom z pokusů o výrobu diamantu. Diamant sice vyroben nebyl, ale byl vyroben materiál, jehož vlastnosti jsou vlastnostem diamantu velmi blízké. Materiál byl označen Widia z německého "wie Diamant", což znamená "jako diamant". Vyroběný karbid wolframu byl velmi tvrdý, ale velmi křehký. Bylo zjištěno, že pokud se karbid smíchá s pojivem, pořád se jedná o velmi tvrdý materiál. Je to již přes 80. let, kdy byl vyroben první slinutý karbid WC-Co. Tento typ SK je dodnes nejvíce rozšířeným SK na světě. Má velmi dobré mechanické a fyzikální vlastnosti. Jeho hlavní slabinou oproti SK s jinými druhy pojiva je slabá korozní odolnost, která brání použití tohoto materiálu v dalších aplikacích. Křehkost a slabá korozní odolnost jsou hlavními důvody vzniku této práce. Za měřítko křehkosti lze považovat lomovou houževnatost. Ta se ovšem u tohoto typu materiálu vzhledem k jeho velké tvrdosti, mezi pevností v ohybu a křehkostí velmi obtížně zjišťuje. Použití například u ocelí běžných zkoušek rázem v ohybu je nemožné. Lomová houževnatost se měří hlavně použitím lomové mechaniky. Použití lomové mechaniky je ale velmi finančně a časově náročné. Rozvíjí se nový přístup měření pomocí indentační zkoušky dle Vickerse. Jednoduchým změřením trhlin v rozích vtisku dle Vickerse a dosazením do vzorce lze lomovou houževnatost také dopočítat. Výsledné hodnoty bohužel nejsou tak přesné jako výsledky lomové mechaniky. Což je pravděpodobně způsobeno ne vždy stejným postupem provedení zkoušky. V roce 2009 vyšla první norma ISO 28079 na měření lomové houževnatosti indentační metodou u SK. V této práci bude provedeno měření lomové houževnatosti dle této normy a podle jiných postupů, kvůli zjištění, zda se lze jinými postupy dostat ke stejným výsledkům. Práce navazuje na diplomovou práci Ing. Zbyňka Špirity a bude v ní proto proveden test cyklického tepelného zatěžování, pro doplnění jeho práce. Poslední část této práce bude věnována měření korozní odolnosti slinutých karbidů o složení WC-Co, které mají sice nejlepší mechanické vlastnosti, ale nejhorší korozní odolnost. Koroze je ovšem vzhledem k heterogenitě SK velmi komplexním problémem. Tato práce bude podávat o korozi SK pouze základní informace.

2 Popis slinutých karbidů, progresivní skupiny, výrobci

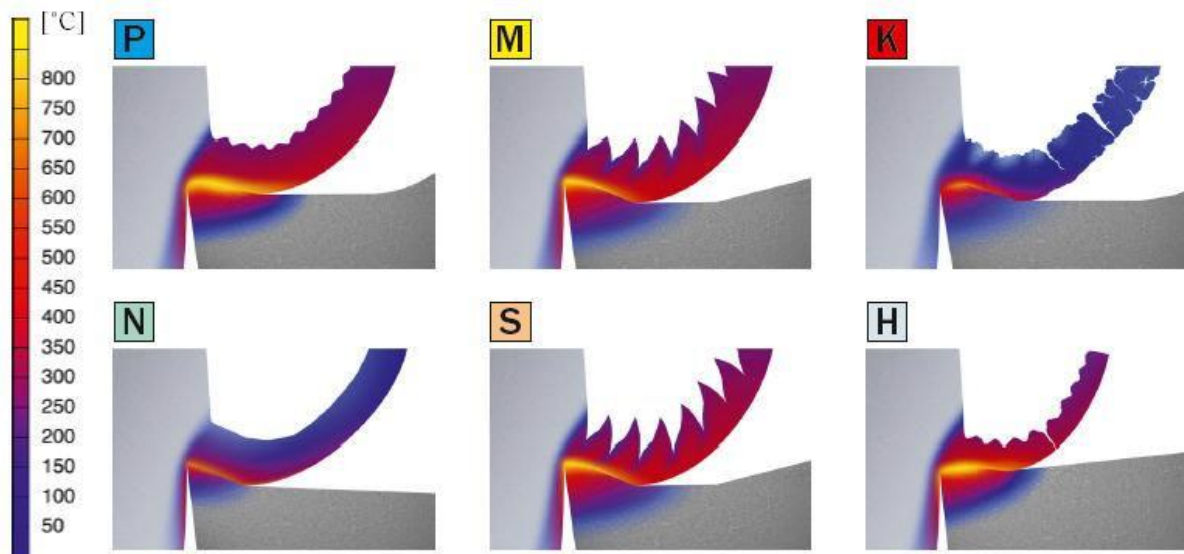
2.1 Požadované vlastnosti vybraných skupin SK

Slinuté karbidy se nejčastěji dělí do skupin podle normy ČSN ISO 513. Tato norma rozděluje slinuté karbidy podle toho, který slinutý karbid je nejvhodnější pro obrábění určitého typu materiálu. Tak lze také rozdělit SK dle požadavků na nástroj. Jak je z tabulky patrné, čím více SK obsahuje karbidu titanu, tím je SK vhodnější pro řezání materiálu, u kterého se tvoří dlouhá tříska. Při otěru třísky o čelo totiž dochází k největšímu tepelnému zatěžování nástroje. Pokud se tříska láme jako u například u litin, k tak velkému tepelnému zatěžování nedochází. Naopak pro materiály s lámavou třískou se velmi hodí SK, které obsahují prakticky pouze karbid wolframu a zbytkové množství karbidu titanu a niobu. Takový slinutý karbid snáze podléhá teplotní degradaci. Karbidy tantalu a niobu, kterých je nejvíce ve skupině M, zajišťují materiálu zvýšenou odolnost proti tepelným šokům a zároveň zvyšují pevnost a houževnatost.

Skupina	Podskupiny	Základní chemické složení	Efektivní aplikace pro obráběný materiál
P	P01, P05, P10, P15, P20, P25, P30, P35, P40, P45, P50	WC (30÷82)% +TiC (8÷64)% +Co (5÷17)% + (TaC.NbC)	Slinuté karbidy pro obrábění materiálů, dávající dlouhou, plynulou třísku: Nelegovaná, nízkolegovaná a vysoce legovaná ocel, litá ocel, automátová ocel, nástrojová ocel, feritická a martenzitická korozivzdorná ocel.
M	M01, M05, M10, M15, M20, M25, M30, M35, M40	WC (79÷84)% +TiC (5÷10)% +TaC.NbC (4÷7)% +Co (6÷15)%	Slinuté karbidy pro obrábění materiálů, dávající dlouhou a střední třísku: Austenitická a feriticko austenitická ocel, korozivzdorná, žáruvzdorná, žároveňná, nemagnetická a otěruvzdorná ocel.
K	K01, K05, K10, K15, K20, K25, K30, K35, K40	WC (87÷92)% +Co (4÷12)% + (TaC.NbC)	Slinuté karbidy pro obrábění materiálů, dávající krátkou, drobnou třísku: Nelegovaná i legovaná šedá litina, tvárná litina, temperovaná litina.
N	N01, N05, N10, N15, N20, N25, N30		Slinuté karbidy pro obrábění neželezných materiálů: Slitiny mědi a hliníku, duroplasty, fibry, plasty s vlákninou, tvrdá guma.
S	S01, S05, S10, S15, S20, S25, S30		Slinuté karbidy pro obrábění: Žáruvzdorné slitiny na bázi Fe, superslitiny na bázi Ni nebo Co, Titanu, Ti slitiny.
H	H01, H05, H10, H15, H20, H25, H30		Slinuté karbidy pro obrábění: Zušlechtné oceli s pevností nad 1500 MPa, kalené oceli HRC 48÷60, tvrzené kokilové litiny HSH 55÷58

Tabulka 1: Rozdělení slinutých karbidů dle ČSN ISO 513 [2]

Teplotní zatížení břitu z SK je velmi dobře patrné na následujícím obrázku. Čím více se láme tříska, tím nižší je teplotní zatížení a tím nižší jsou i nároky na tepelnou odolnost SK. [2]



Obrázek 1: Modely tepelného zatížení čela nástroje pro jednotlivé skupiny SK a různé lámavosti třísek. [2]

Dále se slinuté karbidy dělí do skupin HW, HF a HC. [2]

- Skupina HW označuje SK, které se skládají primárně z karbidů wolframu a kobaltového pojiva, kde velikost zrn karbidů je větší než $1\ \mu\text{m}$.
- Skupina HF označuje SK, které se skládají primárně z karbidů wolframu a kobaltového pojiva, kde velikost zrn karbidů je menší než $1\ \mu\text{m}$.
- Skupina HC označuje SK, které jsou určeny pro depozici.

2.2 Složky SK

2.2.1 Úvod

Primárně se SK skládají ze dvou základních částí: karbidů a pojiva. Jak už bylo uvedeno, hlavním karbidem je karbid wolframu a dalšími důležitými karbidy jsou karbid titanu, niobu a tantalu. Pojivem je nejčastěji kobalt.

2.2.2 Karbid wolframu

Výroba

WC lze vyrobit reakcí wolframu a uhlíku při teplotách od 1400 do 2000°C . Jinou metodou je reakce wolframu nebo WO_3 se směsí CO/CO_2 a H_2 při teplotách od $900 - 1200^\circ\text{C}$, nebo ohřevem WO_3 s grafitem při teplotě 670°C ve vodíkové atmosféře a následném nauhličování v argonové atmosféře při teplotě 1000°C .

Chemické a fyzikální vlastnosti

WC začíná oxidovat při teplotách $500 - 600^\circ\text{C}$. Je odolný vůči kyselinám kromě směsi kyseliny fluorovodíkové a dusičné. Velmi snadno se rozpouští v peroxidu vodíku.

Teplota tání karbidu wolframu je 2870°C . Tepelná vodivost je $84,02\ \text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ a koeficient teplotní součinitel délkové roztažnosti je $0,058\ \text{K}^{-1}$. Je poměrně dobrým vodičem, protože má

nízký elektrický odpor $2 \cdot 10^{-7}$ Ohm.m. WC má hexagonální nebo krychlovou mřížku. Krychlovou mřížku má za vysokých teplot.

Mechanické vlastnosti

WC je velmi tvrdý materiál. Tvrdost se pohybuje mezi 1700 – 2400 HV. Youngův modul pružnosti je 550 GPa. Pevnost v tahu je 344,8 MPa.

Využití

Kromě využití v obrábění se WC využívá při výrobě operačních nástrojů, zbraní a šperků. U slinutých karbidů zajišťuje odolnost proti abrazivnímu opotřebení a pevnost bříty nástroje. [3,4]

2.2.3 TiC

Karbid titanu se nevyrábí samostatně, ale společně s karbidem wolframu při teplotách nad 2000°C. Produktem je tzv. směsný karbid. Karbid titanu je tvrdší než karbid wolframu a velmi křehký. Tvrdost se pohybuje v rozmezí 2850 – 3390 HV. Teplota tání je 3160°C. Má krychlovou krystalovou mřížku. Oproti WC má mnohem horší elektrickou vodivost.

Používá se hlavně pro deponování obráběcích nástrojů nebo jako příměs do slinutých karbidů, kde zvyšuje odolnost proti vymílání čela, zmenšuje odolnost proti otěru, houževnatost a pevnost bříty. [3,5]

2.2.4 Karbid tantalu

Karbid tantalu je velmi tvrdý a velmi křehký materiál. Tvrdost se pohybuje mezi 1600 – 2000 HV. TaC se připravuje ohřevem směsi tantalu a grafitu na teplotu 2000°C ve vakuu nebo v argonové atmosféře. Alternativou k tomuto typu výroby, je redukce Ta₂O₅ uhlíkem ve vodíkové atmosféře za teplot od 1500 do 1700 °C. Youngův modul pružnosti je 285 GPa. TaC má velmi dobrou elektrickou vodivost a krychlovou mřížku.

V slinutých karbidech zvyšuje s NbC odolnost proti opotřebení, houževnatost, mechanickou pevnost bříty a odolnost proti tepelným šokům. [3,6]

2.2.5 Karbid niobu

NbC je velmi tvrdý materiál. Má vysokou korozní odolnost a teplota tání je 3490°C. Má krychlovou mřížku. U SK slinutých karbidů upravuje vlastnosti podobně jako TiC. [3,7]

2.2.6 Kobalt

Kobalt má teplotu tání 1495°C. Při ochlazování na teplotě 400°C dochází k alotropické přeměně z kubické plošně středěné mřížky na hexagonální. U slinutých karbidů je často v kobaltovém pojivu rozpuštěn uhlík a wolfram, což zvedá alotropickou teplotu nad 700°C. Nad teplotou 1115°C ztrácí kobalt feromagnetické vlastnosti. Kobalt se vyrábí redukcí oxidů kobaltu při za teplot od 350 do 500°C. Kobalt má vůči karbidům velmi dobré smáčivé vlastnosti. Obsah kobaltu ve SK se pohybuje obvykle mezi 4 – 20%. [1,8]

2.2.7 Nikl

Nikl se také používá při výrobě slinutých karbidů a to zejména těch, u kterých je potřeba zajistit vyšší korozní odolnost. Oproti SK s kobaltovým pojivem mají horší mechanické vlastnosti a to zejména nižší tvrdost a houževnatost. SK s tímto pojivem se využívají především při výrobě trysek, škrťících ventilů, těsnění a jiných součástí pracujících

v kapalném prostředí. Krystalová struktura je krychlová plošně středěná. Teplota tání je 1455°C. Nikl je feromagnetický. [1,9]

2.2.8 Železo

Železo se využívá jako pojivo, ale nikdy samotně. Buď se používá s niklem, nebo manganem. SK vázané pomocí Fe-Mn pojiva dosahují lehce vyšších hodnot tvrdosti a nižších hodnot pevnosti ve srovnání s kobaltovým pojivem. SK s Fe-Ni pojivem dosahují podobné pevnosti jako s kobaltovým pojivem, ale je nutné součást z takového SK tepelně zpracovat. SK s pojivem na bázi železa se využívají na výrobu opotřebených odolných součástí a výjimečně na výrobu řezných nástrojů. Pojiva na bázi železa, jsou vlastně austenitické oceli. [10]

2.2.9 Vlastnosti ostatních složek používaných při výrobě SK

Materiál	Tvrdost HV (50 kg)	Krystalografická mřížka	Teplota tavení		Hustota g/cm ³	Modul pružnosti		Tepelná rotažnost μm/m · K
			°C	°F		GPa	10 ⁶ psi	
Carbide								
VC	2900	Cubic	2700	4900	5.71	422	61.2	7.2
HfC	2600	Cubic	3900	7050	12.76	352	51.1	6.6
ZrC	2700	Cubic	3400	6150	6.56	348	50.5	6.7
Cr ₃ C ₂	1400	Orthorhombic	1800	3250	6.66	373	54.1	10.3
Mo ₂ C	1500	Hexagonal	2500	4550	9.18	533	77.3	7.8

Tabulka 2: Ostatní složky používané při výrobě SK [11]

2.3 Výroba SK

2.3.1 Výroba prášku

Práškové karbidy se smíchají s kobaltovým práškem. Karbidy a kobalt se smíchají dle stanoveného poměru pro daný SK. Mletí se provádí ke zvýšení měrného povrchu a snížení povrchové drsnosti. Zvyšují se tak kapilární síly. Při mletí je podstatné, aby směs měla požadovanou granulometrii, velikost zrn a částice karbidů a pojiva byly v prášku rovnoměrně rozmístěné. Karbidy by se měly rovnoměrně obalit práškem díky svému reaktivnímu povrchu. Mletí je časově velmi náročný proces. Může trvat až několik dnů. V mlecích zařízeních se používají mlecí tělíska ze slinitých karbidů, aby nedošlo ke znečištění směsi. Mletí se provádí buď za sucha, nebo za mokra.

Mletí za sucha se příliš nepoužívá. Provádí se hlavně v kulových mlýnech a může docházet ke vzniku nežádoucích oxidů vlivem atmosféry.

Mletí za mokra se provádí ve válcových kulových mlýnech tzv. attritorech. Kapalina brání kontaktu prášku s atmosférou. Kapalným médiem jsou nejčastěji inertní organické kapaliny jako etylalkohol, metylalkohol, dichloretylen, aceton, benzín nebo voda. Mokré mletí je účinnější než suché. Kapalina napomáhá disperzi jednotlivých částic a zároveň směs chladí. Směs se po mletí musí důkladně vysušit. Prášek se často suší pomocí metody rozprašování do práškové formy. Prášek se skládá z kulových zrníček karbidů rovnoměrně obalených pojivem. Po vysušení se ještě kontroluje, zda došlo ke kvalitnímu promíšení a obalení karbidů pojivem. Směs je poté připravena k lisování. Z anglického ready to press je často označována jako RTP směs. [1,2,12]

2.3.2 Lisování

Při lisování je snaha dosáhnout tvaru a homogenity zhutnění s minimální pórovitostí v celém objemu. Prášek se lisuje buď metodou oboustranného lisování, nebo pomocí izostatického lisování. Tvar se polotovaru může dodat pomocí protlačování přes trysku nebo vstřikováním prášku do formy. Prášek je velice disperzní a má velmi nízkou plasticitu. Proto se do prášku přidává plastifikátor, který zachová tvar prášku i po vyhození z lisu. [2,12]

2.3.2.1 Oboustranné lisování

Při oboustranném lisování se dva lisovníky pohybují proti sobě a stlačují tak prášek. Pracovní plochy lisovníku jsou vyrobeny z SK. Problémem je pórovitost směsi. Po slinování dochází ke smrštění polotovaru i o více než 20%. [2]

2.3.2.2 Izostatické lisování za studena

Prášek s plastifikátorem se umístí do pružné formy z kaučuku nebo latexu. Poté se forma uzavře a stlačuje hydraulickou kapalinou. Pomocí této metody se vyrábějí většinou tyče. Metoda je vhodná i pro velmi jemné a velmi hrubé prášky. Je možné vyrábět velké polotovary o hmotnosti 1000 kg. Průběh lisování je rozdělen do tří fází: nárůst tlaku, výdrž a snižování tlaku. Nejdůležitější fáze je snižování tlaku, protože nejvíce ovlivňuje výsledné vlastnosti výlisku. [2,12]

2.3.2.3 Izostatické lisování za tepla

Při tomto procesu dochází k lisování a zároveň ke slinování. Zvyšování teploty a tlaku probíhá souběžně. Tlak na polotovar vyvíjejí inertní plyny argon nebo helium. Je nezbytně nutné, aby sytká hmotnost prášku byla nejméně 60% teoretické hmotnosti kompaktního materiálu. Tuto podmínku splňují pouze prášky, jejichž částice mají kulový tvar. Lisuje se při teplotě 2000°C a tlaku 100-200 MPa. Polotovar má nulovou pórovitost. Nástroje vyrobené touto metodou mají lepší lomovou houževnatost a pevnost v ohybu. [2,12]

2.3.2.4 Protlačování

Protlačování se používá hlavně při výrobě kruhových polotovarů. Do směsi prášku se přidává značné množství plastifikátoru. Protlačování probíhá velmi pomalu. Rychlost se pohybuje v mm/min. Výroba probíhá kontinuálně a po požadované délce je průtlaček odříznut. [2]

2.3.2.5 Lisování explozí

Jde o moderní vysokorychlostní metodu zhutňování prášku. Tlaková vlna při výbuchu působí buď přímo na kov umístěný v plastickém pouzdře, nebo na razník. Zvýšená rychlost lisování přináší rovnoměrnou hustotu polotovaru a zlepšení mechanických vlastností, zejména pevnosti a houževnatosti. [12]

2.3.3 Slinování

Slisovaný prášek nemá dostatečně propojené pojivo s karbidy. Procesem slinování se zvětšuje soudržnost výlisku, zvětšením styčných ploch mezi částicemi, vytvořením slitin nebo sloučenin a odstraněním deformačního zpevnění z výroby prášku. Slinování se provádí za teplot 0,65-0,8 teploty tání složky, která má nejvyšší teplotu tavení. Před samotným slinováním se často provádí předslinování při teplotách mezi 700-850°C, kdy dochází k odstranění plastifikátoru použitého při lisování. Při slinovacím procesu může dojít

k roztavení pojiva. V tom případě se jedná o slinování za vzniku kapalné fáze. Směsi, u kterých dochází ke vzniku kapalné fáze, jsou lépe a rychleji slinovatelné, což je způsobeno nižší aktivační energií na rozhraní kovu a tekuté fáze. Čím jemnější je prášek, tím rychleji dochází ke slinování

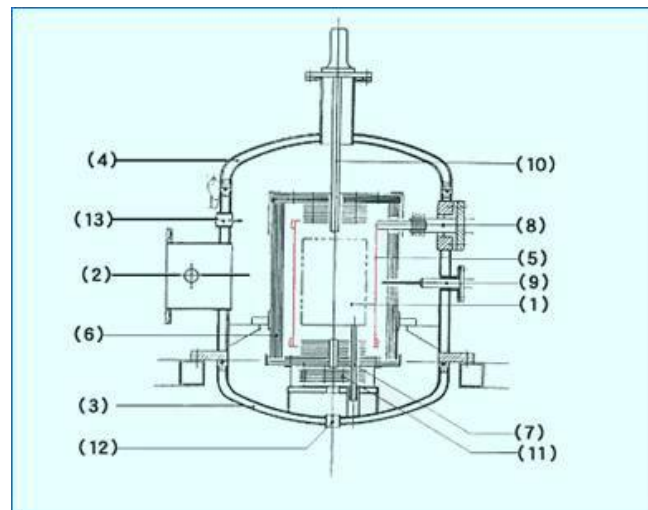
Slinovací proces s tekutou fází charakterizují tyto jevy:

- Vytvoření skeletu tuhé fáze
- Částečné zhuštění materiálu při vzniku skelné fáze
- Úplnou smáčivostí tuhé fáze tekutou fází
- Částečné rozpuštění karbidických zrn v tavenině
- Krystalizace tvrdých fází z tvořících se z roztoku

Spojení pojiva a karbidů při slinování bez tekuté fáze dochází difúzí a skládá se z těchto etap:

- Tvorba a růst mezičásticových spojení
- Zmenšování objemu spojitých pórů
- Zmenšování povrchu izolovaných pórů

Typickým příkladem slinování s tekutou fází je systém WC-Co a pro slinování bez tekuté fáze systém WC-TiC-Co. Při slinování dochází ke značnému smrštění. Možností jak to odstranit, je nejprve slinovat fází s vysokou teplotou tavení a poté pórovitý skelet naplnit tekutou fází, která má nižší teplotu tavení. Slinování se provádí ve vakuu, nebo v ochranné vodíkové atmosféře. U materiálů, kde je přípustná poróznost, se provádí slinování jednou. Když je poróznost nepřípustná, slinuje se vícekrát. [2,12]



Obrázek 2: Vakuová slinovací pec [2]

2.4 Progresivní SK

Jelikož je slinutý karbid kompozitním materiálem, lze jeho vlastnosti značně měnit. Změnou může být velikost částic prášku, druhy použitých karbidů nebo upravený proces výroby. Velkým přínosem je depozice SK. Kdy se původně nanášela pouze vrstva TiC a nyní je možné tvořit multivrstvé povlaky, kde jednotlivé vrstvy mohou být pouze několik nanometrů široké. Tyto multivrstvé povlaky mohou mít i více než 10 vrstev a mohou dosahovat tvrdosti

až 4000 HV. Jedná se o povlaky diamantové, nanokompozitní, gradientní, supermřížkové, nebo kubický nitrid boru.

Je známo, že se zmenšujícím zrnem se zlepšují mechanické vlastnosti. Vývoj tak spěje až k tomu, že zrna prášku pro výrobu slinutých karbidů dosahují velikosti několika nanometrů. Od těchto nových SK se očekává, že budou mít lepší houževnatost, než standardní slinuté karbidy. Standardní mletí prášku, ale nedostačuje pro výrobu takto jemného prášku. Proces, kterým se vyrábí takto jemný prášek, se nazývá rozptylová konverze. Tento proces umožňuje smíchat prášek na molekulární úrovni. Tento způsob míchání se provádí reakcí vhodných prekurzorů ve vodním roztoku. Mezi vhodné prekurzory patří $[(\text{NH}_4)_6(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}] + [\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$, nebo $[\text{Co}(\text{en})_3\text{WO}_4 + \text{H}_2\text{WO}_4]$. Takový roztok je sprejováním sušen a vzniká extrémně jemná směs wolframu a kobaltové soli. V reaktoru s fluidním ložem dojde ke vzniku směsi kobaltového prášku a karbidů wolframu. Velikost zrn se pohybuje od 20-50nm. Slinuté karbidy vyrobené z takhle jemného prášku. Mají lepší lomovou houževnatost a kvalitnější povrch. [1,2,13]

2.5 Přehled výrobců SK

2.5.1 Sanvik Coromat

Přestože slinuté karbidy pocházejí z Německa. Největším světovým výrobcem SK je tato švédská firma. Dodávají prakticky jakékoliv nástroje pro obrábění. Vyrábějí slinuté karbidy všech tříd od P po N. [14]

2.5.2 Ceratizit

Firma Ceratizit je také jedním z největších výrobců. Využívají nové typy SK. Nabízejí řešení pro jakoukoliv aplikaci. Díky rozsáhlému poli produktů a variací karbidů, jsou schopni dodat slinutý karbid pro jakýkoliv obráběcí nástroj. Nabízí též karbidy opatřené tenkou vrstvou. [15]

2.5.3 Widia

Tato firma je nejstarším výrobcem SK. Má zastoupení ve více než 50 zemích světa. Jako první obdržela patent na deponované, vyměnitelné břitové destičky z SK. Firma nabízí kompletní program nejnáročnějších, standardních a modifikovaných řešení vyvinutých tak, aby vyhovovali specifickým požadavkům. [1,2]

2.5.4 Pramet Tools

Tato firma je největším českým výrobcem nástrojů ze slinutých karbidů. Zabývá se výrobou, vývojem a prodejem nástrojů z SK. [16]

2.5.5 Čínské firmy

Velké množství výrobců slinutých karbidů je i v Číně. Na webových stránkách www.made-in-china.com je lze dohledat. Dodávají veškeré druhy SK. Ceny čínských SK bývají přibližně o 20% nižší než ceny SK od evropských firem. Mezi největší společnosti patří tyto firmy:

- Zhuzhou Jingong Cemented Carbide Co., Ltd.
- Hubei Fotma Machinery Co., Ltd.
- Chengdu Kerui Carbide Technology Co.
- Chengdu Tianyouan Tungsten Carbide Tools Co., Ltd.
- S. U. G (Wuxi) Machinery Co., Ltd.
- Dongguan S-Bright Hardwares Manufacturing Co., Ltd.
- Dongguan TERY Cutting Tools Co., Ltd.

3 Úprava povrchu SK

3.1 Broušení

Broušení je metoda obrábění. Broušením lze opracovat tvrdé materiály, které nelze opracovávat jinými technologiemi. Je to většinou dokončovací metoda. Brouší se rovinné, válcové, vnější i vnitřní plochy. Broušením lze získat vysokou jakost povrchu. Nástroj nemusí mít definovanou geometrii břitu. K broušení se používají brusné kotouče, brusné papíry nebo brusné pasty a prášky nebo pilníky. Na brusných kotoučích je brusný materiál upevněn v pojivu. Slinuté karbidy se dají brousit pomocí brusných kotoučů s diamantovým nebo SiC abrazivem. Broušení vnáší do povrchu tlaková zbytková napětí, přičemž brusné kotouče s SiC vnášejí vyšší tlaková napětí než kotouče s diamantovým abrazivem.[13]

3.2 Tryskání

Jedná se o proces, při kterém je tlakem vzduchu nebo vody hnáno abrazivo na povrch obrobku. Pomocí této metody lze čistit, odjehlovat nebo odrezovat obrobky. Metoda je velmi šetrná k životnímu prostředí, protože se jako abrazivo používají nejčastěji křemičité písky. Velkou výhodou je, že při otryskávání nedochází k vylučování kobaltu, proto je to metoda velmi vhodná pro slinuté karbidy s kobaltovým pojivem. [13]

3.3 Kartáčování

Na kartáčování se používá měkkých kartáčků, které jsou usazeny v podložce a jako abrazivní smáčedlo se používá diamantová pasta nebo diamantový granulát. Jednotlivá vlákna kartáče bývají buď z oceli, nebo z nylonu. Metoda vhodná je pro různé obráběcí nástroje. [13]

3.4 Magnetické dokončování

Tato metoda je velmi účinná pro zpracování povrchu. Obrobek se umístí mezi dva magnety. Mezera mezi magnetem a obrobkem se vyplní směsí magnetických a abrazivních částic. Tyto částice při pohybu obrobku mezi magnety jemně brousí jeho povrch. Pomocí této metody lze dosáhnout snížení povrchové drsnosti. [13]

3.5 Omílání

Omílání je metoda, kterou se pomocí omílacích tělísek vytváří lesklé povrchy, čistí součástky, nebo se odstraňuje koroze. Omílání je vhodné pro leštění povrchů dekoračních prvků jako klik dveří, úpravu povrchu kulových čepů kvůli snížení tření, ložisek ke snížení tření, povrchu ozubených kol nebo lopatek ke snížení odporu vzduchu. Omílací zařízení může nahradit zdlouhavou a náročnou práci při ručním broušení nebo leštění při stejné nebo i lepší kvalitě výsledné práce. [13]

3.5.1 Vibrační omílání

Omílání probíhá v bubnu, do kterého jsou vloženy obrobky, abrazivo, voda a chemické činidlo tzv. compound. Omílá se od 5 minut až do několika hodin. Vibračně se doporučuje omílat výrobky, které budou procházet ještě další povrchovou úpravou jako je lakování, pokovování a leštění, protože stabilizuje povrchy výrobků, vyrovnává tvrdost, čistí a zaobluje ostré hrany. Tvar omílacích tělísek, typ omílací kapaliny, frekvence vibrování a doba procesu se volí podle materiálu, tvaru a velikosti obrobku. [13]

3.5.2 Odstředivé omílání

Ke zlepšení jakosti povrchu dochází v sudovité otevřené nádobě, která je z vrchu otevřena. Nádoba má dno oddělené spárou od válcové plochy nádoby. Na bocích nádoby jsou překážky, které usměrňují pohyby omílacího média a obrobků, aby se o sebe stále otíraly. V době, kdy je

omílací zařízení vypnuté, leží obrobky a omílací tělíska na dně. Když se zařízení zapne, začne se dno otáčet. Vše, co je umístěné v nádobě, začne létat a tvořit uprostřed nádoby toroidní sloup. Odstředivé síly působící na obrobky a na omílací tělíska způsobují intenzivní opracování obrobku. Metoda je 20x účinnější než vibrační omílání. Dno zařízení se točí rychlostí 60 až 250 ot/min. Odstředivé omílání mokrou cestou se používá při odstraňování nečistot a koroze. K odstředivému omílání se používají média z plastu, keramiky, porcelánu, taveniny většinou ve formě krupek nebo kostek. [13]

3.5.3 Vlečné omílání

Při vlečném omílání jsou obrobky ukotvené v upínacím zařízení a vlečeny nádobou naplněnou omílacím médiem, zatímco rotují kolem své vlastní osy. Planetový pohyb obrobku, zajišťuje jednotný kontakt všech míst nástroje s médiem. Při tomto procesu je zamezen styk obrobků a jejich omílání je nejintenzivnější ze všech typů omílacích procesů. Proto je tento typ omílání vhodný i pro těžko obrobitelné materiály a používá se i pro úpravu nástrojů ze slinutých karbidů. [13]

3.6 Depozice tenkých vrstev

Deponované SK je možné aplikovat ve velkém množství oborů. Depozice SK byla vynalezena v šedesátých letech ve Švýcarsku. Nešlo ovšem o depozici obráběcích nástrojů, ale o tělo hodiněk. Deponované SK nabízejí řadu výhod:

- Pro řezání s deponovanými SK mohou být použity vyšší řezné rychlosti a lze provádět větší úběr materiálu
- Mají vyšší odolnost proti opotřebení
- Deponované SK mají vyšší chemickou stabilitu
- Jsou redukovány defekty bříty
- Vyšší životnost deponovaného nástroje snižuje náklady na přebrušování a zkracuje časy kdy je obráběcí stroj odstaven
- Depozicí vrstev lze dosáhnout vysoké kvality povrchu

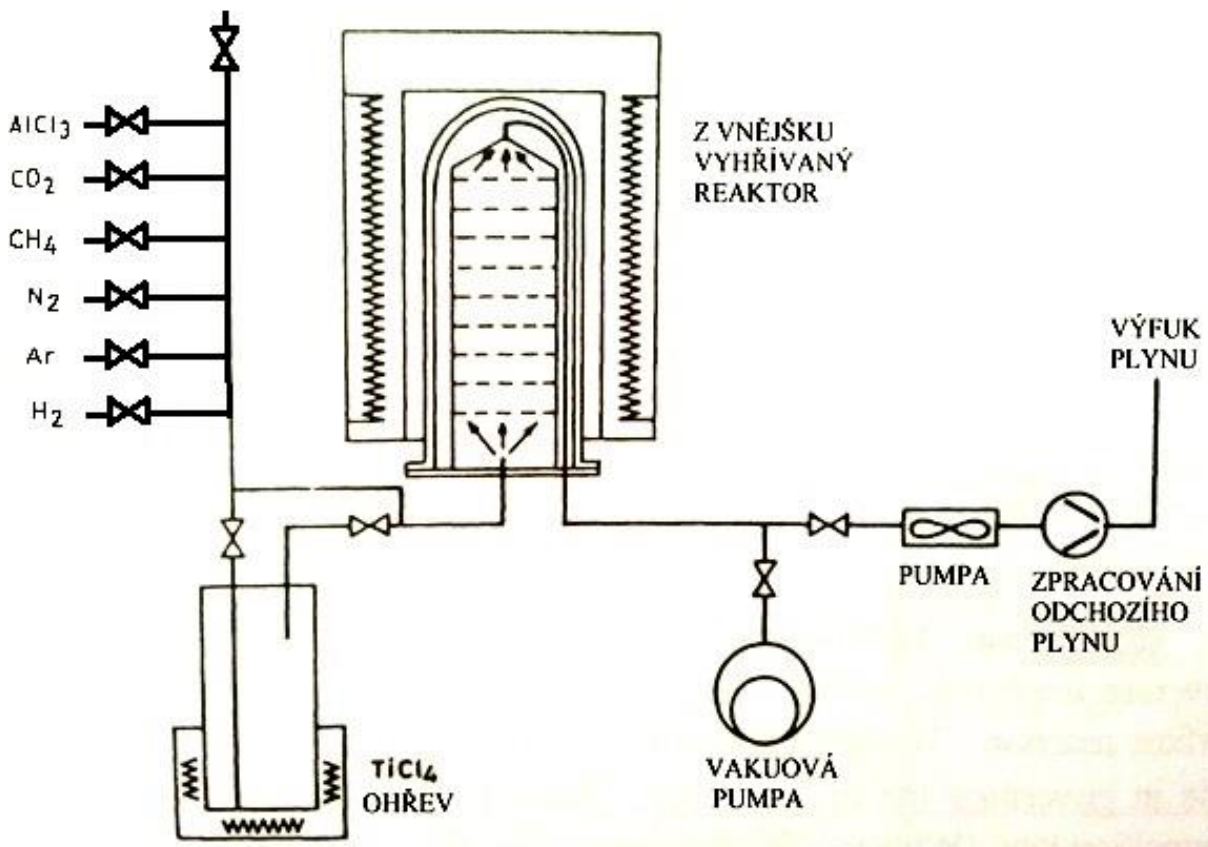
Vzhledem k těmto výhodám roste zájem o deponování SK. Aby byla vrstva co nejkvalitnější, je potřeba, aby fyzikální a chemické vlastnosti vrstvy i substrátu byly co nejpodobnější. Jde především o tepelnou vodivost, teplotní roztažnost a chemickou afinitu. Pokud tyto vlastnosti nevyhovují, je možné nadeponovat více vrstev s různými vlastnostmi. Deponované SK nejsou předmětem této práce. Metody jsou uvedeny pro úplnost teoretické části. [1]

Materiál vrstvy→ Materiál substrátu↓	TiC	Ti(C, N) TiN	TiC, Al ₂ O ₃	TiC, Ti(C, N)- TiN, Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	HfN
M15		X	X	X	X	X
P25	X	X	X			X
P40	X		X			
K10	X	X	X		X	

Tabulka 3: Tato tabulka zobrazuje vhodné vrstvy pro vhodné substráty [1]

3.6.1 CVD

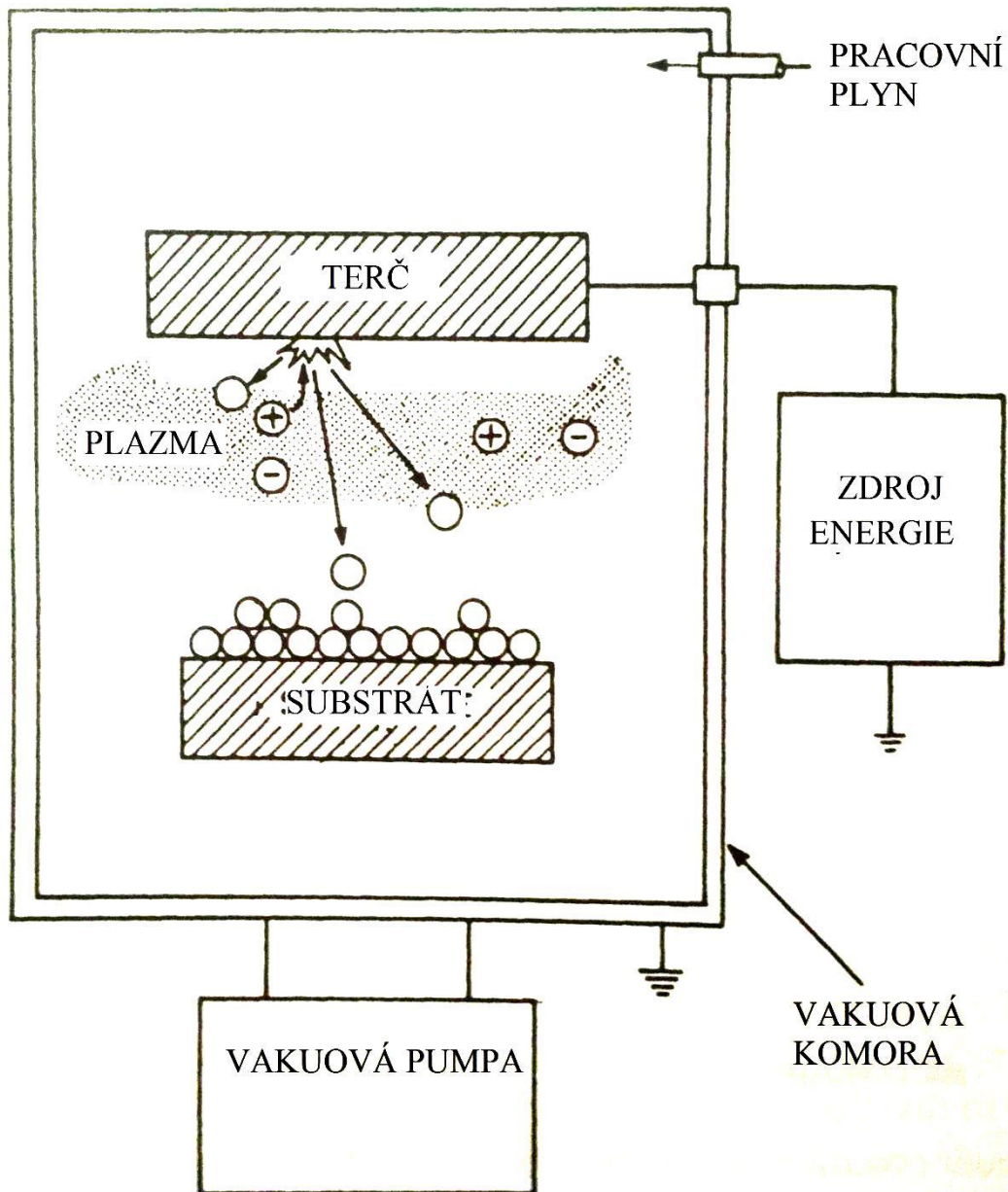
Jedná se o chemické napařování z plynné fáze. Metoda je založena na reakci plynných chemických sloučenin v plazmě, která se tvoří v bezprostřední blízkosti povrchu podkladu a následném uložení produktů heterogenní fáze na povrch substrátu. Je potřeba, aby plyn obsahoval stabilní prchavou sloučeninu, která se po dodání energie rozloží a její produkty se uloží na ohřátý povrch substrátu. Energie se dodává ohřevem, elektrickým obloukem nebo laserem. Výhodou tohoto procesu je vysoká odolnost povlaků vůči opotřebení, protože se tvoří silné vrstvy. Nevýhodou je vysoká teplota při deponování 950-1050°C. K deponování se používají toxické chloridy kovů. Doba deponování se pohybuje mezi 8-10h. [1,12,13]



Obrázek 3: Schéma CVD systému [1]

3.6.2 PVD

Jedná se o metodu fyzikálního napařování za nízkých teplot do 500°C. To je možné díky nízkému tlaku 0,1–1 Pa. Za tohoto tlaku dochází ke kondenzaci částic, které jsou uvolňovány ze zdroje částic fyzikálními metodami. Vrstvu tvoří jednotlivé dopadající atomy. Atomy jsou zachyceny na povrchu procesy absorpce. To znamená, že se pohybují na povrchu substrátu. Buď jsou zachyceny trvalou vazbou, nebo jsou zpětně uvolněny. Atomy se díky pohyblivosti po povrchu mohou spojit s jinými atomy. Vzniklé dohromady tvoří jádra, poté ostrůvky a nakonec souvislou plochu na povrchu substrátu. Výhodou metody je možnost deponovat ostré hrany s poloměrem zaoblení pod 20 μm . Nevýhody jsou: potřeba vytvořit prakticky vakuum a neustále pohybovat deponovaným předmětem, protože jinak by se vrstva nanasla nerovnoměrně na strany předmětu. Metoda byla původně určena pro nástroje z rychlořezné oceli. Provádí se napařováním, naprašováním, nebo iontovou implantací. [13]



Obrázek 4: Schéma PVD systému [1]

3.6.2.1 Naprašování

Deponovaný materiál je zapojen jako katoda a jeho povrch je bombardován ionty pracovního plynu. Atomy jsou takto odprašovány z povrchu terče a vytvářejí povlak na substrátu. Aby bylo možné částice odprašovat, musí být na katodu přiveden vysoký záporný potenciál. Poté je do komory vpuštěn pracovní plyn nejčastěji argon. Před terčem se zapálí doutnavý výboj. V tom okamžiku jsou urychlovány kladné ionty pracovního plynu a bombardují záporně nabitý terč. Dochází k odprašování částic z terče a jejich usazování na povrchu substrátu.[14]

Naprašování doutnavým výbojem rovinné diody

Terč je zapojen jako katoda a držák se substráty jako anoda. Terč slouží jako zdroj částic a sekundárních elektronů, které udržují doutnavý výboj. Výhodami této metody jsou snadná výroba terčů a široké spektrum materiálů použitelné pro výrobu terčů. Mezi nevýhody patří nízká rychlost depozice a nežádoucí ohřev substrátu. [14]

Magnetronové naprašování

Dochází k odprašování pevného terče, který je zapojen jako katoda magnetronového výboje. Výboj hoří v řídké atmosféře nejčastěji tvořené argonem. Pokud je spolu s argonem přiváděn kyslík nebo dusík, je možné vytvářet oxidy nebo nitridy. Nad záporně nabitým terčem je argonovým výbojem udržována plazma. Vhodně nastaveným magnetickým polem se docílí rozšíření plazmatu až k substrátu. Mezi výhody patří možnost odprašovat prakticky jakýkoliv materiál a možnost vytvářet více vrstev a gradientní vrstvy. Nevýhodou je nízká adheze povlaku k substrátu. [14]

3.6.2.2 Napařování

Napařování je založeno na odpařování materiálu z terče a kondenzaci par na substrátu. K odpařování se používá elektrický oblouk, elektronový paprsek, laser nebo odporový ohřev. Depoziční proces se uskutečňuje ve vakuu nebo v inertním či reaktivním plynu za nízkého tlaku. [14]

Obloukové napařování

K odpařování terče se využívá nízkonapěťový oblouk, který hoří mezi anodou (vakuovou komorou) a katodou (terčem). Zatímco na katodě hoří oblouk pouze bodově, na anodě hoří oblouk po celé ploše. Bodovým ohřevem je zajištěna vysoká lokální rychlost odpařování a ionizace odpařených částic. Ionizace částic má pozitivní vliv na adhezi vrstvy. Částice jsou směrem k substrátu urychlovány záporným předpětím, které je na substrát přivedeno. Mezi výhody patří krátký čas depozice. Nevýhodou je možnost deponovat pouze elektricky vodivé materiály. [14]

3.6.2.3 Iontová implantace

Povrch substrátu je bombardován urychlenými ionty, jejichž energie je úměrná zápornému předpětí. Mezi terčem a výbojem je pomocí výboje vytvořeno silné elektrické pole, jež uděluje iontům argonu energii na to, aby působily na povrchu substrátu čistícím účinkem. Poté je předpětí sníženo a dochází k odprašování látky terče. Látky vytvoří sloučeniny s reaktivními plyny. Díky iontovému čištění povrchu se deponované vrstvy velmi dobře drží na povrchu substrátu. Mezi výhody patří nízká teplota substrátu při depozici a velmi dobré mechanické vlastnosti deponované vrstvy. Mezi nevýhody patří obtížné nastavení výchozích parametrů a obtížné rovnoměrné bombardování povrchu.

4 Požadované vlastnosti SK pro řezné nástroje

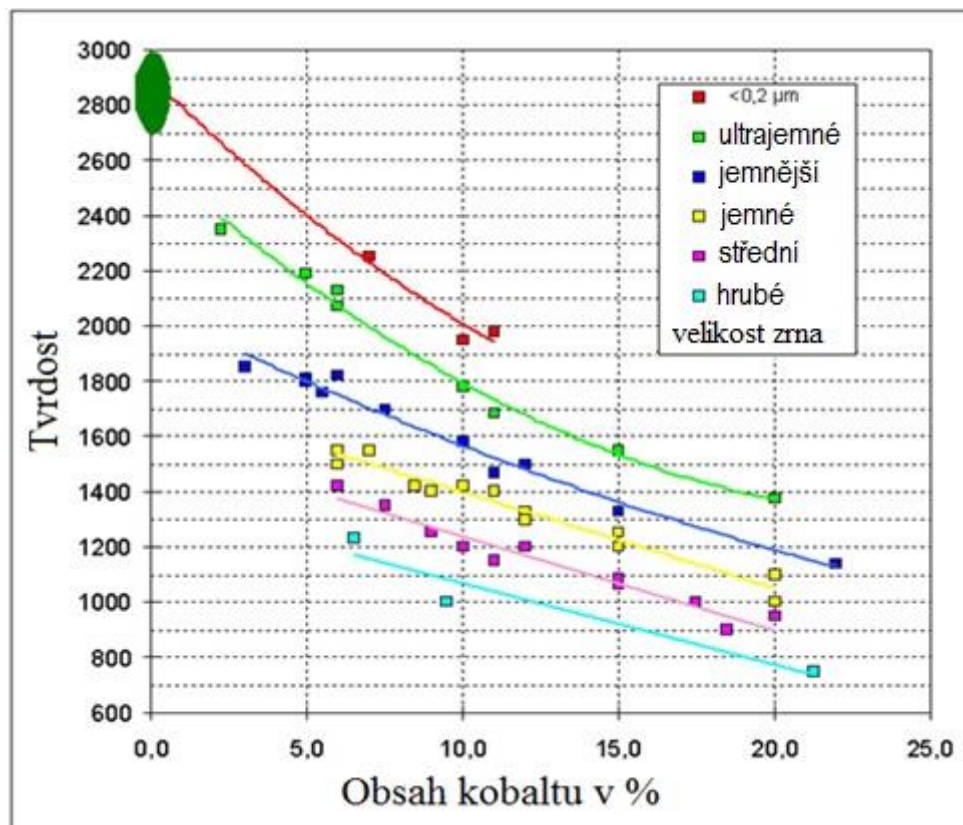
4.1 Úvod

Slinuté karbidy používané pro výrobu řezných nástrojů musí splňovat mnoho kritérií. Tyto kritéria se mění podle toho, který materiál je obráběn. Pro obrábění litiny nejsou kritéria příliš rozsáhlá, protože tříška je krátká a tak nedochází k tak vysokému tepelnému namáhání čela nástroje. Stačí tak slinutý karbid tvořený karbidem wolframu a pojivem. U ocelí je problém s dlouhou tříškou, kde dochází k většímu tepelnému zatěžování čela nástroje. Slinuté karbidy tak pro tuto aplikaci obsahují karbid titanu, který zvyšuje tepelnou odolnost. U austenitických ocelí dochází k mechanickému zpevňování během obrábění a tak na nástroj působí rázy, proto jsou pro jejich obrábění vhodné SK navíc obsahující karbid tantalu a niobu.

4.2 Tvrdost

Tvrdost je mechanická vlastnost definovaná jako odpor materiálu proti vniknutí cizího tělesa. U SK se tvrdost pohybuje v rozmezí 780-2125HV. Jedná se o velmi důležitou vlastnost u SK. Pomocí jednoduché zkoušky tvrdosti lze přibližně určit, o jaký SK se jedná, co se týče velikosti zrna.

Tvrdost SK závisí primárně na množství použitého pojiva a na velikosti zrn prášku. Bylo zjištěno, že tvrdost lineárně závisí na metalograficky změřené vzdálenosti mezi jednotlivými zrny karbidů. Tvrdost klesá při zvyšující se teplotě. Pokud má ale SK jemné zrno, tvrdost klesá pomaleji než u hrubozrnného SK. Přidáním karbidu titanu závisí tvrdost hodně na obsahu kobaltového pojiva. Pokud SK obsahuje kolem 10 % kobaltového pojiva, tvrdost do přibližně 6% obsahu karbidu titanu klesá. Při vyšším obsahu TiC už tvrdost začne zvyšovat. Pokud se přidá TaC a NbC do SK, kde nejsou TiC, tak tvrdost SK mírně klesá. Když se přidá TaC a NbC do SK, kde je např. 10% TiC, tak tvrdost mírně roste. Hlavním přínosem karbidů TiC, TaC a NbC je nárůst odolnosti SK proti plastické deformaci se vzrůstající teplotou. Je to zejména kvůli tomu, že za vysokých teplot začnou tvořit tyto SK komplexy tuhých roztoků s vysokou tvrdostí. Tyto komplexy tuhých roztoků tvoří řetězové struktury. Přidání Cr_3C_2 zvyšuje pevnost slinutého karbidu za vysokých teplot, protože působí jako inhibitor růstu zrna. [1,11]

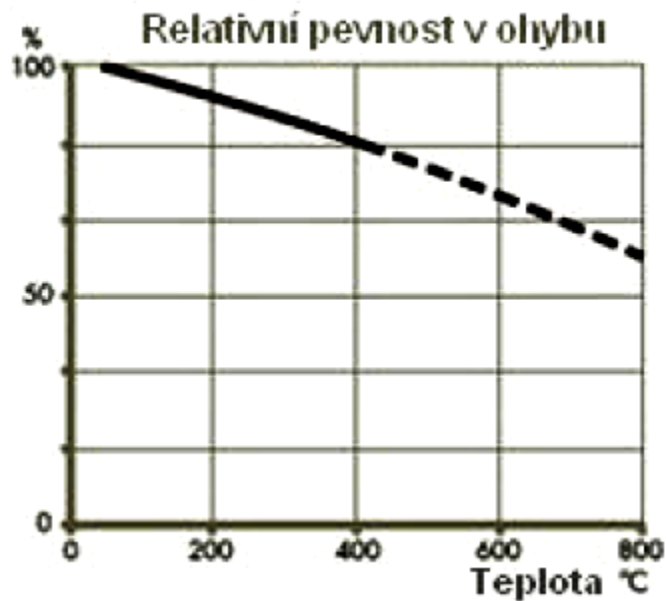


Tabulka 4: Závislost tvrdosti na obsahu kobaltu [18]

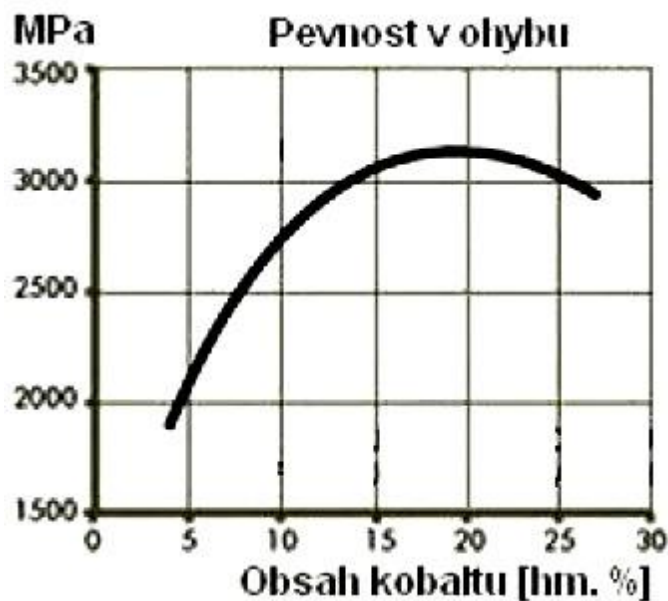
Pokud by se mělo jednat o SK, kde pojivo tvoří místo kobaltu nikl, do 6% je tvrdost SK prakticky totožná. Další zvyšování obsahu niklu už ale způsobuje ostrý pokles tvrdosti. Nejvyšší tvrdosti dosahují SK s pojivem ze slitiny železa, niklu a kobaltu. [1]

4.3 Pevnost v ohybu

Pevnost v ohybu se u SK používá namísto pevnosti v tahu hlavně proto, že slinuté karbidy jsou velmi křehké. Test je jednoduchý na provedení. Hodnota pevnosti v ohybu je kombinací pevnosti ve střihu, v tlaku a v tahu. Pro SK je hlavním měřítkem pevnosti. Nevýhodou těchto testů je velký rozsah experimentálních výsledků. Lomovou pevnost snižují různé heterogenity uvnitř materiálu. Např. různé shluky hrubých zrn WC. Lomovou houževnatost samozřejmě ovlivňuje hlavně obsah kobaltu a velikost zrna. Není to ovšem jako u tvrdosti. Např. u SK s 12 % kobaltu dosahují největší lomové pevnosti SK s karbidy o velikosti 3-4μm. Největší lomové pevnosti dosahují SK o obsahu kobaltu mezi 15-25%. Dále pevnost v ohybu klesá s vzrůstající teplotou. Pevnost v ohybu lze zvýšit pomocí izostatického lisování za vysokých teplot. S rostoucím obsahem TiC, TaC a NbC pevnost v ohybu klesá. [1,11]



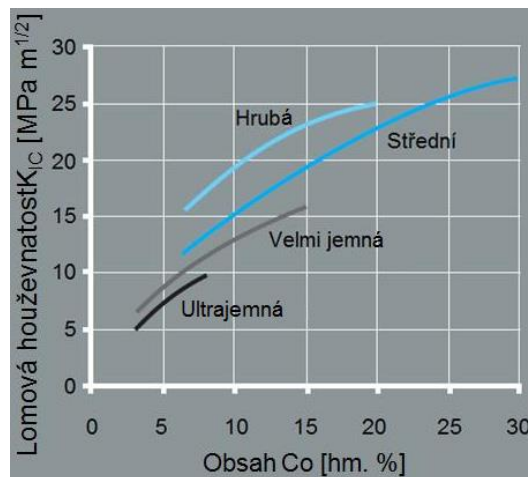
Graf 1: Závislost pevnosti v ohybu na teplotě SK [2]



Graf 2: Závislost pevnosti v ohybu na obsahu kobaltu v SK se střední velikostí zrna [2]

4.4 Lomová houževnatost

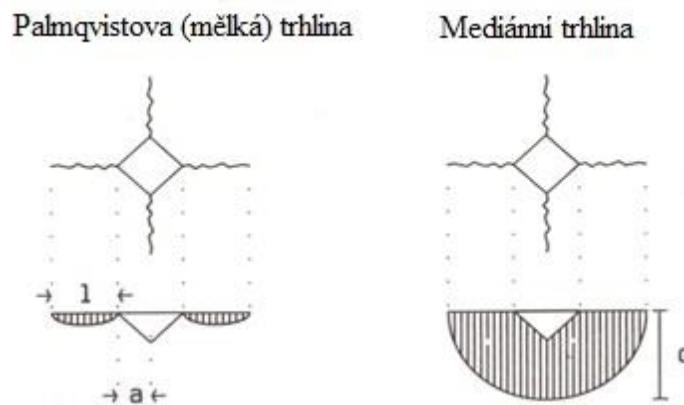
Lomová houževnatost je odolnost materiálu vůči šíření trhliny. Měření lomové houževnatosti je velmi složité. Velmi obtížně se používají standardní metody na přerušení materiálu. Je to způsobeno tím, že pro iniciaci trhliny je potřeba napětí, které je velmi blízké kritickému napětí. Používají se proto speciální zkoušky, které jsou určeny primárně pro keramické materiály, nebo se hodnoty dopočítávají z indentačních zkoušek. Často se lomová houževnatost dopočítává z trhlín po zkoušce tvrdosti dle Vickerse. Tyto hodnoty ale nejsou zcela relevantní, protože výsledná hodnota lomové houževnatosti je velmi závislá na úpravě povrchu, do kterého byl proveden vtisk. U SK lomová houževnatost roste s rostoucím obsahem kobaltu s a s rostoucí velikostí zrna. Do teplot 500-700°C je prakticky konstantní a poté prudce roste. S rostoucím obsahem TiC lomová houževnatost klesá.



Graf 3: Závislost lomové houževnatosti na obsahu kobaltu a velikosti zrn [19]

4.4.1 Měření lomové houževnatosti indentační metodou

Jak již bylo naznačeno v předchozí kapitole lomová houževnatost doložená z délek trhlin v rozích vtisku pro měření tvrdosti dle Vickerse. Existuje několik možných formulí podle, podle kterých lze lomovou houževnatost doložit. V první řadě je potřeba vědět zda se jsou trhliny v rozích vtisku mělké (Palmqvistovi) nebo mediální, protože podle toho se určí formule pomocí, kterých se bude lomová houževnatost počítat. Existuje mnoho různých výpočtových formulí. V následujících podkapitolách jsou uvedeny pouze některé z nich.



Obrázek 5: Mělká (Palmqvistova) a mediální trhlina [20]

4.4.1.1 Výpočet lomové houževnatosti dle Palmqvista

Vztah pro výpočet lomové houževnatosti dle Palmqvista

$$W_k = 0,0028 \times \sqrt{HV} \times \sqrt{W_g}$$

Kde:
$$W_g = \sqrt{\frac{F}{\Sigma L}}$$

W_k – Lomová houževnatost dle Palmqvista [$\text{NM/m}^{3/2}$]

W_g – Palmqvistova houževnatost [N/mm]

HV – tvrdost dle Vickerse [-]

F – indentační zatížení [N]

ΣL – suma délek trhlin [mm]

Pro výpočet lomové houževnatosti dle Palmqvista musí být trhliny mělké.

4.4.1.2 Výpočet lomové houževnatosti dle Shettyho

Vztah pro výpočet lomové houževnatosti dle Shettyho:

$$K_{IC} = 0,150449 \times \sqrt{\frac{HV}{\Sigma L}}$$

Kde:

K_{IC} – lomová houževnatost [NM/m^{3/2}]

HV – tvrdost dle Vickerse [-]

Pro výpočet lomové houževnatosti dle Shettyho musí být trhliny mělké.

4.4.1.3 Výpočet lomové houževnatosti dle Evans & Charlese

Vztah pro výpočet lomové houževnatosti dle Evans & Charlese:

$$K_{IC} = 0,16 \times \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,5} \times HV \times a^{0,5}$$

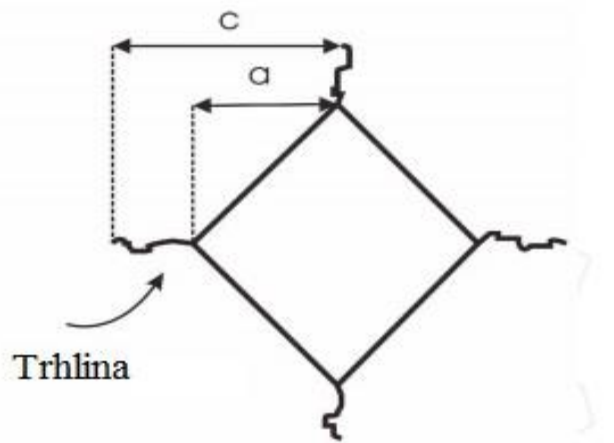
Kde:

K_{IC} – lomová houževnatost [NM/m^{3/2}]

a – polovina úhlopříčky vtisku [μm]

c – součet poloviny délky vtisku + délka přilehlé trhliny [μm]

HV – tvrdost dle Vickerse [-]



Obrázek 6: Grafické znázornění veličin a, c [21]

Při výpočtu lomové houževnatosti dle Evans & Charlese se uvažuje, že trhlina je mediánní.

4.4.1.4 Výpočet lomové houževnatosti dle Nihary

Vztah pro výpočet lomové houževnatosti dle Nihary:

$$K_{IC} = 0,067 \times \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,4} \times HV \times a^{0,5} \times \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,5}$$

Kde:

K_{IC} – lomová houževnatost [$\text{NM/m}^{3/2}$]

E – Youngův modul pružnosti [MPa]

a – polovina úhlopříčky vtisku [μm]

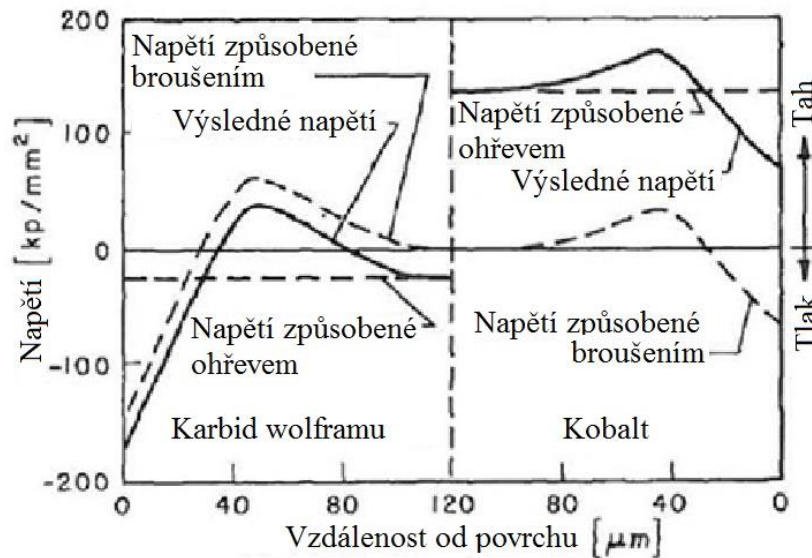
c – součet poloviny délky vtisku + délka přilehlé trhliny [μm]

HV – tvrdost dle Vickerse [-]

Při výpočtu lomové houževnatosti dle Nihary se uvažuje, že trhliny jsou mediánní.

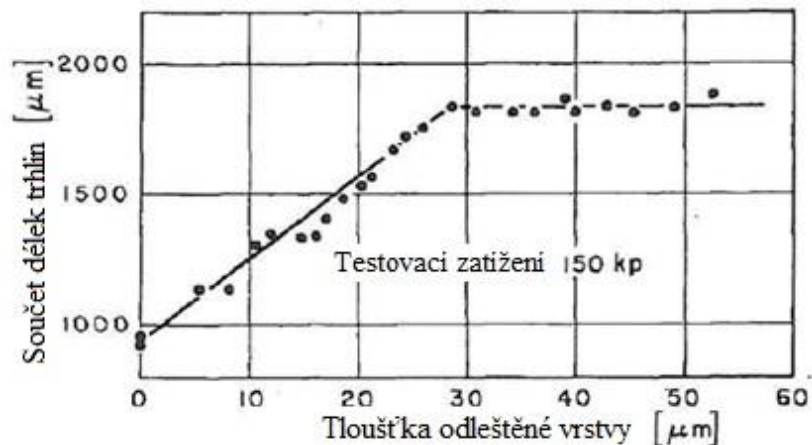
4.4.2 Vliv úpravy povrchu na sumu délek trhlín

Hodnota lomové houževnatosti dopočtená podle dostupných výpočtových formulí je značně závislá na délce trhlín. Hodnota lomové houževnatosti je však udávána pro celý objem materiálu a ne jen pro jeho povrch. Slinuté karbidy se nejčastěji upravují broušením, které vnáší do povrchu značná tlaková pnutí. Tudíž je potřeba povrch upravit, aby se vlastnosti materiálu v povrchu nelišily od vlastností základního materiálu. Pokud se provede vtisk do povrchu, ve kterém jsou zbytková napětí, pak se trhliny v rozích vtisku budou šířit jinak, než kdyby byl povrch bez zbytkových napětí. Je proto potřeba úpravě povrchu věnovat zvýšenou pozornost.



Graf 4: Závislost zbytkových napětí v povrchu po broušení [22]

Postupným odlešťováním dochází k odstraňování vrstvy se zbytkovým napětím. Tím dochází k postupnému zvyšování délek trhlin naměřených v rozích vtisku po měření tvrdosti dle Vickerse. Pokud se odleští určitá hloubka vrstvy z povrchu, součet délek trhlin začne mít přibližně konstantní hodnotu. V takové hloubce by již měly být minimální zbytková napětí a vypočtená hodnota lomové houževnatosti by měla být minimálně ovlivněna zbytkovými napětími.



Graf 5: Součet délek trhlin v závislosti na odleštěné vrstvě [22]

Další možností jak povrch zbavit zbytkových napětí je tepelné zpracování. S ohledem na vlastnosti (tepelná vodivost, houževnatost SK) se doporučuje pouze žíhání. Tato technologie se bude skládat z postupného ohřevu na optimální teplotu, z dostatečné výdrže a následného pozvolného ochlazení.

Norma pro měření houževnatosti dle Palmqvista ISO 28079 uvádí další možnosti tepelného zpracování pro snížení zbytkového napětí.

4.5 Modul pružnosti v tahu

Modul pružnosti v tahu klesá se zvyšující velikostí zrna a se zvyšujícím se obsahem kobaltového pojiva. Hodnota modulu pružnosti se u SK pohybuje mezi 440÷670 GPa. [2]

5 Teplotní a chemické zatěžování

5.1 Difúzní opotřebení

Při difúzním opotřebení dochází k difúzi atomů mezi čelem břitu nástroje a třískou. Závisí na rozpustnosti materiálu nástroje v obráběném materiálu a na teplotě břitu dosažené při obrábění. Důležité také je, že tříska vyvozuje tlak na čelo a plochy čela a třísky jsou chemicky čisté, což též urychluje difúzi. Teplota je závislá hlavně na rychlosti obrábění. Rychlost obrábění je tedy primárně omezená difúzním opotřebem. K difúznímu opotřebení jsou nejvíce náchylné nástroje z WC-Co. Proto se nepoužívají při obrábění ocelí, kdy se tvoří dlouhá tříska. Obrábění ocelí těmito nástroji není nemožné, ale je neefektivní, protože by musela být nízká rychlost obrábění. Řešením tohoto problému je používání SK o složení WC-TiC-Co. TiC dodává materiálu dostatečnou chemickou stabilitu a omezuje tak jeho rozpouštění během obrábění. Snižuje též difúzi uhlíku z SK do třísky. TiC a WC tvoří tuhý roztok, který má lepší chemickou stabilitu za vysokých teplot. Přidání TiC ale snižuje pevnost materiálu. Pro náročné obrábění ocelí tak není vhodné. SK vhodný pro takové aplikace musí obsahovat jak WC, tak tuhý roztok WC-TiC. WC a WC-TiC musí být ve struktuře rovnoměrně rozmístěny, aby došlo k minimalizaci difúzního opotřebení. [1,23]

5.2 Odolnost proti tepelným šokům

Slinuté karbidy jsou vůči tepelným šokům odolný materiál, jsou proto vhodné pro přerušované obrábění. Tepelné šoky vznikají při obrábění s přívodem rezné kapaliny a vrtání skal. Bylo zjištěno, že slinuté karbidy WC-Co mají největší odolnost proti tepelným šokům. S vzrůstajícím obsahem kobaltu roste i jejich odolnost proti tepelným šokům pravděpodobně vlivem vyšší tepelné vodivosti kobaltu. Slinutý karbid WC-TiC-Co složený ze dvou fází má výrazně nižší odolnost vůči tepelným šokům oproti WC-Co. Naproti tomu třífázový slinutý karbid WC-TiC-Co má sice nižší odolnost proti tepelným šokům než WC-Co, ale mnohem vyšší než dvoufázový WC-TiC-Co. [1,11]

Podíl jednotlivých složek v %						Velikost zrna (μm)	Tvrdost (Hv)	Odolnost proti tepelnému namáhání (W/m)	Odolnost proti tepelným šokům ΔT (K)
WC	TiC/ TiN	TaC	Mo ₂ C Others	Co	Ni				
95.0	3.0	2.0	0	0	0	1-2	1930	1.8x(10) ⁴	550
91.0	4.0	0	0	5.0	0	1-2	1670	3.7	550
93.5	0	0	0	6.5	0	1-2	1520	4.1	600
91.0	0	0	0	9.0	0	1-2	1300	4.8	800
92.0	0	0	0	8.0	0	3-7	1210	4.9	>900
87.5	0	0	0	12.5	0	3-7	1030	4.3	>900
91.5	3.0	1.0	0	4.5	0	1	1970	2.3	500
90.5	3.0	1.0	0	5.5	0	1	1870	2.2	500
78.5	5.0	10.0	0	6.5	0	1-2	1720	2.1	600
88.2	0	0	0.8	11.0	0	0.6	1560	4.3	700
83.0	0	2.0	0	15.0	0	1-2	1170	4.9	900
92.0	0	0	0	0	8.0	1-2	1390	3.8	700
80.0	1.0	1.0	2.0	0	15.0	1	1310	3.6	700
75.5	2.0	0.5	4.0	0	18.0	1	1290	3.3	600
20.0	46.0	6.0	12.0	0	16.0	1-2	1470	1.7	600

Tabulka 5: Odolnost proti tepelným šokům v závislosti na složení SK [1,11]

5.3 Oxidace

Během obrábění jsou nástroje vystavovány teplotě mezi 600-1000°C. Při těchto teplotách hraje velkou roli v životnosti nástroje oxidace. Oxidace napadá karbidy i pojivo. Pokud SK

obsahuje WC a kobaltové pojivo, tvoří se oxidy WO_3 , $CoWO_4$, CoO , Co_2O_3 a Co_3O_4 . Pokud je pojivem nikl, tvoří se oxidy NiO , Ni_2O a Ni_2O_3 . Oxidy mohou tvořit na povrchu substrátu porézní vrstvu. Oxidace vzniká na hřbetu nástroje v místě, kde vychází ze záběru s obrobkem. Vlivem intenzivní oxidace vzniká v tomto místě oxidační rýha. Pokud se rýha prohlubuje, může dojít k prolomení výmolu, který vzniká na čele nástroje difúzním opotřebením. Tento jev je doprovázen zhoršenou kvalitou obráběného povrchu a vede k ukončení trvanlivosti bříty. Slinuté karbidy s niklovým pojivem jsou méně odolné proti oxidaci než SK s kobaltovým pojivem. [1,23]

5.4 Koroze

Kobalt je nejpoužívanější pojivo při slinování karbidů, protože nejefektivněji smáčí zrna karbidů během tekuté fáze slinování. Je nejvhodnější také proto, že odstraňuje zbytkovou poróznost a slinuté karbidy s kobaltovým pojivem dosahují nejlepších hodnot pevnosti a houževnatosti. Ke korozi slinutých karbidů dochází primárně reakcí kobaltu s korozním činidlem. Karbidy jsou více odolné korozi. Dochází k tomu, že je mezi zrny karbidů rozpouštěno kobaltové pojivo. Karbidy jsou nechráněné a dochází ke zhrubnutí povrchu. Tento jev způsobuje rychlejší opotřebenění nástroje a odlupování povrchu. Zpomalit to lze použitím jemnějších zrn karbidů nebo nižším obsahem pojiva. Během tekuté fáze slinování mohou jemné částice karbidu wolframu rozpouštět v kobaltu a tím zvyšovat korozní odolnost.

Slinuté karbidy mají velmi dobrou korozní odolnost vůči acetonu, etanolu, benzínu, organickým roztokům, zásadám, slabým kyselinám a vodě. Vystavení silným kyselinám způsobuje rychlé rozpouštění pojiva. Obecně lze říct, že s klesající hodnotou pH klesá též korozní odolnost. Korozní odolnost též ovlivňuje teplota a elektrická vodivost korozního činidla.

Legováním kobaltu lze zvýšit korozní odolnost. Leguje se chromem, molybdenem nebo niklem. Pro určité aplikace se používá jako pojivo čistý nikl. Používá se při výrobě rozvodů kapalin hlavně škrťících ventilů, trysek nebo ložisek.

Nejlepší chemickou odolnost mají pojiva legované chromem, ale u takového pojiva klesá s množstvím chromu pevnost. Dochází k pasivaci pojiva, ale vzniká fáze η . [1,24]

5.4.1 Odolnost karbidů proti korozi v závislosti na pH

Odolnost slinitých karbidů s WC proti korozi v závislosti na pH prostředí		
Hodnota pH	WC + kobaltové pojivo	WC + niklové pojivo
12	Velmi dobrá	Velmi dobrá
11		
10		
9	Dobrá	
8		
7		
6	Slabá	
5	Velmi slabá nebo žádná odolnost	Dobrá
4		
3		Dostatečná
2		
1		Slabá
0		

Tabulka 6: Odolnost SK proti korozi v závislosti na pH [23]

5.4.2 Koroze slinitých karbidů WC-Co

Výsledkem heterogenní struktury slinitých karbidů je galvanická interakce mezi pojivem a zrný karbidů. Kontakt mezi Co a WC v kompozitu vede k vytvoření galvanického článku, jehož výsledkem je zesílené, anodické rozpouštění kobaltu. Na WC dochází ke katodické redukci vodíku nebo kyslíku, tudíž dochází k lokálnímu nárůstu pH prostředí. To způsobuje chemickou nestabilitu WC. Nicméně se karbid wolframu primárně nerozpouští, ale dochází k jeho uvolňování při rozpouštění pojiva. Vzhledem k heterogenní mikrostruktuře je koroze SK velmi komplexním problémem.

Pojivem v těchto SK nebývá čistý kobalt, ale jedná se o slitinu kobaltu, wolframu a uhlíku, respektive jejich tuhý roztok. Taková slitina již bude mít odlišnou korozní odolnost než čistý kobalt.

Při aplikaci slinitých karbidů na řezné nástroje dochází ke korozním problémům hlavně při obrábění mokrého dřeva a vlivem mořské vody např. při hloubení ropných vrtů na dně moře.[25,26]

5.4.2.1 Prostředí mořské vody

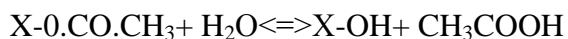
V mořské vodě je velká koncentrace solí. Díky tomu je mořská voda elektricky vodivá a zároveň obsahuje značné množství chloridových iontů, které mají korozní účinek. pH mořské vody se pohybuje kolem 8. Hodnota pH a složení mořské vody kolísá podle toho, kde je vzorek mořské vody odebrán. Přibližné složení mořské vody je uvedeno v následující tabulce.[25,26]

Sůl	Molekulární hmotnost	G/kg roztoku
NaCl	58.44	23.926
Na ₂ SO ₄	142.04	4.008
KCl	74.56	0.677
NaHCO ₃	84.00	0.196
KBr	119.01	0.098
H ₃ BO ₃	61.83	0.026
NaF	41.99	0.003

Tabulka 7: Složení mořské vody [24]

5.4.2.2 Prostředí syrového dřeva

Kapalina vyskytující se v mokřém dřevě není neutrální. Syrové dřevo je kyselé. Základní složkou dřeva je celulóza, což je polysacharid. Polysacharid je polymer tvořený molekulami cukru spojenými do dlouhých řetězců. Každá molekula cukru obsahuje středně bazický hydroxylový radikál. Tento hydroxylový radikál tvoří s radikály octové kyseliny estery. Za přístupu vody, kterou dřevo přirozeně obsahuje, probíhá hydrolýza. Výsledkem hydrolýzy je vznik volného hydroxylového radikálu a kyseliny octové. [29]



Kde X je jednotka cukru v řetězci polymeru.

Tato reakce způsobuje kyselou povahu dřevní vlhkosti. Kyselina octová je těkavá a tak reakce neustále pomalu probíhá. Acetylové radikály tvoří 1-6% suché hmotnosti dřeva a jsou více obsaženy v tvrdém než v měkkém dřevě. Procento acetylových radikálů je určující pro množství kyseliny octové, které se může vytvořit. Množství je dále ovlivněno teplotou a vlhkostí dřeva. Množství vyprchané kyseliny závisí hlavně na tvaru kusu dřeva. Mimo kyselinu octovou obsahuje dřevo i jiné kyseliny, jako je mravenčí, propionová a kyselinu máselnou. Jejich efekt je oproti kyselině octové bezvýznamný. [29]

Hodnota pH je různá pro různé typy dřev. V následující tabulce jsou uvedeny vybrané dřeviny a jejich typické pH. Hodnoty pH jsou závislé na vlhkosti skladovacího prostoru a době skladování. Obecně platí, že čím déle je dřevo skladováno ve vlhkém prostoru, tím je dřevo kyslejší. Proto jsou v následující tabulce uvedeny různé hodnoty pH pro stejnou dřevinu.

Druh dřeva	Typické hodnoty pH
Dub	3,35;3,45;3,85;3,9
Kaštanovník	3,4;3,45;3,65
Buk	3,85;4,2
Bříza	4,85;5,05;5,35
Douglaska	3,45;3,55;4,15;4,2
Teka	4,65;5,45
Červený cedr	3,45
Borovice	5,2-8,8
Smrk	4,0;4,45
Jilm	6,45;7,15
Vlašský ořech	4,4;4,55;4,85;5,2

Tabulka 8: pH dřevin [28]

6 Experimentální program

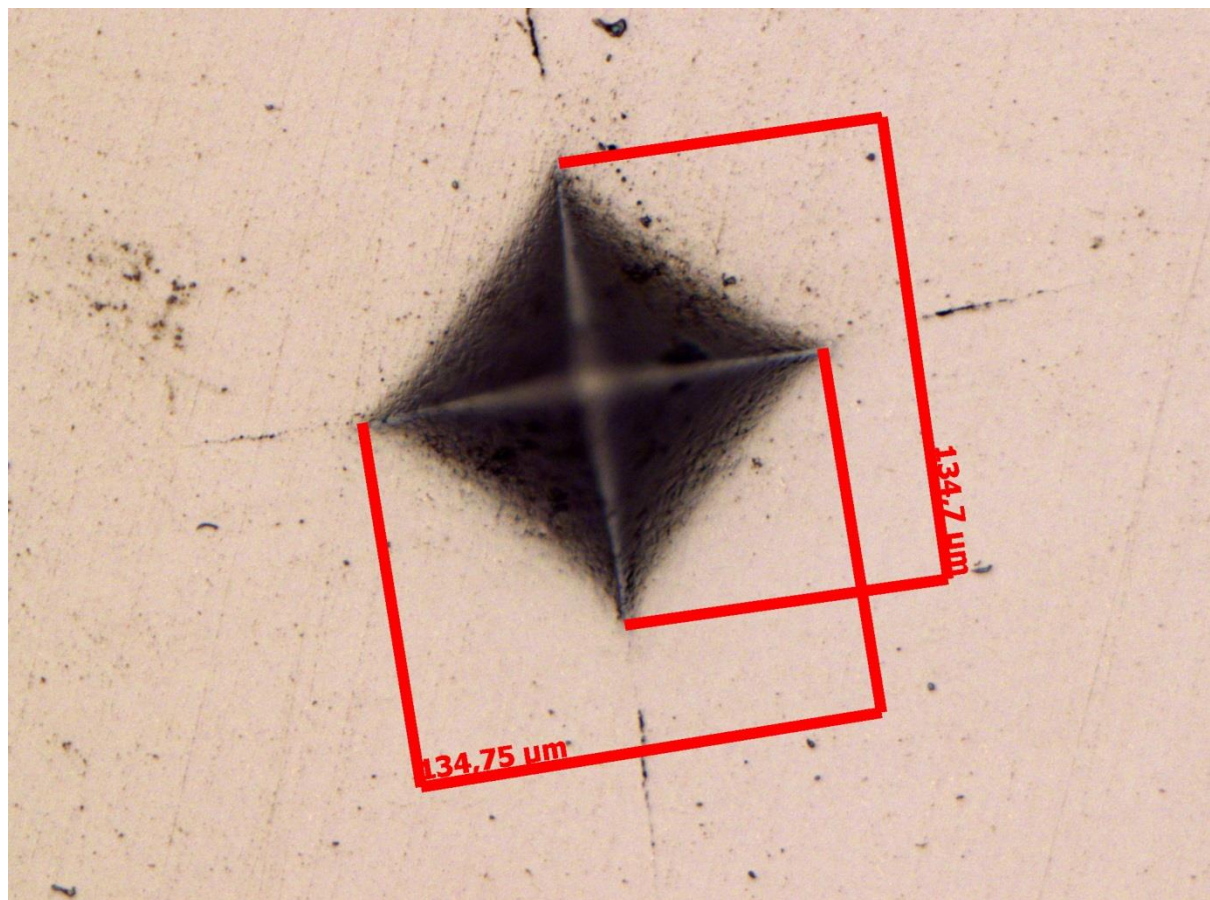
6.1 Použité materiály

Pro provedené experimenty byly zvoleny tři slinuté karbidy velmi podobného složení od tří různých výrobců. Všechny tři vybrané druhy mají 90% karbidu wolframu o velikosti zrn 0,5-0,8 μ m a 10% kobaltového pojiva. SK tohoto složení a struktury jsou velmi používané pro výrobu rezných nástrojů. Přes stejné složení se mohou lišit procesem výroby například dobou slinování, použitou kapalinou při míchání v attritoru atd. Mohou proto mít odlišné mechanické i fyzikální vlastnosti. Materiály budou značeny A, B a C. Materiál C je levnou čínskou alternativou k Evropě dostupným materiálům A a B.

6.2 Zkoumání hloubkového tvaru trhlin v rozích vtisků po indentační zkoušce Vickers

6.2.1 Úvod

Tvar trhlin je důležitý pro to, jaká metoda se použije pro dopočítání lomové houževnatosti z délek trhlin po měření tvrdosti dle Vickerse. Zatímco metoda dle Shettyho a metoda dle Palmqvista počítají s tzv. mělkou trhlínou, metoda Evans & Charles počítají s mediální neboli hlubokou trhlínou. Vzorky tří typů slinutých karbidů byly zality a následně vyleštěny pomocí diamantové pasty se zrny o velikosti 9 μ m. Do vyleštěného povrchu byly provedeny dva kontrolní vtisky. Vtisky byly následně dokumentovány na světelném mikroskopu. Na vtiscích byly měřeny úhlopříčky. Po každém zdokumentování a změření vtisků byly vzorky leštěny pomocí diamantové pasty se zrny o velikosti 9 μ m po dobu přibližně 10 minut. Pomocí leštění by se měla postupně odstraňovat vrstva na povrchu a zároveň by nemělo docházet k jeho výrazným deformacím. Po každém odleštění byly vtisky opět zdokumentovány a byly změřeny jejich úhlopříčky.



Obrázek 7: Měření úhlopříčky

Ze zkracujících délek úhlopříček je možné dopočítat přibližně tloušťku odleštěné vrstvy z povrchu dle následujícího vzorce:

$$b = \frac{D - d}{2 \times \operatorname{tg} \alpha}$$

Kde:

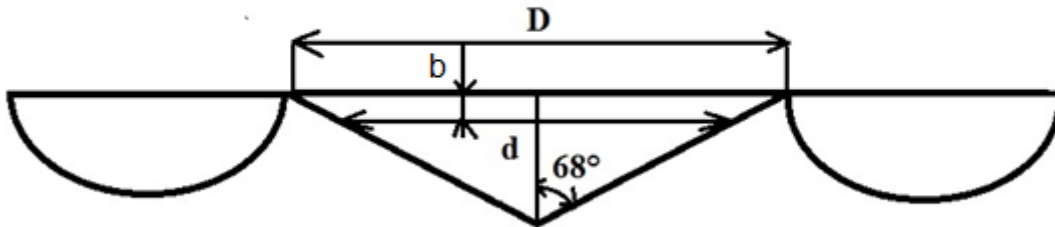
D – úhlopříčka vtisku před odleštěním vrstvy [μm]

d – úhlopříčka vtisku po odleštění vrstvy [μm]

b – je tloušťka odleštěné vrstvy [μm]

α – polovina úhlu na hrotu indentoru tj. 68°

Na následujícím obrázku je naznačen předpokládaný tvar trhlin a jsou zakótovány symboly obsažené v rovnici.



Obrázek 8: Předpokládaný tvar trhlin a kótování rozměrů použitých v rovnici.

Na následujících stránkách jsou obrázky vtisků. V tabulce jsou uvedeny tloušťky odleštěných vrstev. Byly prověřeny tři materiály, které mají stejné složení, tj. 90% karbidu wolframu a 10% kobaltového pojiva, a zároveň mají obdobně velká zrna karbidů mezi (0,5-0,8 μm). U každého materiálu byly provedeny dva kontrolní vtisky.

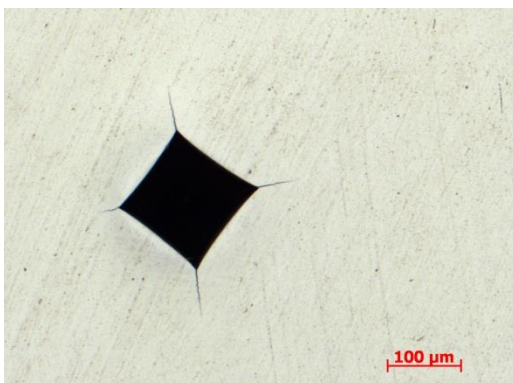
6.2.2 Materiál A

1. vtisk

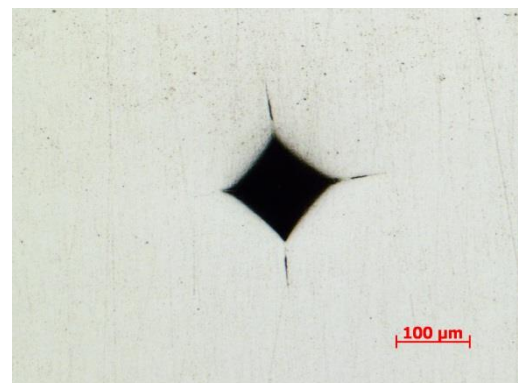
	Fáze odlešťování	Materiál A 1. vtisk	
		Odebraná vrstva během fáze	Odebraná vrstva celkem
Tloušťka odebrané vrstvy [μm]	1.	7,00	7,00
	2.	3,36	10,36
	3.	4,38	14,74
	4.	6,11	20,85
	5.	4,69	25,53
	6.	4,43	29,96
	celkem	29,96	

Tabulka 9: Tloušťky odleštěných vrstev

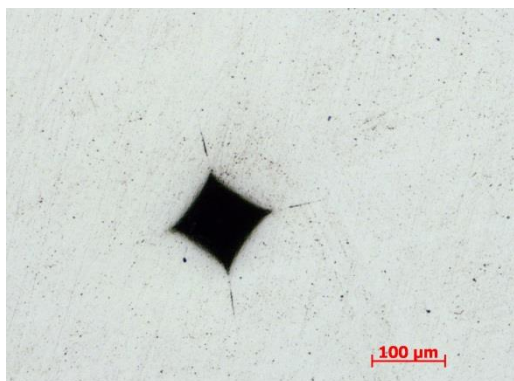
Obrazová dokumentace – 1. vtisk



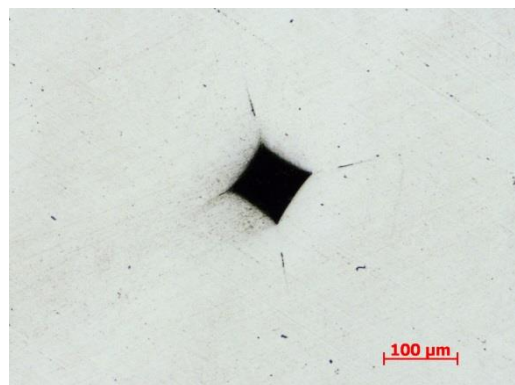
Obrázek 9: Vtisk bez odleštění



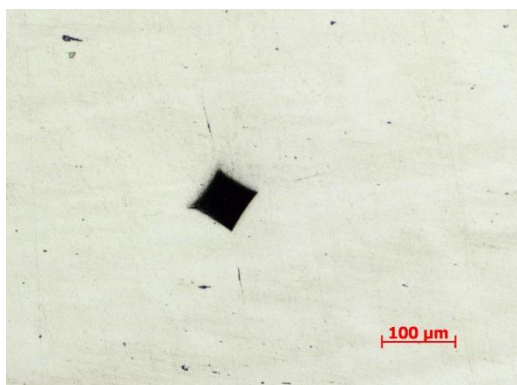
Obrázek 10: Vtisk po 1. fázi odlešťování



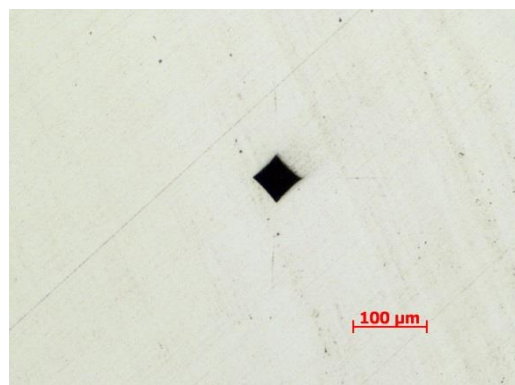
Obrázek 11: Vtisk po 2. fázi odlešťování



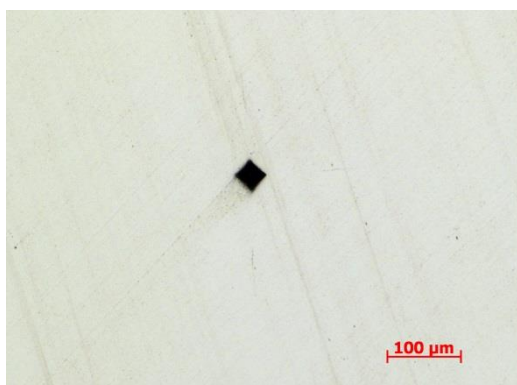
Obrázek 12: Vtisk po 3. fázi odlešťování



Obrázek 13: Vtisk po 4. fázi odlešťování



Obrázek 14: Vtisk po 5. fázi odlešťování



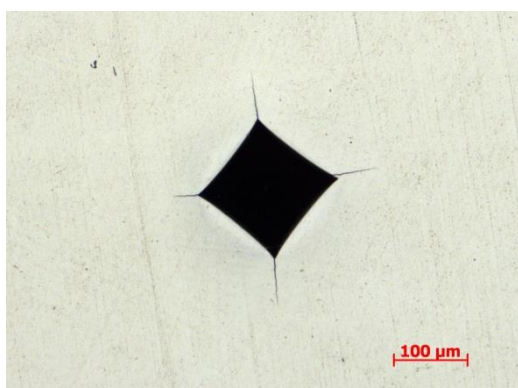
Obrázek 15: Vtisk po 6. fázi odlešťování

2. vtisk

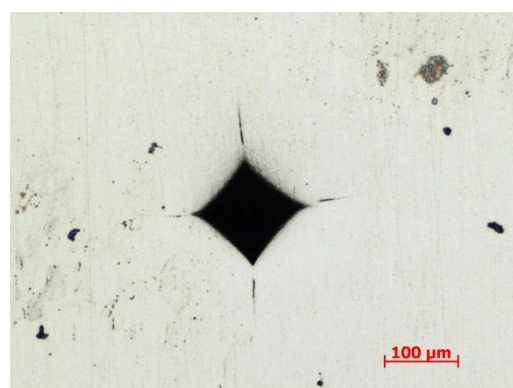
	Fáze odlešťování	Materiál A 2. vtisk	
		Odebraná vrstva během fáze	Odebraná vrstva celkem
Tloušťka odebrané vrstvy [μm]	1.	7,23	7,23
	2.	3,86	11,09
	3.	3,64	14,73
	4.	11,24	25,96
	5.	5,35	31,31
	6.	2,81	34,13
	celkem	34,13	

Tabulka 10: Tloušťky odleštěných vrstev

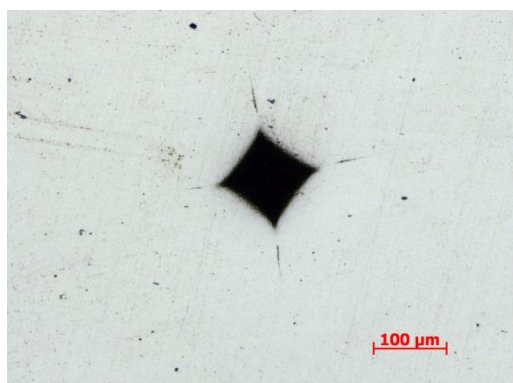
Obrazová dokumentace – 1. vtisk



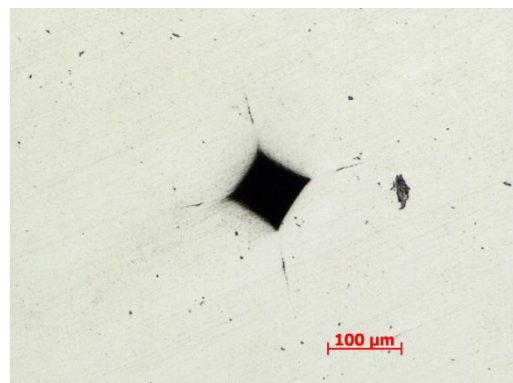
Obrázek 16: Vtisk bez odleštění



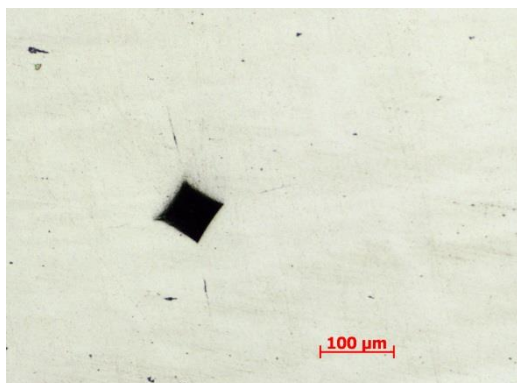
Obrázek 17: Vtisk po 1. fázi odlešťování



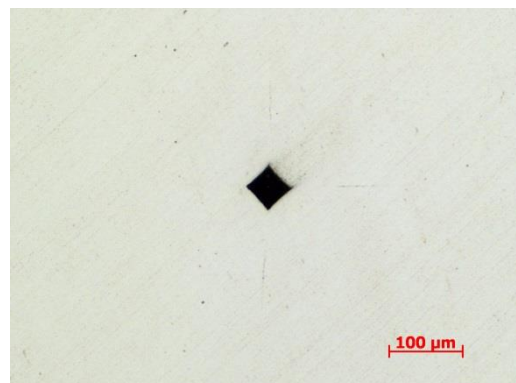
Obrázek 18: Vtisk po 2. fázi odlešťování



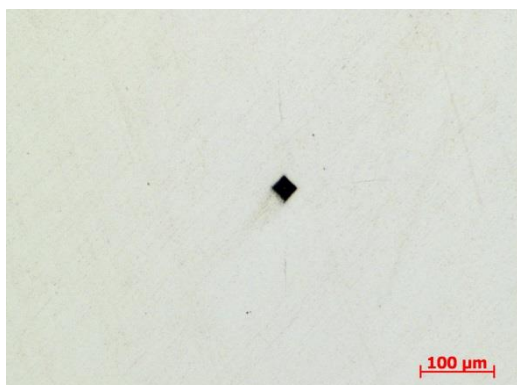
Obrázek 19: Vtisk po 3. fázi odlešťování



Obrázek 20: Vtisk po 4. fázi odlešťování



Obrázek 21: Vtisk po 5. fázi odlešťování



Obrázek 22: Vtisk po 6. fázi odlešťování

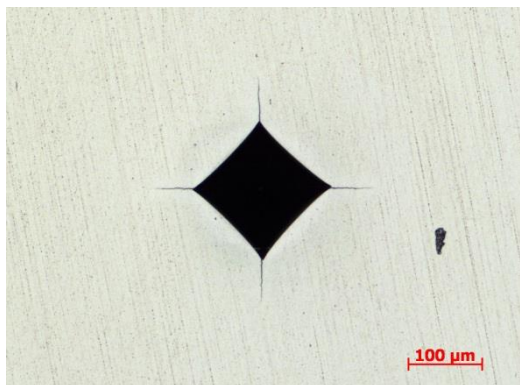
6.2.3 Materiál B

1. vtisk

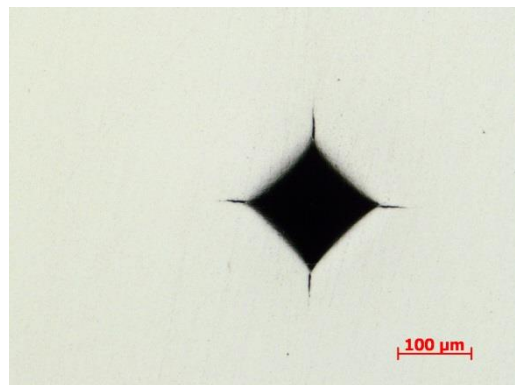
	Fáze odlešťování	Materiál B 1. vtisk	
		Odebraná vrstva během fáze	Odebraná vrstva celkem
Tloušťka odebrané vrstvy [μm]	1.	1,54	1,54
	2.	2,14	3,67
	3.	2,43	6,10
	4.	5,80	11,89
	5.	4,06	15,96
	6.	2,57	18,53
	7.	4,78	23,30
	celkem	23,30	

Tabulka 11: Tloušťky odleštěných vrstev

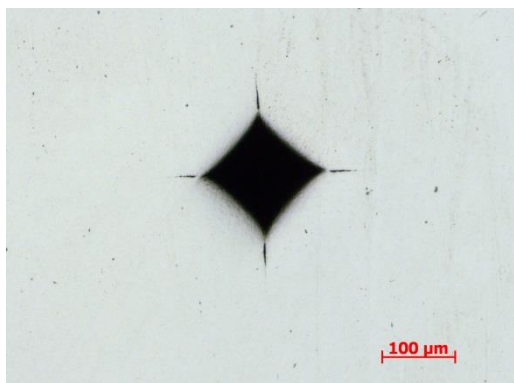
Obrazová dokumentace – 1. vtisk



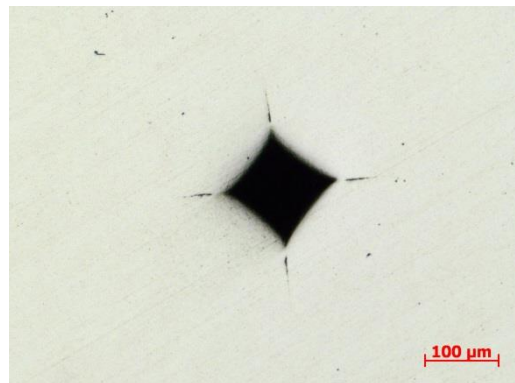
Obrázek 23: Vtisk bez odleštění



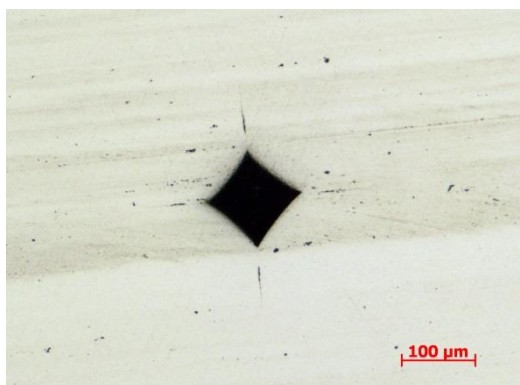
Obrázek 24: Vtisk po 1. fázi odlešťování



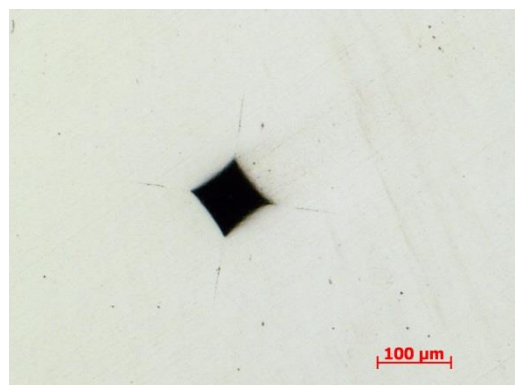
Obrázek 25: Vtisk po 2. fázi odlešťování



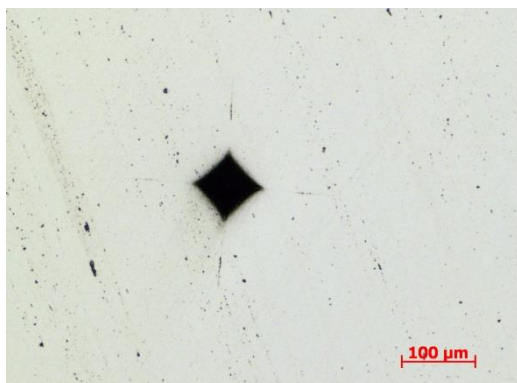
Obrázek 26: Vtisk po 3. fázi odlešťování



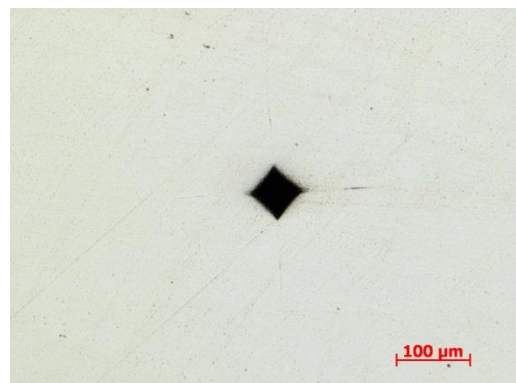
Obrázek 27: Vtisk po 4. fázi odlešťování



Obrázek 28: Vtisk po 5. fázi odlešťování



Obrázek 29: Vtisk po 6. fázi odlešťování



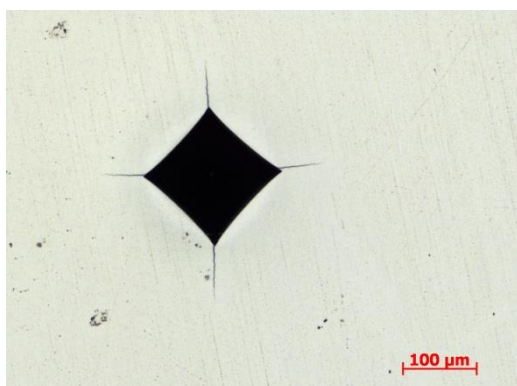
Obrázek 30: Vtisk po 7. fázi odlešťování

2. vtisk

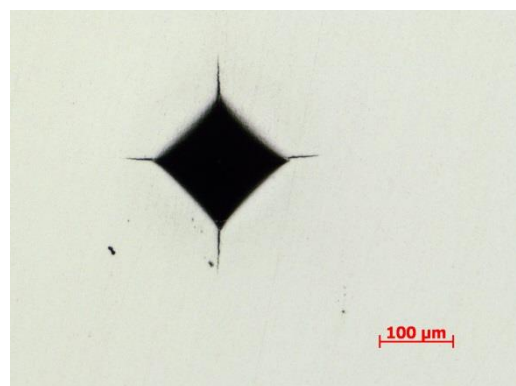
	Fáze odlešťování	Materiál B 2. vtisk	
		Odebraná vrstva během fáze	Odebraná vrstva celkem
Tloušťka odebrané vrstvy [μm]	1.	0,98	0,98
	2.	1,33	2,30
	3.	2,20	4,51
	4.	4,88	9,39
	5.	3,05	12,43
	6.	2,37	14,80
	7.	3,34	18,14
	celkem	18,14	

Tabulka 12: Tloušťky odleštěných vrstev

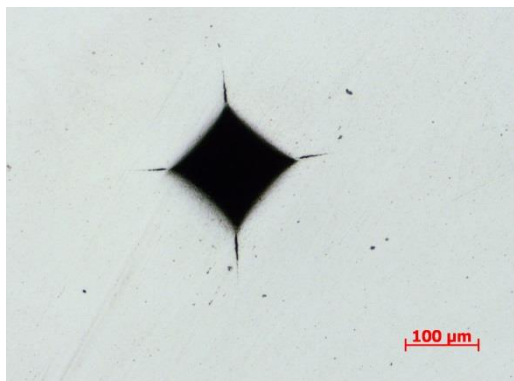
Obrazová dokumentace – 2. vtisk



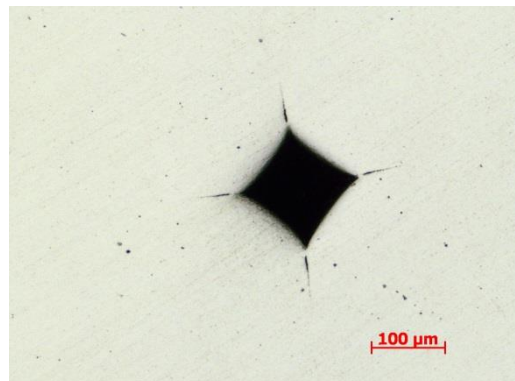
Obrázek 31: Vtisk bez odleštění



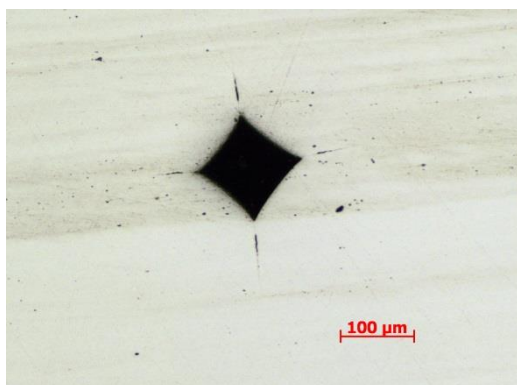
Obrázek 32: Vtisk po 1. fázi odlešťování



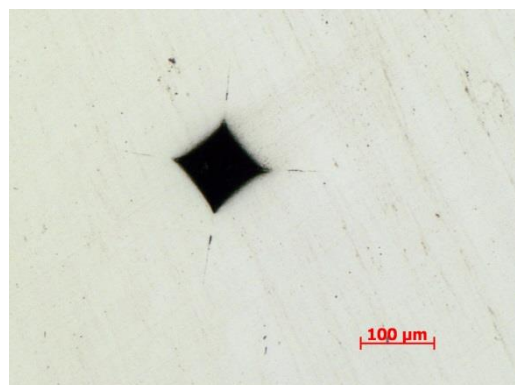
Obrázek 33: Vtisk po 2. fázi odlešťování



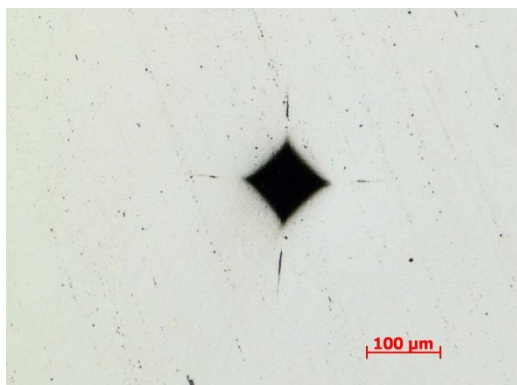
Obrázek 34: Vtisk po 3. fázi odlešťování



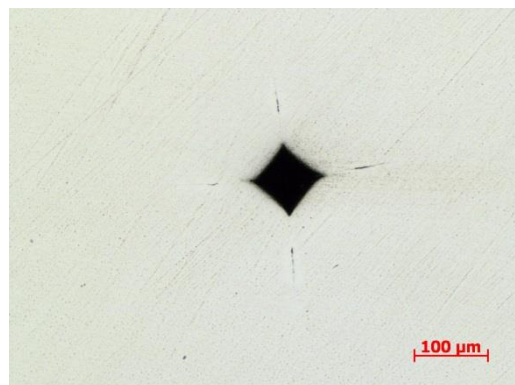
Obrázek 35: Vtisk po 4. fázi odlešťování



Obrázek 36: Vtisk po 5. fázi odlešťování



Obrázek 37: Vtisk po 6. fázi odlešťování



Obrázek 38: Vtisk po 7. fázi odlešťování

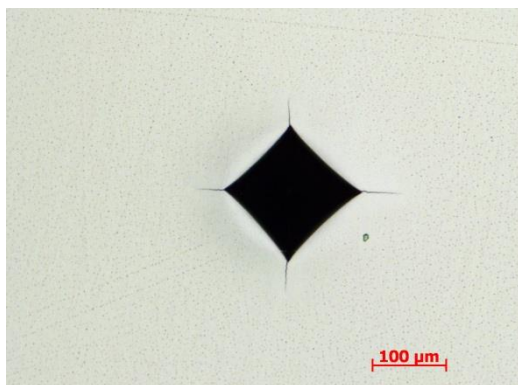
6.2.4 Materiál C

1. vtisk

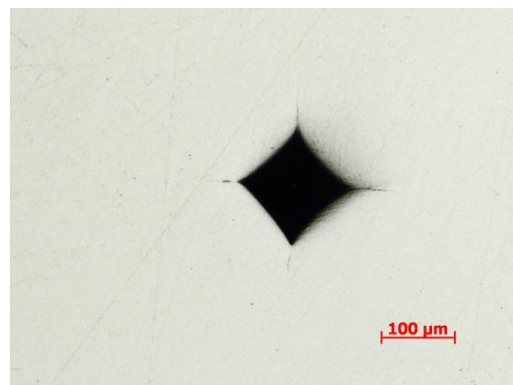
	Fáze odlešťování	Materiál C 1. vtisk	
		Odebraná vrstva během fáze	Odebraná vrstva celkem
Tloušťka odebrané vrstvy [μm]	1.	4,82	4,82
	2.	2,86	7,68
	3.	1,56	9,25
	4.	2,93	12,18
	5.	7,00	19,18
	6.	3,80	22,98
	7.	4,91	27,89
	celkem	27,89	

Tabulka 13: Tloušťky odleštěných vrstev

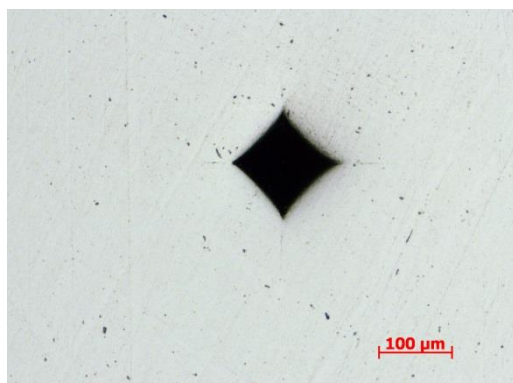
Obrazová dokumentace – 1. vtisk



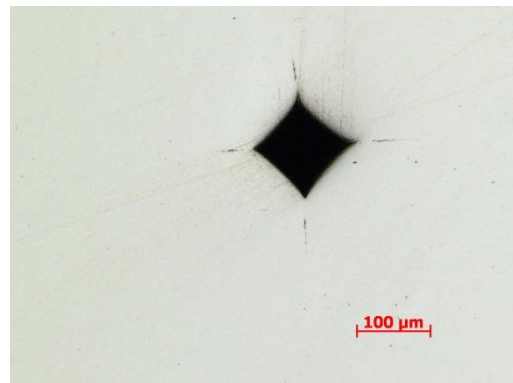
Obrázek 39: Vtisk bez odleštění



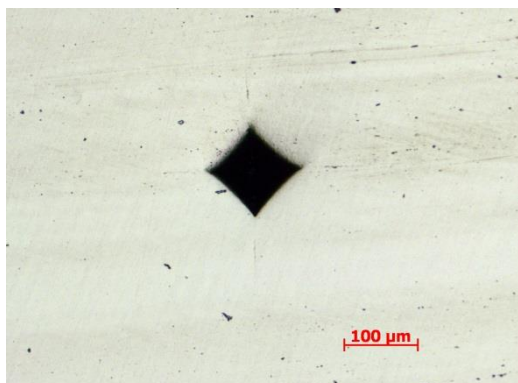
Obrázek 40: Vtisk po 1. fázi odlešťování



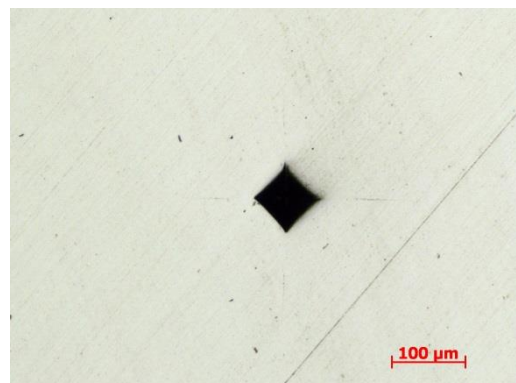
Obrázek 41: Vtisk po 2. fázi odlešťování



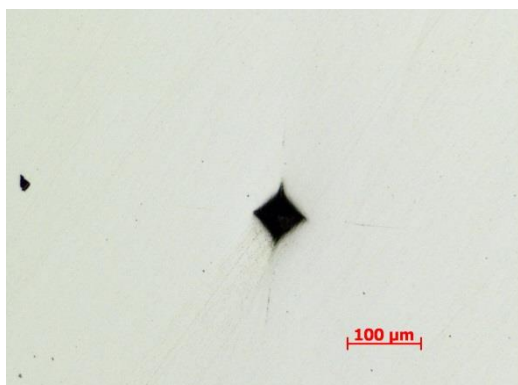
Obrázek 42: Vtisk po 3. fázi odlešťování



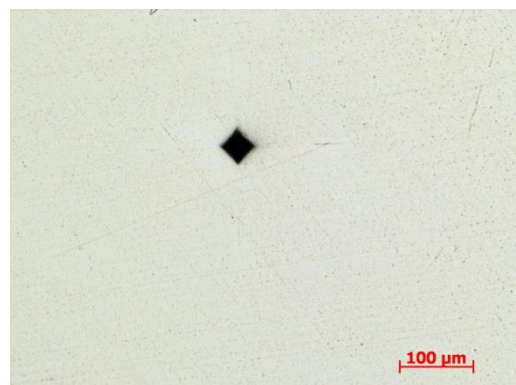
Obrázek 43: Vtisk po 4. fázi odlešťování



Obrázek 44: Vtisk po 5. fázi odlešťování



Obrázek 45: Vtisk po 6. fázi odlešťování



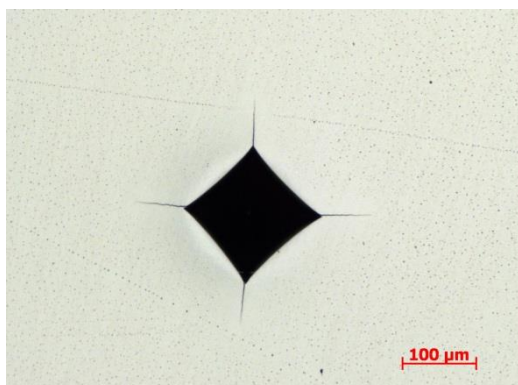
Obrázek 46: Vtisk po 7. fázi odlešťování

2. vtisk

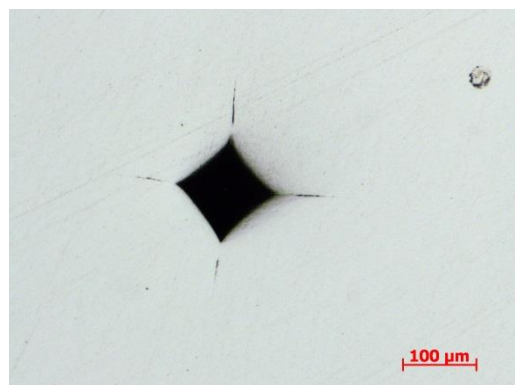
	Fáze odlešťování	Materiál C 2. vtisk	
		Odebraná vrstva během fáze	Odebraná vrstva celkem
Tloušťka odebrané vrstvy [μm]	1.	8,35	8,35
	2.	4,72	13,06
	3.	2,39	15,46
	4.	4,29	19,75
	5.	9,61	29,36
	6.	4,77	34,13
	celkem	34,13	

Tabulka 14: Tloušťky odleštěných vrstev

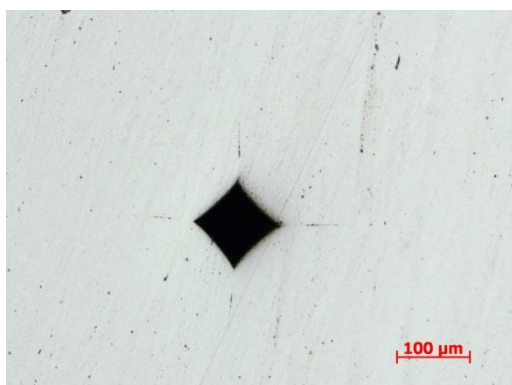
Obrazová dokumentace – 2. vtisk



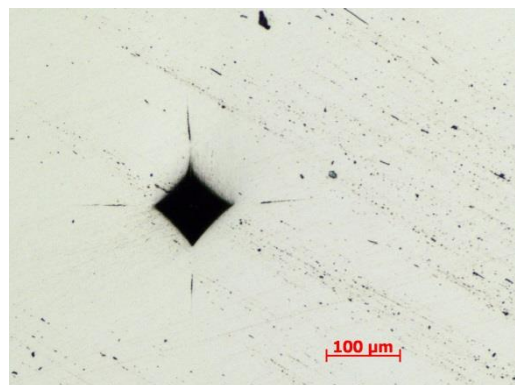
Obrázek 47: Vtisk bez odleštění



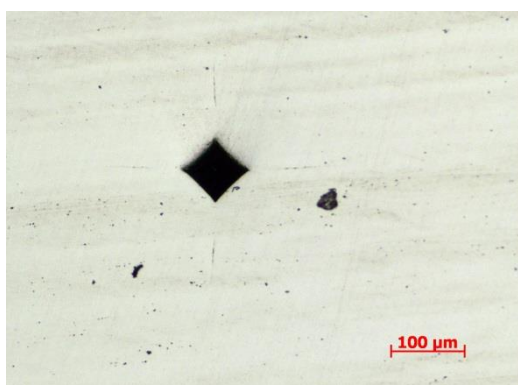
Obrázek 48: Vtisk po 1. fázi odlešťování



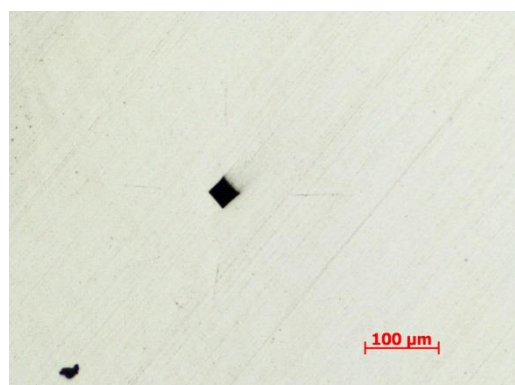
Obrázek 49: Vtisk po 2. fázi odlešťování



Obrázek 50: Vtisk po 3. fázi odlešťování



Obrázek 51: Vtisk po 4. fázi odlešťování



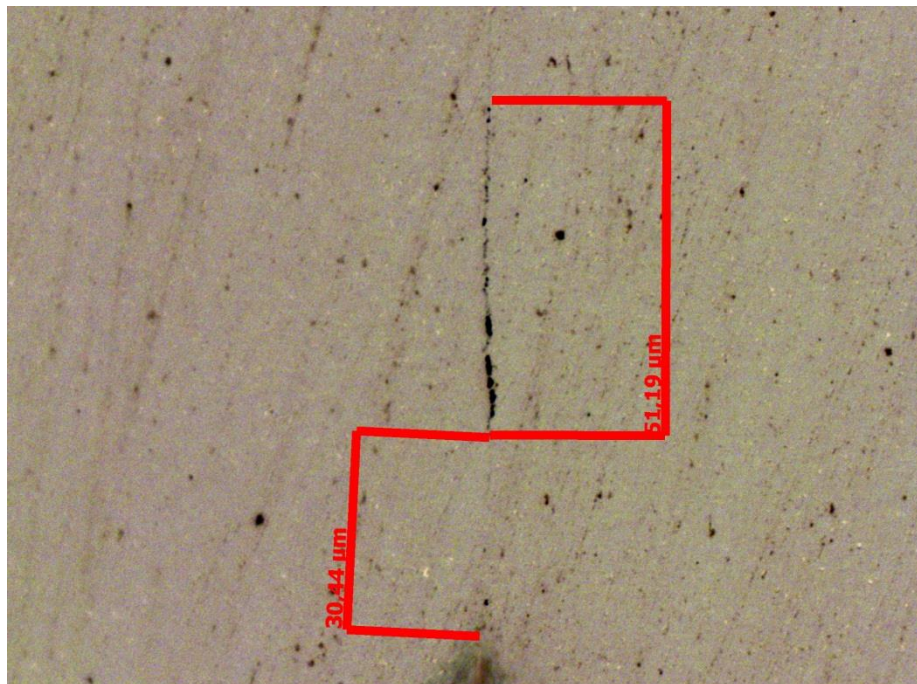
Obrázek 52: Vtisk po 5. fázi odlešťování



Obrázek 53: Vtisk po 6. fázi odlešťování

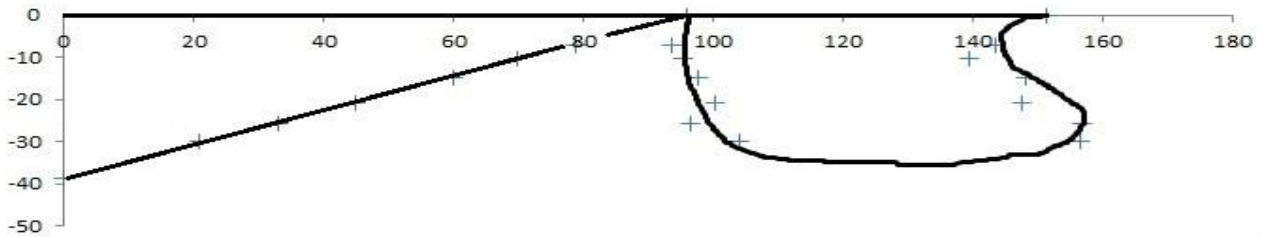
6.2.5 Skutečný profil trhlin

Ze snímků je možné vidět, že počátek trhlin se postupně oddalují od kraje vtisku. S rostoucí hloubkou odleštění trhliny postupně mizí. Z toho plyne, že se jedná o mělké trhliny. Po každém odleštění byly změřeny velikosti trhlin a jejich vzdálenost od okraje vtisku. Díky těmto měřením, je možné přibližně vykreslit skutečný tvar trhliny. Pro každý materiál je zde vykreslen jeden přibližný hloubkový profil trhliny. Na levé straně obrázku je vykreslen řez vtiskem.



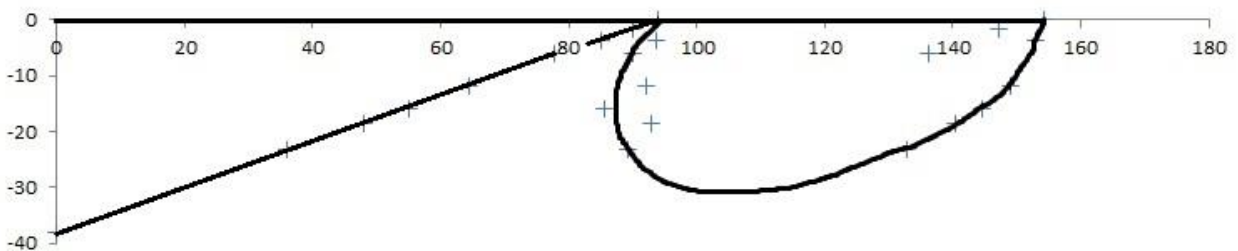
Obrázek 54: Měření délky trhliny a její vzdálenosti od okraje vtisku.

6.2.5.1 Hloubkový profil trhliny materiál A



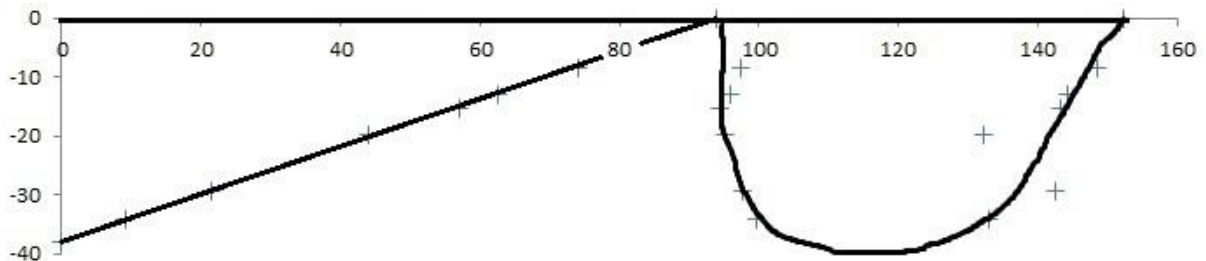
Obrázek 55: Hloubkový profil trhliny u materiálu A

6.2.5.2 Hloubkový profil trhliny materiál B



Obrázek 56: Hloubkový profil trhliny u materiálu B

6.2.5.3 Hloubkový profil trhliny materiál C



Obrázek 57: Hloubkový profil trhliny u materiálu C

6.2.6 Závěr měření

Dokumentace vtisků po určených pro měření tvrdosti dle Vickerse dává poměrně jasnou představu o tom, jak se po postupném odlešťování mění tvar trhlín. Pro každý materiál byl vykreslen hloubkový profil jedné trhlíny. Jedná o trhlíny mělké. Je tedy jasné, že pro dopočtení lomové houževnatosti z délky trhlín, není možné využít vzorec od Charlese a Evanse. Ti totiž uvažují, že trhlina je hluboká neboli má mediánní tvar. Je možné použít výpočtové metody dle Palmvista nebo Shettyho. V těchto metodách se uvažují mělké trhlíny.

6.3 Závislost lomové houževnatosti zjištěné indentační metodou na úpravě povrchu

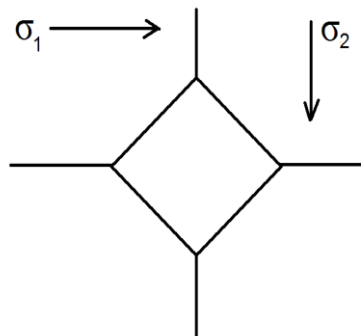
6.3.1 Úvod

Pro měření lomové houževnatosti indentační metodou je velmi důležité, jakým způsobem se upraví povrch slinutého karbidu před provedením vtisku. Jak již bylo uvedeno, dopočtená lomová houževnatost je závislá na tvrdosti a na součtu délek trhlin v rozích vtisku. V povrchu upraveném broušením jsou značná tlaková pnutí, která ovlivňují šíření trhlin. Byl proto zvolen experiment, ve kterém bude měřeno zbytkové napětí v povrchu v závislosti na jeho úpravě. Je potřeba dosáhnout toho, aby vlastnosti materiálu v povrchu korespondovaly s vlastnostmi základního materiálu.

6.3.2 Postup testu

Bude vyrobeno šest vzorků od každého materiálu, z nichž bude každý jinak upraven. Všechny vzorky byly nejprve zbroušeny pomocí brusného kotouče s diamantovým abrazivem. Následně budou od každého materiálu 3 vzorky vyleštěny pomocí 9 μ m diamantové pasty. Dva vzorky od každého materiálu budou tepelně zpravovány.

Na všech vzorcích bude následně změřeno zbytkové napětí pomocí rentgenové difrakce ve směru broušení a kolmo na směr broušení. Na každém vzorku budou provedeny 4 vtisky tak, aby došlo k šíření trhlin pokud možno kolmo na naměřená zbytková napětí



Obrázek 58: Poloha vtisku vůči naměřeným zbytkovým napětím

Je velmi pravděpodobné, že délky trhlin budou výrazně ovlivněny zbytkovým napětím.

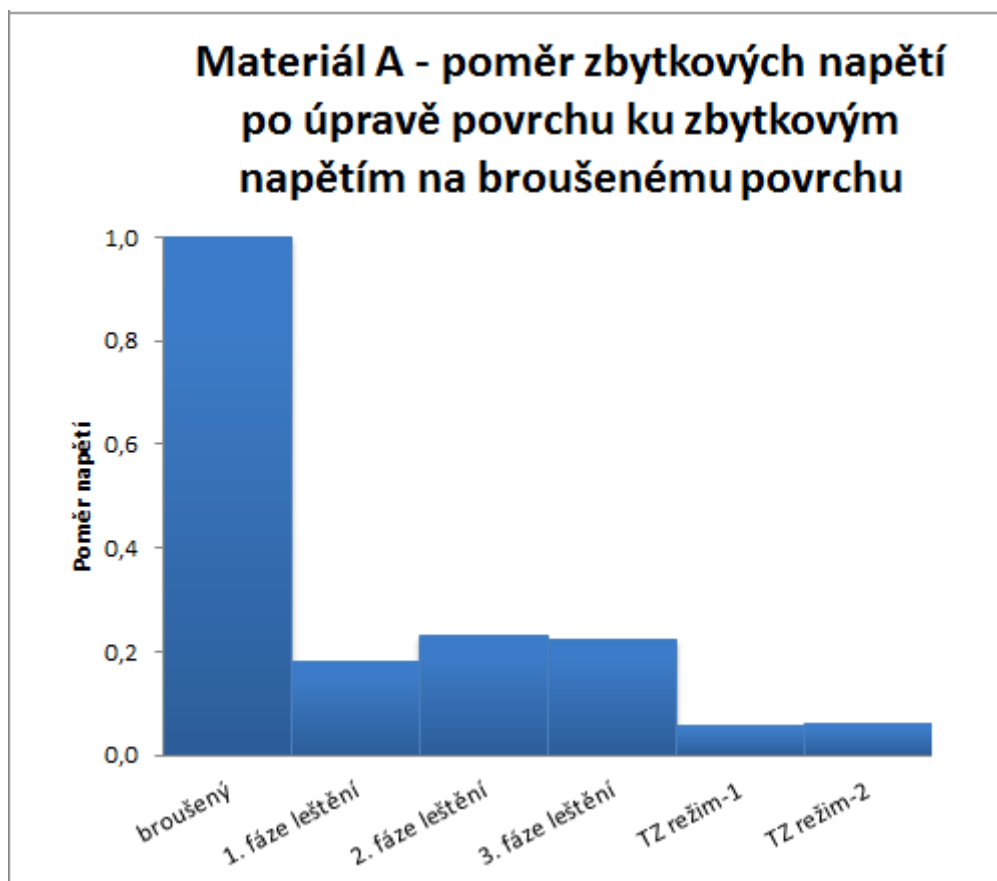
6.3.3 Výsledky měření

Pro každý materiál je uvedena tabulka naměřených a dopočtených výsledků a grafy závislosti úpravy povrchu na zbytkových napětích, sumě délek trhlin v rozích vtisků a dopočtené lomové houževnatosti dle Shettyho a Palmqvista.

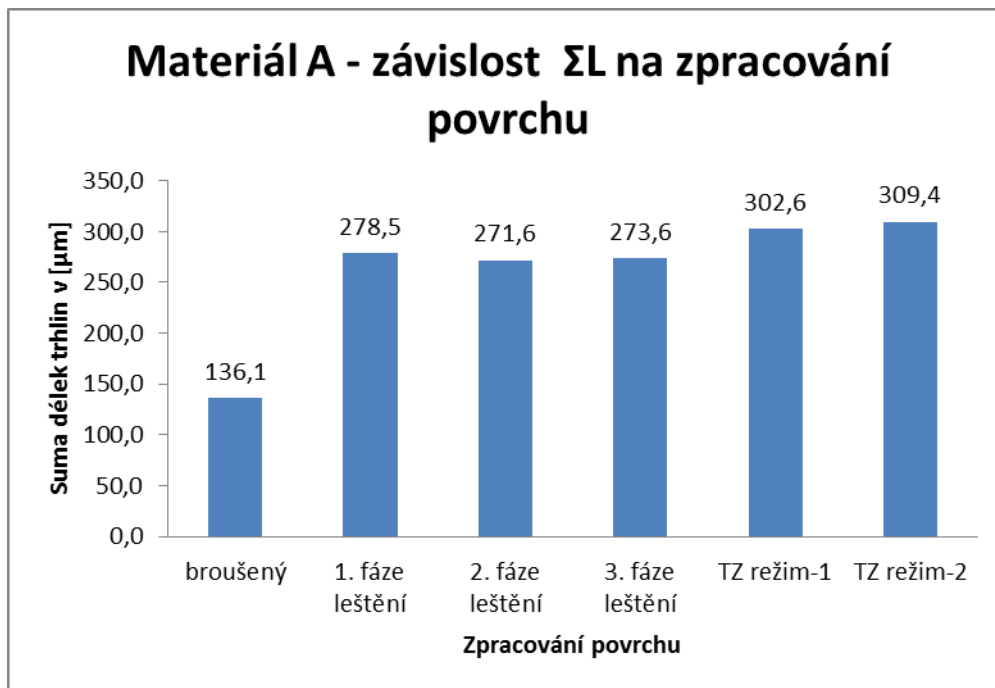
6.3.3.1 Materiál A

Materiál A	ΣL [μm]	HV30	Lomová houževnatost dle Palmqvista [$\text{MN}/\text{m}^{3/2}$]	Lomová houževnatost dle Shettyho [$\text{MN}/\text{m}^{3/2}$]	Poměr zbytkových napětí po úpravě povrchu ke zbytkovým napětím po broušení [-]
broušený	136,1 \pm 13,4	1628 \pm 27	16,7 \pm 0,9	16,5 \pm 0,9	-
1. fáze leštění	278,5 \pm 9,9	1595 \pm 12	11,5 \pm 0,2	11,4 \pm 0,2	0,182
2. fáze leštění	271,6 \pm 9,7	1582 \pm 10	11,6 \pm 0,2	11,5 \pm 0,0	0,233
3. fáze leštění	273,6 \pm 6,2	1588 \pm 12	11,6 \pm 0,1	11,5 \pm 0,1	0,225
TZ režim-1	302,6 \pm 8,5	1597 \pm 23	11 \pm 0,2	10,9 \pm 0,2	0,059
TZ režim-2	309,4 \pm 6,9	1557 \pm 15	10,8 \pm 0,2	10,7 \pm 0,2	0,065

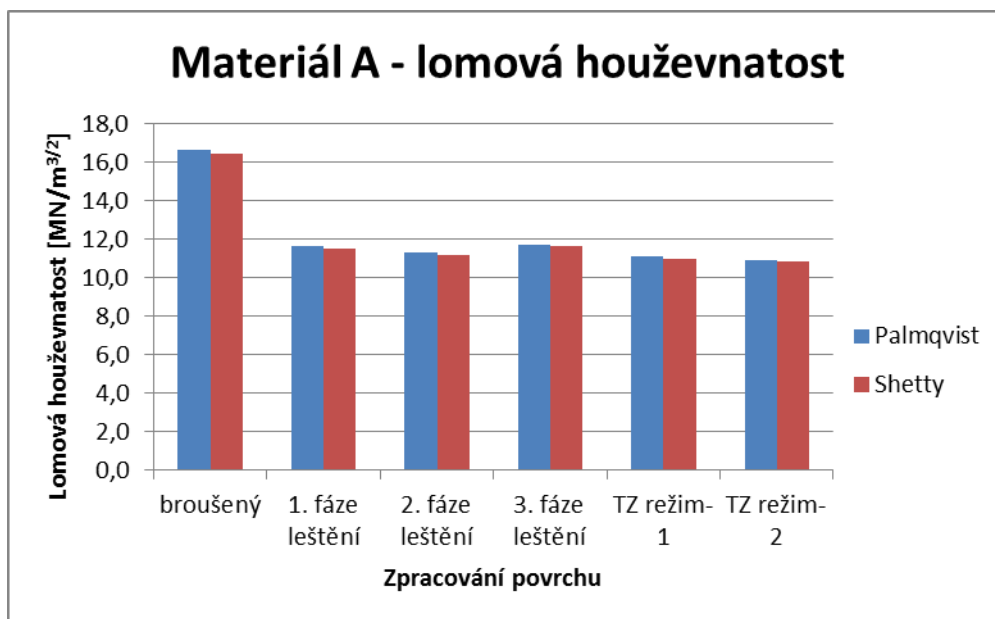
Tabulka 15: Naměřené hodnoty zbytkových napětí, sumy délek trhlin a lomové houževnatosti pro CTS20D



Graf 6: Závislost zbytkových napětí v povrchu na úpravě povrchu



Graf 7: Závislost sumy délek trhlin v rozích vtisku po zkoušce dle Vickerse

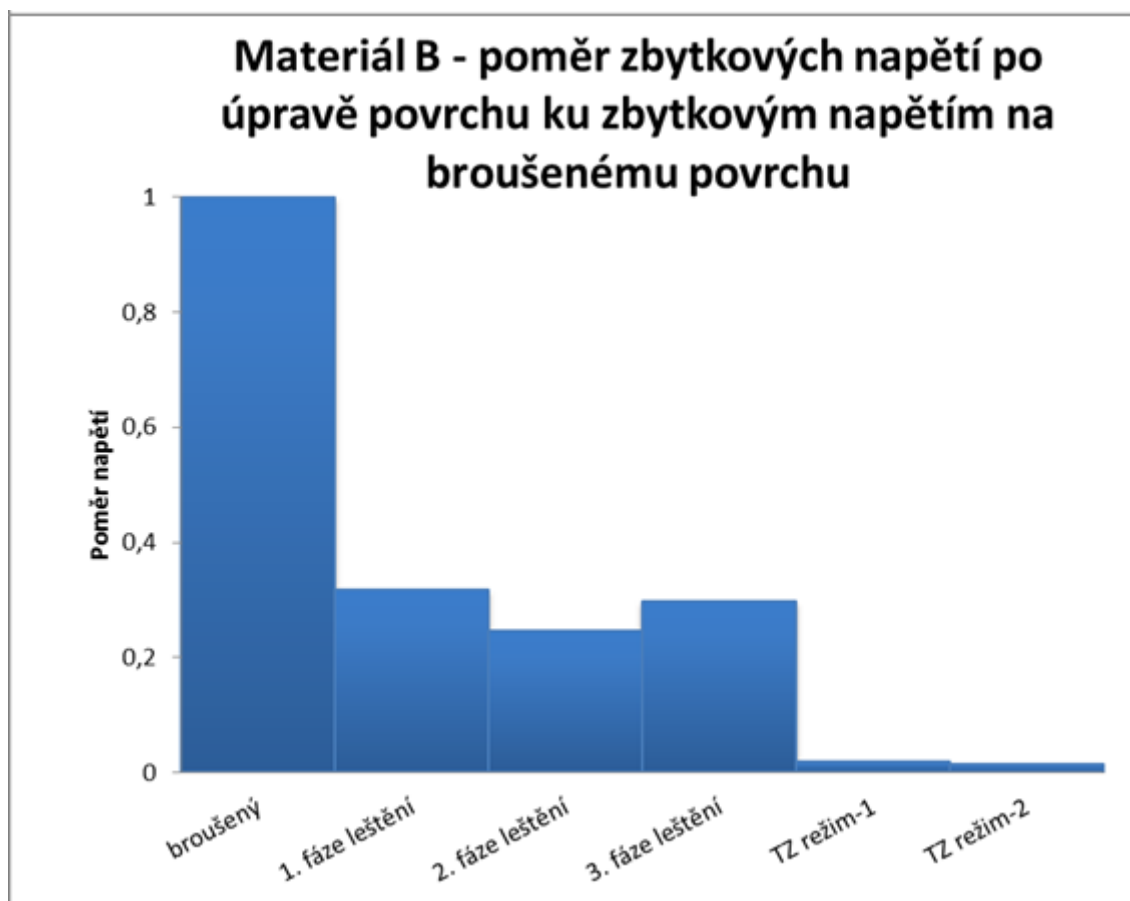


Graf 8: Změna hodnot dopočtené lomové houževnatosti v závislosti na úpravě povrchu

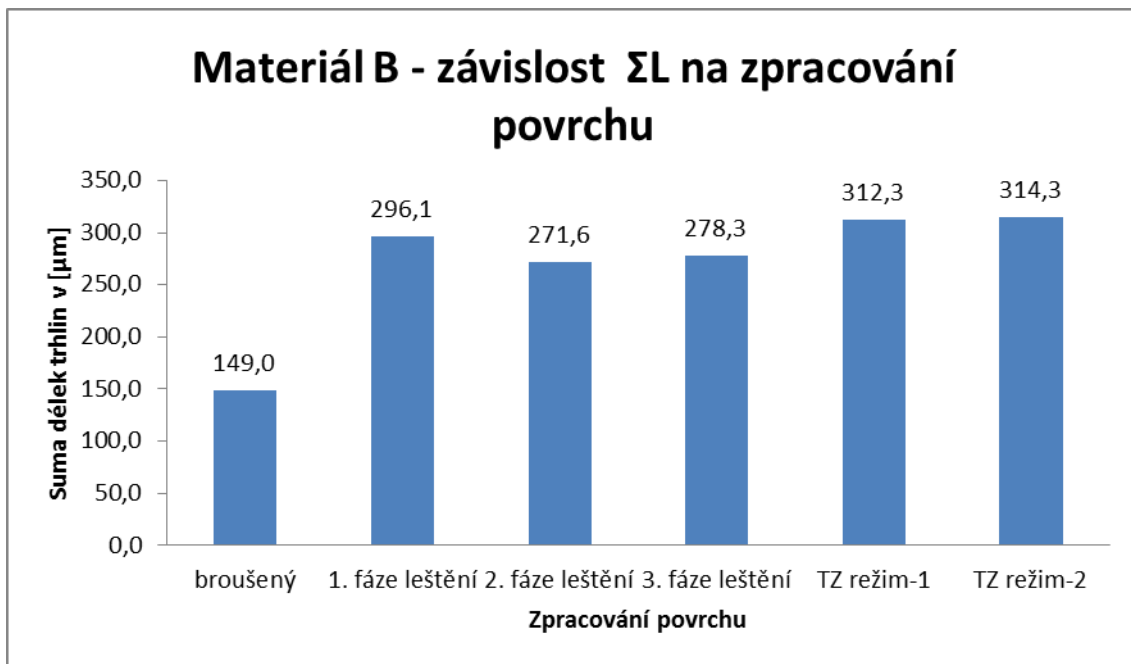
6.3.3.2 Materiál B

Materiál B	ΣL [μm]	HV30	Lomová houževnatost dle Palmqvista [$\text{MN}/\text{m}^{3/2}$]	Lomová houževnatost dle Shettyho [$\text{MN}/\text{m}^{3/2}$]	Poměr zbytkových napětí po úpravě povrchu ke zbytkovým napětím po broušení [-]
broušený	149±25,5	1593±11	15,9±1,3	15,7±1,3	-
1. fáze leštění	296,1±13,2	1595±9	11,2±0,3	11±0,3	0,318
2. fáze leštění	271,6±7,7	1587±6	11,6±0,2	11,5±0,2	0,246
3. fáze leštění	278,3±5	1592±4	11,5±0,1	11,4±0,1	0,297
TZ režim-1	312,3±9,2	1567±7	10,8±0,1	10,7±0,1	0,018
TZ režim-2	314,3±8,1	1578±7	10,7±0,2	10,6±0,2	0,014

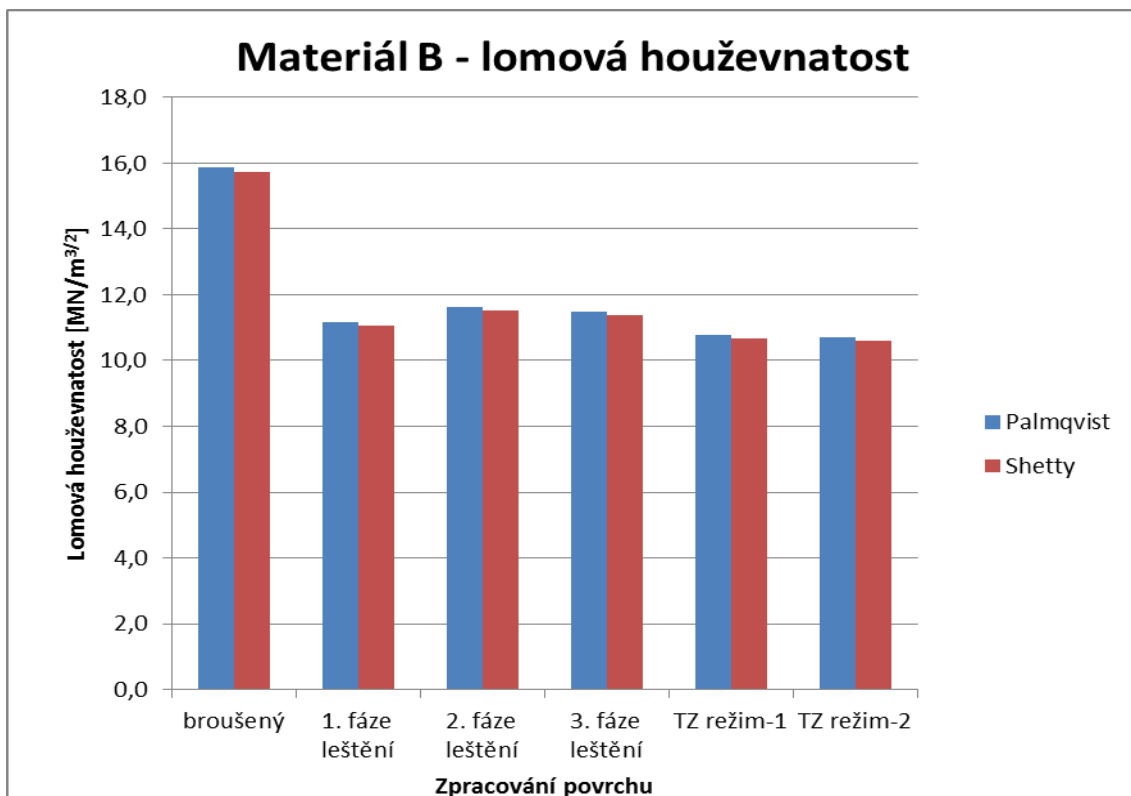
Tabulka 16: Naměřené hodnoty zbytkových napětí, sumy délek trhlin a lomové houževnatosti



Graf 9: Závislost zbytkových napětí v povrchu na úpravě povrchu



Graf 10: Závislost sumy délek trhlin v rozích vtisku po zkoušce dle Vickerse

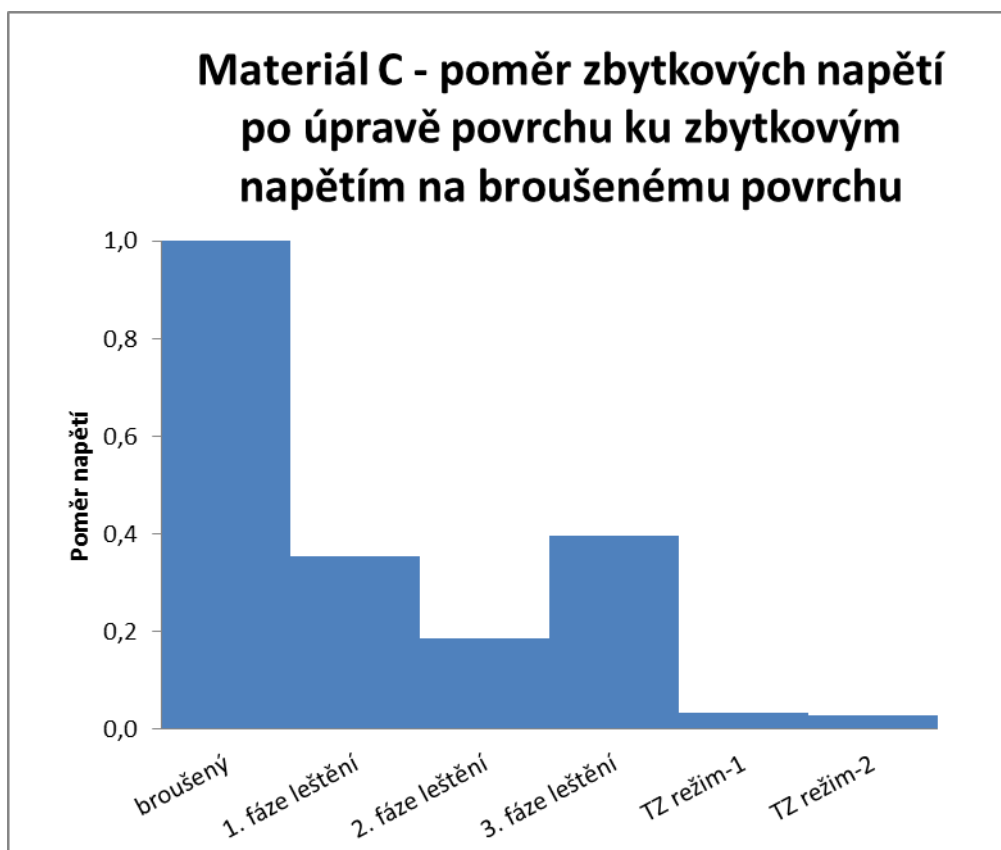


Graf 11: Změna hodnot dopočtené lomové houževnatosti v závislosti na úpravě povrchu

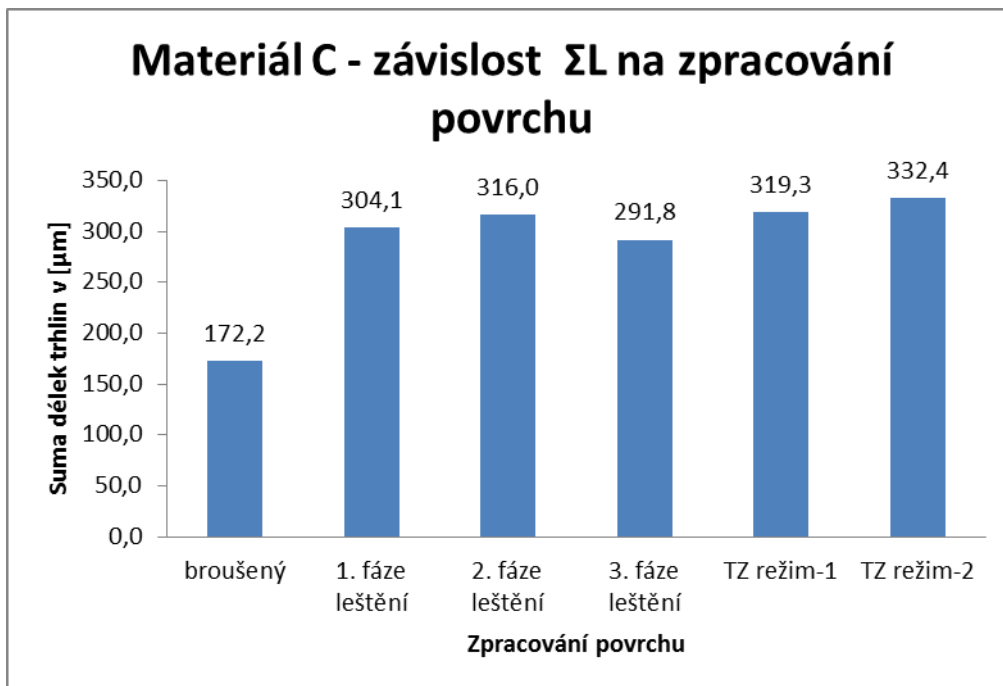
6.3.3.3 Materiál C

Materiál C	ΣL [μm]	HV30	Lomová houževnatost dle Palmqvista [$\text{MN}/\text{m}^{3/2}$]	Lomová houževnatost dle Shettyho [$\text{MN}/\text{m}^{3/2}$]	Poměr zbytkových napětí po úpravě povrchu ke zbytkovým napětím po broušení [-]
broušený	172,2 \pm 9,6	1622 \pm 5	14,8 \pm 0,4	14,6 \pm 0,4	-
1. fáze leštění	304,1 \pm 9,8	1615 \pm 14	11,1 \pm 0,1	11 \pm 0,1	0,354
2. fáze leštění	316 \pm 4,9	1610 \pm 13	10,8 \pm 0,1	10,7 \pm 0,1	0,186
3. fáze leštění	291,8 \pm 4,5	1621 \pm 12	11,3 \pm 0,1	11,2 \pm 0,1	0,396
TZ režim-1	319,3 \pm 9,5	1616 \pm 19	10,8 \pm 0,2	10,7 \pm 0,2	0,034
TZ režim-2	332,4 \pm 4,8	1579 \pm 7	10,5 \pm 0,2	10,4 \pm 0,1	0,027

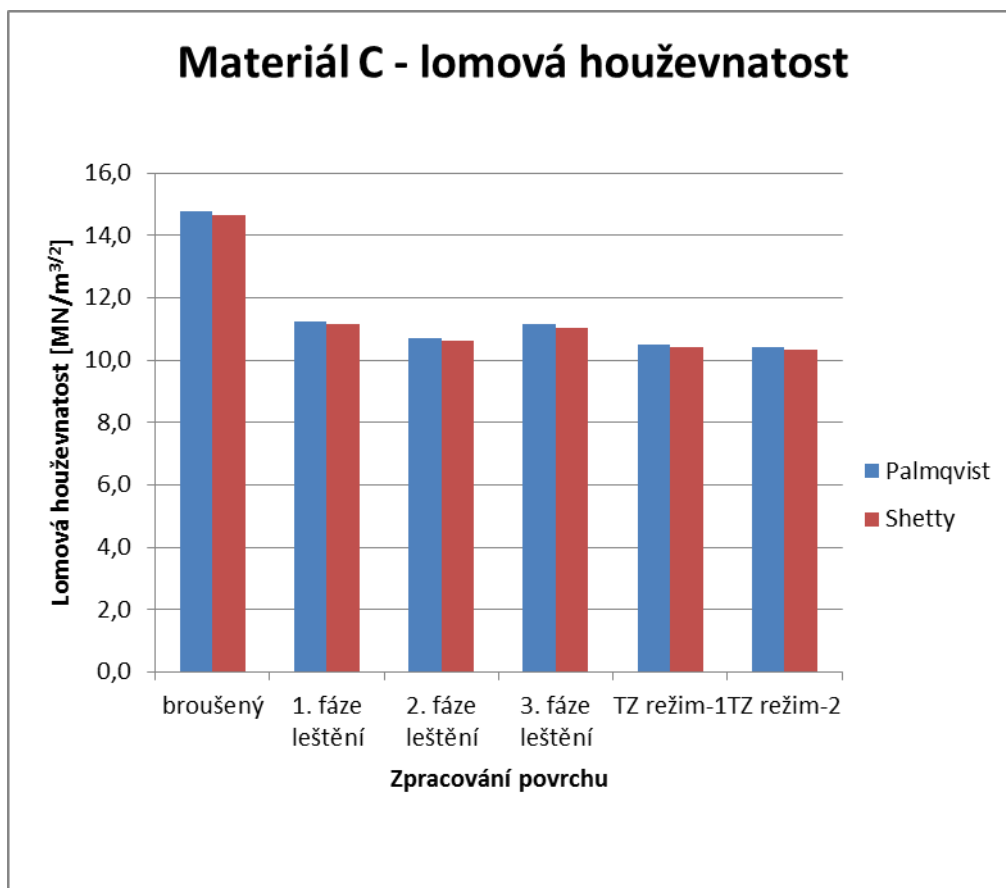
Tabulka 17: Naměřené hodnoty zbytkových napětí, sumy délek trhlin a lomové houževnatosti



Graf 12: Závislost zbytkových napětí v povrchu na úpravě povrchu



Graf 13: Závislost sumy délek trhlin v rozích vtisku po zkoušce dle Vickerse



Graf 14: Změna hodnot dpočtené lomové houževnatosti v závislosti na úpravě povrchu

6.3.4 Diskuze výsledků

U všech tří materiálů byly pozorovány velmi podobné změny. Na vybroušeném povrchu bylo naměřeno značné tlakové napětí, přičemž vyšší napětí bylo vždy kolmo na směr broušení. Delší trhliny byly pozorovány u zbroušeného povrchu tam, kde jejich šíření bránilo menší tlakové napětí. U vzorků leštěných a žíhaných již tento jev nebyl zaznamenán. Při leštění došlo k odstranění broušením ovlivněného povrchu. Hodnoty zbytkových napětí zůstávají velmi podobné při všech fázích leštění. Nicméně v povrchu stále zůstávají zbytková napětí. Došlo však značnému prodloužení délek trhlin v rozích vtisků, čímž došlo k poklesu hodnot lomové houževnatosti. Nejnižší zbytková napětí byla naměřena na tepelně zpracovaných vzorcích. Délky trhlin byly u těchto vzorků též nejdelší.

6.3.5 Závěr

Z výsledků měření je patrné, že je potřeba pro měření lomové houževnatosti materiál po broušení upravit. Při úpravě povrchu žíháním a leštěním došlo k značnému poklesu zbytkových napětí a tím k usnadnění šíření trhlin v rozích vtisku. Hodnoty lomové houževnatosti zjištěné na broušeném povrchu jsou značně vyšší, než udává výrobce, alespoň v případě materiálu A. Je tedy jasné, že zbytkové napětí vnesené do povrchu materiálu broušením brání rozvoji trhlin v rozích vtisku a tím ovlivňuje dopočtenou lomovou houževnatost. Aby byly hodnoty lomové houževnatosti relevantní je potřeba povrch upravit leštěním nebo tepelným zpracováním. K největšímu snížení zbytkových napětí bylo dosaženo při tepelném zpracování vzorků a proto je tento postup nejvhodnější pro úpravu povrchu slinutých karbidů pro měření lomové houževnatosti indentační metodou.

6.4 Cyklické tepelné zatěžování

6.4.1 Úvod

Cyklické tepelné zatěžování je provedeno stejným postupem, jaký použil Ing. Zbyněk Špirit ve své diplomové práci [11]. Testy se budou provádět pouze na odlišných materiálech. Stejného postupu je použito hlavně proto, aby bylo možné porovnat naměřené hodnoty Ing. Špirem s hodnotami naměřenými v této diplomové práci.

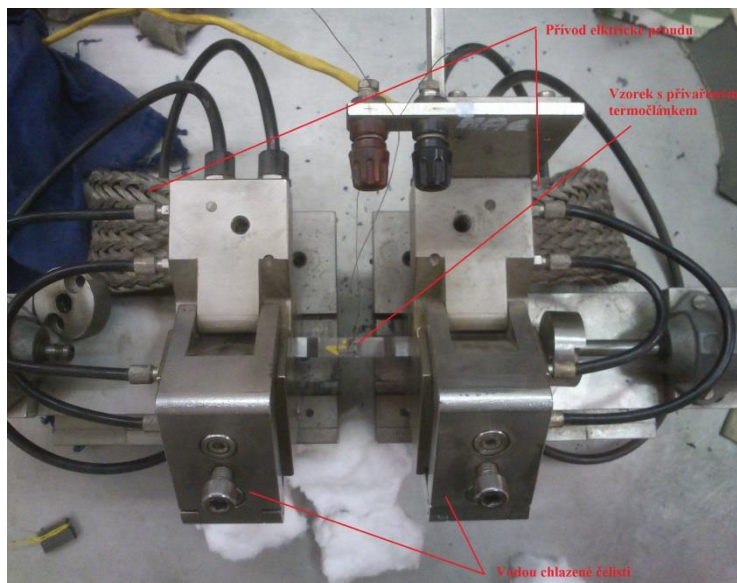
Test cyklického tepelného zatěžování by měl simulovat tepelné namáhání slinutého karbidu během třískového obrábění. Nástroj je během třískového obrábění také cyklicky tepelně namáhán a na čele nástroje je často dosaženo i podstatně vyšších teplot než je použito při tomto testu.

6.4.2 Použité materiály

Pro testy byly vzhledem k náročnosti výroby zkušebních těles použity pouze materiály B, C. Na materiálech A a 0 již provedl test Ing. Zbyněk Špirit. Slinutý karbid 0 má stejnou strukturu a složení jako materiály A, B a C.

6.4.3 Použité zařízení

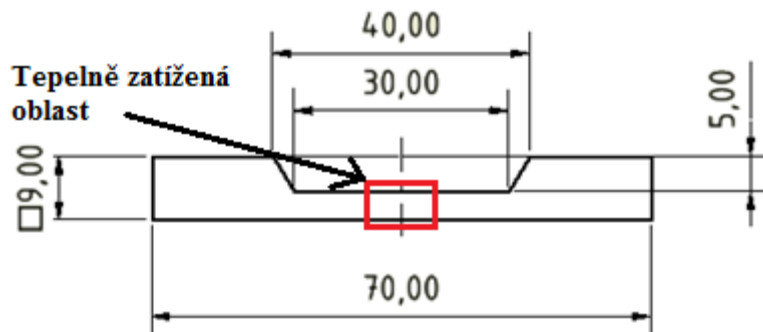
Cyklické tepelné zatěžování bylo prováděno na speciálním stroji značky SMITWELD na pracovišti VZÚ Plzeň. Pracovní stroj SMITWELD se používá pro tepelné namáhání kovových materiálů v předem nadefinovaných cyklech ohřevu a chlazení. Stroj využívá k ohřevu elektrický odpor zkušebních vzorků a k chlazení tepelnou vodivost vzorku s vodou chlazenými čelistmi.[11]



Obrázek 59: SMITWELD

6.4.4 Použité zkušební těleso

Zkušební těleso určené pro cyklické tepelné zatěžování je navrženo tak, aby šlo snadno vložit do pracovních čelistí stroje SMITWELD. Uprostřed zkušebního tělesa je zúžená část, která je při odporovém ohřevu zahřívána na teplotu 450°C. Od obou materiálů byly vyrobeny dvě zkušební tělesa. Do vykrojení uprostřed se připojí termočlánek pro sledování teploty během tepelných cyklů.



Obrázek 60: Zkušební těleso pro cyklické tepelné zatěžování

6.4.5 Postup

Největší plocha na vzorku byla vyleštěna pomocí 9 μ m diamantové suspenze. Následně se změřila tvrdost a optimalizovaná lomová houževnatost dle Shettyho. Vzorky byly poté ve VZÚ testovány na pracovním stroji SMITWELD tepelnými cykly podle následujících parametrů.

Parametry tepelných cyklů	
T_{\min}	40 - 50°C
T_{\max}	440 - 450°C
Průměrná rychlost ohřevu	80°C/sec
Průměrná rychlost chladnutí	10°C/sec
Počet cyklů	50

Tabulka 18: Parametry cyklického tepelného zatěžování

Po 50 cyklech bylo zkušební těleso přešetřeno a v tepelně ovlivněné oblasti byla změřena tvrdost a optimalizovaná lomová houževnatost dle Shettyho. Následně bylo zkušební těleso opět zatíženo 50 tepelnými cykly, přešetřeno a opět byla změřena tvrdost a optimalizovaná lomová houževnatost dle Shettyho.

6.4.6 Optimalizovaná lomová houževnatost dle Shettyho

Ing. Špirit pro zpřesnění výpočtu lomové houževnatosti indentační metodou dle Shettyho optimalizoval vzorec.

$$Z: K_{lc} = 0,150449 * \left(\frac{HV_{30}}{\sum L} \right)^{1/2} = [MN / m^{3/2}] \text{ na: } K_{lc} = 0,150449 * \left(\frac{HV_{30}}{(\sum L)^{1,13}} \right)^{1/2} = [MN / m^{3/2}]$$

Kde:

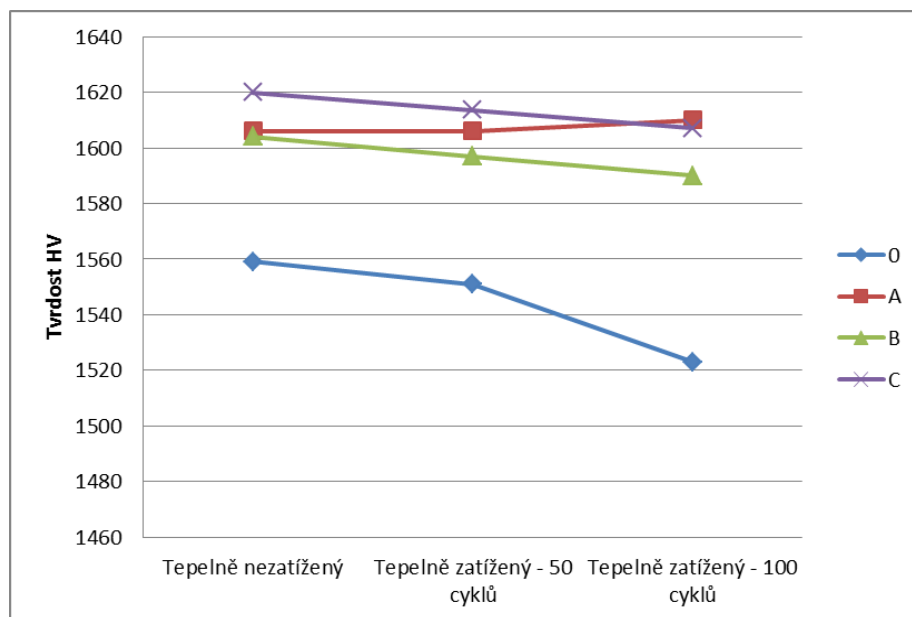
HV – tvrdost dle Vickerse při zatížení 294N

$\sum L$ [mm] – součet délek trhlin v rozích vtisku po zkoušce tvrdosti dle Vickerse při zatížení 294N

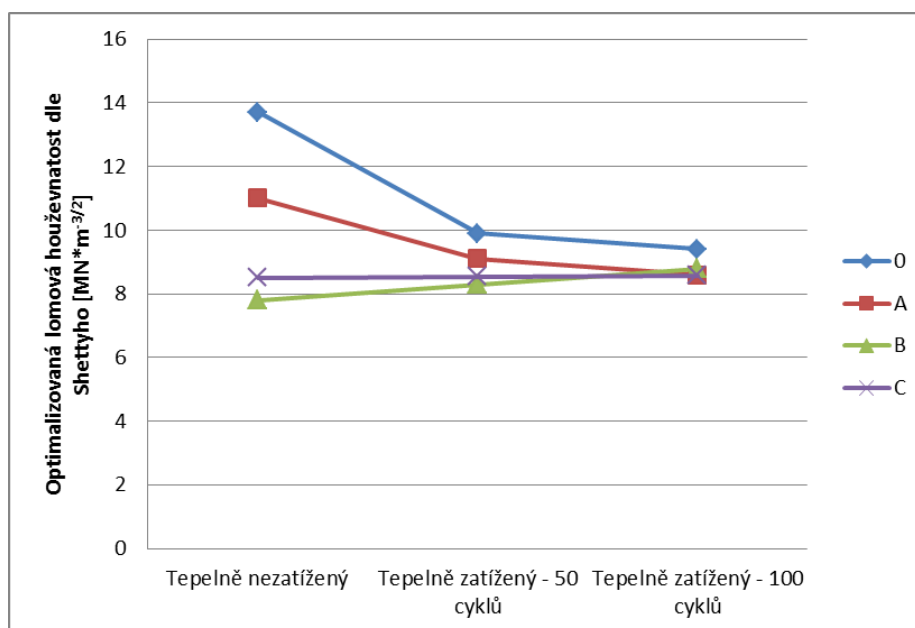
6.4.7 Výsledky měření

	Materiál	Tepelně nezatížený	Tepelně zatížený - 50 cyklů	Tepelně zatížený - 100 cyklů
Průměrné hodnoty tvrdosti HV	0	1559 ±8,5	1551 ±2,29	1523 ±0,64
	A	1606 ±0,43	1606 ±1,13	1610 ±4,24
	B	1480 ±31,5	1497 ±16	1590 ± 8,29
	C	1449 ±9,63	1501 ±14,5	1607 ±11,7
Optimalizovaná lomová houževnatost podle Shettyho [MN*m ^{-3/2}]	0	13,7 ±0,38	9,9 ±0,18	9,4 ±0,24
	A	11 ±0,29	9,1 ±0,17	8,6 ±0,21
	B	7,7 ±0,6	7,9 ±0,24	8,78 ±0,17
	C	7,02 ±0,37	7,4 ±0,18	8,58 ±0,34

Tabulka 19: Hodnoty tvrdosti a optimalizované lomové houževnatosti dle Shettyho



Graf 15: Graf závislosti tvrdosti na počtu provedených cyklů



Graf 16: Graf závislosti optimalizované lomové houževnatosti dle Shettyho

6.4.8 Závěr cyklického měření

Hodnoty optimalizované lomové houževnatosti dle Shettyho byly použity z důvodu, aby bylo možné porovnat hodnoty naměřené v této práci s hodnotami naměřenými Ing. Zbyňkem Špirem. Nárůst tvrdosti po 100 cyklech u materiálů B a C bude pravděpodobně způsoben chybou měření konkrétně vadným tvrdoměrem, který byl použit při měření neovlivněných a 50 cyklů zatížených zkušebních těles. Vyšší hodnoty optimalizované lomové houževnatosti dle Shettyho u zatížených vzorků mohou být způsobeny vadným tvrdoměrem, nebo zbytkovými napětími v povrchu. Pouze hodnoty naměřené po 100 cyklech jsou blízké hodnotám naměřeným Ing. Špirem. Po zjištění vady na tvrdoměru byl pro měření po 100 cyklech použit jiný tvrdoměr. Nicméně nebylo již možné provést opakované měření

z časových důvodů. U jednoho zkušebního tělesa z materiálu B došlo k lomu, který byl iniciován v místě upevnění termočlánku.

6.5 Korozní odolnost SK

6.5.1 Úvod

Na slinitých karbidech bylo provedeno již mnoho korozních testů. Je možné použít buď ponornou metodu, nebo metodu polarizačních křivek. Jelikož je slinitý karbid poměrně korozně odolný materiál, bylo by použití ponorné metody velmi zdouhavé. Metoda spočívá v tom, že se zváží testovaný vzorek a poté se vloží nádoby s reakční kapalinou. Po stanovené době se vzorek vyndá, očistí od oxidů a zváží. Korozní rychlost je tedy dána úbytkem hmotnosti za stanovenou dobu. Vzhledem ke zdouhavosti měření, byla zvolena metoda měření pomocí polarizačních křivek.

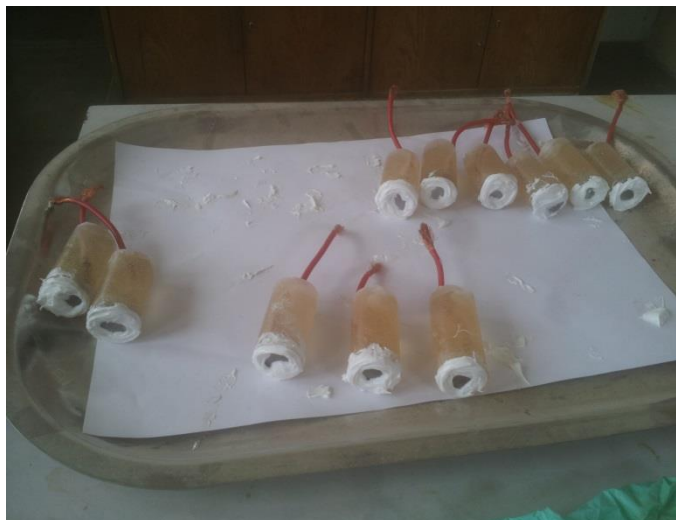
6.5.2 Popis měření pomocí polarizačních křivek

Polarizační křivka udává závislost proudové hustoty na potenciálu. Informaci o korozní rychlosti dává proudová hustota. Potenciál udává míru oxidační schopnosti korozního prostředí.

Na očištěné vzorky se přivaří vodič. Je důležité, aby vzorky měly stejnou povrchovou úpravu. Vzorky se následně zalijí do pryskyřice. Poté se na povrch nanese silikon, aby se na vzorku vymezila plocha o velikosti přibližně 30-50 mm². Plocha je takto upravená také, aby se zabránilo styku pryskyřice s korozním médiem, což mohou být velmi silné kyseliny nebo zásady.

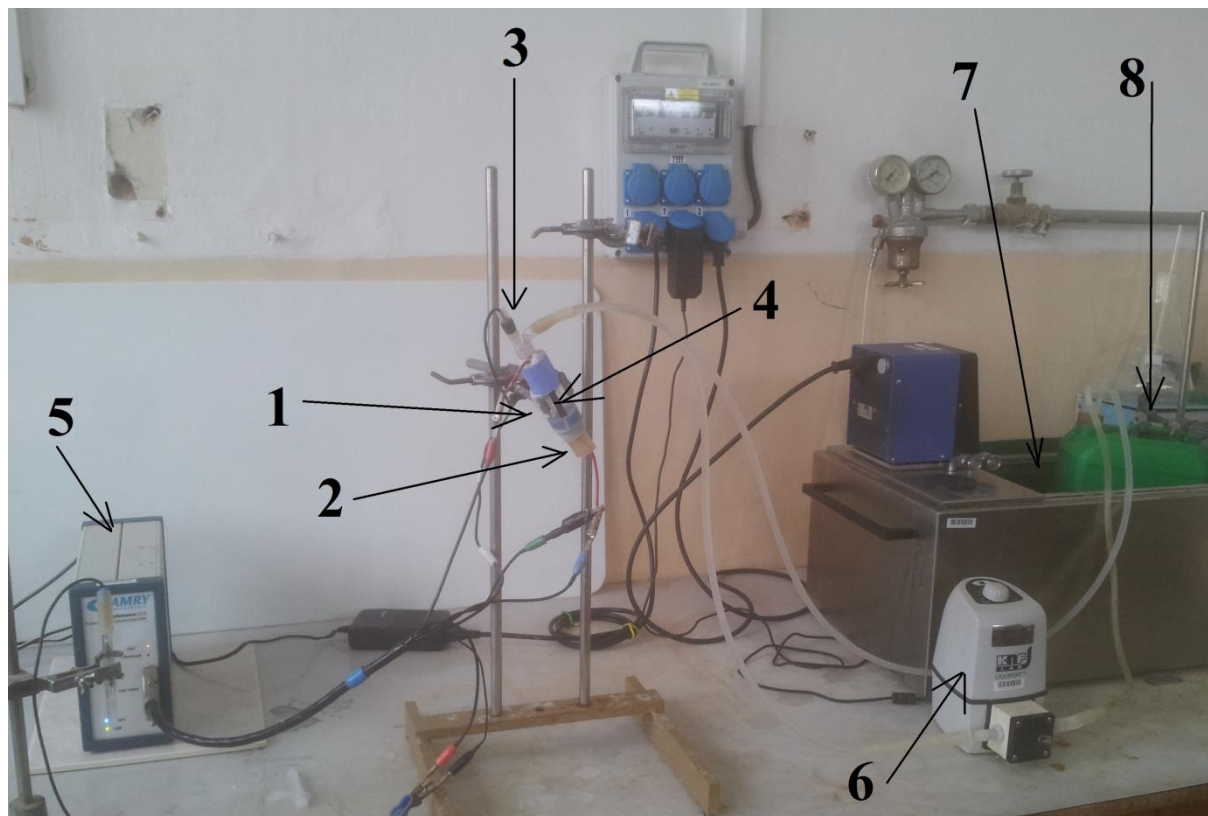


Obrázek 61: Detail vzorku pro korozní testy



Obrázek 62: Vzorky pro korozní testy

Zalitý a silikonem upravený vzorek se vloží do korozní cely spolu s referenční a pomocnou elektrodou. Přes počítač se na potenciostatu nastaví hodnota počátečního a koncového potenciálu. Zapnutím čerpadla začne cirkulovat kapalina ze zásobníku přes korozní celu. Měřením proudu pro postupně měnící se hodnoty potenciálu se získají hodnoty pro vykreslení polarizační křivky. Na následujícím obrázku je vidět použité zařízení pro korozní testy.



Obrázek 63: Zařízení pro měření polarizačních křivek

- 1 – Korozní cela
- 2 – Zalitý vzorek se silikonem vymezenou plochou
- 3 – Referenční elektroda
- 4 – Pomocná elektroda
- 5 – Potenciostat
- 6 – Membránová pumpa
- 7 – Ohřívací lázeň
- 8 – Zásobník s korozní kapalinou

Vyhodnocení polarizačních křivek se provádí v programu Gamry Framework. V tomto programu jsou získány potřebné hodnoty pro dopočtení korozní rychlosti. Dle následujících vzorců je možné dopočítat korozní rychlost v_{kor} .

$$R_p = \frac{E_{kor}}{I_{kor}} [\Omega \cdot cm^2]$$

R_p – polarizační odpor

E_{kor} – korozní potenciál [V]

I_{kor} – proudová hustota [A/cm^2]

$$B = \frac{b_a \cdot b_b}{2,3 \cdot (b_a + b_b)} [V]$$

B – konstanta úměrnosti

b_a, b_b – Tafelovy konstanty [V]

$$j_{kor} = \frac{B}{R_p} \left[\frac{A}{cm^2} \right]$$

j_{kor} – korozní proudová hustota

R_p – polarizační odpor [$\Omega \cdot cm^2$]

$$v_{kor} = \frac{10 \cdot j_{kor} \cdot M \cdot t}{\rho \cdot z \cdot F} \left[\frac{mm}{rok} \right]$$

v_{kor} – korozní rychlost

j_{kor} – korozní proudová hustota

M – relativní atomová hmotnost [g/mol]

t – čas [s]

ρ – hustota [g/cm^3]

z – počet uvolněných elektronů při oxidaci pro kobalt $z=2$ ($Co^{+2} + 2e^-$)

F – Faradayova konstanta 96500[C/mol]

6.5.3 Použitá korozní média

6.5.3.1 Roztok kyseliny octové

Slinuté karbidy se používají k obrábění dřeva. Obzvláště syrové dřevo má kyselé pH. Je to tím, že obsahuje kyselinu octovou. Kyselost dřeva se liší druh od druhu a zároveň je závislá na jeho skladování. Běžně se pH dřeva pohybuje kolem 4. Byl proto namíchán roztok kyseliny octové o pH 3,8. Tzn. 0,6g kyseliny octové na 1l roztoku. Toto pH má syrové bukové nebo dubové dřevo.

6.5.3.2 Roztok chloridu sodného

Slinuté karbidy se používají také na vrtacích korunkách a jako různé ventily a trysky. Při vrtání na mořském dně dochází k jejich kontaktu s mořskou vodou. Mořská voda urychluje opotřebení nástrojů ze slinitých karbidů. Slaná voda obsahuje přibližně 24g chloridu sodného, 4 gramy síranu sodného a 0,6 g chloridu draselného. Pro potřeby experimentu byl namíchán roztok pouze s 24g chloridu sodného na 1l roztoku. pH roztoku má hodnotu 8, tudíž se jedná o slabě zásaditý roztok.

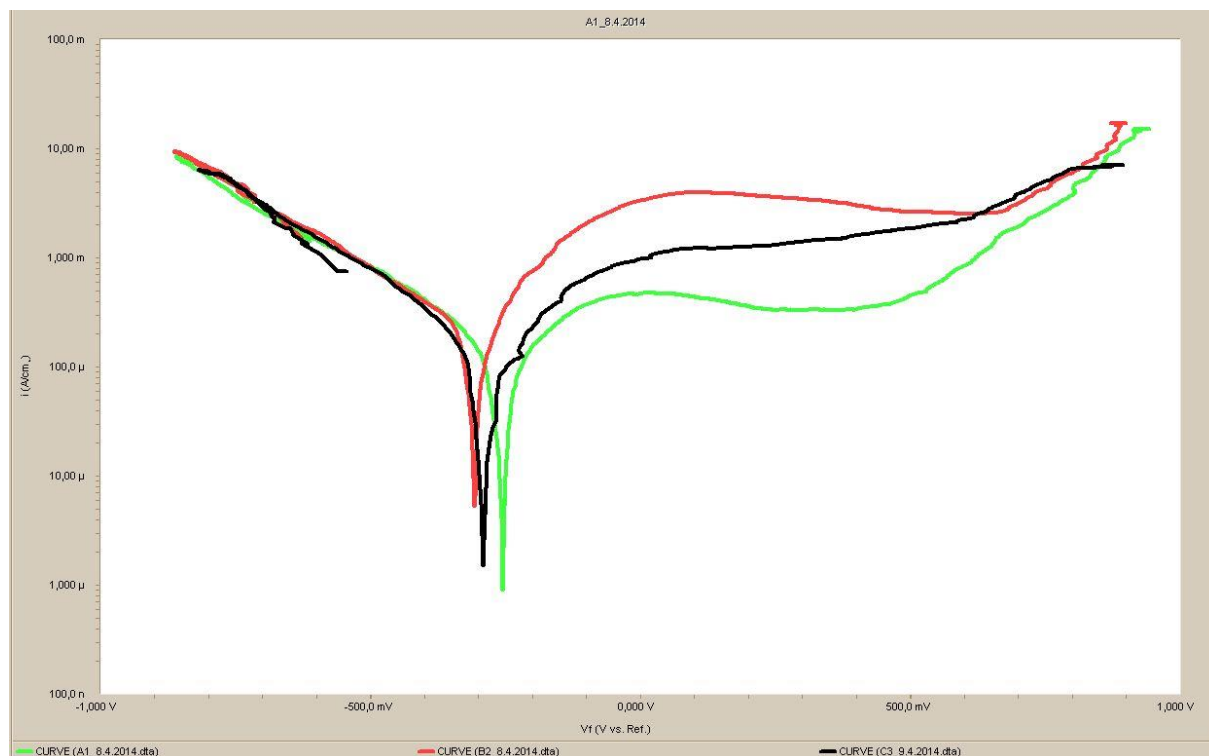
6.5.3.3 Řezná kapalina

Při obrábění slinitých karbidů se používají řezné kapaliny. Pro korozní testy byla použita i řezná kapalina, která se přímo používala při obrábění slinitých karbidů. Není známé přesné

složení řezné kapaliny, protože si výrobce chrání vlastní složení. Jedná se pravděpodobně o minerální olej, který je zušlechťený přísadami zvyšujícími maznost.

6.5.4 Polarizační křivky a korozní rychlost

6.5.4.1 Měření v roztoku kyseliny octové



Graf 17: Polarizační křivky pro všechny tři materiály roztoku kyseliny octové

Kde:

Zelená křivka – Materiál A

Červená křivka – Materiál B

Černá křivka – Materiál C

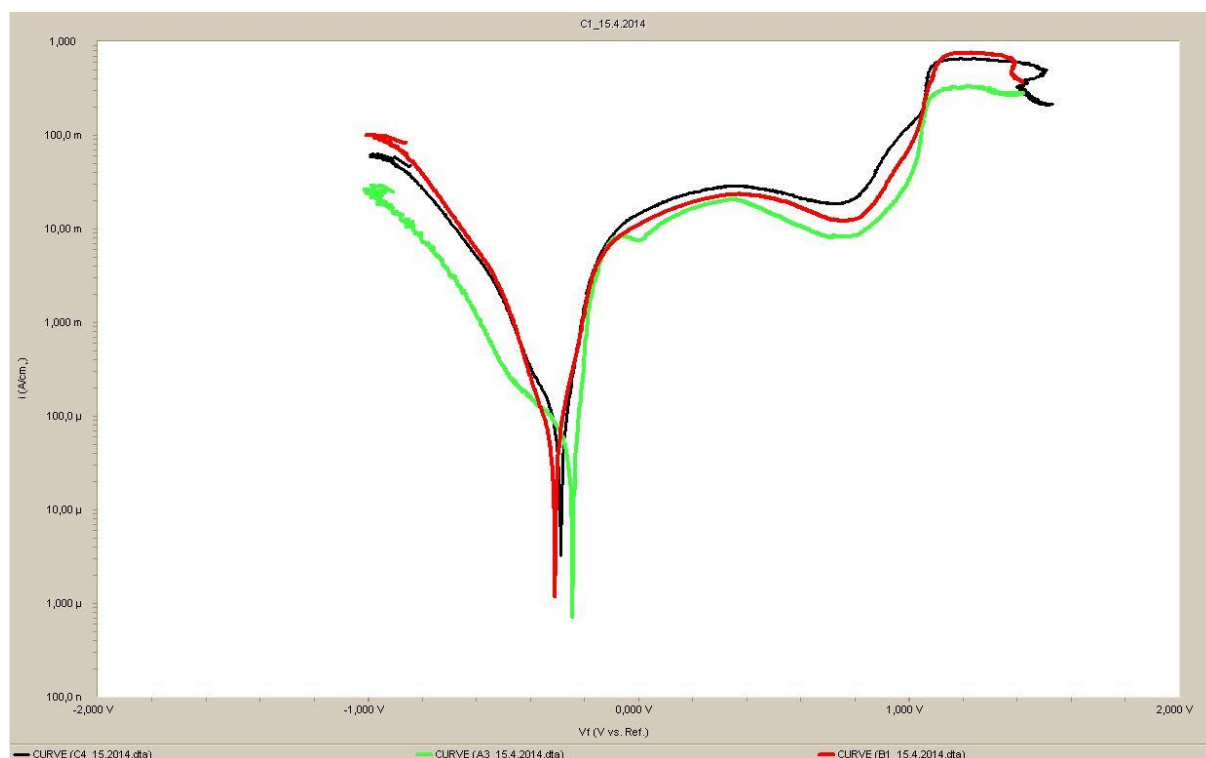
Průběh závislosti potenciálu na proudové hustotě je pro všechny tři materiály velmi podobný. Nejvýše položená křivka patří materiálu B, který je tedy nejméně korozně odolný vůči roztoku kyseliny octové. Nejnižší položená křivka patří materiálu A, který má nejvyšší korozní odolnost vůči roztoku kyseliny octové. U křivek pro materiály A a B je možné pozorovat slabý pokles proudové hustoty za potenciálem 0V, což může znamenat slabou schopnost pasivace těchto materiálů.

Naměřené a vypočtené hodnoty:

Roztok kyseliny octové			
	Materiál A	Materiál B	Materiál C
E_{kor} [V]	0,256	0,328	0,315
i_{kor} [A/cm ²]	9E-07	5,2E-06	1,5-06
$b_{a,b}$ [V]	0,12	0,12	0,12
Z	2	2	2
R_p [Ω.cm ²]	301318	76269	190630
B [V]	0,026	0,026	0,026
j_{kor} [A/cm ²]	8,66E-08	3,42E-07	1,37E-07
v_{kor} [mm/rok]	1E-03	4,54E-03	1,36E-03

Tabulka 20: Naměřené a vypočtené hodnoty pro korozní testy v roztoku kyseliny octové

6.5.4.2 Měření v roztoku chloridu sodného



Graf 18: Polarizační křivky pro všechny tři materiály v roztoku chloridu sodného

Kde:

Zelená křivka – Materiál A

Červená křivka – Materiál B

Černá křivka – Materiál C

Polarizační křivky jsou mnohem blíže u sebe a mají tedy velmi podobnou korozní rychlost. Nad 0,5V může opět docházet ke slabé pasivaci materiálu. Povrch byl po těchto testech mnohem více pokryt korozními produkty než v případě testování v roztoku kyseliny octové. Nejvíce korozně odolný vůči roztoku chloridu sodného byl opět materiál A a nejméně materiál C.

Naměřené a vypočtené hodnoty

Roztok chloridu sodného			
	Materiál A	Materiál B	Materiál C
E_{kor} [V]	0,283	0,304	0,295
I_{kor} [A/cm ²]	1,8E-06	1,9E-06	3,3E-06
$b_{a,b}$ [V]	0,12	0,12	0,12
Z	2	2	2
R_p [Ω.cm ²]	404114	276410	241707
B [V]	0,026	0,026	0,026
j_{kor} [A/cm ²]	8,66E-08	3,42E-07	1,37E-07
v_{kor} [mm/rok]	1,85E-03	1,78E-03	3,16E-03

Tabulka 21: Naměřené a vypočtené hodnoty pro korozní testy v roztoku chloridu sodného

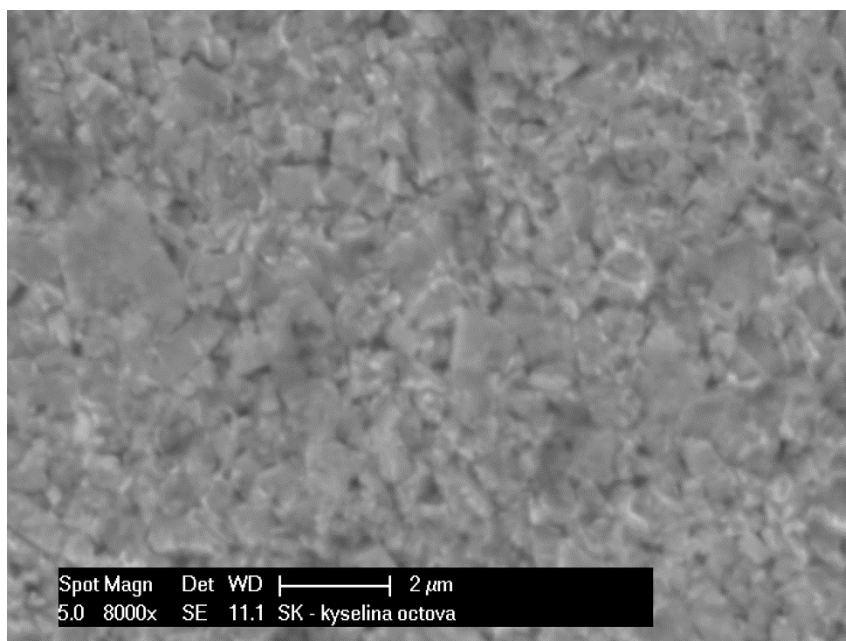
6.5.4.3 Měření v řezné kapalině

Řeznou kapalinu tvoří minerální olej, a jelikož je tento olej nevodivý, tak nedošlo vůbec k vytvoření polarizačních křivek.

6.5.5 Zkoumání zkorodovaného povrchu na řádkovacím elektronovém mikroskopu

Po měření polarizačních křivek byla provedena analýza povrchu na řádkovacím elektronovém mikroskopu s EDX analýzou. Pozorování byly podrobeny povrchy materiálu C.

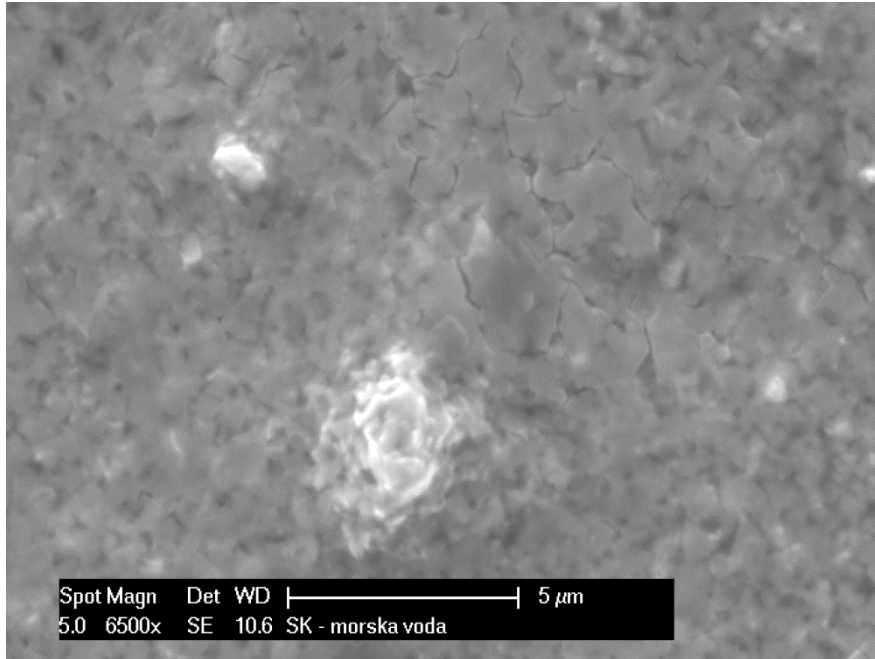
6.5.5.1 Roztok kyseliny octové



Obrázek 64: Povrch materiálu C po testování v roztoku kyseliny octové

Na snímku jsou patrná odhalená zrna karbidu wolframu. Z toho plyne, že koroze napadá kobaltové pojivo. Pomocí EDX analýzy bylo zjištěno, že povrch obsahuje pouze 1% kobaltu. Přičemž použitý slinutý karbid by měl obsahovat 10% kobaltu.

6.5.5.2 Roztok chloridu sodného

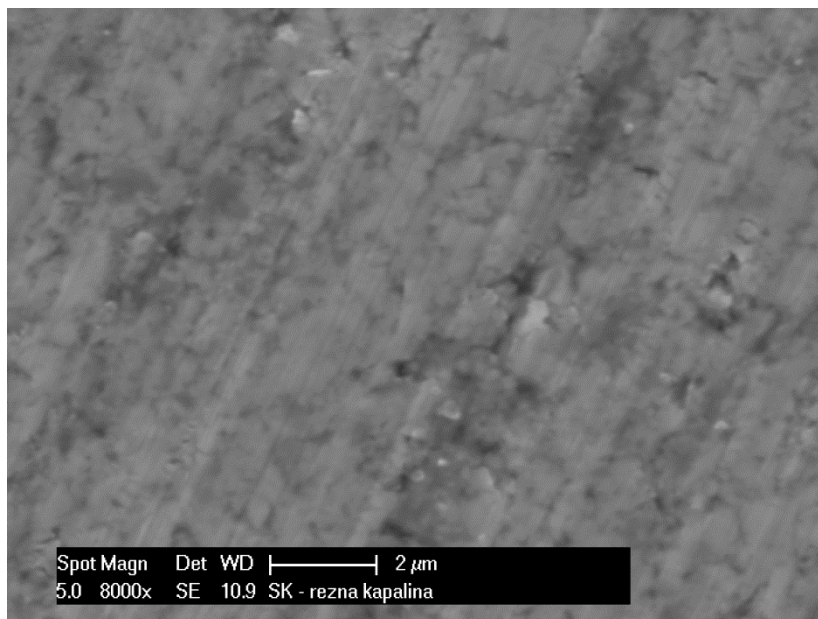


Obrázek 65: Povrch materiálu C po testování v roztoku chloridu sodného

Ze snímku je patrné, že zrna karbidu wolframu nejsou odhalena tolik, jako po testování v roztoku kyseliny octové. Dupočtená korozní rychlost je též nižší pro roztok chloridu sodného než pro roztok kyseliny octové. Na povrchu jsou dobře viditelné korozní produkty. Protože korozní produkty nejsou vodivé, jsou na snímku zobrazeny světlé. Pomocí EDX analýzy byl zjištěn na povrchu sodík, který pochází z korozní kapaliny. Obsah kobaltu v povrchu je opět velmi nízký kolem 1%.

6.5.5.3 Řezná kapalina

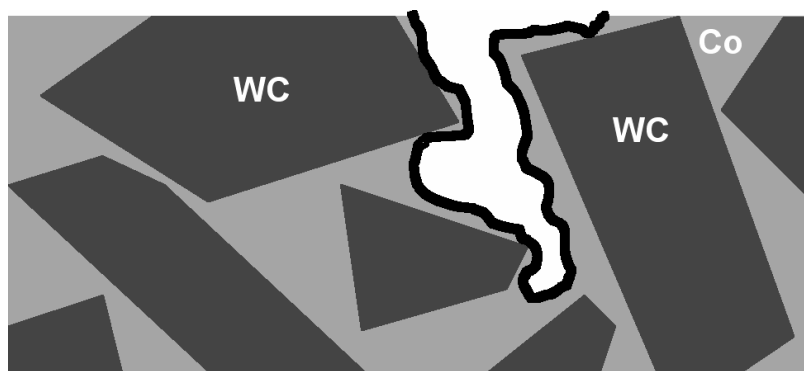
Na řádkovacím elektronovém mikroskopu byl zkoumán i povrch slinutého karbidu testovaného v řezné kapalině. Nicméně nebyla na povrchu materiálu patrná žádná degradace.



Obrázek 66: Povrch slinutého karbidu po testování v řezné kapalině

6.5.6 Závěr měření polarizačních křivek

Slinuté karbidy byly podrobeny korozním testům ve třech různých médiích. Použití řezné kapaliny na bázi minerálního oleje nebylo vhodné, protože pro měření polarizačních křivek je nutné, aby kapalina byla vodivá. V dalších dvou prostředích bylo měření polarizačních křivek provedeno bez problémů. Bylo zjištěno, že více jsou korozně namáhány slinuté karbidy v roztoku kyseliny octové než v roztoku chloridu sodného. Slinutý karbid B byl ze všech karbidů nejméně odolný a slinutý karbid A nejvíce odolný vůči použitým roztokům. Pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu bylo zjištěno, že dochází hlavně k oxidaci kobaltu. Zrna karbidů jsou tak obnažována, jak je patrné z následujícího obrázku.



Obrázek 67: Oxidace kobaltu mezi zrny karbidů wolframu [25]

Vlivem oxidace kobaltu dochází k obnažování zrn karbidu wolframu a jejich snadnému odtrhávání z pojiva. Obrábění pomocí slinutých karbidů v použitých korozních prostředích, může snižovat životnost nástroje. Vzhledem k oxidaci kobaltu jsou korozní rychlosti stanovené pro kobalt. Hodnoty rychlosti se mohou zdát velmi nízké. Jsou to ovšem hodnoty, kdyby docházelo k odstraňování souvislé kobaltové vrstvy. Kobalt je ovšem v povrchu zastoupen pouze 10%. Logickou úvahou je tedy možné dospět k závěru, že hloubka odstraněného kobaltu z povrchu koroze může být u slinutého karbidu s 10% kobaltového pojiva až 10x vyšší.

7 Závěr

Cílem této diplomové práce bylo navázat na diplomovou práci Ing. Zbyňka Špirita, optimalizovat měření lomové houževnatosti indentační metodou, tak aby bylo možné tuto metodu dále reprodukovat a provést testy korozní odolnosti v prostředích, ve kterých se tyto slinuté karbidy používají. Testy byly provedeny na třech typech materiálů o stejném složení, aby bylo zjištěno, zda se nevyskytují odlišnosti i mezi těmito prakticky stejnými materiály. Technologií výroby může dojít, ke značným změnám ve vlastnostech. Při zkoumání trhlin, bylo zjištěno, že všechny použité materiály mají při vtisku Vickersovým indentorem velmi podobný mělký typ trhlin. Díky tomuto závěru bylo následně možné zvolit vhodnou metodu pro výpočet lomové houževnatosti. Měření zbytkových napětí a následná měření lomové houževnatosti prokázala, že je úpravě povrchu před měřením nutné věnovat zvýšenou pozornost. Je zřejmé, že leštěním a tepelným zpracováním lze na povrchu, který byl předtím ovlivněn broušením, dosáhnout přibližně vlastností základního materiálu. Hodnota lomové houževnatosti by měla platit pro celý objem materiálu a ne jen pro jeho povrch. Naměřené hodnoty lomové houževnatosti se pro všechny použité materiály prakticky nelišily.

Bylo by vhodné dále prověřit, zda se mělké trhliny vyskytují i u jiných typů slinutých karbidů s jiným obsahem pojiva a s jinými druhy karbidů a zda jsou pro ně vhodné stejné úpravy povrchu.

Levný čínský karbid, značený C, koupený hlavně pro tyto testy a ke zjištění zda jsou jeho vlastnosti shodné s evropskými ekvivalenty, má prakticky stejnou hodnotu tvrdosti a lomové houževnatosti. Nicméně jeho cena je poštovním a clem podobná ceně SK dostupným v Evropě.

Testy cyklického zatěžování byly provedeny v souladu s měřením v předchozí diplomové práci. Bohužel použitý tvrdměř nebyl zcela v pořádku, což bylo zjištěno až při posledním měření a nebylo již možné měření opakovat, protože výrobu vzorků a následné měření již nebylo možné stihnout do termínu odevzdání této diplomové práce.

Korozní testy byly provedeny v prostředích, ve kterých se tyto slinuté karbidy skutečně využívají. Většina korozních testů je zaměřena na média, v nichž se tyto materiály vůbec nepoužívají. Ač byly použity pro korozní testy materiály o stejném složení (tj. 90% WC, 10% Co, velikost zrna 0,5-0,8 μ m) lišily se naměřené korozní rychlosti. Nejvíce odolný vůči korozi byl materiál A. Zjištění, proč je tento materiál více odolný vůči korozi než ostatní dva materiály, by mohlo být přínosné pro další vývoj slinutých karbidů. Naměřené korozní rychlosti nejsou nijak vysoké. Dochází hlavně ke korozi pojiva. Jenže materiály mohou být zároveň podléhat korozi i erozi či abrazi. Pokud budou tyto jevy působit společně, bude degradace povrchu slinutého karbidu pravděpodobně značně urychlena.

8 Zdroje

- [1] UPADHYAY, Gopal S. Cemented Tungsten Carbides. New Jersey: Noyes Publications, 1998, 403 s. ISBN 08-155-1417-4.
- [2] DEMBEK, Jiří. Slinuté karbidy a jejich efektivní využití: Diplomová práce. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 101 s., 8 s. příloh. Vedoucí práce: doc. Ing. Anton Humár, CSc.
- [3] SLAVÍK, Petr. Nástrojové oceli. [online]. 2013 [cit. 2013-12-07]. Dostupné z: http://u12134.fsid.cvut.cz/podklady/ON/2013_1_Nastrojove_materialy.pdf
- [4] Tungsten carbide. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-10-11]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Tungsten_carbide
- [5] Titanium carbide. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-10-11]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium_carbide
- [6] Tantalum carbide. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-10-11]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Tantalum_carbide
- [7] Niobium carbide. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-10-11]. Dostupné z: http://en.wikipedia.org/wiki/Niobium_carbide
- [8] Cobalt. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-10-11]. Dostupné z: <http://en.wikipedia.org/wiki/Cobalt>
- [9] Nickel. In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2013-25-11]. Dostupné z: <http://en.wikipedia.org/wiki/Nickel>
- [10] Waldorf, Daniel J., et al. "Alternative Binder Carbide Tools for Machining Superalloys." *Industrial and Manufacturing Engineering* (2008): 56.
- [11] ŠPIRIT, Zbyněk. Vybrané vlastnosti slinutých karbidů a jejich využití na řezné nástroje [online]. 2013 [cit. 2013-12-07]. Diplomová práce. ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI, Fakulta strojní. Vedoucí práce Antonín Kříž. Dostupné z: <http://theses.cz/id/g4goqc/>
- [12] Prášková metalurgie [online]. [cit. 2013-29-11]. Dostupné z: http://www.ateam.zcu.cz/praskova_metalurgie.pdf
- [13] JANOUSEK, Antonín. Materiálové aspekty při vlečném omílání břitů osových nástrojů. Plzeň, 2012. Dostupné z: https://otik.uk.zcu.cz/bitstream/handle/11025/2632/BP_janousek.pdf?sequence=1 Bakalářská práce. ZČÚ Plzeň. Vedoucí práce Antonín Kříž.

- [14] FOLTÝN, Michal. Povlakované slinuté karbidy. 2013. Dostupné z: https://dspace.vutbr.cz/xmlui/bitstream/handle/11012/4803/2008_BP_Foltyn_Michal_76387.pdf?sequence=1&isAllowed=y Bakalářská práce. VUT Brno. Vedoucí práce Ing. Anton Humár, CSc.
- [15] Sandvik Coromat ve zkratce. [online]. [cit. 2013-04-12]. Dostupné z: http://www.sandvik.coromant.com/cs-cz/aboutus/sandvik_coromant_in_brief/pages/default.aspx
- [16] Ceratizit [online]. [cit. 2013-04-12]. Dostupné z: <http://www.ceratizit.com/>
- [17] O společnosti Pramet tools. [online]. [cit. 2013-04-12]. Dostupné z: <http://www.pramet.com/cz/o-spolecnosti.html>
- [18] Tungsten carbide - cobalt. [online]. [cit. 2013-05-12]. Dostupné z: <http://www.nanopartikel.info/cms/lang/en/Wissensbasis/wolframcarbid>
- [19] MANGL, Petr. Optimalizace parametrů broušení slinutých karbidů diamantovými kotouči, Diplomová práce, Brno 2009
- [20] Spiegler, Roland, Siegfried Schmauder, and LORENZ S. Sigl. "Fracture toughness evaluation of WC-Co alloys by indentation testing." *Journal of Hard Materials* 1.3 (1990): 147-158.
- [21] Rocha-Rangel, Enrique. "Fracture Toughness Determinations by Means of Indentation Fracture." (2011).
- [22] Exner, H. E. "The influence of sample preparation on Palmqvists method for toughness testing of cemented carbides." *Trans Met Soc AIME* 245.4 (1969): 677-683.
- [23] Opatřebení břitů nástrojů ze slinutých karbidů. [online]. 2005 [cit. 2013-07-12]. Dostupné z: <http://www.mmspektrum.com/clanek/opotrebeni-britu-nastroju-ze-slinutych-karbidu-2.html>
- [24] Corrosion Resistance of Tungsten Carbide Grades. [online]. [cit. 2013-15-10]. Dostupné z: http://www.federalcarbide.com/corrosion_resistant_tungsten_carbide_grades.html
- [25] KURZ, Sabine. Mechanistic Study of the Corrosion Reactions on WC-Co Hardmetal in Aqueous Solution: An Investigation by Electrochemical Methods and Elemental Solution Analysis. Zurich, 2006. Dostupné z: <http://e-collection.library.ethz.ch/eserv/eth:28567/eth-28567-02.pdf>. Disertační práce. ETH Zurich
- [26] Sutthiruangwong, Sutha, Gregor Mori, and Rolf Kösters. "Passivity and pseudopassivity of cemented carbides." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 23.2 (2005): 129-136
- [27] PREPARATION OF ARTIFICIAL SEAWATER. [online]. [cit. 2014-05-04]. Dostupné z: http://www.aslo.org/lo/toc/vol_12/issue_1/0176.pdf
- [28] Koroze ve vodách. [online]. [cit. 2014-05-04]. Dostupné z: http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/korozni_inzenyrstvi_se/koroze_p_vody.htm
- [29] CORROSION OF METALS BY WOOD. [online]. [cit. 2014-03-14]. Dostupné z: http://www.npl.co.uk/upload/pdf/corrosion_of_metals_by_wood.pdf