

Određivanje tvrdoće i lomne žilavosti SiC keramike

Hmura, Bruno

Master's thesis / Diplomski rad

2010

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:113376>

Rights / Prava: [In copyright/Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-11**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

Bruno Hmura

Zagreb, 2010

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

**ODREĐIVANJE TVRDOĆE I LOMNE ŽILAVOSTI SiC
KERAMIKE**

Voditelj rada:

doc.dr.sc Vera Rede

Bruno Hmura

Zagreb, 2010



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **BRUNO HMURA**

Mat. Br.: 0035150124

Naslov: **ODREĐIVANJE TVRDOĆE I LOMNE ŽILAVOSTI SiC KERAMIKE**

Opis zadatka:

Pri ispitivanju mehaničkih svojstava tehničke keramike dobiveni rezultati se mogu jako rasipati. Uzrok tome je specifičnost građe keramičkih materijala – kemijskog sastava, uvjeta i postupaka proizvodnje. Zbog toga se pri ispitivanju i određivanju mehaničkih svojstava moraju uvažavati neke posebnosti ovih materijala.

U diplomskom radu potrebno je napraviti sljedeće:

1. Pripremiti keramografski uzorak silicij karbidne keramike (SiC).
2. Na poliranoj površini uzorka izmjeriti tvrdoću metodom po Vickersu s tri različita opterećenja (HV1, HV3, HV5). Za svako opterećenje provesti dovoljan broj mjerenja.
3. Odrediti lomnu žilavost ispitivanog materijala.
4. Dobivene rezultate za tvrdoću i lomnu žilavost obraditi statistički. Odrediti parametre Weibullove razdiobe: Weibullov modul tj. faktor oblika i normalizacijski parametar.
5. Analizirati dobivene rezultate i izvesti zaključak.

Zadatak zadan:

11. ožujka 2010.

Rok predaje rada:

Ožujak 2011.

Zadatak zadala:

Doc.dr.sc. Vera Rede

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Franjo Cajner

SAŽETAK

U radu je ispitan utjecaj hrapavosti površine na tvrdoću i lomnu žilavost CVD SiC keramike. Pri određivanju lomne žilavosti i tvrdoće po Vickersu primijenjena su opterećenja od 9,81 N (HV1), 29,43 N (HV3) i 49,05 N (HV5). Rezultati su zatim statistički obrađeni Weibullovom metodom raspodjele.

Lomna žilavost (K_{IC}) određena je mjeranjem duljina pukotina koje se šire iz vrhova otiska kada se četverostrana dijamantna piramida utiskuje u poliranu površinu keramografskog uzorka CVD silicij karbida. Za određivanje lomne žilavosti (K_{IC}) korišten je matematički model po Anstisu.

Tvrdoća i lomna žilavosti utvrđene su za tri različite hrapavosti površine. Različita hrapavost ispitivane površine dobivena je završnim poliranjem dijamantnom pastom s veličinama česticama od 6, 3 i 0,25 μm .

Rezultati su pokazali da hrapavost površine značajno utječe na promjenu lomne žilavosti. Povećanjem hrapavosti povećava se lomna žilavost. Hrapavost površine utječe i na izmjerene vrijednosti tvrdoće. Na hrapavoj površini izmjerene su veće vrijednosti tvrdoće.

Također je utvrđeno da porastom sile utiskivanja vrijednost tvrdoće pada, a smanjuje se i lomna žilavost.

Provedena je statistička analiza dobivenih rezultata metodom Weibullove raspodjele. Analizirano je rasipanje rezultata pri mjerenu tvrdoće i određivanju lomne žilavosti u ovisnosti o primjenjenoj sili opterećenja i kvaliteti površine. Najmanje rasipanje rezultata pri mjerenu tvrdoće dobiveno je za najhrapaviju površinu. Promjena sile utisnuća kod mjerena tvrdoće nije imala utjecaj na rasipanje rezultata. Kod određivanja lomne žilavosti najmanje rasipanje rezultata dobiveno je za najmanju silu utisnuća kod najfinije polirane površine.

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. TEHNIČKA KERAMIKA	3
2.1 Proizvodnja tehničke keramike	7
2.2 Silicij karbidna keramika (SiC)	8
2.2.1 Vruće prešani SiC i sinterirani SiC	8
2.2.2 Reakcijski povezan SiC	8
2.2.3 CVD SiC keramika	8
3. ODREĐIVANJE TVRDOĆE I LOMNE ŽILAVOSTI	10
3.1 Određivanje tvrdoće keramike	10
3.2 Određivanje lomne žilavosti keramike	13
3.3 Weibulova metoda raspodjele	15
4. EKSPERIMENTALNI DIO	18
4.1 Cilj rada i provođenje ispitivanja	18
4.2 Materijal za ispitivanje	19
4.3 Priprema uzorka CVD SiC keramike	20
4.3.1 Zalijevanje uzorka	20
4.3.2 Brušenje uzorka	21
4.3.3 Poliranje uzorka	23
4.4 Mjerenje tvrdoće	25
4.5 Računanje lomne žilavosti	29
5. WEIBULLOVA RASPODJELA	32
5.1 Određivanje Weibullovog modula i normalizacijskog parametra za tvrdoću	34

5.2 Određivanje Weibullovog modula i normalizacijskog parametra za lomnu žilavost	45
6. ANALIZA REZULTATA	57
6.1 Utjecaj sile utisnuća i hrapavosti površine na izmjerenu tvrdoću	57
6.2 Utjecaj sile utisnuća i hrapavosti na vrijednost lomne žilavosti	58
6.3 Utjecaj sile utisnuća na rasipanje rezultata kod mjerenja tvrdoće	59
6.4 Utjecaj hrapavosti na rasipanje rezultata kod mjerenja tvrdoće	61
6.5 Utjecaj sile utisnuća na rasipanje rezultata kod mjerenja lomne žilavosti	63
6.6 Utjecaj hrapavosti na rasipanje rezultata kod mjerenja lomne žilavosti	65
7. ZAKLJUČAK	68
8. LITERATURA	69
9. PRILOG	70
9.1 Prilog 1	70
9.2 Prilog 2	79

POPIS SLIKA

Slika 1. Mjerenje tvrdoće metodom po Knoopu	11
Slika 2. Mjerenje tvrdoće metodom po Vickersu	13
Slika 3. Weibullova razdioba za različite vrijednosti parametara oblika	17
Slika 4. Izgled uzorka prije zalijevanja u masu	20
Slika 5. Izgled uzorka nakon zalijevanja	21
Slika 6. Uredaj za brušenje i poliranje keramike	21
Slika 7. Prikaz površine nakon završnog brušenja	22
Slika 8. Prikaz površine nakon 1. koraka poliranja	23
Slika 9. Prikaz površine nakon 2. koraka poliranja	24
Slika 10. Prikaz površine nakon zadnjeg koraka poliranja	24
Slika 11. Tvrdomjer Zwick	25
Slika 12. Izgled nastalog otiska nakon utiskivanja penetratora pri opterećenju od 29,43 N (HV3)	26
Slika 13. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 6 µm	27
Slika 14. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 3 µm	28
Slika 15. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 0,25 µm	28
Slika 16. Ovisnost lomne žilavosti o promjeni opterećenja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 6 µm	30
Slika 17. Ovisnost lomne žilavosti o promjeni opterećenja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 3 µm	31
Slika 18. Ovisnost lomne žilavosti o promjeni opterećenja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 0,25 µm	31
Slika 19. Princip određivanja Weibullovo modula i normalizacijskog faktora	33
Slika 20. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV1 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 µm	34

Slika 21. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV3 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 µm	35
Slika 22. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 µm	35
Slika 23. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV1 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 µm	37
Slika 24. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV3 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 µm	37
Slika 25. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV5 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 µm	38
Slika 26. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV1 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 µm	38
Slika 27. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV3 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 µm	39
Slika 28. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 µm	39
Slika 29. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV1 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 µm	40
Slika 30. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV3 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 µm	41
Slika 31. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV5 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 µm	41
Slika 32. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV1 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 µm	42
Slika 33. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV3 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 µm	42
Slika 34. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 µm	43
Slika 35. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV1 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 µm	44
Slika 36. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV3 za površinu završno polirano s dijamantnim česticama 0,25 µm	44
Slika 37. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV5 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 µm	45

Slika 38. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV1) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 μm	46
Slika 39. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV3) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 μm	46
Slika 40. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV5) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 μm	47
Slika 41. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV1) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm	48
Slika 42. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV3) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm	48
Slika 43. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV5) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm	49
Slika 44. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV1) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm	50
Slika 45. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV3) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm	50
Slika 46. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV5) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm	51
Slika 47. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV1) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 μm	52
Slika 48. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV3) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 μm	52
Slika 49. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV5) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 μm	53
Slika 50. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV1) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 μm	53

Slika 51. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV3) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 μm	54
Slika 52. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV5) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 μm	54
Slika 53. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV1) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 μm	55
Slika 54. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV3) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 μm	56
Slika 55. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV5) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 μm	56
Slika 56. Dijagramska prikaz ovisnosti tvrdoće o sili utisnuća i hrapavosti	57
Slika 57. Dijagramska prikaz lomne žilavosti K_{IC} o sili utisnuća i hrapavosti	58
Slika 58. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite tvrdoće za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm	59
Slika 59. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite tvrdoće za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 μm	60
Slika 60. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite tvrdoće za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 μm	60
Slika 61. Funkcija gustoće vjerojatnosti za tvrdoću HV1 pri različitim hrapavostima površine	61
Slika 62. Funkcija gustoće vjerojatnosti za tvrdoću HV3 pri različitim hrapavostima površine	62
Slika 63. Funkcija gustoće vjerojatnosti za tvrdoću HV5 pri različitim hrapavostima površine	62
Slika 64. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite lomne žilavosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm	63
Slika 65. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite lomne žilavosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 3 μm	64
Slika 66. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite lomne žilavosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 0,25 μm	64
Slika 67. Funkcija gustoće vjerojatnosti za lomnu žilavost K_{IC} (HV1) pri različitim hrapavostima površine	65

Slika 68. Funkcija gustoće vjerojatnosti za lomnu žilavost K_{IC} (HV3) pri različitim hrapavostima površine	66
Slika 69. Funkcija gustoće vjerojatnosti za lomnu žilavost K_{IC} (HV5) pri različitim hrapavostima površine	66

POPIS TABLICA

Tablica 1. Primjena tehničke keramike	3
Tablica 2. Prednosti i nedostatci tehničke keramike u usporedbi s metalnim materijalima	4
Tablica 3. Svojstva ispitivane CVD SiC keramike	19
Tablica 4. Parametri brušenja	22
Tablica 5. Parametri poliranja	23
Tablica 6. Srednje vrijednosti izmjerene tvrdoća za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 6 µm	26
Tablica 7. Srednje vrijednosti izmjerene tvrdoća za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 3 µm	26
Tablica 8. Srednje vrijednosti izmjerene tvrdoća za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 0,25 µm	27
Tablica 9. Srednje vrijednosti izračunatih lomnih žilavosti za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 6 µm	29
Tablica 10. Srednje vrijednosti izračunatih lomnih žilavosti za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 3 µm	29
Tablica 11. Srednje vrijednosti izračunatih lomnih žilavosti za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 0,25 µm	30
Tablica 12. Weibullovi parametri za tvrdoću i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 6 µm	36
Tablica 13. Weibullovi parametri za tvrdoću i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 3 µm	40
Tablica 14. Weibullovi parametri za tvrdoću i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 0,25 µm	43
Tablica 15. Weibullovi parametri za lomnu žilavost i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 6 µm	47
Tablica 16. Weibullovi parametri za lomnu žilavost i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 3 µm	51
Tablica 17. Weibullovi parametri za lomnu žilavost i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 0,25 µm	55

Tablica 18. Prosječne vrijednosti tvrdoće za hrapavost površine nakon završnih poliranja dijamantnom pastom veličine čestica 6, 3 i 0,25 µm	57
Tablica 19. Prosječne vrijednosti lomne žilavosti za hrapavost površine nakon završnih poliranja dijamantnom pastom veličine čestica 6, 3 i 0,25 µm	58
Tablica 20. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 9,81 N (HV1), za površinu završno poliranu s česticama 6 µm.....	70
Tablica 21. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 29,43 N (HV3), za površinu završno poliranu s česticama 6 µm	71
Tablica 22. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 49,05 N (HV5), za površinu završno poliranu s česticama 6 µm	72
Tablica 23. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 9,81 N (HV1), za površinu završno poliranu s česticama 3 µm	73
Tablica 24. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 29,43 N (HV3), za površinu završno poliranu s česticama 3 µm	74
Tablica 25. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 49,05 N (HV5), za površinu završno poliranu s česticama 3 µm	75
Tablica 26. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 9,81 N (HV1), za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm	76
Tablica 27. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 29,43 N (HV3), za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm	77
Tablica 28. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 49,05 N (HV5), za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm	78
Tablica 29. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 9,81 N (HV1) za površinu završno poliranu s česticama 6 µm	79

Tablica 30. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 29,43 N (HV3) za površinu završno poliranu s česticama 6 μm	80
Tablica 31. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 49,05 N (HV5) za površinu završno poliranu s česticama 6 μm	82
Tablica 32. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 9,81 N (HV1) za površinu završno poliranu s česticama 3 μm	83
Tablica 33. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 29,43 N (HV3) za površinu završno poliranu s česticama 3 μm	85
Tablica 34. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 49,05 N (HV5) za površinu završno poliranu s česticama 3 μm	86
Tablica 35. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 9,81 N (HV1) za površinu završno poliranu s česticama 0,25 μm	88
Tablica 36. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 29,43 N (HV3) za površinu završno poliranu s česticama 0,25 μm	89
Tablica 37. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 49,05 N (HV5) za površinu završno poliranu s česticama 0,25 μm	91

POPIS OZNAKA I KRATICA

Oznake

α = kut između suprotnih ravnina lica

c = duljina pukotine od centra otiska do vrha pukotine [m]

c_m = je polovina prosječne duljine pukotine [m]

d_2 = duljina dulje dijagonale Knoopovog utiskivača [μm]

d = srednja vrijednost dijagonalala baze piramide [mm]

e = Eulerov broj ili Napierova konstanta ($e \approx 2,71828$)

E = Youngov modul elastičnosti [GPa]

F = primijenjena sila [N]

H = tvrdoća [GPa]

HV_i = Tvrdoća po Vickersu za i – to utisnuće

HV_{i_0} = normalizacijski parametar Weibullove raspodjele za tvrdoću

i = mjesto u poretku ($i=1,n$)

K_{IC} = lomna žilavost metodom po Anstisu [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ili $\text{MN}/\text{m}^{1.5}$]

$K_{IC_{i_0}}$ = normalizacijski parametar Weibullove raspodjele za lomnu žilavost

K_{Isb} = lomna žilavost metodom po Chantikulu [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ili $\text{MN}/\text{m}^{1.5}$]

K_{elc} = lomna žilavost metodom po Cook i Lawnu [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ili $\text{MN}/\text{m}^{1.5}$]

m = Weibullov modul (parametar oblika)

n = ukupan broj vrijednosti (mjerena)

$P(x)$ = kumulativna funkcija vjerojatnosti

P_i = kumulativna funkcija vjerojatnosti za varijablu i

R^2 = koeficijent determinacije

x = promatrana veličina (slučajna varijabla)

x_0 = normalizacijski parametar

Grčka slova

σ_m = vlačna ili savojna čvrstoća [MPa]

σ_{max} = maksimalno primjenjeno naprezanje [MPa]

Kratice

HK = Knoopova tvrdoća $\left[\frac{\text{kg}}{\text{mm}^2} \right]$

HV = Vickersova tvrdoća [GPa]

CVD – Chemical vapor deposition

HPSN – vruće prešani silicijev nitrid

SiC – silicijev karbid

SiSiC - silicijev karbid sa slobodnim silicijem

SSiC – silicijev karbid sinteriran bez tlaka

IZJAVA

Izjavljujem da sam diplomski rad na temu "**Određivanje tvrdoće i lomne žilavosti SiC keramike**" izradio samostalno koristeći navedenu literaturu i znanje stečeno tijekom studija.

Stručnu pomoć pri odabiru literature, provođenju ispitivanja i pisanju ovog rada pružili su mi mentorica doc.dr.sc Vera Rede, prof.dr.sc Lidija Ćurković, laborant Roman Divjak i laborantica Nada Varga sa Zavoda za Materijale.

Bruno Hmura

ZAHVALA

Zahvaljujem se na stručnoj pomoći, savjetima, ustupljenoj literaturi i utrošenom vremenu svojoj mentorici, doc.dr.sc. Veri Rede koja me strpljivo usmjeravala, savjetovala i pomagala mi u pisanju ovog rada.

Također se zahvaljujem prof.dr.sc. Lidiji Ćurković, laborantima Romanu Divjaku I Nadi Vargi na pomoći pri izvođenju eksperimentalnog dijela ovog rada.

Najveću zahvalu želim izraziti svojim roditeljima i sestri koji su bili uz mene i podržavali me tijekom cijelog trajanja studija i bez čije pomoći, razumijevanja i strpljivosti ne bi uspio.

Ovaj rad posvećujem svome ocu koji je imao izrazito veliku želju doživjeti da diplomiram strojarstvo, no nažalost prerano je preminuo. Sjećanja na njega bili su mi glavni pokretači da ne odustanem od studija kada mi je bilo najteže.

I na kraju hvala svim mojim prijateljima i kolegama na suradnji, susretljivosti i nesebičnosti, te uistinu nezaboravnim trenutcima i lijepim uspomenama tijekom studiranja.

1. UVOD

Keramički materijali su kompleksni kemijski spojevi sastavljeni od metalnih i nemetalnih elemenata. Zbog odsutnosti vodljivih elektrona dobri su električni i toplinski izolatori. Općenito, keramički materijali imaju visoku tvrdoću, visoku tlačnu i savojnu čvrstoću, visoki modul elastičnosti, nisku toplinsku i električnu vodljivost, visoku otpornost na trošenje, malu gustoću, nisku toplinsku rastezljivost i dobru kemijsku postojanost.

Pod tehničku keramiku svrstavaju se keramički materijali namijenjeni za tehničku primjenu. Najčešća upotreba tehničke keramike je u elektrotehničkoj industriji, a potom u automobilskoj industriji. Razlog njene primjene u automobilskoj industriji je dimenzijska postojanost na visokim temperaturama. Zbog skupoće izrade dijelova od tehničke keramike ili dijelova prevučenih tehničkom keramikom njezina upotreba u automobilskoj industriji ograničena je na izradu kočnica za automobile. Značajnija primjena ove keramike u automobilskoj industriji je pri izradi bolida za Formulu 1, gdje se osim za kočnice upotrebljava i za izradu prijenosnih zupčanika poglavito zbog male gustoće, visoke toplinske vodljivosti i visoke otpornosti na trošenje.

Tehnička keramika se također upotrebljava u metalurgiji, zavarivačkoj i toplinskoj tehnici, te pri izradi kočnica za brze liftove u visokim zgradama. Zbog svoje velike tvrdoće i otpornosti na trošenje koristi se za strojne dijelove i industrijska postrojenja gdje se javlja veliko trenje.

Nedostatci tehničke keramike koji katkada ograničavaju njezinu uporabu su mala žilavost, niska otpornost na toplinski umor i niska vlačna čvrstoća. Na svojstva keramičkih materijala utječe kemijski sastav i njihova mikrostruktura. Poboljšavanje nekih od navedenih svojstava zasigurno bi pridonijelo još široj upotrebi tehničke keramike.

Jedno od najčešće određivanih mehaničkih svojstava tehničke keramike je određivanje tvrdoće i pripadne lomne žilavosti. Istraživanja su pokazala da primijenjeno opterećenje utječe na tvrdoću i lomnu žilavost kod polikristalnih metalnih

materijala, anorganskog stakla, polikristalnih i monokristalnih keramičkih materijala, te kod polimernih materijala.

Najčešće korištena metoda za određivanje tvrdoće tehničke keramike je Vickersova metoda. Tvrdoća se također može određivati i pomoću Knoopove metode. I jedna i druga metoda koriste tehniku utiskivanja penetratora na poliranu površinu materijala i potom mjerjenje duljina dijagonala otiska.

Najčešće korištena metoda za određivanje lomne žilavosti kod tehničke keramike je Metoda po Anstisu, no postoje i neke druge metode poput Metoda po Chantikulu i Metoda po Cooku i Lawnu. Metoda po Anstisu koristi duljinu pukotina koje su nastale utiskivanjem penetratora na poliranu površinu keramike. U obzir se uzimaju jedino pukotine koje se prostiru iz vrhova otiska penetratora.

Za izračun tvrdoće i lomne žilavosti preporučljivo je napraviti minimalno 30 - ak mjerena. Veći broj otiska rezultirat će točnjim podatcima. Na iznos vrijednosti tvrdoće i lomne žilavosti utječe priprema uzorka, površinska hrapavost materijala, preciznost i razlučivost svjetlosnog mikroskopa, te nečistoće i uključci na površini materijala.

S obzirom na veliki broj mjerena i moguća velika rasipanja rezultata potrebno je rezultate obraditi statistički. Svrha statističke obrade je utvrđivanje rasipanja dobivenih rezultata, odnosno njihove pouzdanosti. Uzrok zbog kojeg dolazi do rasipanja rezultata je specifičnost građe keramičkih materijala, što je posljedica kemijskog sastava, uvjeta i postupaka proizvodnje keramike.

Rezultati se mogu obraditi Weibullovom i Gaussovom raspodjelom, no najčešće se upotrebljava Weibulova raspodjela zbog toga što je ona pokazatelj homogenosti materijala. Što je krivulja u dijagramu Weibullove raspodjele uža, to je rasipanje podataka manje, odnosno materijal ima veći stupanj homogenosti.

2. TEHNIČKA KERAMIKA

Tehnička keramika obuhvaća keramičke materijale i proizvode namijenjene tehničkoj primjeni. Najčešće se upotrebljava u elektrotehničkoj industriji, no zbog dimenzijske postojanosti na visokim temperaturama česta joj je primjena u automobilskoj industriji, metalurgiji, te zavarivačkoj i toplinskoj tehnici.

Zahvaljujući njenoj visokoj tvrdoći moguće ju je primijeniti za obradu čelika i drugih materijala. Zbog svoje visoke tvrdoće i otpornosti na trošenje gotovo je savršen materijal za strojne dijelove i industrijska postrojenja gdje se javlja veliko trenje.

Primjeri primjene tehničke keramike u ovisnosti o zahtijevanim svojstvima i prevladavajućim utjecajima prikazani su tablicom 1.

Tablica 1. Primjena tehničke keramike

Prevladavajući utjecaj	Zahtijevana svojstva	Primjer primjene
TOPLINSKI	postojanost pri visokim temperaturama i promjenama temperatura, izolacijska svojstva	dijelovi gorionika, dijelovi grijajuća, ispušni sistemi, izolatori
MEHANIČKI	čvrstoća pri visokim temperaturama, dugotrajno opterećenje, otpornost umoru, tribološka svojstva	dijelovi tribosistema strojeva, klizni prstenovi, dijelovi motora, dijelovi plinskih turbina, prevlake
KEMIJSKI I BIOLOŠKI	kemijska postojanost, biokompaktibilnost, sposobnost adsorpcije	prevlake za zaštitu od korozije, nosači katalizatora, senzori, zubi implantati (zglobovi)
ELEKTRIČNI I MAGNETSKI	električna vodljivost, električna otpornost, piezoelektricitet i termoelektricitet, dielektrična svojstva	elementni grijajuća, izolatori, magneti, senzori, elektroničke komponente, poluvodiči, supervodiči

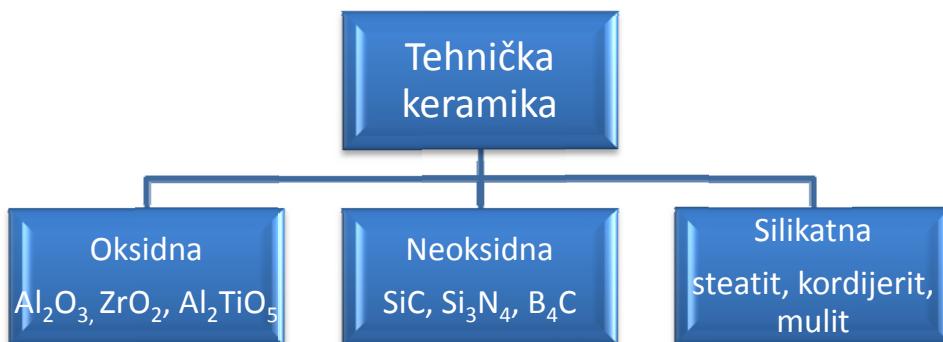
U usporedbi s metalnim materijalima tehnička keramika posjeduje neke prednosti i nedostatke koji su prikazani tablicom 2.

Tablica 2. Prednosti i nedostatci tehničke keramike u usporedbi s metalnim materijalima

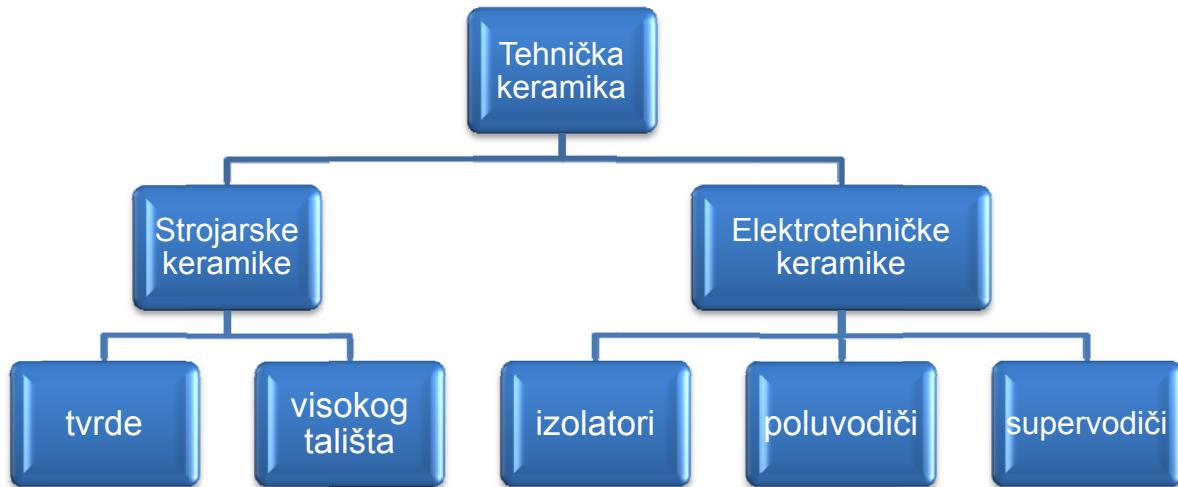
TEHNIČKA KERAMIKA vs. METALNI MATERIJALI	
PREDNOSTI	NEDOSTATCI
viša tvrdoća, posebno na povišenim temperaturama	mala žilavost – visoka krhkost
viši modul elastičnosti - krutost	niska otpornost toplinskem umoru (šoku)
visoka otpornost trošenju	niska vlačna čvrstoća
visoka kemijska postojanost prema agresivnim medijima	velika rasipanja vrijednosti za svojstva
niska gustoća	visoki troškovi sirovina i postupaka oblikovanja
veća otpornost puzanju	
niža toplinska rastezljivost	

Postoji više podjela tehničke keramike, no najčešće su podjele prema sastavu i upotrebi.

a) Podjela tehničke keramike prema sastavu:



b) Podjela tehničke keramike prema upotrebi:



Silikatna keramika je najstarija vrsta keramike. U silikatnu keramiku se ubrajaju: tehnički porculan, steatit, kordijerit i mulit. Glavne sirovine iz kojih se dobiva su glina, kaolin, glinenci i talk budući da sadrže silicij. Proizvodi se postupkom sinteriranja nakon čega se dobiva višefazni izradak koji se sastoji od kristalne faze i visokog udjela staklene faze koji može iznositi i više od 20%. Glavni sastojak staklene faze je silicij oksid po čemu je ova keramika dobila ime. Silikatna keramika bitno je jeftinija i pristupačnija od oksidne i neoksidne keramike zbog relativno niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti prirodne sirovine. Koristi se u termotehnici, mjerenoj i regulacijskoj tehnici, procesnoj tehnici, pri izradi izolatora, osigurača, katalizatora i kućišta i vatrostalnih proizvoda.

Oksidna keramika uglavnom podrazumijeva materijale koji se sastoje od jednokomponentnih metalnih oksida čiji je udio veći od 90% i koji su izgrađeni od jedne kristalne faze [5]. Sirovine koje se koriste za dobivanje oksidne keramike uglavnom su dobivene sintetičkim putem i imaju visok stupanj čistoće. Keramički materijali iz skupine oksidne keramike nemaju udio staklene faze ili je taj udio izuzetno nizak. Da bi se postigla ujednačena mikrostuktura potrebno je izvršiti sinteriranje ove keramike pri visokim temperaturama. Ujednačenom mikrostrukturom postižu se izuzetno dobra svojstva oksidne keramike.

Područja primjene oksidne keramike [6]:

- dijelovi pločica reznih alata (Al_2O_3)
- kotačići za vučenje i vođenje žice (Al_2O_3)
- nosioci katalizatora u kemijskoj industriji (Al_2O_3)
- implantati u ljudskom organizmu (Al_2O_3)
- košuljice cilindara (ZrO_2)
- mjerni alati i ventili uređaja koji rade u agresivnoj okolini (ZrO_2)
- senzori za peći za toplinsku obradu i za kontrolu gorive smjese u benzinskim motorima (ZrO_2)

Neoksidna keramika podrazumijeva materijale na temelju spojeva bora, ugljika, dušika i silicija. Najvažniji predstavnici neoksidne keramike su: silicij karbid (SiC), silicij nitrid (Si_3N_4), aluminij nitrid (AIN) i bor-karbid (B_4C_3).

Neoksidna keramika se proizvodi isključivo od sintetičkih sirovina. Ima izvanrednu kombinaciju svojstava zbog visokih udjela kovalentnih veza u karbidnim i nitridnim kristalnim strukturama. Prilikom proizvodnje neoksidne keramike sirovina mora biti izuzetno fino mljevena, proces izgaranja mora biti u atmosferi bez kisika, odnosno u vakuumu ili inertnom plinu u hermetički zatvorenim komorama. Temperatura izgaranja je preko 2000°C .

Osnovna svojstva neoksidne tehničke keramike su [6]:

- visoko talište
- niska gustoća
- visoka tvrdoća i čvrstoća na visokim temperaturama
- dobra otpornost toplinskem umoru

Primjeri primjene neoksidne keramike:

- dijelovi pumpa za agresivne medije (SiSiC i SSiC)
- alati za izvlačenje žice i cijevi (HPSN)
- kuglični i klizni ležajevi (SSiC i HPSN)
- dijelovi ventila izloženi eroziji (HPSN i SiSiC)
- brtveni prstenovi (SSiC i SiSiC)
- dijelovi filtara i izmjenjivača topline (SiC)

2.1 Proizvodnja tehničke keramike

Tehnička keramika u pravilu se dobiva tako da se dijelovi oblikuju pri sobnoj temperaturi iz sirove mase nakon čega se podvrgavaju postupku sinteriranja, pri visokim temperaturama i tlaku, čime se postižu konačna svojstva.

Sam postupak proizvodnje započinje procesom pripreme sirovine. Pod proces pripreme sirovine podrazumijeva se: određivanje sastava, mljevenje, miješanje i priprema samljevenog praha, granuliranje, spajanje pomoću veziva i sušenje raspršivanjem.

Prilikom mljevenja materijalu koji se melje dodaje se inertni tekući medij. Nakon završetka postupka mljevenja miče se tekući medij sušenjem i provodi se spajanje pomoću veziva ili parafiniranje. Parafiniranje je obljepljivanje svake čestice praha sa parafinom da bi se prah mogao prešati. Nakon prešanja ukoliko je prah već prethodno parafiniran, otpresak će zadržati svoj oblik. No prah ne može popunjavati ravnomjerno alat ako je samo parafiniran. Zbog toga prah se mora granulirati da bi postigao svojstvo tečenja. Granuliranje će spojiti čestice u sferični oblik, tako da one mogu teći i popunjavati kalup ravnomjerno. Na taj način postići će se izotropna svojstva materijala nakon prešanja.

Nakon procesa pripreme sirovine slijedi proces oblikovanja kojim se postiže geometrijski oblik dijela. Postoji mnogo procesa kojim se može oblikovati keramika, a neki od njih su: izostatičko prešanje, rotacijsko oblikovanje za simetrične okrugle dijelove, isprešavanje profila cijevi i šipki, suho prešanje sa udjelom vode manjim od 8 %, mokro prešanje te lijevanje u formu ili Slip Casting.

Nakon postupka oblikovanja slijedi sinteriranje koje predstavlja najvažniju operaciju u proizvodnji keramičkih izradaka. Najčešće primjenjivani postupci sinteriranja za tehničku keramiku su: sinteriranje u različitim atmosferama, reakcijsko sinteriranje (RB), sinteriranje uz vruće prešanje (HP) i sinteriranje uz vruće izostatičko prešanje (HIP).

Nakon sinteriranja slijedi završna obrada proizvedenog dijela koja može uključivati neku od sljedećih obrada: brušenje dijamantnim alatima, lepanje, honanje, poliranje, elektroerozija i lasersko rezanje i obrada.

2.2 Silicij karbidna keramika (SiC)

Silicij karbidna keramika spada u skupinu neoksidne keramike. SiC keramika se može proizvesti na različite načine poput vrućeg prešanja, reakcijskog prešanja, sinteriranja ili CVD postupkom. Najbolja svojstva ima ako se proizvodi CVD postupkom.

2.2.1 Vruće prešani SiC i sinterirani SiC

Vruće prešani SiC i sinterirani SiC spadaju pod dva jeftinija postupka proizvodnje silicij karbida. Dobivaju se sličnim proizvodnim postupcima i imaju slične karakteristike. No nedostatci ovako proizvedenog silicij karbida su velike dimenzijske promjene koje nastaju između hladnog i užarenog stanja, kao i relativno hrapava i porozna vanjska površina krajnjeg proizvoda. Pošto se silicij karbidna keramika uglavnom koristi za proizvodnju poluvodičkih dijelova, nedostatak ove keramike za tu primjenu čine dodatci keramici koji se koriste kod vrućeg prešanja i sinteriranja SiC keramike. Ti dodatci su kemijski reaktivni što rezultira korozijom, oksidacijom i kemijskom erozijom što pak može dovesti do komplikacija u poluvodičkoj proizvodnji dijelova.

2.2.2 Reakcijski povezan SiC

Reakcijski povezan SiC ima relativno nisku gustoću ($3,00\text{-}3,15 \text{ g/cm}^3$) i visoku količinu organskih nečistoća. Također reakcijski povezan SiC ima sklonost stvaranja lužnatih elemenata. Ovaj materijal je jako kemijski reaktiv i ne primjenjuje se u poluvodičkoj industriji.

2.2.3 CVD SiC keramika

CVD SiC keramika je tvrda i izrazito čista keramika (99.9995% SiC). Zbog svoje kubične β kristalne rešetke posjeduje izotropna svojstva. Njezine prednosti su izvrsna otpornost na trošenje, abraziju, koroziju, oksidaciju i eroziju, niska gustoća koja je slična gustoći aluminija i berilija, nizak koeficijent toplinskog širenja i visoka toplinska provodljivost što je čini različitom od ostalih keramika koje su općenito toplinski izolatori. CVD SiC keramika je nenadmašiva za upotrebu pri visokim temperaturama odnosno može se upotrebljavati do 1700°C no preporuča se upotreba do 1500°C jer na toj temperaturi još uvijek zadržava dobra toplinska i

mehanička svojstva. Ova keramika se često koristi za reflektirajuće optičke aplikacije i za poluvodičke primjene. Razlog primjene ove keramike u poluvodičkoj industriji je mogućnost kontroliranja otpornosti, viša čistoća od obične SiC keramike, dulji životni vijek i bolja temperaturna svojstva. Ova keramika je dosta zastupljena i u procesnoj industriji zbog toga što omogućuje nižu masu i vrlo tanke presjeke koji zadržavaju toplinsku stabilnost što rezultira jednolikom temperaturom kroz čitavu pločicu za vrijeme obrade.

CVD SiC keramika se koristi kao podloga za proizvodnju nadzornih ogledala, koristi se kod proizvodnje lasera visokih snaga, kod radarskih sistema, velikih astronomskih teleskopa i pri proizvodnji satelita za kontrolu vremena.

3. ODREĐIVANJE TVRDOĆE I LOMNE ŽILAVOSTI

3.1 Određivanje tvrdoće keramike

Tvrdoća je otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatnije tvrđeg tijela. Ispitivanje tvrdoće je vjerojatno najčešće uporabljeno ispitivanje nekog mehaničkog svojstva. Razlog je u tome što je tvrdoća u korelaciji sa drugim mehaničkim svojstvima što se ponajprije odnosi na vlačnu čvrstoću i na otpornost na abrazijsko trošenje. Kod određivanja tvrdoće keramike koriste se Knoopova i Vickersova metoda.

Silicij karbidna keramika je izrazito tvrda neoksidna keramika i kod nje se za mjerjenje tvrdoće koristi Vickersova metoda. Knoopova metoda češće se koristi za materijale manje tvrdoće od neoksidne keramike primjerice za oksidne keramike.

Otisak dobiven Knoopovom metodom ima simetriju između dva kraja, dok otisak dobiven Vickersovom metodom ima simetriju između četiri kraja. Vickersov utiskivač ostavlja dublje utisnuće i zbog toga može ostaviti pukotine na krhkim materijalima za razliku od Knoopovog utiskivača.

Veličina opterećenja utiskivača može imati utjecaj na rezultate mjerjenja tvrdoće poglavito pri niskim opterećenjima. Granica između mjerena mikrotvrdoće i tvrdoće je opterećenje od 200 grama. Sve tvrdoće mjerene s opterećenjima manjim od 200 grama nazivaju se mikrotvrdoćama, dok se tvrdoće mjerene s opterećenjem većim od 200 grama nazivaju makrotvrdoćama ili još češće tvrdoćama.

Niska opterećenja kao primjerice opterećenja manja od 100 g rezultiraju s vrlo visokim vrijednostima mikrotvrdoća. Niska opterećenja također stvaraju mali otisak koji može biti problematičan za mjerjenje. Vrlo visoka opterećenja mogu pak izazvati pukotine u kutovima utiskivanja što također utječe na rezultate tvrdoće.

Tvrdoća po Knoopu

Knoopova metoda mjerjenja tvrdoće koristi kao utiskivač dijamantnu piramidu čiji se nasuprotni bridovi sijeku pod kutom od 136° i na koju se primjenjuje sila do približno 1000 g. Tvrdoća se računa iz vrijednosti dužine dulje osi utisnuća i primijenjene sile, što je prikazano sljedećom formulom:

$$HK \left[\frac{kg}{mm^2} \right] = 14229 \frac{F}{d_2} \quad (3.1)$$

$$HK(GPa) * 0.0098067 \cdot HK \left[\frac{kg}{mm^2} \right] = 139.54 \frac{F}{d_2} \quad (3.2)$$

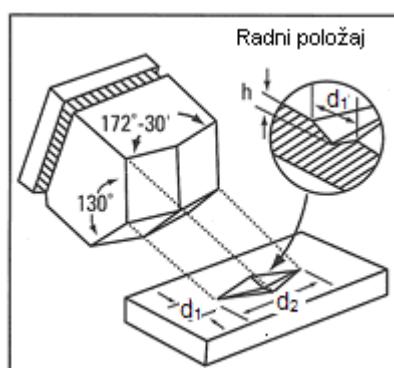
Gdje je:

HK = broj koji predstavlja Knoopovu tvrdoću $\left[\frac{kg}{mm^2} \right]$

F = sila utisnuća [g]

d_2 = duljina dulje dijagonale Knoopovog utiskivača [μm]

Prikaz oblika utiskivača i izgled otiska Knoopovom metodom prikazan je slikom 1.



Slika 1. Mjerjenje tvrdoće metodom po Knoopu [1]

Tvrdoća po Vickersu

Metoda mjerena tvrdoće po Vickersu koristi piramidu sa baznim kutovima od 90° i kutovima ravnina lica utiskivača od 136° . Najčešća sila koja se primjenjuje za utiskivanje iznosi do 1000 g, no moguće je primijeniti i veća opterećenja poput 3000 g i 5000 g. Mjerenje tvrdoće po Vickersu nije preporučljivo za većinu sinterirane keramike zato što su otisci jako mali i izazivaju pucanje susjednih regija te je zbog toga teško precizno odrediti pravu veličinu utisnuća. Tvrdoća metodom po Vickersu se mjeri iz prosječne vrijednosti dviju dijagonala i primjenjene sile. Princip izračunavanja sličan je Knoopovoj metodi, a razlika je u tome što se ovdje u izračun uključuju duljine obje osi. Formula za izračunavanje tvrdoće po Vickersu glasi:

$$HV \left[\frac{kg}{mm^2} \right] = \frac{2F \sin \left(\frac{\alpha}{2} \right)}{(d)^2} \quad (3.3)$$

Gdje je:

F = sila utisnuća [kg]

d = srednja vrijednost dijagonala baze piramide [mm], $d = \frac{d_1+d_2}{2}$

$\alpha = 136^\circ \rightarrow$ kut između suprotnih ravnina lica

Tvrdoću je moguće izračunati i prema sljedećim formulama:

$$HV \left[\frac{kg}{mm^2} \right] = \frac{F \cdot 0,188}{d^2} \quad (3.4)$$

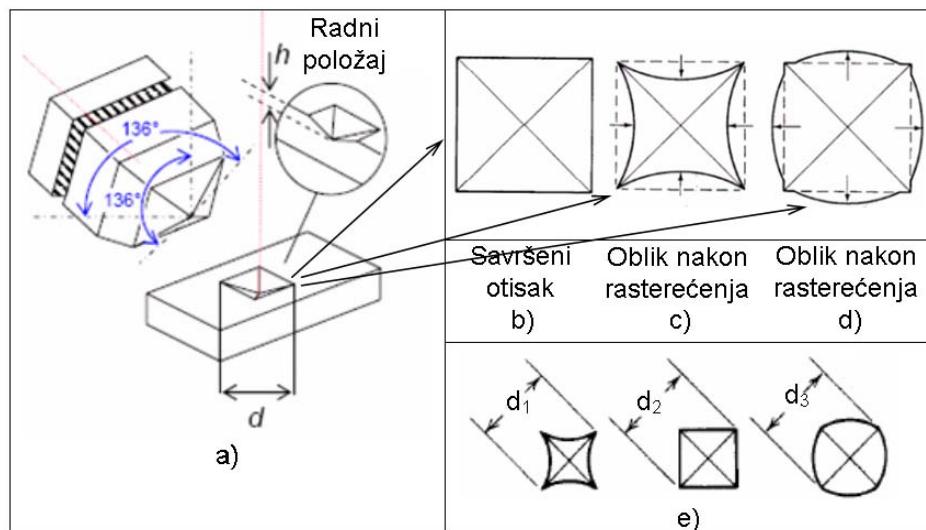
Gdje je:

HV = Vickersova tvrdoća [GPa]

F = primjenjena sila u njutnima [N]

d = srednja vrijednost dijagonala baze piramide [mm], $d = \frac{d_1+d_2}{2}$

Na slici 2 prikazan je oblik otisnuća po Vickersovoj metodi.



Slika 2. Mjerenje tvrdoće metodom po Vickersu [2]

3.2 Određivanje lomne žilavosti keramike

Lomna žilavost se definira kao sposobnost materijala da se odupre propagaciji pukotine. Mekši i savitljiviji materijali kao što su metali i elastomeri su žilaviji nego tvrdi i krhkiji materijali što uključuje i keramiku.

Lomna žilavost je važno mehaničko svojstvo materijala jer ono najbolje opisuje otpornost materijala prema nekontroliranom rastu pukotine pri statickom ili dinamičkom opterećenju materijala. Lomna žilavost se može definirati i kao kritična vrijednost koncentracije naprezanja na vrhu pukotine pri kojoj nastupa nestabilan rast pukotine.

Mikrostruktura i uvjeti ispitivanja mogu utjecati na rezultate mjerena žilavosti. Na lomnu žilavost utječe veličina zrna, oblik zrna, poroznost, anizotropija i ostale mikrostrukturne karakteristike. Također značajan utjecaj na rezultate mjerena ima sila utiskivanja, veličina pukotine, orijentacija pukotine i završna obrada površine. Poteškoće pri izračunu žilavosti stvaraju i pukotine koje se krivudavo šire pa je njihovu duljinu teško izmjeriti.

Razvijeno je nekoliko načina utvrđivanja lomne žilavosti kod tehničke keramike. Najčešće se koriste metode mjerjenja žilavosti po Anstisu, Chantikulu i po Cook i Lawnu.

Mjerenje lomne žilavosti metodom po Anstisu

Metodom po Anstisu lomna žilavost se određuje mjerenjem duljina pukotina koje se šire iz vrhova otiska utisnutih Knoopovim ili Vickersovim utiskivačem. Kod utiskivanja penetratora Vickersovom metodom pukotine se najčešće šire iz sva četiri vrha otiska. Kod Knoopove metode pukotine se šire uglavnom samo iz vrhova po dužoj dijagonali. Formula za izračunavanje lomne žilavosti metodom po Anstisu glasi:

$$K_{IC} = 0.016 \sqrt{\frac{E}{H}} \cdot \frac{F}{\sqrt{c^3}} \quad (3.5)$$

$$H = 0,009806 \cdot HV$$

Gdje je:

$$K_{IC} = \text{lomna žilavost [MPa}\sqrt{\text{m}} \text{ ili MN/m}^{1.5}\text{]}$$

$$F = \text{opterećenje [N]}$$

$$c = \text{duljina pukotine od centra otiska do vrha pukotine [m]}$$

$$E = \text{Youngov modul elastičnosti [GPa]}$$

$$H = \text{tvrdoća [GPa]}$$

Mjerenje žilavosti metodom po Chantikulu

Žilavost mjerena **metodom po Chantikulu** koristi umjesto duljine pukotina vrijednost vlačne ili savojne čvrstoće. Izračunava se prema izrazu:

$$K_{isb} = 0.59 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/8} \left[\sigma_m (F^{1/3}) \right]^{3/4} \quad (3.6)$$

Gdje je:

$$K_{isb} = \text{lomna žilavost [MPa}\sqrt{\text{m}} \text{ ili MN/m}^{1.5}\text{]}$$

$$\sigma_m = \text{vlačna ili savojna čvrstoća [MPa]}$$

$$F = \text{sila utiskivanja [MN]}$$

$$E = \text{Youngov modul elastičnosti [GPa]}$$

$$H = \text{tvrdoća [GPa]}$$

Mjerenje žilavosti metodom po Cook i Lawnu

Metoda po Cook i Lawnu koristi iznos maksimalne primijenjene sile i duljinu pukotine dva očuvana utiskivanja nakon što je uzorak puknuo kroz jedno od tri utisnuća. Ukoliko put loma ne obuhvati niti jedno od utisnuća tada je to pokazatelj da uzorak ima nesavršenosti nastale tokom proizvodnje. Te nesavršenosti nalaze se u području vlačne zone te su veće i oštije od utisnuća. Žilavost se kod ove metode izračunava formulom:

$$K_{ecl} = 2.02\sigma_{max}\sqrt{c_m} - 0.68 \quad (3.7)$$

Gdje je:

$$K_{ecl} = \text{lomna žilavost [MPa}\sqrt{\text{m}} \text{ ili MN/m}^{1.5}\text{]}$$

$$\sigma_{max} = \text{maksimalno primijenjeno naprezanje [MPa]}$$

$$c_m = \text{je polovina prosječne duljine pukotine [m]}$$

Bitno je napomenuti da se kod ove metode polovina prosječne duljine pukotine, c_m , računa iz vrijednosti onih pukotina koje se šire okomito na smjer vlačne čvrstoće iz kutova dva preostala utisnuća.

3.3 Weibullova metoda raspodjele

Weibullova raspodjela se koristi za opis problema povezanih s mehaničkim svojstvima krhkih materijala, te prilikom testiranja trajnosti materijala. To je

poluempirijska metoda raspodjele izražena pomoću dva parametra. Izračunava se prema izrazu:

$$f(x) = m(x)^{m-1} \cdot e^{-x^m} \quad (3.8)$$

Gdje je:

x = promatrana veličina (slučajna varijabla)

m = Weibullov modul (parametar oblika)

e = Eulerov broj ili Napierova konstanta ($e \approx 2,71828$)

Weibullov modul je pokazatelj homogenosti materijala, odnosno što je njegova vrijednost veća to je veći stupanj homogenosti materijala. Viši iznos Weibullovog modula označava užu razdiobu, dakle krivulja je u dijagramu uža. Na slici 3 prikazan je izgled krivulja za različite module Weibullove raspodjele. Europski standard propisuje da mora biti obavljeno minimalno trideset mjerena da bi se mogli odrediti Weibullov modul i normalizacijski parametar. Uobičajeniji zapis Weibullove raspodjele prikazan je jednadžbom:

$$P(x) = 1 - e^{-(\frac{x}{x_0})^m} \quad (3.9)$$

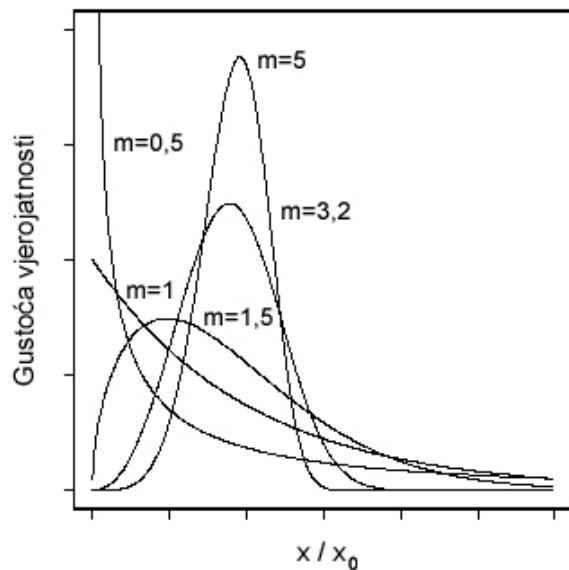
Gdje je:

$P(x)$ = kumulativna funkcija vjerojatnosti

x = promatrana veličina (slučajna varijabla)

x_0 = normalizacijski parametar

m = Weibullov modul (parametar oblika)



Slika 3. Weibullova razdioba za različite vrijednosti parametara oblika [3]

Za izračun kumulativne funkcije vjerojatnosti, P_i , koriste se četiri jednadžbe i sve daju približno iste vrijednosti.

$$P_i = \frac{i - 0.5}{n} \quad (3.10)$$

$$P_i = \frac{i}{n + 1} \quad (3.11)$$

$$P_i = \frac{i - 0.3}{n + 0.4} \quad (3.12)$$

$$P_i = \frac{i - \frac{3}{8}}{n + \frac{1}{4}} \quad (3.13)$$

Gdje je:

i = mjesto u poretku ($i=1,n$)

n = ukupan broj vrijednosti (mjerena)

4. EKSPERIMENTALNI DIO

4.1 Cilj rada i provođenje ispitivanja

U ovom radu određena je vrijednost mikrotvrdoće i lomne žilavosti SiC keramike dobivene CVD postupkom. Zbog specifične građe tehničke keramike, pa tako i CVD SiC, dobiveni rezultati se mogu jako rasipati. Zato je bilo nužno provesti što više mjerena i napraviti statističku obradu dobivenih rezultata. Korištena je metoda Weibullove raspodjele i na temelju toga su dobiveni zaključci o rasipanju rezultata.

Također je određen utjecaj primijenjenog opterećenja i kvalitete površine na rasipanje rezultata pri mjerenu tvrdoće i određivanju lomne žilavosti.

U okviru planiranog istraživanja provedeni su sljedeći postupci:

- Pripremljen je keramografski uzorak CVD silicij karbidne keramike (CVD SiC) s različitom hrapavošću površine. Različita hrapavost dobivena je poliranjem površine uzorka dijamantnim česticama 6, 3 i 0,25 µm.
- Na poliranoj površini svih uzoraka izmjerena je tvrdoća metodom po Vickersu s tri različita opterećenja (HV1, HV3 i HV5). Za svako opterećenje provedeno je 30 mjerena.
- Određena je lomna žilavost ispitivanog materijala metodom po Anstisu. Ova metoda koristi duljinu pukotina koje se šire iz vrhova utisnuća dijamantne piramide. Uvršteno je 60 duljina pukotina.
- Dobiveni rezultati za tvrdoću i lomnu žilavost obrađeni su statistički. Određeni su parametri Weibullove razdiobe: Weibullov modul tj. faktor oblika i normalizacijski parametar.

Priprema keramografskog uzorka napravljena je u Laboratoriju za materijalografiju u Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Mjerenje tvrdoće obavljeno je Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava, Zavoda za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Određivanje lomne žilavosti provedeno je mjerenjem duljina pukotina u Laboratoriju za materijalografiju u Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

4.2 Materijal za ispitivanje

Sva ispitivanja su provedena na uzorku silicij karbidne keramike (SiC), dobivene CVD postupkom iz tvrtke Applied Ceramics, Inc., Fremont, Kalifornija, SAD. Prema deklaraciji tvrtke Applied Ceramics ispitivana silicij karbidna keramika ima sljedeća svojstva koja su prikazana u tablici 3.

Tablica 3. Svojstva ispitivane CVD SiC keramike [8]

Svojstva	CVD SiC	Mjerne jedinice
Gustoća	3.21	g/cm ³
Veličina zrna	5-10	µm
Čistoća	> 99,9995 %	%
Apsorpcija vode	0	%
Propusnost plina	0	%
Temperatura sublimacije	~ 2700	°C
Boja	Crna	-
Savojna čvrstoća	460	MPa
Modul Elastičnosti	450	GPa
Poissonov faktor	0,21	-
Tvrdoća, HV 0,5	2500	kg/mm ²
Lomna žilavost	3,3	MPa m ^{1/2}
Toplinska provodnost	200	W/mK
Koefficijent toplinskog širenja 25-1000°C	665	J/kgK
Specifični toplinski kapacitet	665	J/kgK

4.3 Priprema uzorka CVD SiC keramike

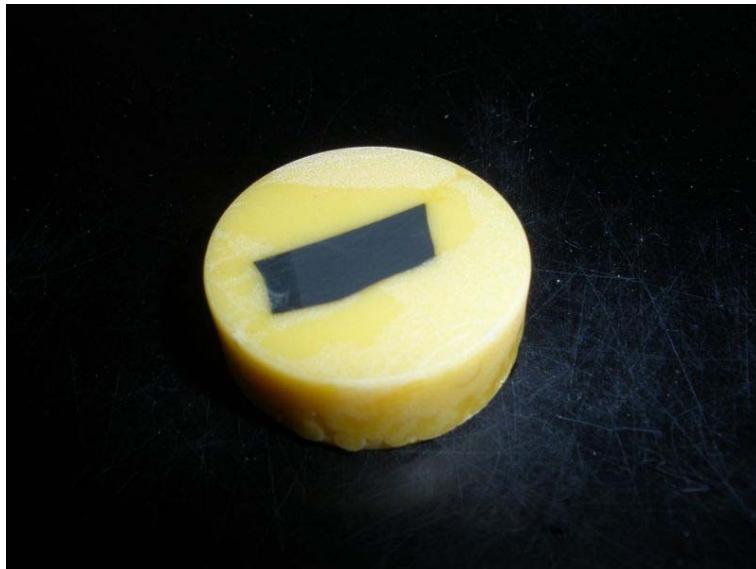
Priprema uzorka se sastoji od rezanja, zalijevanja uzorka u kalup, brušenja i poliranja. Cijela priprema uzorka provodi se prema uputama "STRUERS Metalog Guide".

4.3.1. Zalijevanje uzorka

Dobiveni uzorak za zalijevanje bio je prikladnih dimenzija za zalijevanje i nije ga bilo potrebno rezati. Ulijevanje uzorka u kalup vrši se na hladno. Akrilna masa se ulijeva u kalup oko uzorka i nakon približno pola sata skrutne. Svrha ulijevanja u kalup je zaštita uzorka i lakše rukovanje uzorkom pri dalnjoj analizi. Akrilna masa je "Duro Fix – 2 Kit". Sastoji se od praška i tekućine u omjeru 2:1, a točan sastojak je tvornička tajna. Na slici 4 prikazan je uzorak prije zalijevanja u masu, a na slici 5 izgled uzorka nakon zalijevanja. Ovakav uzorak je spremан за daljnju mehaničku pripremu – brušenje i poliranje.



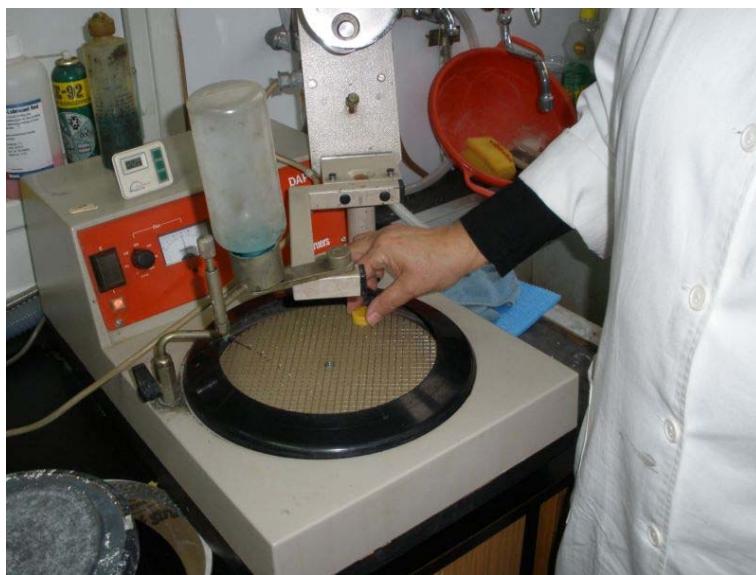
Slika 4. Izgled uzorka prije zalijevanja u masu



Slika 5. Izgled uzorka nakon zalijevanja

4.3.2 Brušenje uzorka

Nakon zalijevanja uzorka uslijedilo je brušenje i poliranje uzorka na uređaju DAP - W STRUERS prikazanom na slici 6.



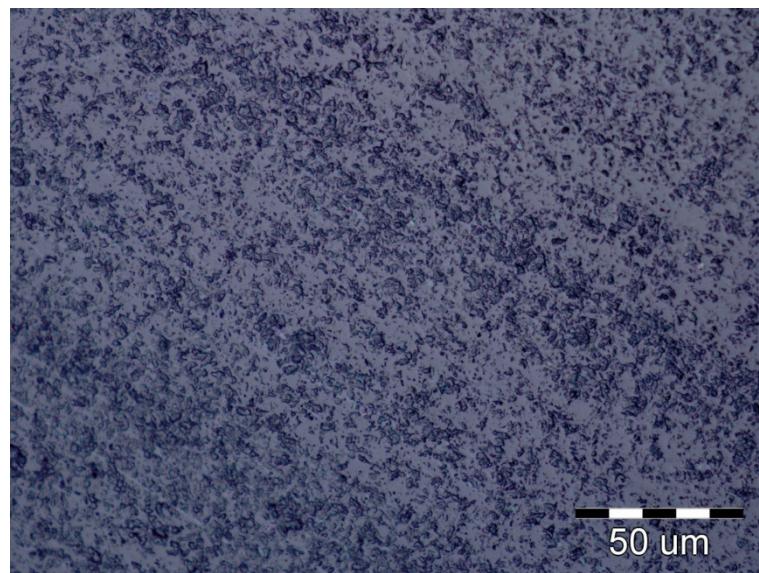
Slika 6. Uređaj za brušenje i poliranje keramike

Brušenjem se otklanjaju tragovi rezanja i prethodnih stupnjeva brušenja. Brušenje se provodi u 5 koraka. Nakon svakog koraka uzorak se ispire u vodi kako bi se odstranile odvojene čestice. Za svaki sljedeći korak brušenja uzorak se zakreće

za 90° i brusi se tako dugo dok se ne uklone tragovi prethodnog koraka brušenja. Parametri brušenja prikazani su u tablici 4. Na slici 7 prikazana je površina uzorka nakon završnog koraka brušenja. Površina uzorka je dosta hrapava.

Tablica 4. Parametri brušenja

	1. korak	2. korak	3. korak	4. korak	5. korak
Podloga	Grit 220	Grit 600	Brusni papir	Brusni papir	Brusni papir
Abr. čestice	Dijamant	Dijamant	SiC	SiC	SiC
Finoća zrna	220	600	1200	2400	4000
Sila pritiska, N	75	75	75	75	75
Vrijeme, min	7	7	7	7	7
Sredstvo za hlađ. i podm.	voda	voda	voda	voda	voda
Brzina vrtnje, o/min	300	300	300	300	300



Slika 7. Prikaz površine nakon završnog brušenja

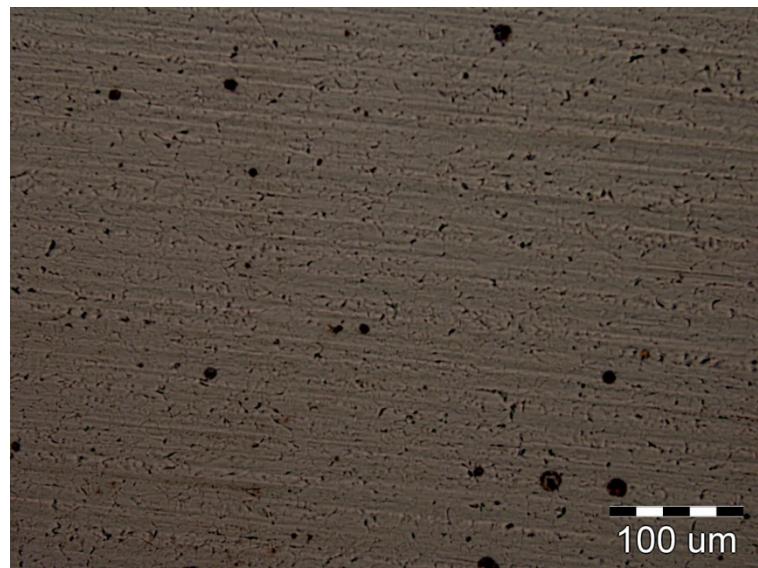
4.3.3 Poliranje uzorka

Nakon brušenja slijedi poliranje uzorka. Poliranje je puno finiji postupak odnošenja materijala s površine uzorka. Uzorak je poliran u 3 koraka na uređaju za poliranje. Sredstvo za poliranje je dijamantna pasta 6, 3 i 0,25 µm. Parametri poliranja prikazani su u tablici 5.

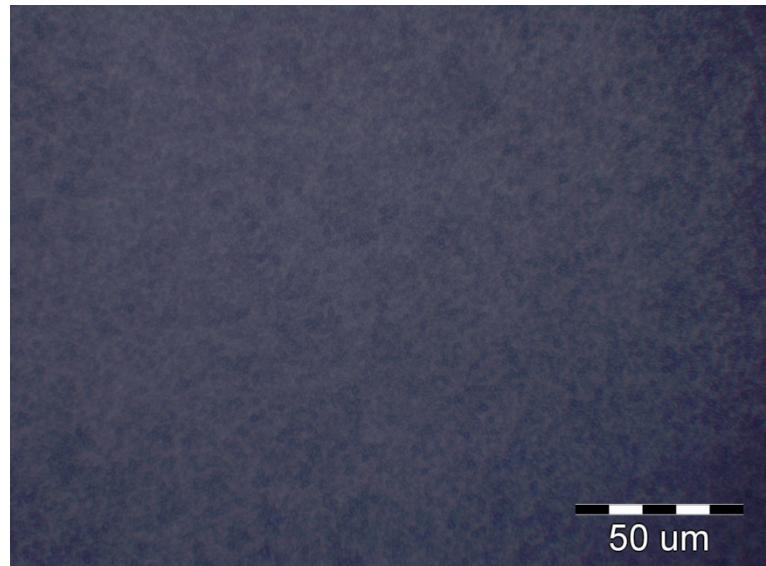
Tablica 5. Parametri poliranja

	1. korak	2. korak	3. korak
Podloga	DP - mol	DP - mol	OP CHEM
Abr. čestice	Dijamantna pasta	Dijamantna pasta	Dijamantna pasta
Finoča zrna	6 µm	3 µm	0,25 µm
Sila pritiska, N	75	75	75
Vrijeme, min	5	5	5
Brzina vrtnje, o/min	200	200	200

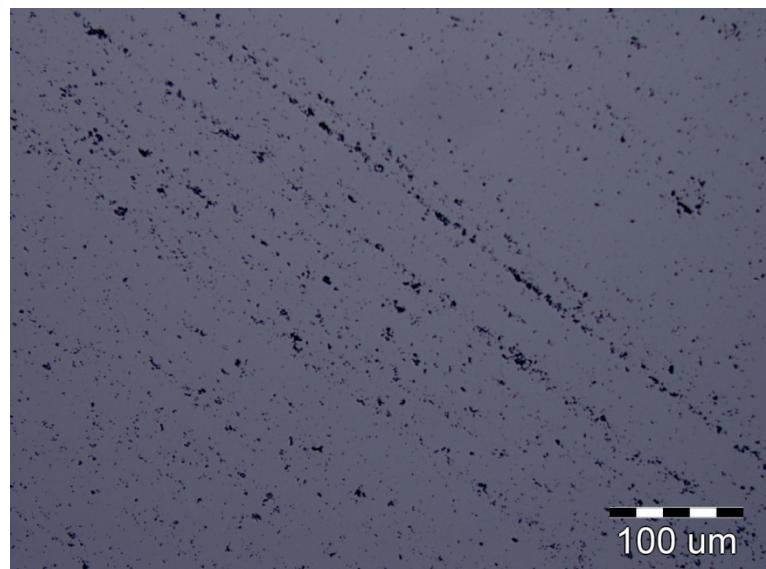
Nakon svakog koraka poliranja uzorci se ispiru u vodi i deterdžentu. Na slici 8, 9 i 10 vidi se površina uzorka nakon 1, 2 i 3 koraka poliranja.



Slika 8. Prikaz površine nakon 1. koraka poliranja



Slika 9. Prikaz površine nakon 2. koraka poliranja



Slika 10. Prikaz površine nakon zadnjeg koraka poliranja

Površina uzorka nakon zadnjeg koraka poliranja je puno ravnija u odnosu na stanje nakon brušenja. Na ovako pripremljenoj površini može se kvalitetno obaviti mjerenje tvrdoće.

4.4 Mjerenje tvrdoće

Tvrdoća SiC keramike mjerena je metodom po Vickersu. Mjerenja su izvršena u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava u Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje na uređaju Zwick prikazanom slikom 11.



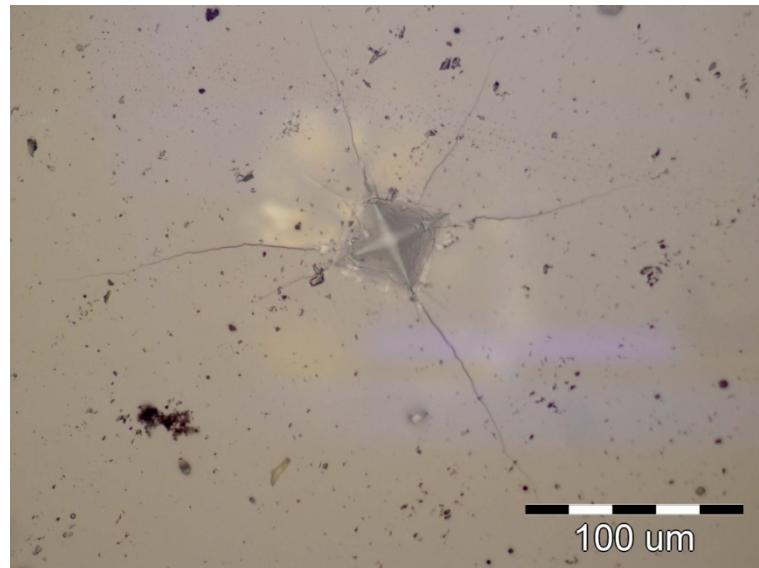
Slika 11. Tvrdomjer Zwick

Tvrdoća je izmjerena na tri različite kvalitete površine s obzirom na hrapavost. Različite kvalitete površine keramografskog uzorka postignute su završnim poliranjem dijamantnom pastom s abrazivnim česticama veličine 6, 3 i $0,25 \mu\text{m}$.

Za svaki od 3 spomenute kvalitete određena je tvrdoća HV1, HV3 i HV5 uz sljedeća opterećenja:

- 9,81 N za HV1,
- 29,43 N za HV3,
- 49,05 N za HV5.

Utiskivalo se po 30 otisaka za svako navedeno opterećenje. Mjerene su duljine dijagonala otiska i računate su njihove srednje vrijednosti. Srednje vrijednosti dijagonala otiska koristile su se za izračun tvrdoće. Dobiveni rezultati prikazani su tablicama u PRILOGU 1. Izgled otiska nakon utiskivanja tvrdoće dijamantnim penetratorom prikazan je slikom 12.



Slika 12. Izgled nastalog otiska nakon utiskivanja penetratora pri opterećenju od 29,43 N (HV3)

Iz dobivenih rezultata izračunate su srednje vrijednosti tvrdoća za različita opterećenja i različite hrapavosti. Rezultati dobivenih tvrdoća prikazani su u tablicama 6, 7 i 8. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja grafički je prikazana slikama 13, 14 i 15.

Tablica 6. Srednje vrijednosti izmjerениh tvrdoća za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 6 μm

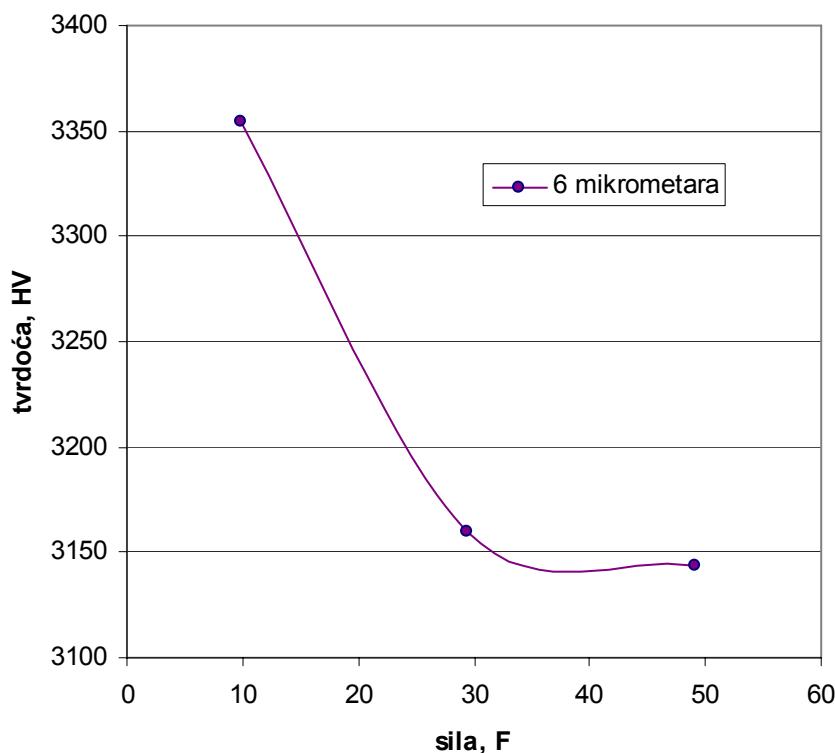
Masa, [kg]	Sila [N]	Tvrdoća, [HV]
1	9,81	3354
3	29,43	3160
5	49,05	3144

Tablica 7. Srednje vrijednosti izmjerenihs tvrdoća za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 3 μm

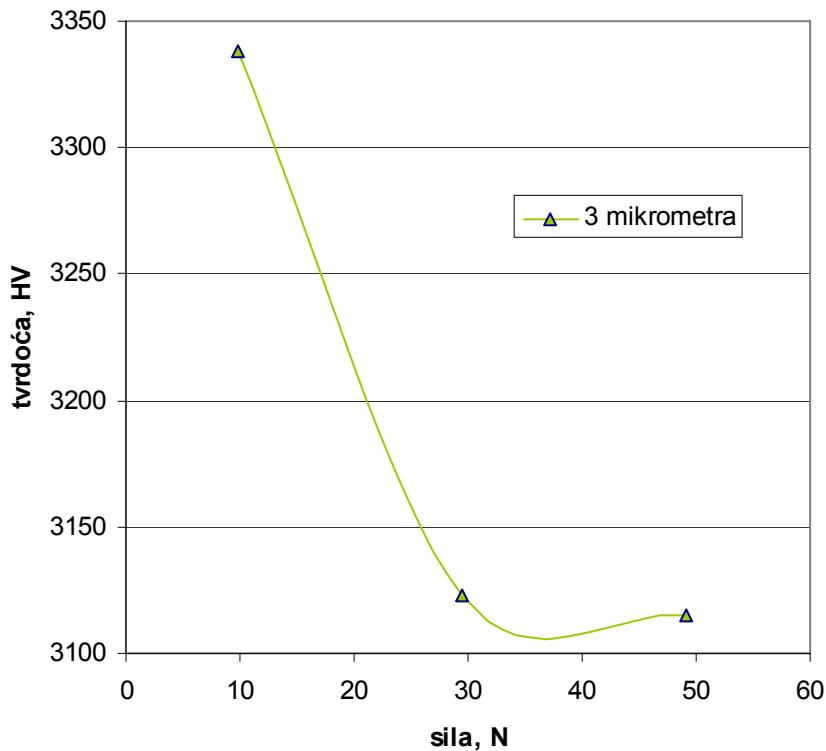
Masa, [kg]	Sila [N]	Tvrdoća, [HV]
1	9,81	3338
3	29,43	3123
5	49,05	3115

Tablica 8. Srednje vrijednosti izmjerjenih tvrdoća za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $0,25 \mu\text{m}$

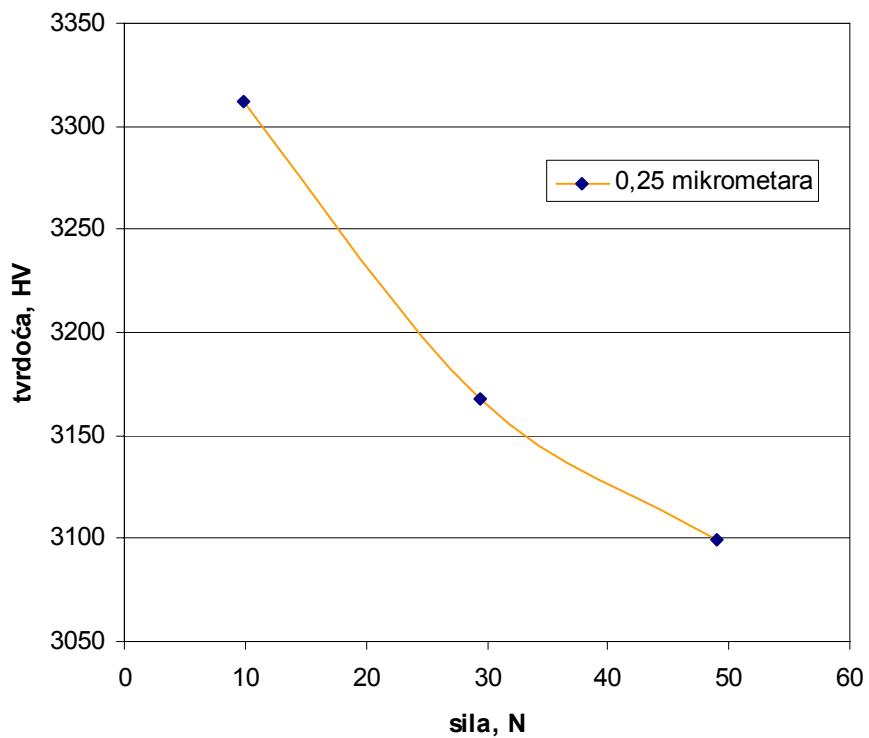
Masa, [kg]	Sila [N]	Tvrdoća, [HV]
1	9,81	3312
3	29,43	3168
5	49,05	3099



Slika 13. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $6 \mu\text{m}$



Slika 14. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $3 \mu\text{m}$



Slika 15. Ovisnost tvrdoće o primjenjenoj sili utiskivanja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $0,25 \mu\text{m}$

4.5 Računanje lomne žilavosti

Za izračun lomne žilavosti mjerile su se duljine pukotina koje su nastale nakon utiskivanja penetratora. U obzir su se uzimale jedino pukotine koje su se širile iz vrhova otiska penetratora. Za svako opterećenje izmjereno je 60 pukotina. Žilavost se računala metodom po Anstisu prema jednadžbi (3.5).

Podatci mjerjenja duljina pukotina i izračunatih vrijednosti lomne žilavosti nalaze se u tablicama u Prilogu 2. Iz izračunatih vrijednosti određena je srednja vrijednost lomnih žilavosti za opterećenja 9,81 N (HV1), 29,43 N (HV3) i 49,05N (HV5) i za različite hrapavosti površine.

Rezultati izračunate srednje vrijednosti lomne žilavosti za različita opterećenja i hrapavosti površina prikazani su u tablicama 9, 10 i 11. Ovisnost lomne žilavosti o primijenjenoj sili utiskivanja grafički je prikazana slikama 16, 17 i 18.

Tablica 9. Srednje vrijednosti izračunatih lomnih žilavosti za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 6 µm

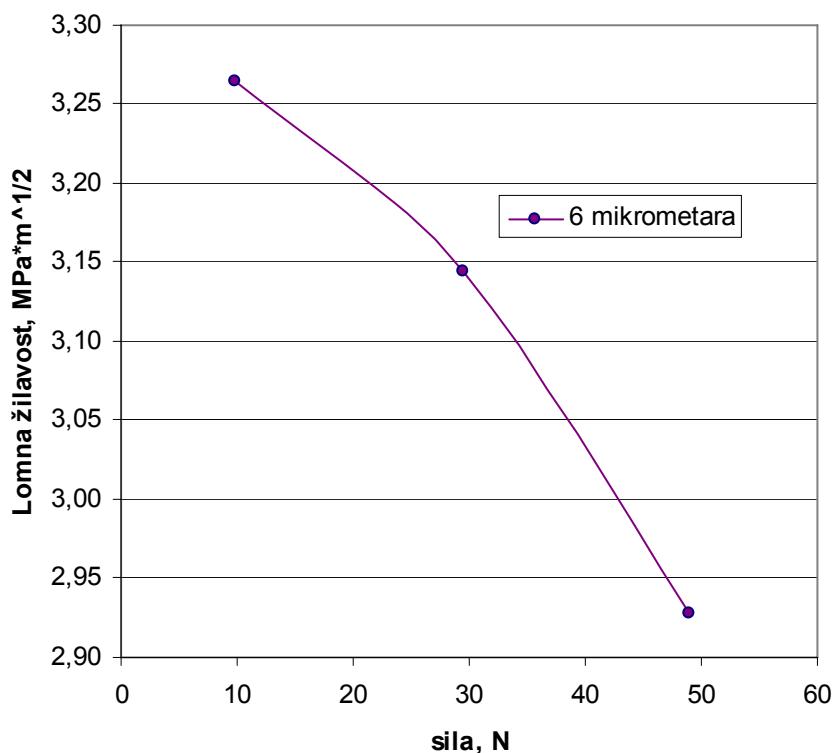
Masa, [kg]	Sila [N]	Lomna žilavost [MPa · √m]
1	9,81	3,26
3	29,43	3,14
5	49,05	2,93

Tablica 10. Srednje vrijednosti izračunatih lomnih žilavosti za površinu završno poliranu dijamantnom pastom 3 µm

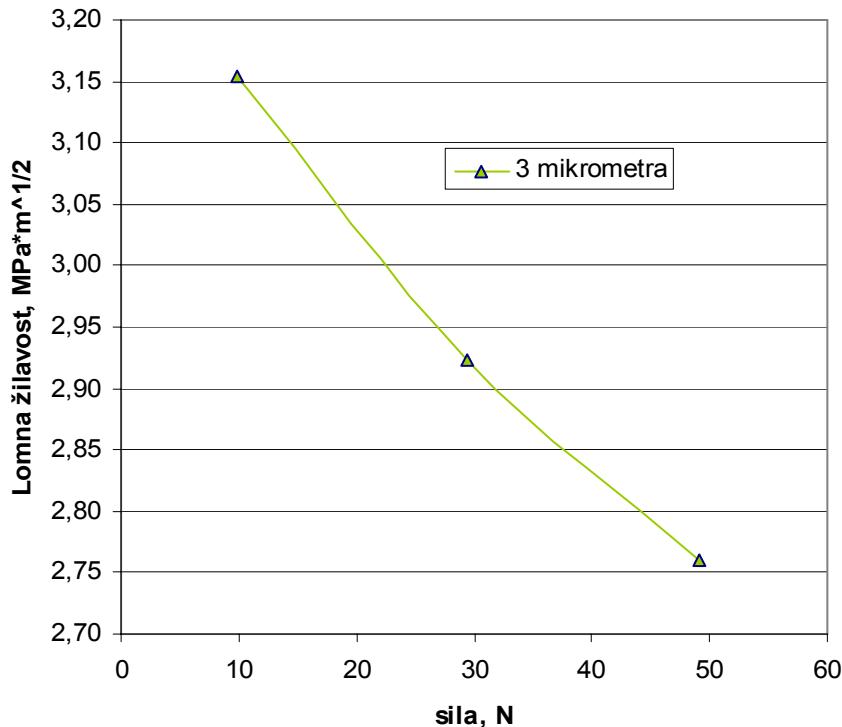
Masa, [kg]	Sila [N]	Lomna žilavost [MPa · √m]
1	9,81	3,15
3	29,43	2,92
5	49,05	2,76

Tablica 11. Srednje vrijednosti izračunatih lomnih žilavosti za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $0,25 \mu\text{m}$

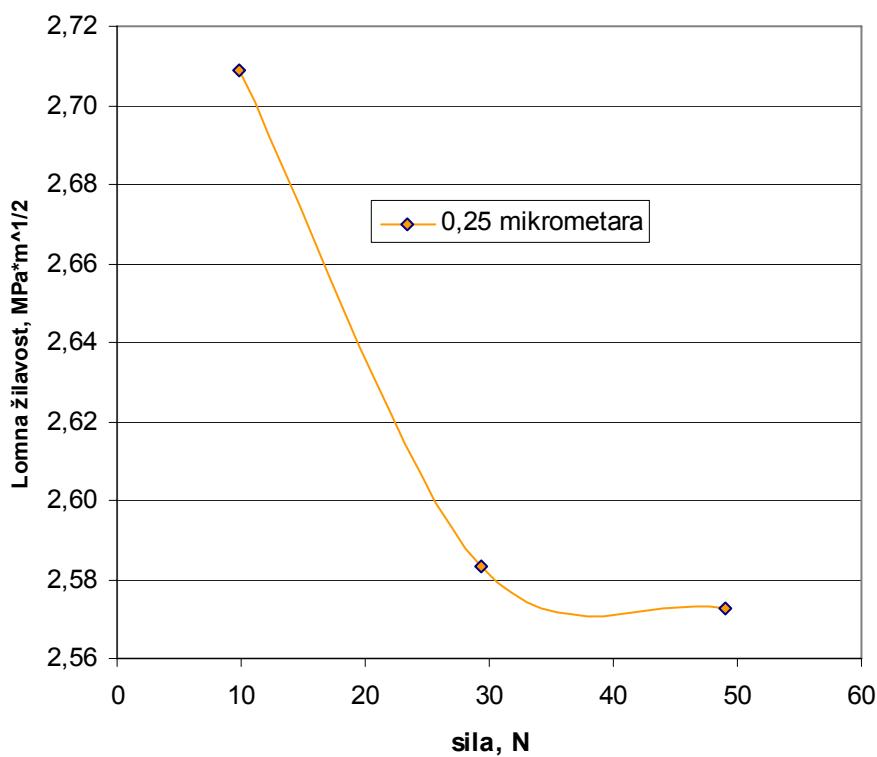
Masa, [kg]	Sila [N]	Lomna žilavost [MPa · $\sqrt{\text{m}}$]
1	9,81	2,71
3	29,43	2,58
5	49,05	2,57



Slika 16. Ovisnost lomne žilavosti o promjeni opterećenja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $6 \mu\text{m}$



Slika 17. Ovisnost lomne žilavosti o promjeni opterećenja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $3 \mu\text{m}$



Slika 18. Ovisnost lomne žilavosti o promjeni opterećenja za površinu završno poliranu dijamantnom pastom $0,25 \mu\text{m}$

5. WEIBULLOVA RASPODJELA

Weibullov modul se određuje upotrebom regresijske analize. Potrebno je posložiti rezultate svih mjerjenja tvrdoće i lomne žilavosti, za svako opterećenje, od najmanje prema najvećoj vrijednosti i potom izračunati kumulativnu funkciju vjerojatnosti. Kumulativna funkcija vjerojatnosti računa se prema jednadžbi (5.1):

$$P_i = \frac{i - 0.5}{n} \quad (5.1)$$

Gdje je:

P_i = vjerojatnost (kumulativna funkcija vjerojatnosti)

n = ukupni broj mjerjenja

i = mjesto u poretku ($i=1,n$)

Nakon određivanja kumulativne funkcije vjerojatnosti može se pristupiti određivanju Weibullovih parametara. Kao polazište za određivanje Weibullovih parametara uzima se jednadžba (5.2):

$$P(i) = 1 - e^{-\left(\frac{HV_i}{HV_{i_0}}\right)^m} \quad (5.2)$$

Ovu jednadžbu je potrebno pojednostaviti na oblik prikazan jednadžbom (5.3) koja će omogućiti jednostavno određivanje Weibullovih parametara linearном regresijskom analizom.

$$1 - P(i) = e^{-\left(\frac{HV_i}{HV_{i_0}}\right)^m} \quad (5.3)$$

$$\frac{1}{1 - P(i)} = e^{\left(\frac{HV_i}{HV_{i_0}}\right)^m} \quad / \ln \quad (5.4)$$

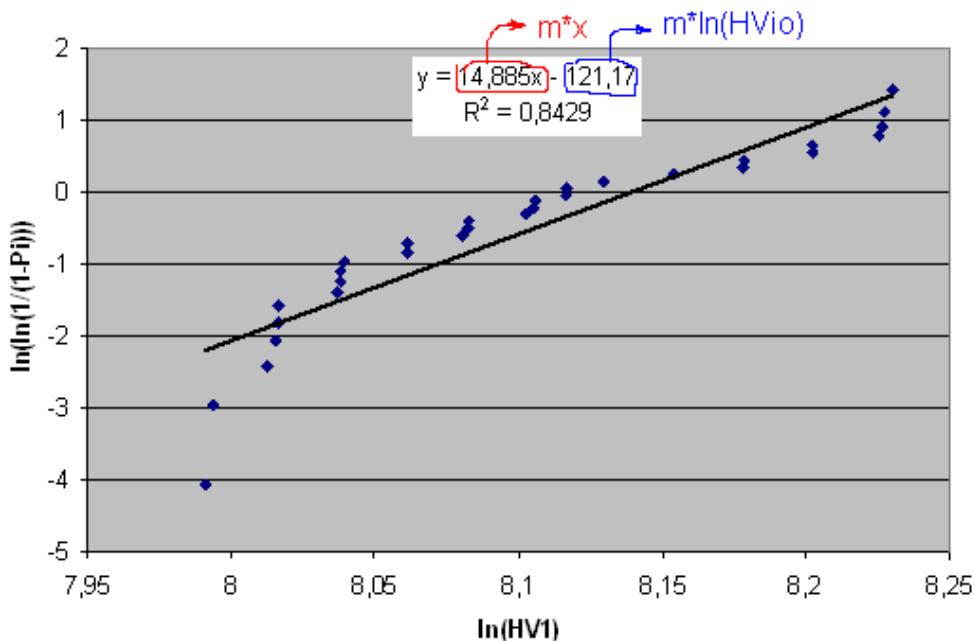
$$\ln\left(\frac{1}{1 - P(i)}\right) = \left(\frac{HV_i}{HV_{i_0}}\right)^m \quad / \ln \quad (5.5)$$

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1 - P(i)}\right)\right) = m \cdot \ln\left(\frac{HV_i}{HV_{i_0}}\right) \quad (5.6)$$

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P(i)}\right)\right) = m \cdot \ln(HV_i) - m \cdot \ln(HV_{i_0}) \quad (5.7)$$

Oblik jednadžbe (5.7) je oblik jednadžbe pravca. Izraz sa lijeve strane jednadžbe predstavlja vrijednosti na osi ordinata, a vrijednosti na osi apscisa su vrijednosti $\ln(HV_i)$. Weibullov modul predstavlja nagib pravca, odnosno koeficijent smjera, a odsječak na osi ordinata određen je izrazom $m \cdot \ln(HV_{i_0})$. **Vrijednost HV_{i_0} se naziva normalizacijski parametar Weibullove raspodjele.**

Crtanjem dijagrama koji prikazuju ovisnost $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P(i)}\right)\right)$ o $\ln(HV_i)$ i provođenjem linearne regresijske analize mogu se odrediti parametri Weibullovog rasipanja. Primjer dijagrama dobivenog crtanjem ove ovisnosti prikazuje slika 19.



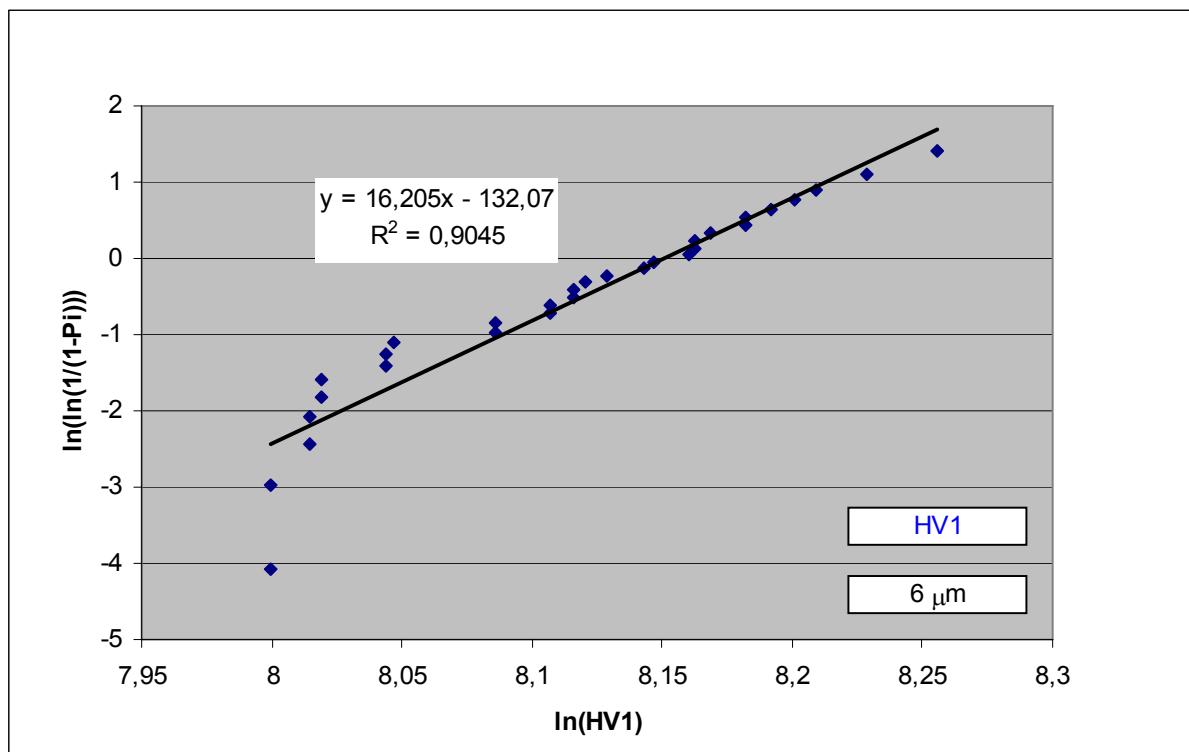
Slika 19. Princip određivanja Weibullovog modula i normalizacijskog faktora

Iz dobivene jednadžbe pravaca za pojedino opterećenje određuje se Weibullov modul, m , i normalizacijski parametar Weibullove razdiobe, HV_{i_0} .

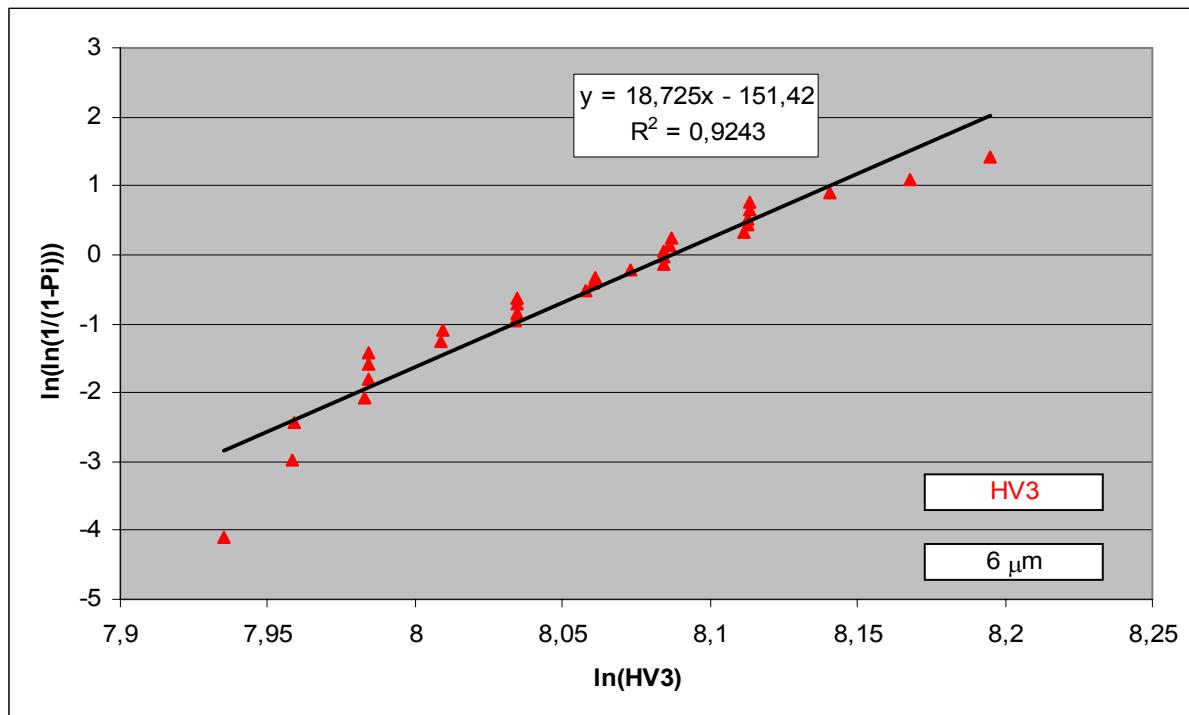
Weibullov modul i normalizacijski parametar određivat će se za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5) i za hrapavosti površina dobivene završnim poliranjem površine keramike s dijamantnim česticama veličine 6, 3 i 0,25 μm .

5.1 Određivanje Weibullovo modula i normalizacijskog parametra za tvrdoću

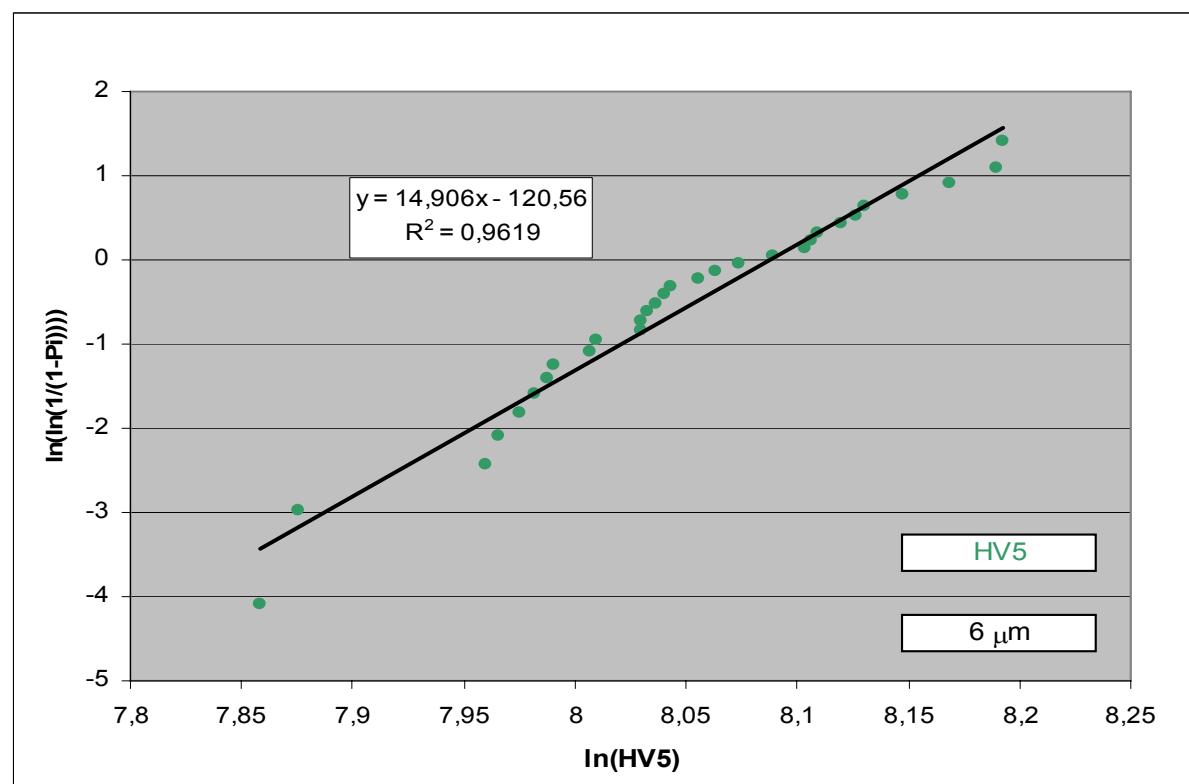
Prvo je određen Weibullov modul, m , i normalizacijski faktor, HV_{i_0} , za hrapavost dobivenu završnim poliranjem površine keramike s dijamantnim česticama veličine 6 μm . Nacrtani su dijagrami ovisnosti $\ln(\ln(1/(1-P_i)))$ o $\ln(HV_i)$ za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5). Dijagrami su prikazani slikama 20, 21 i 22.



Slika 20. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV1 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 μm



Slika 21. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV3 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 μm



Slika 22. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 6 μm

Rezultati određivanja parametara Weibullove raspodjele (parametar oblika i normalizacijski parametar), te koeficijenta determinacije za različita opterećenja i hrapavost površine dobivenu završnim poliranjem dijamantnim česticama 6 µm prikazani su u tablici 12.

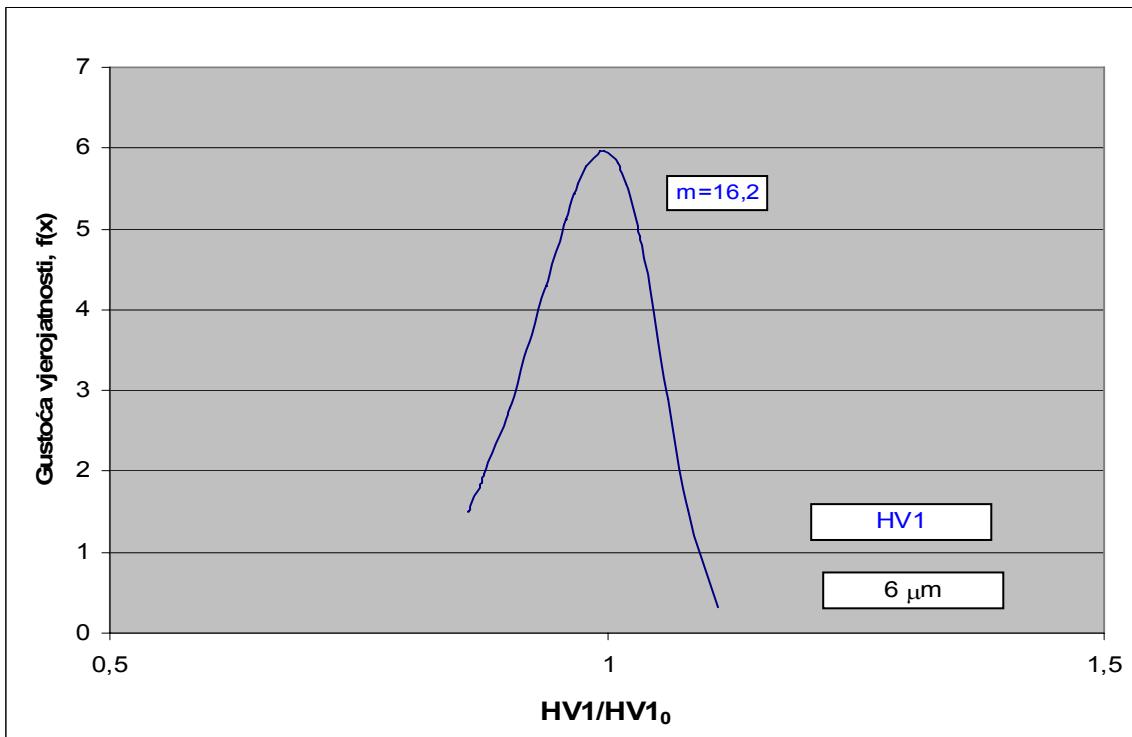
Tablica 12. Weibulovi parametri za tvrdoču i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 6 µm

Tvrdoča	Opterećenje, $F[N]$	Parametar oblika, m	Normalizacijski parametar, HV_{i_0}	Koeficijent determinacije, R^2
HV1	9,81	16,2	3463	0,8362
HV3	29,43	18,7	3250	0,8222
HV5	49,05	14,9	3255	0,7247

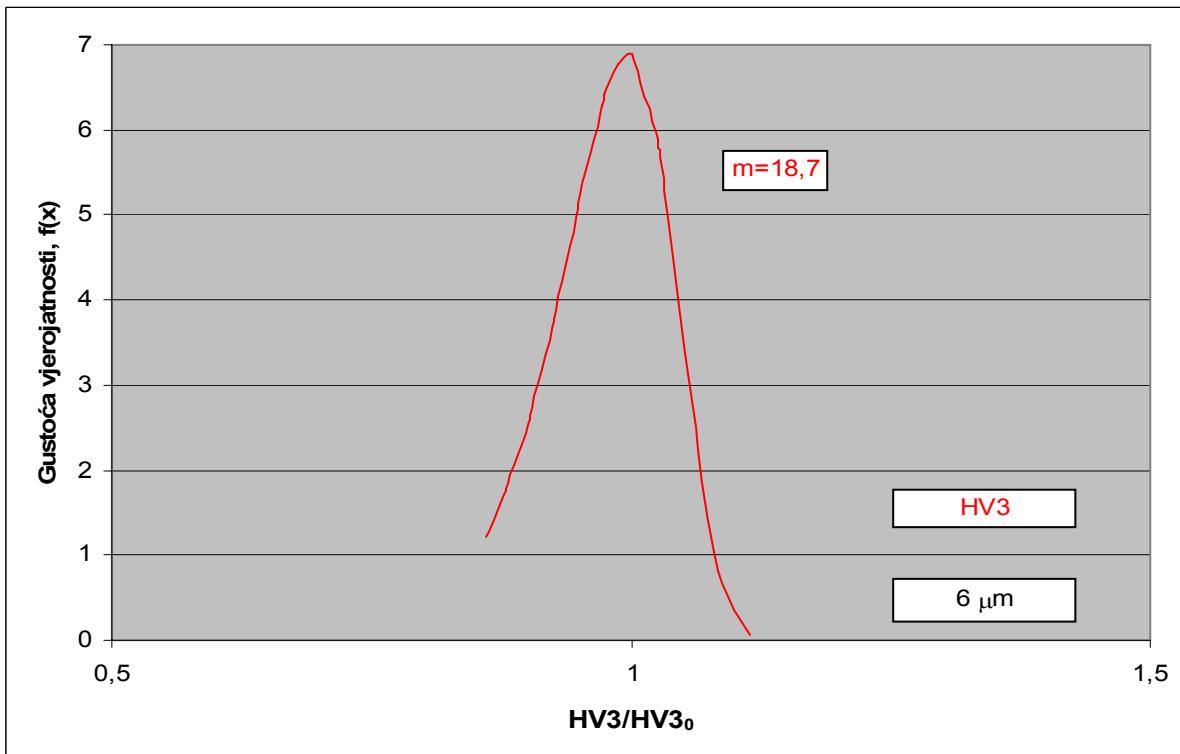
Nakon određivanja parametara Weibullove razdiobe grafički je prikazana vjerojatnost pojave vrijednosti tvrdoča za mjerjenje pri opterećenjima od 9,81 N (HV1), 29,43 N (HV3) i 49,05 N (HV5).

Weibullov modul je pokazatelj rasipanja rezultata, odnosno što je veća vrijednost Weibullove modula to je manje rasipanje rezultata. Kao što je vidljivo u tablici 12, za ispitivanu silicij karbidnu keramiku dobivene su visoke vrijednosti Weibullove modula, što znači da se rezultati ne rasipaju značajno. Na temelju dobivenih parametara nacrtani su dijagrami Weibullove razdiobe za sva primjenjena opterećenja i za sve hrapavosti površina.

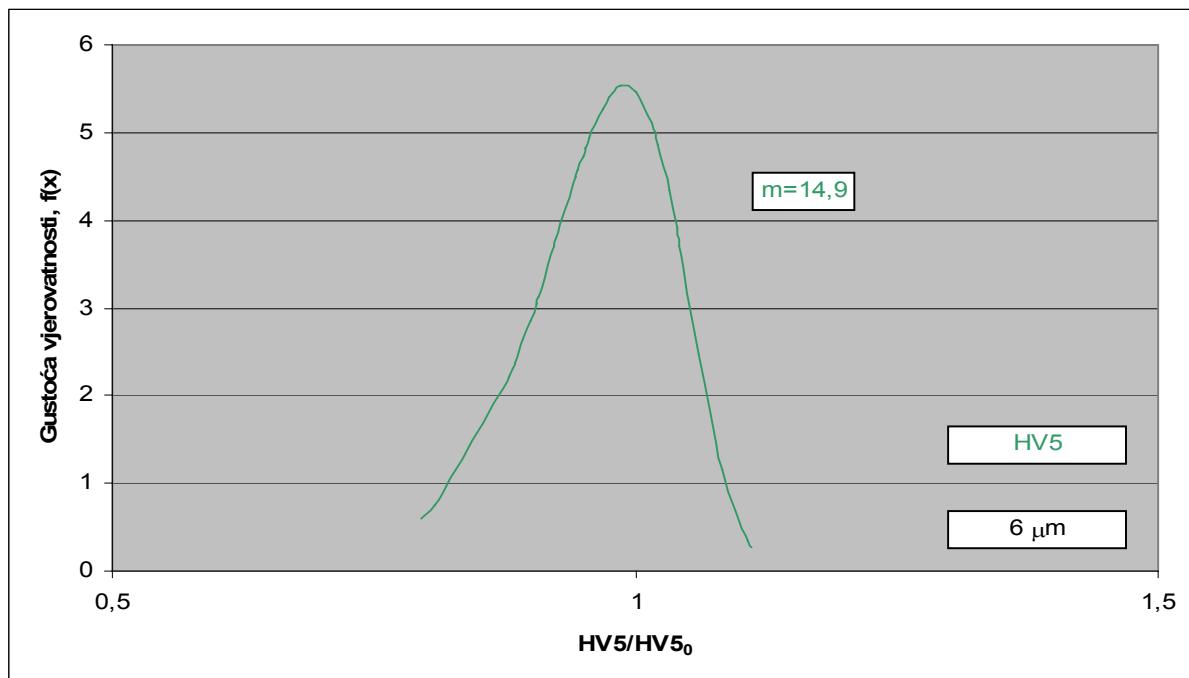
Weibulova razdioba prikazuje ovisnost gustoće vjerojatnosti ($f(x)$) o omjeru izmjerениh vrijednosti i normalizacijskog parametra (x/x_0). U ovom slučaju omjer promatrane veličine i normalizacijskog faktora predstavlja omjer izmjerene tvrdoče, HV_i , i normalizacijskog parametra HV_{i_0} . Omjer promatrane tvrdoče i normalizacijskog parametra, $\frac{HV_i}{HV_{i_0}}$, računat je prema podacima iz tablica u PRILOGU 1 i tablice 12, a iznos gustoće vjerojatnosti Weibullove raspodjele prema formuli (3.8) u poglavlju 3. Dobiveni rezultati prikazani su slikama 23, 24 i 25.



Slika 23. Funkcija gustoće vjerojatnosti za $HV1$ za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $6 \mu\text{m}$

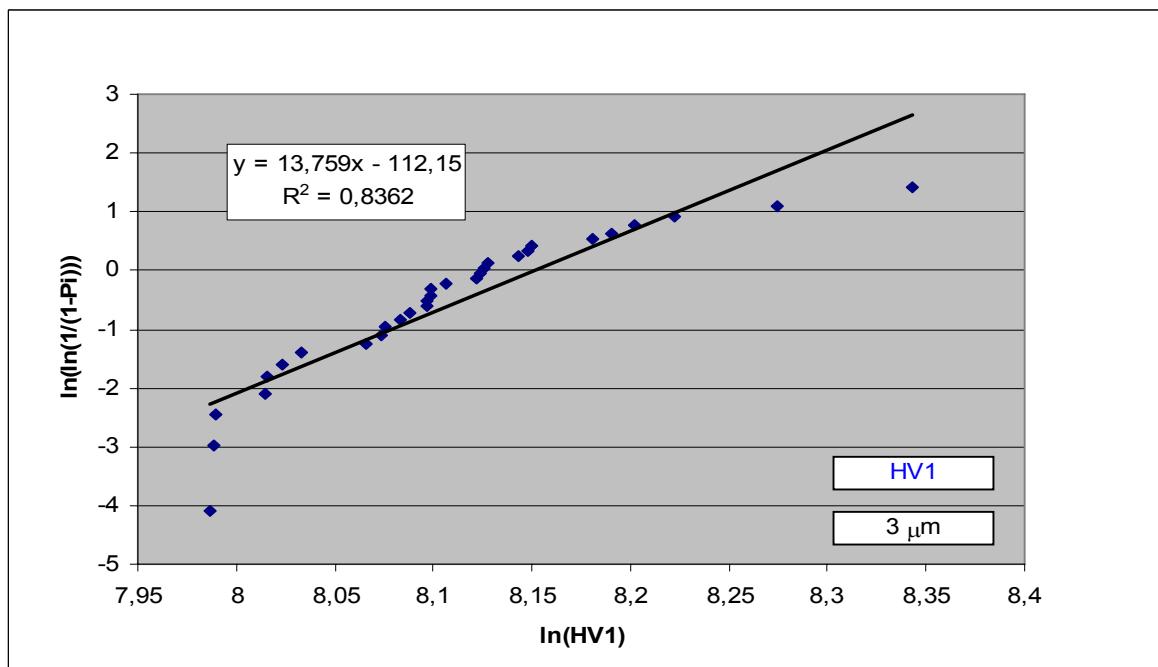


Slika 24. Funkcija gustoće vjerojatnosti za $HV3$ za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $6 \mu\text{m}$

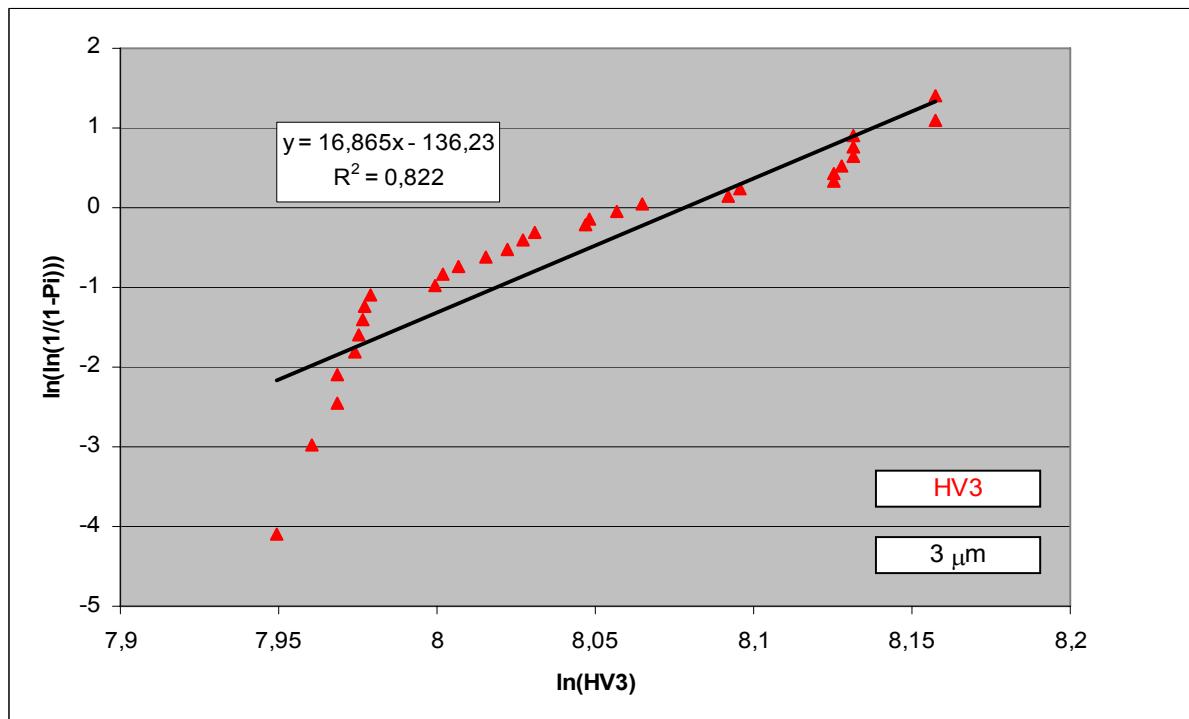


Slika 25. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV5 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm

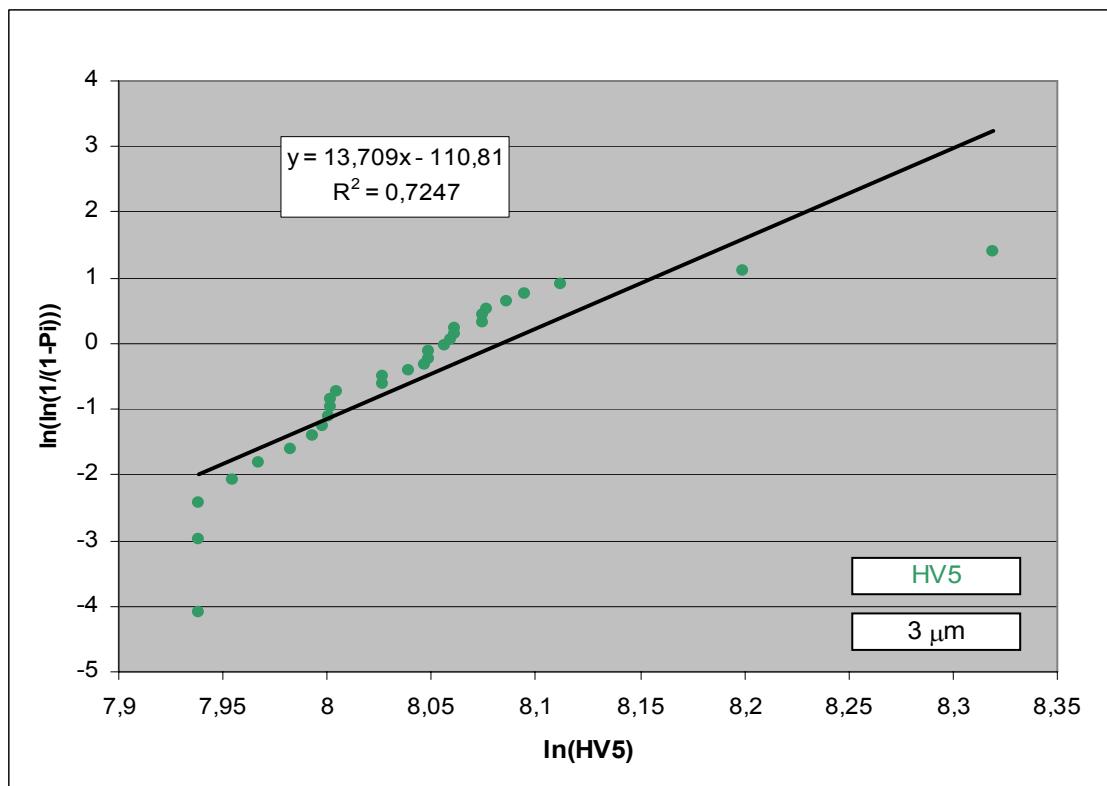
Na slikama 26, 27 i 28 prikazani su dijagrami ovisnosti $\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-P_i} \right) \right)$ o $\ln(HV_i)$ za HV1, HV3 i HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm .



Slika 26. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV1 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm



Slika 27. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV3 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm



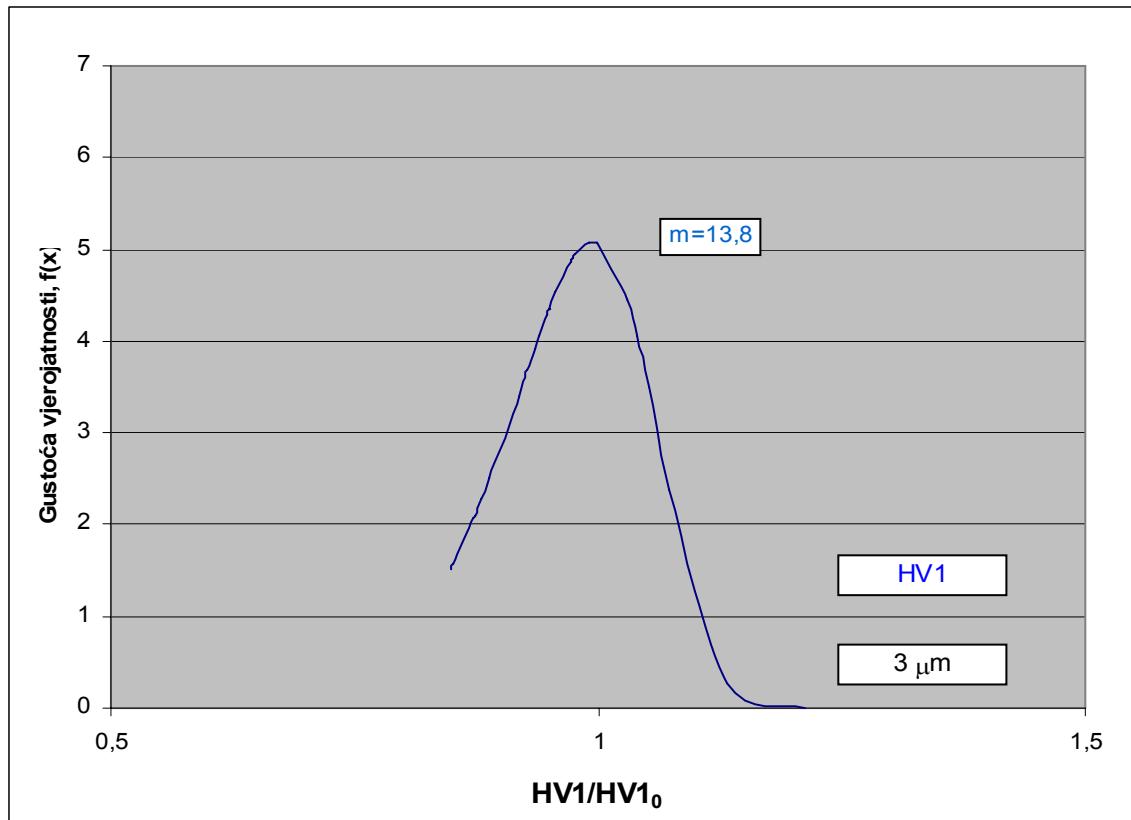
Slika 28. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm

Za istu kvalitetu površine izračunati su Weibullovi parametri čije su vrijednosti prikazane u tablici 13.

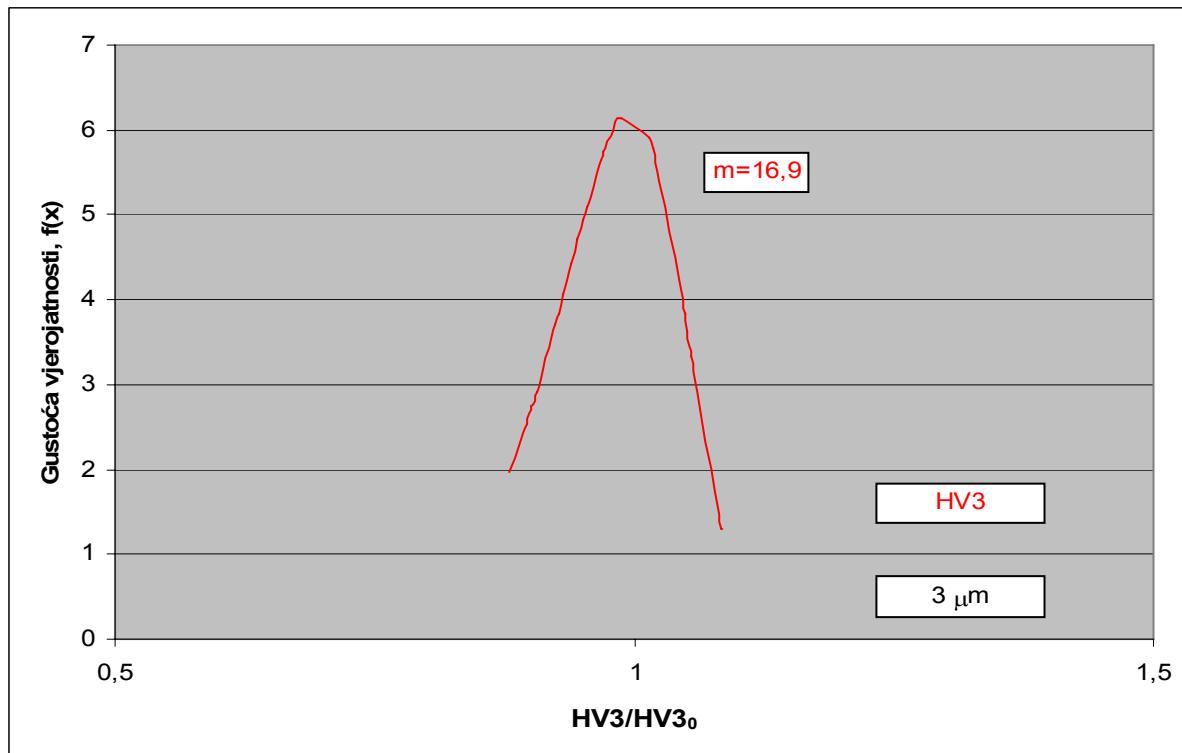
Tablica 13. Weibullovi parametri za tvrdoću i površinu završno poliranu dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

Tvrdoća	Opterećenje, $F[\text{N}]$	Parametar oblika, m	Normalizacijski parametar, HV_{i_0}	Koeficijent determinacije, R^2
HV1	9,81	13,8	3467	0,8362
HV3	29,43	16,9	3222	0,8222
HV5	49,05	13,7	3239	0,7247

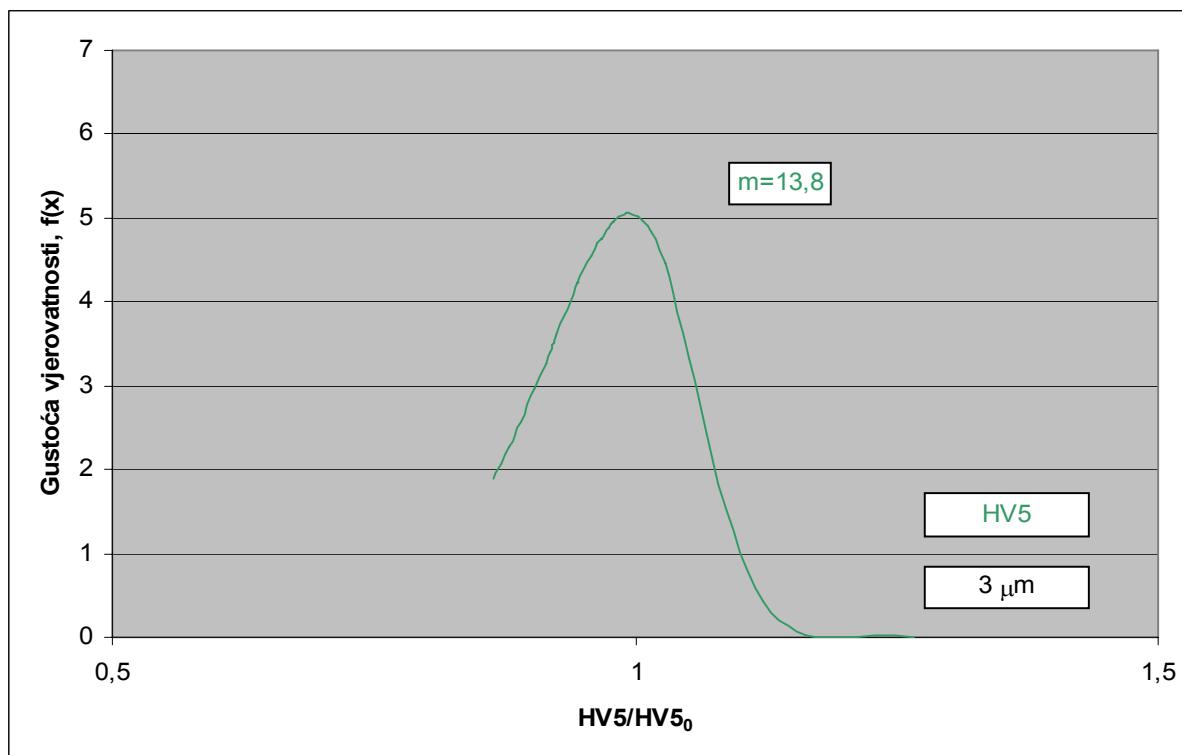
Na osnovu dobivenih podataka nacrtane su funkcije gustoće vjerojatnosti za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5) i prikazani su slikama 29, 30 i 31.



Slika 29. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV1 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

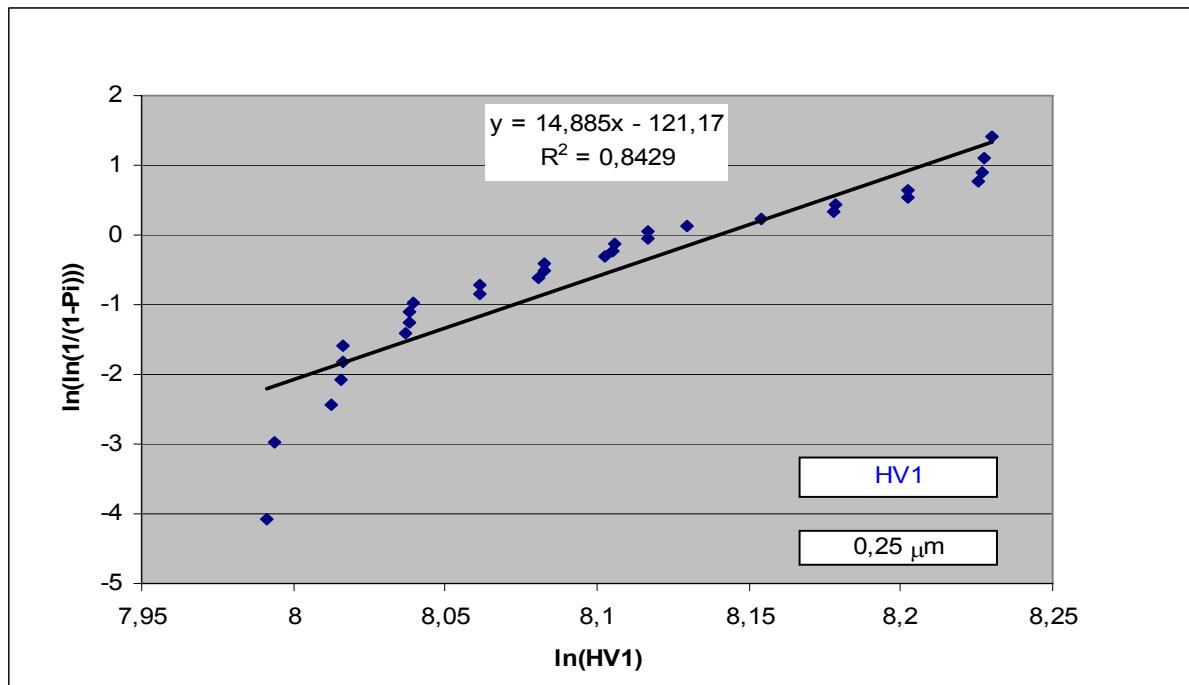


Slika 30. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV3 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

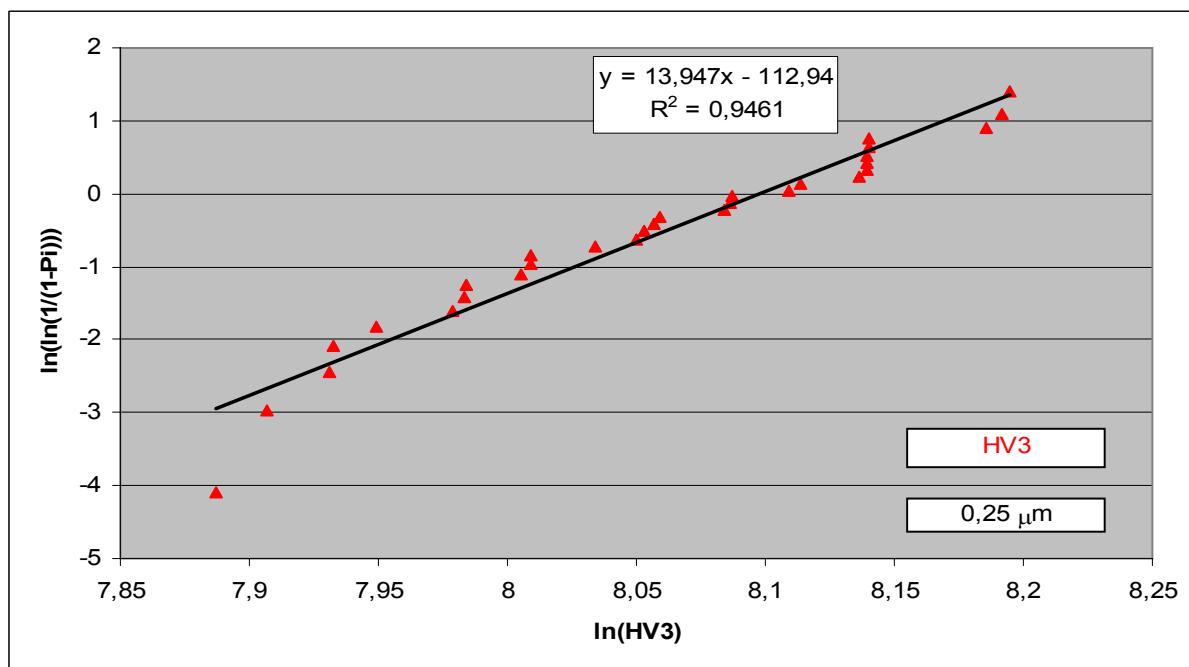


Slika 31. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV5 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

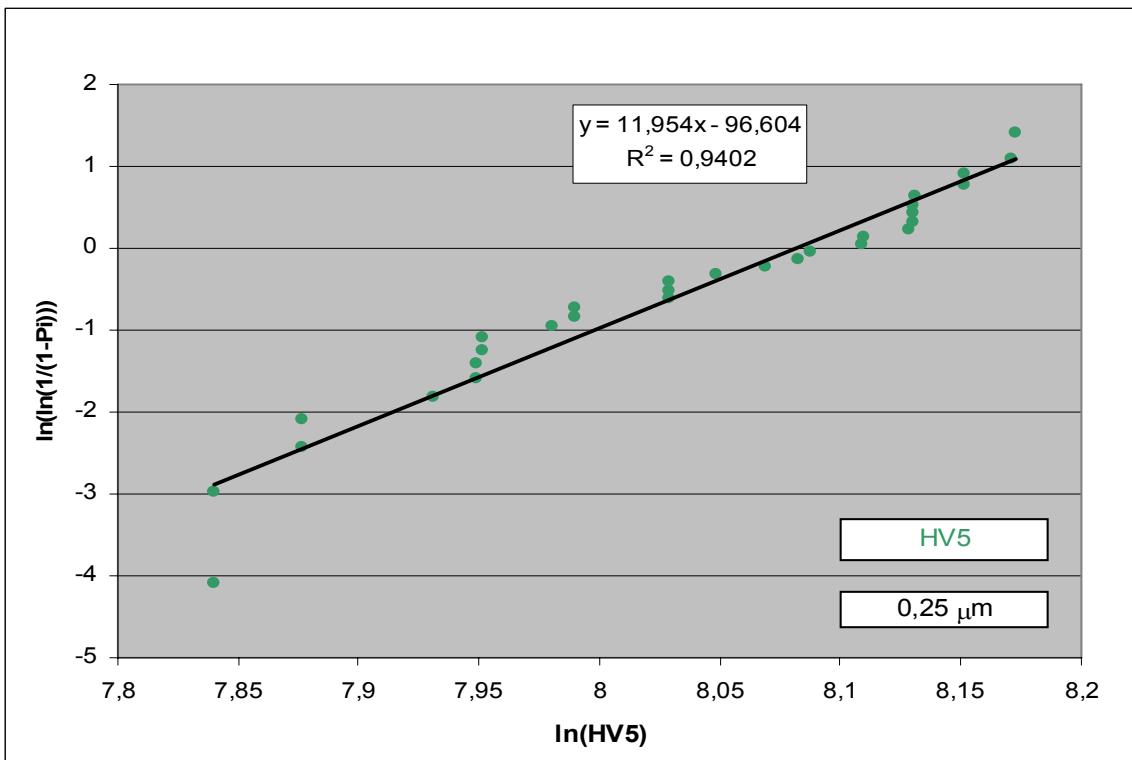
Na slikama 32, 33 i 34 prikazani su dijagrami ovisnosti $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P_i}\right)\right)$ o $\ln(HV_i)$ za HV1, HV3 i HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 μm.



Slika 32. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV1 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 μm



Slika 33. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV3 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 0,25 μm



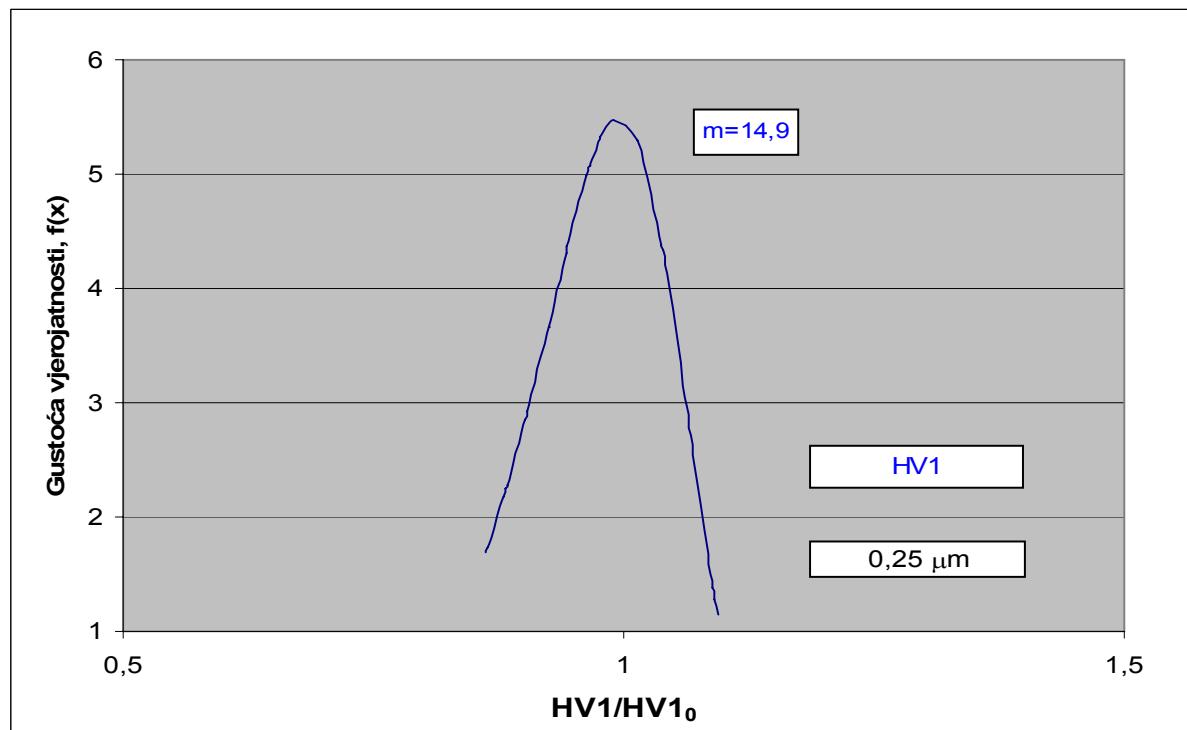
Slika 34. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za tvrdoću HV5 na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

Izračunati su Weibullovi parametri za najfiniju kvalitetu površine čije su vrijednosti prikazane u tablici 14.

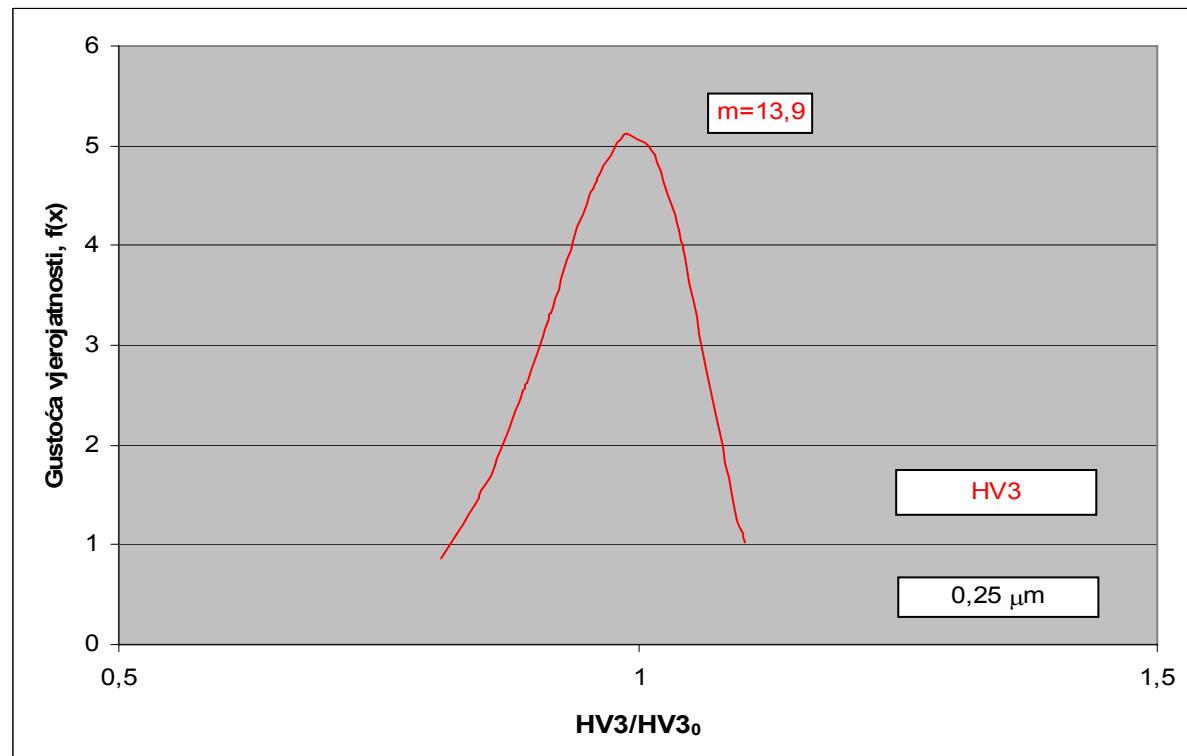
Tablica 14. Weibullovi parametri za tvrdoću i površinu završno poliranu dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

Tvrdoća	Opterećenje, $F[\text{N}]$	Parametar oblika, m	Normalizacijski parametar, HV_{i_0}	Koeficijent determinacije, R^2
HV1	9,81	14,9	3430	0,8429
HV3	29,43	13,9	3287	0,9461
HV5	49,05	12,0	3233	0,9402

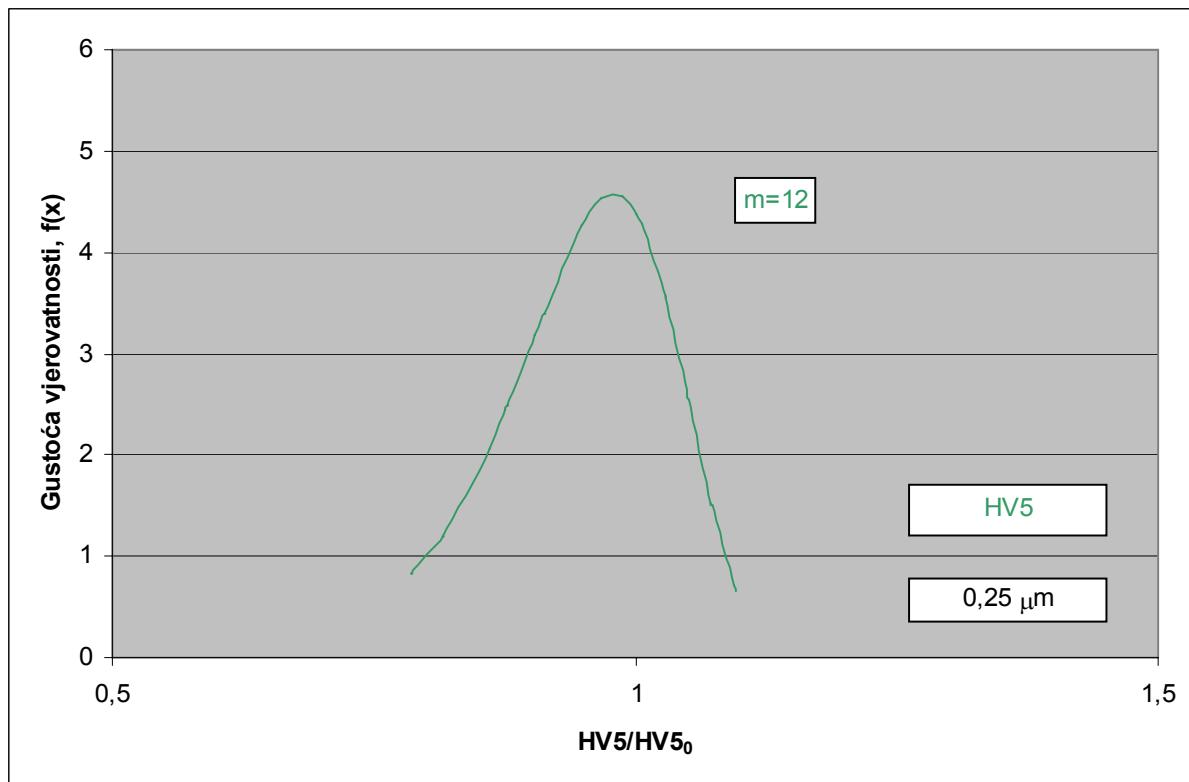
Na osnovu dobivenih podataka nacrtane su funkcije gustoće vjerojatnosti za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5) i prikazani su slikama 35, 36 i 37.



Slika 35. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV1 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$



Slika 36. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV3 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

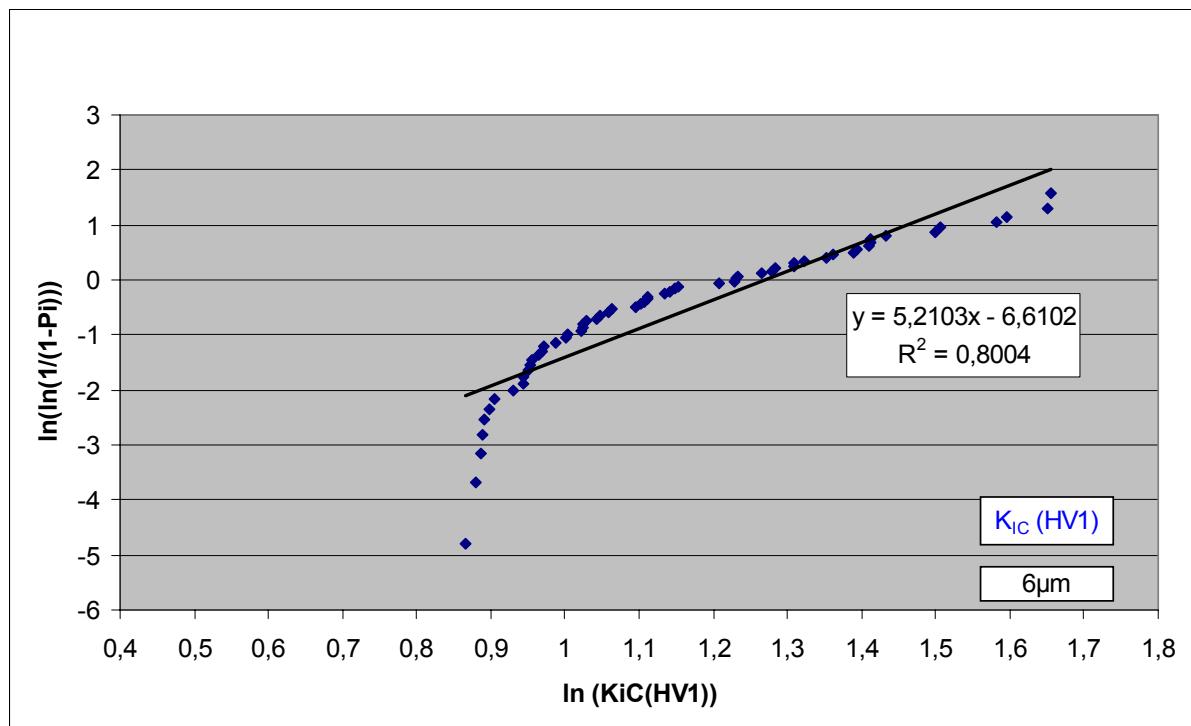


Slika 37. Funkcija gustoće vjerojatnosti za HV5 za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

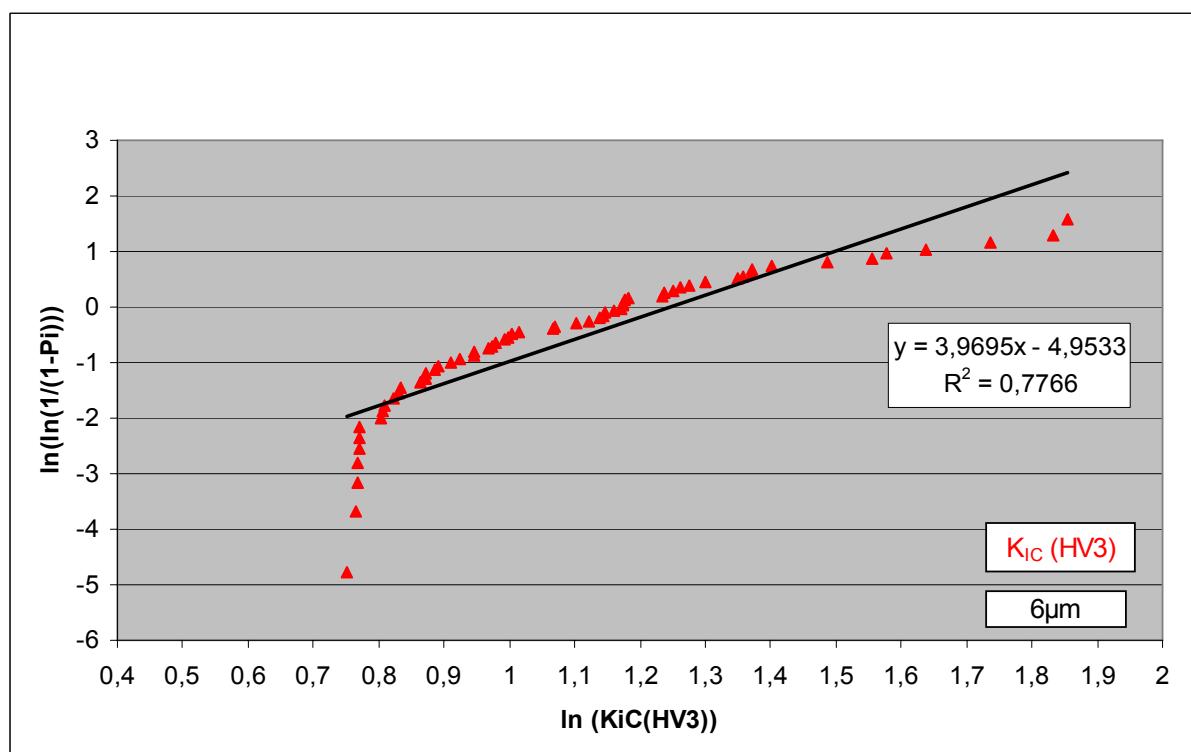
5.2 Određivanje Weibullova modula i normalizacijskog parametra za lomnu žilavost

Weibullovi modul i normalizacijski parametar za lomnu žilavost određeni su na isti način kao i za tvrdoću. Jedina razlika bila je ta što je za izračun Weibullovih parametara za tvrdoću korišteno 30 mjerena, a za izračun Weibullovih parametara za lomnu žilavost 60 mjerena. Određeni su modul i normalizacijski faktor za opterećenja 9,81 N (HV1), 29,43 N (HV3) i 49,05 N (HV5) i za hrapavosti dobivene završnim poliranjem površine dijamantnim česticama 0,25, 3 i 6 μm .

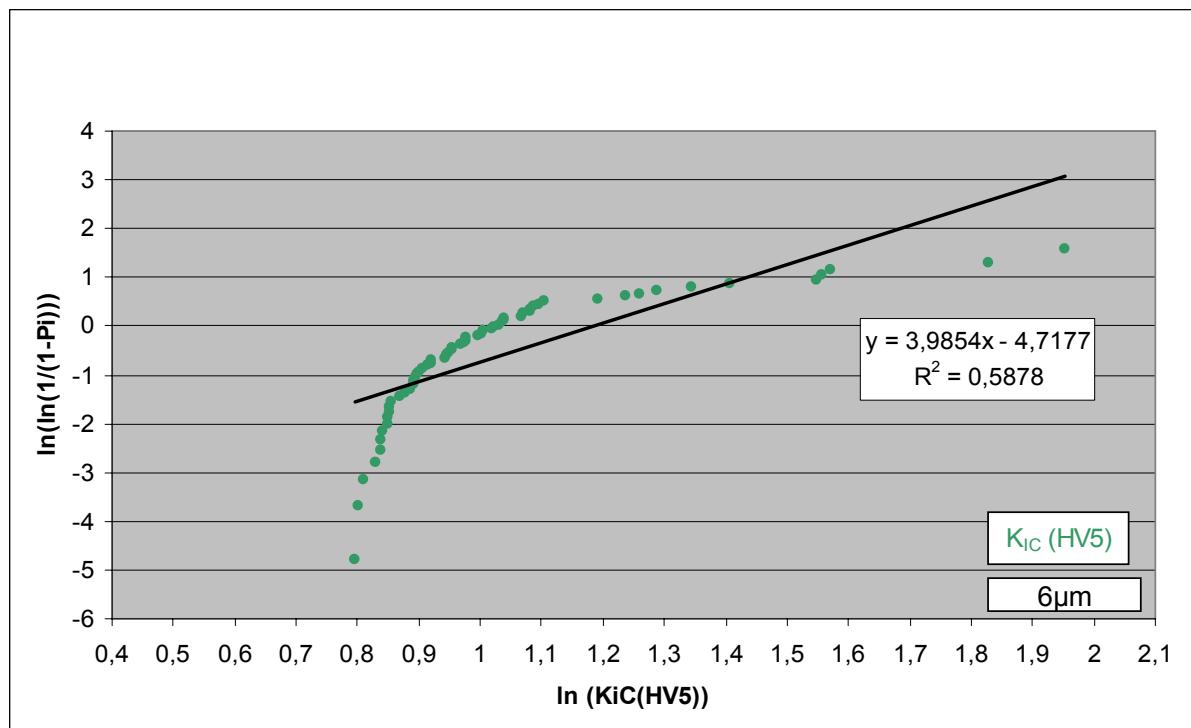
Na slikama 38, 39 i 40 prikazani su dijagrami ovisnosti $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P(i)}\right)\right)$ o $\ln(HV_i)$ za spomenuta opterećenja i za hrapavost dobivenu završnim poliranjem površine dijamantnim česticama 6 μm .



Slika 38. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV1) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $6 \mu m$



Slika 39. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV3) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $6 \mu m$



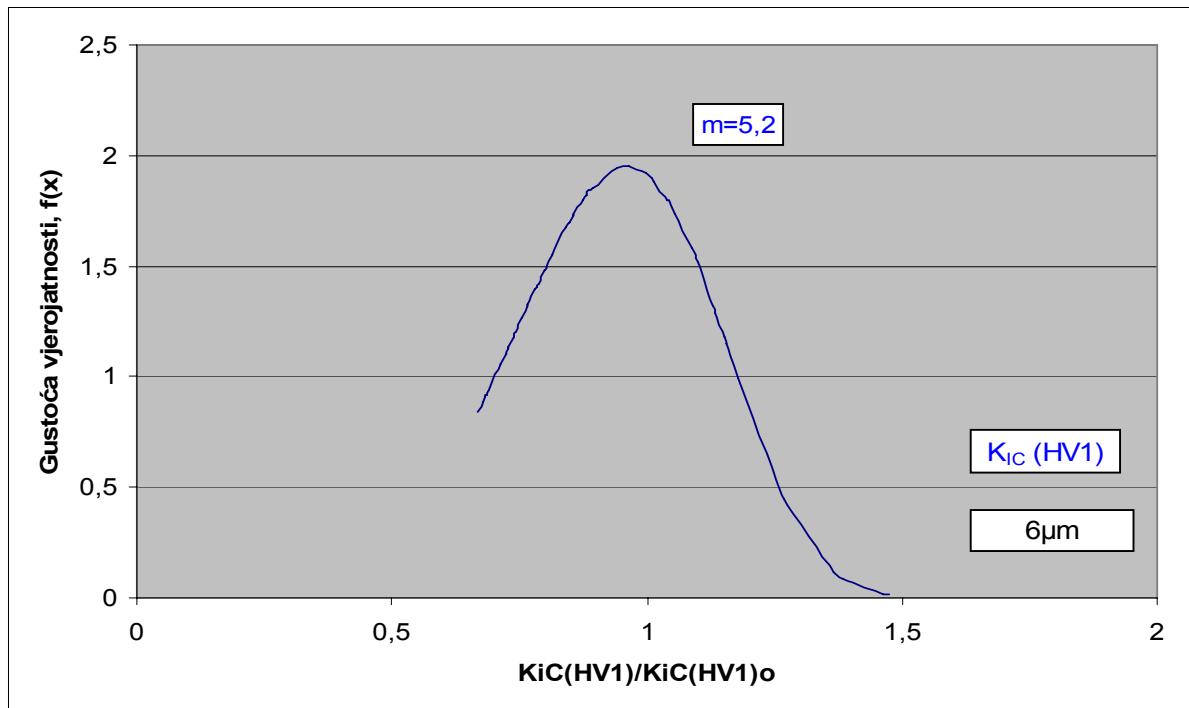
Slika 40. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV5) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $6 \mu m$

Izračunati su Weibullovci parametri čije su vrijednosti prikazane u tablici 15.

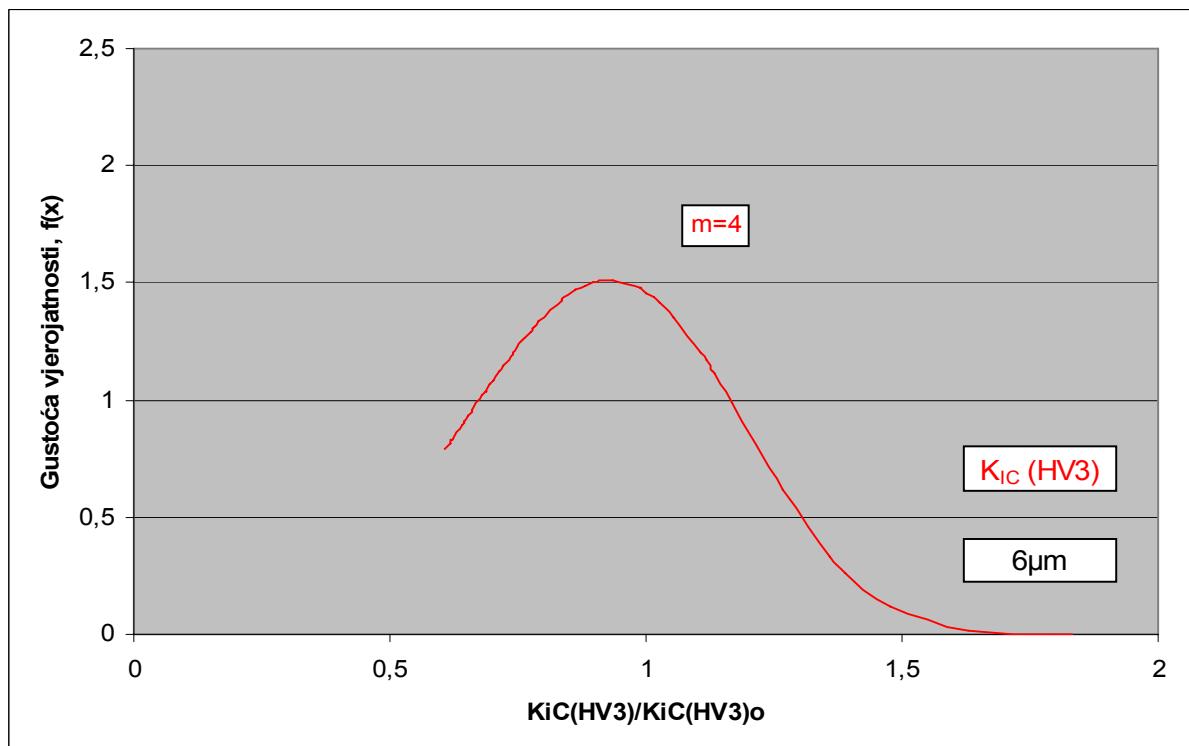
Tablica 15. Weibullovci parametri za lomnu žilavost i površinu završno poliranu dijamantnim česticama $6 \mu m$

Lomna žilavost	Opterećenje, $F[N]$	Parametar oblika, m	Normalizacijski parametar, $K_{IC_{lo}}$	Koeficijent determinacije, R^2
K_{IC} (HV1)	9,81	5,2	3,56	0,8004
K_{IC} (HV3)	29,43	4	3,48	0,7766
K_{IC} (HV5)	49,05	4	3,27	0,5878

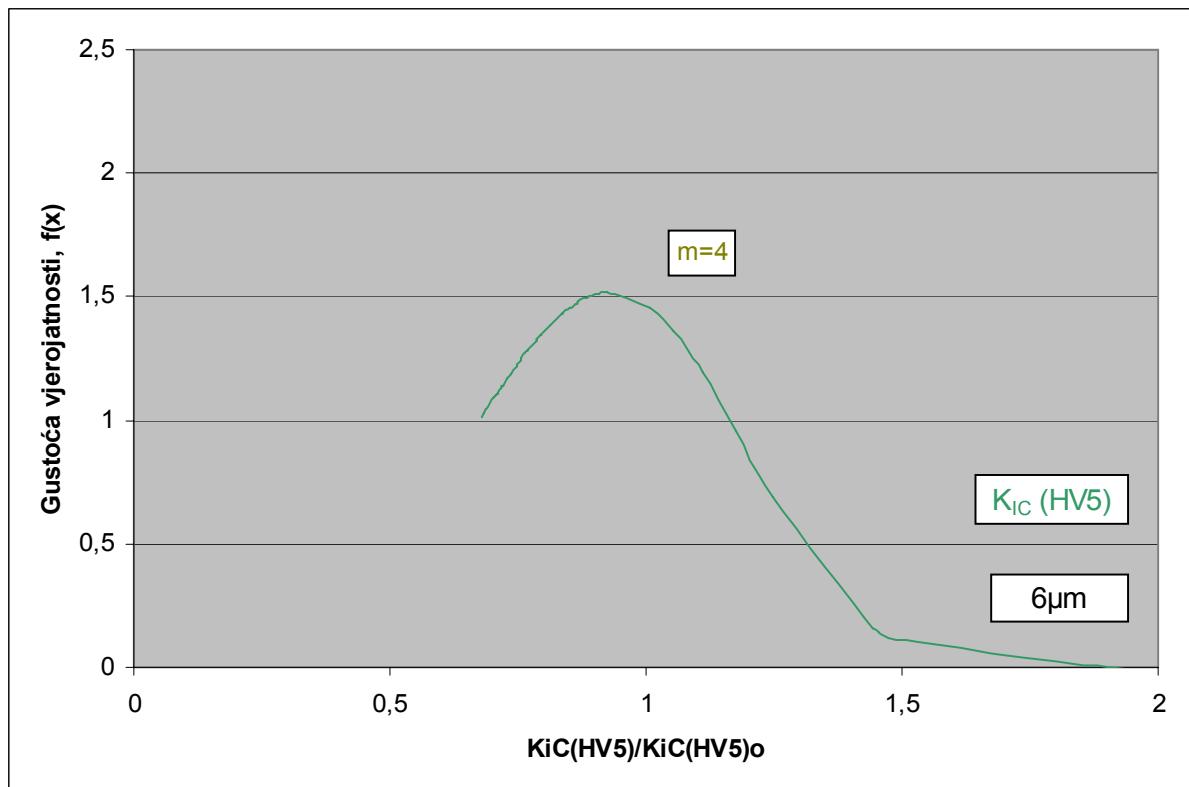
Na osnovu dobivenih podataka nacrtane su funkcije gustoće vjerojatnosti za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5) i prikazani su slikama 41, 42 i 43.



Slika 41. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV1) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $6 \mu m$

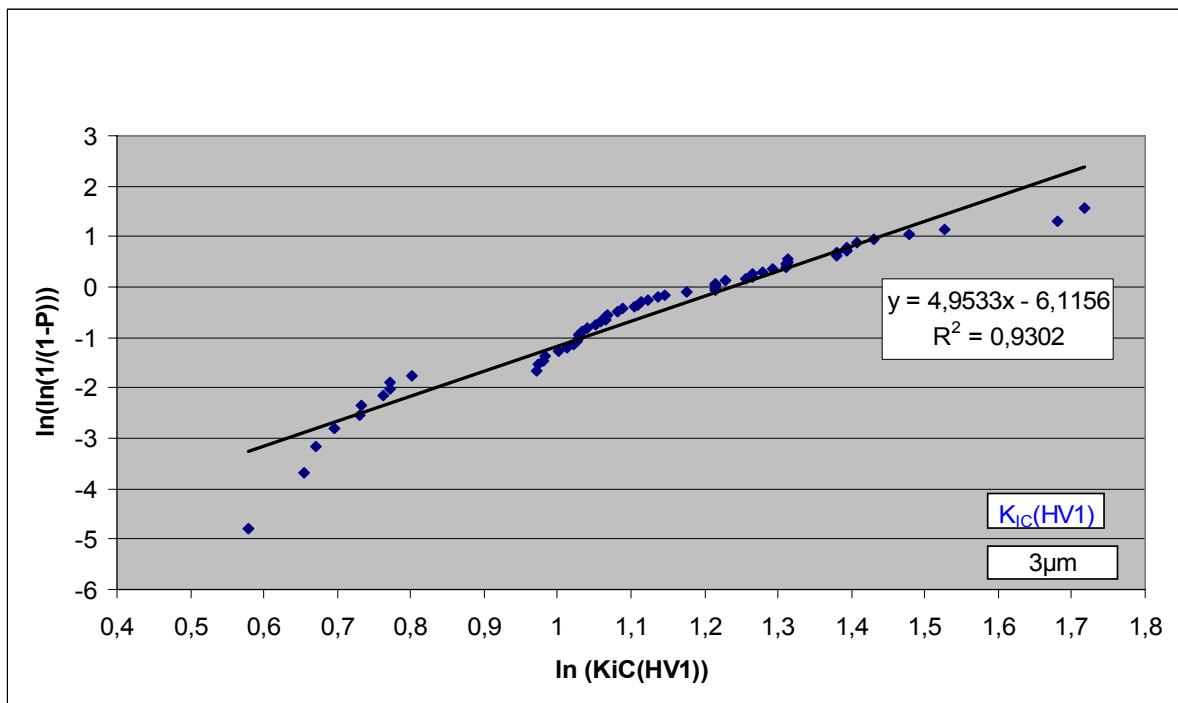


Slika 42. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV3) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $6 \mu m$

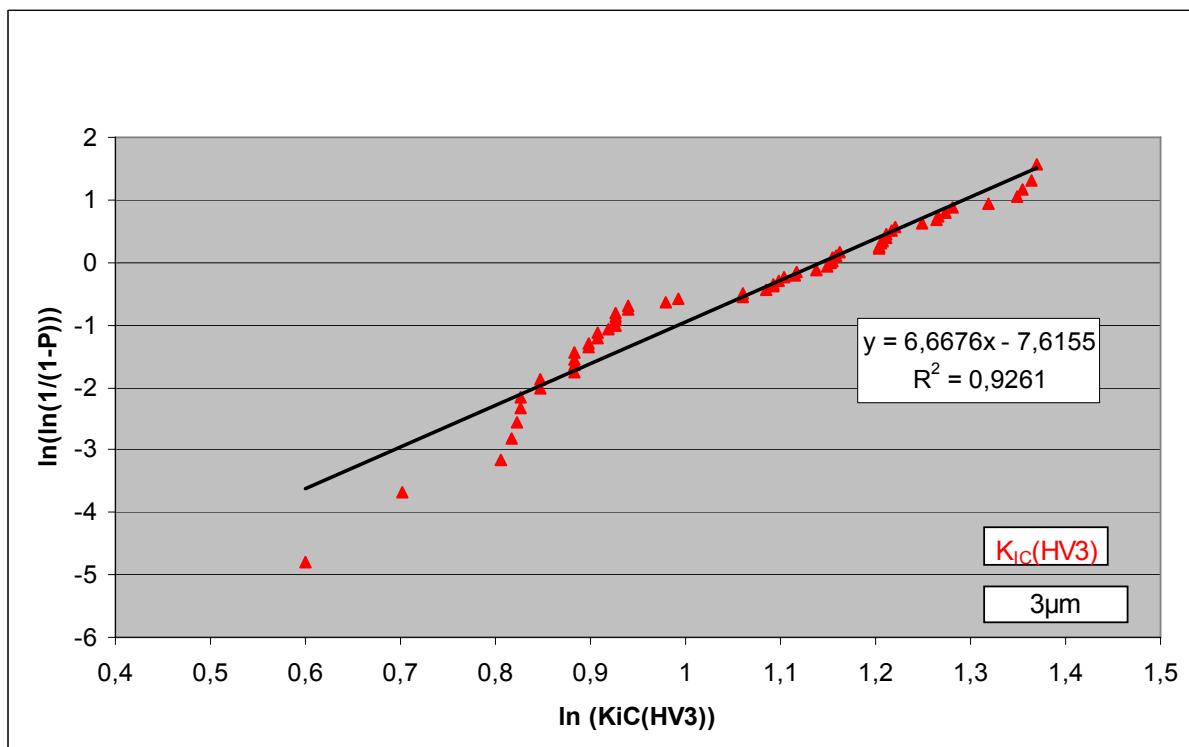


Slika 43. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV5) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $6\mu m$

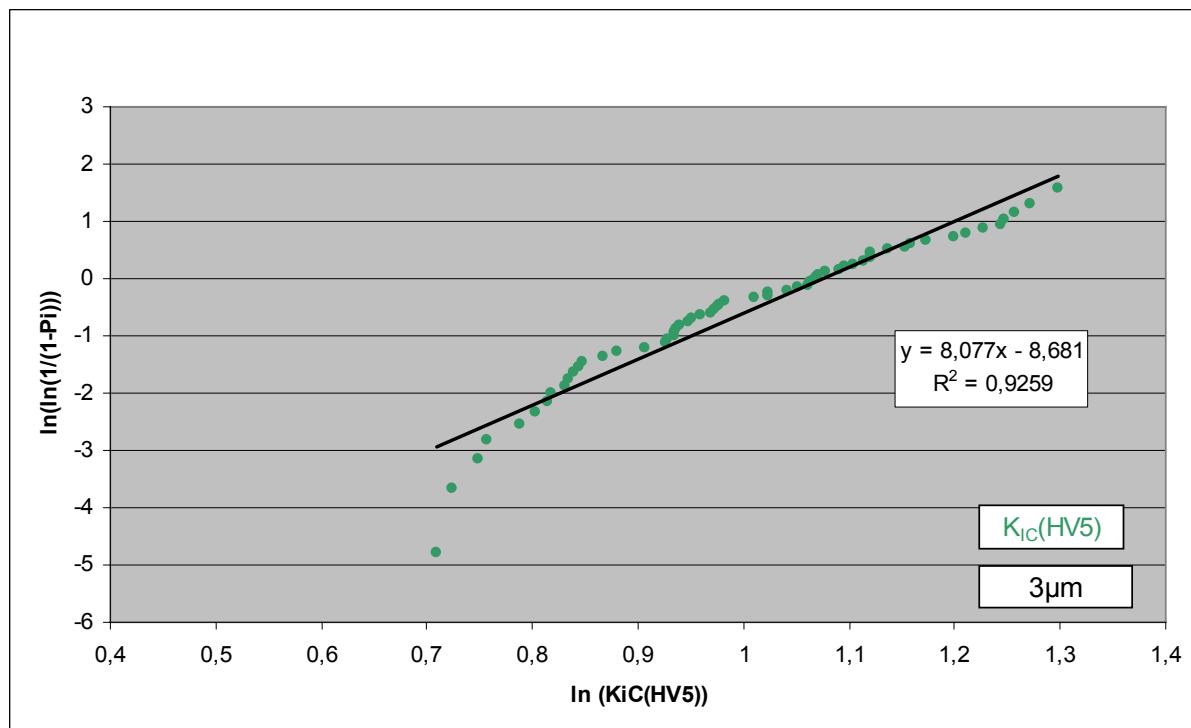
Na slikama 44, 45 i 46 prikazani su dijagrami ovisnosti $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P_i}\right)\right)$ o $\ln(HV_i)$ za $K_{IC}(HV1)$, $K_{IC}(HV3)$ i $K_{IC}(HV5)$ na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $3\mu m$.



Slika 44. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} ($HV1$) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $3\mu m$



Slika 45. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} ($HV3$) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $3\mu m$



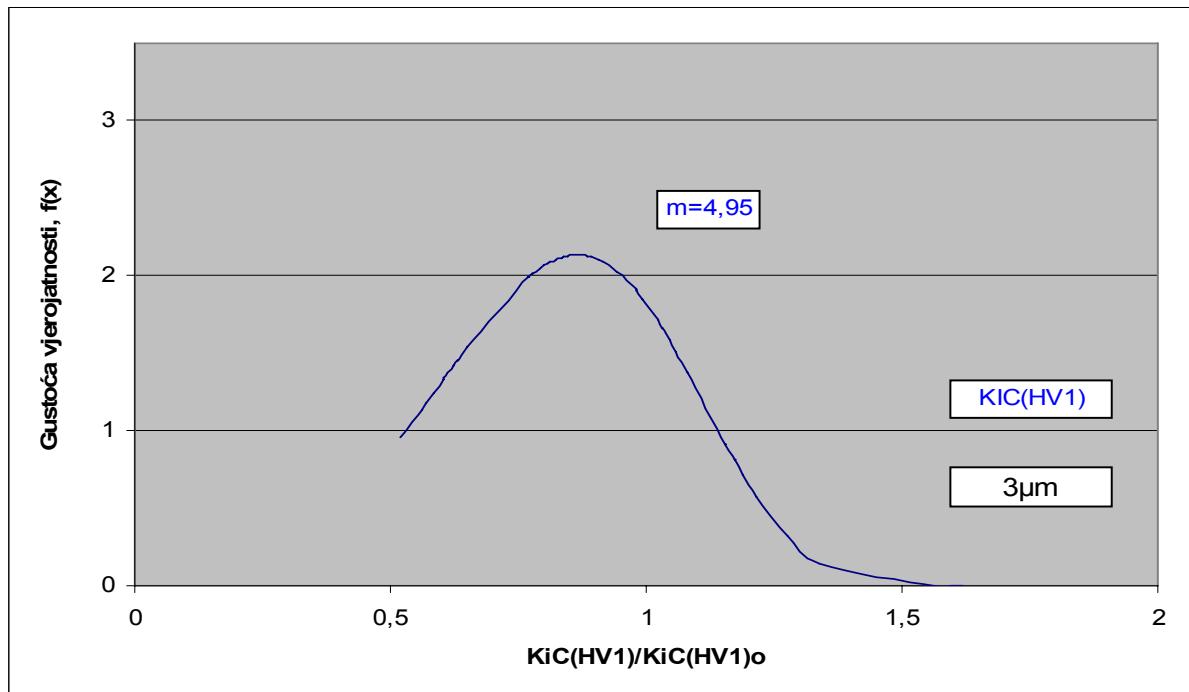
Slika 46. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{Ic} (HV5) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama 3 μm

Na osnovu dobivenih podataka izračunati su Weibullovi parametri čije su vrijednosti prikazane u tablici 16.

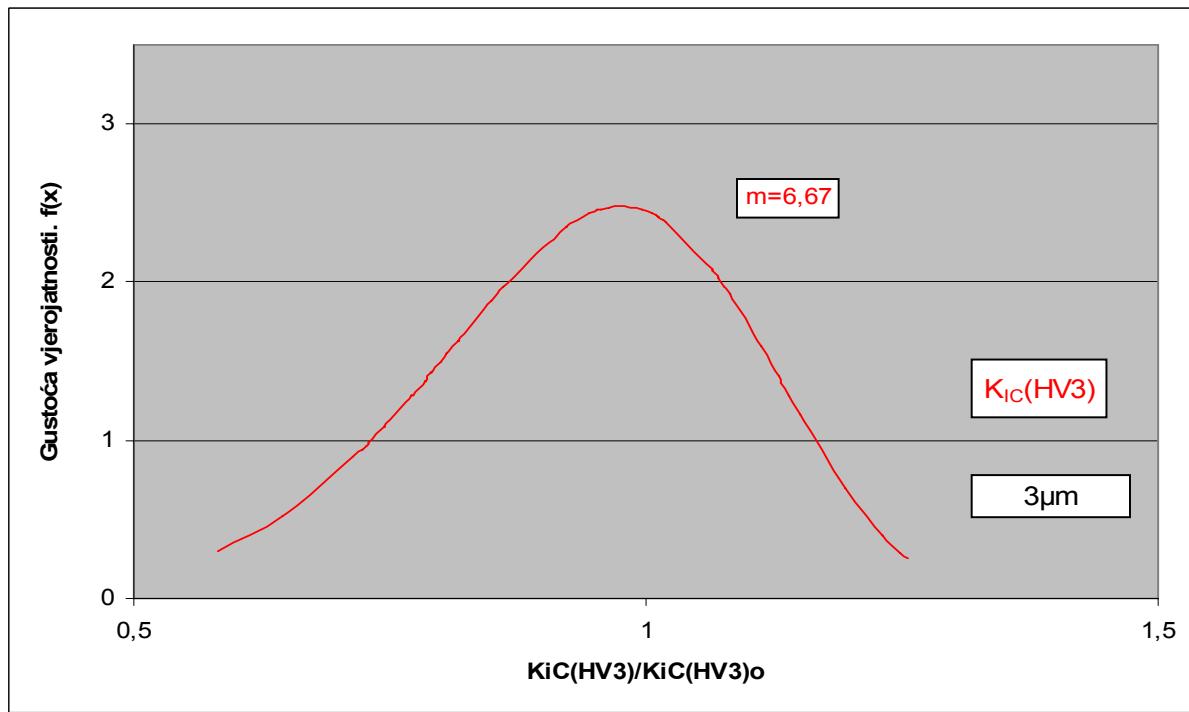
Tablica 16. Weibullovi parametri za lomnu žilavost i površinu završno poliranu dijamantnim česticama 3 μm

Tvrdoća	Opterećenje, $F[\text{N}]$	Parametar oblika, m	Normalizacijski parametar, $K_{Ic_{lo}}$	Koeficijent determinacije, R^2
K _{Ic} (HV1)	9,81	5	3,44	0,9302
K _{Ic} (HV3)	29,43	6,7	3,13	0,9261
K _{Ic} (HV5)	49,05	8,1	2,93	0,9259

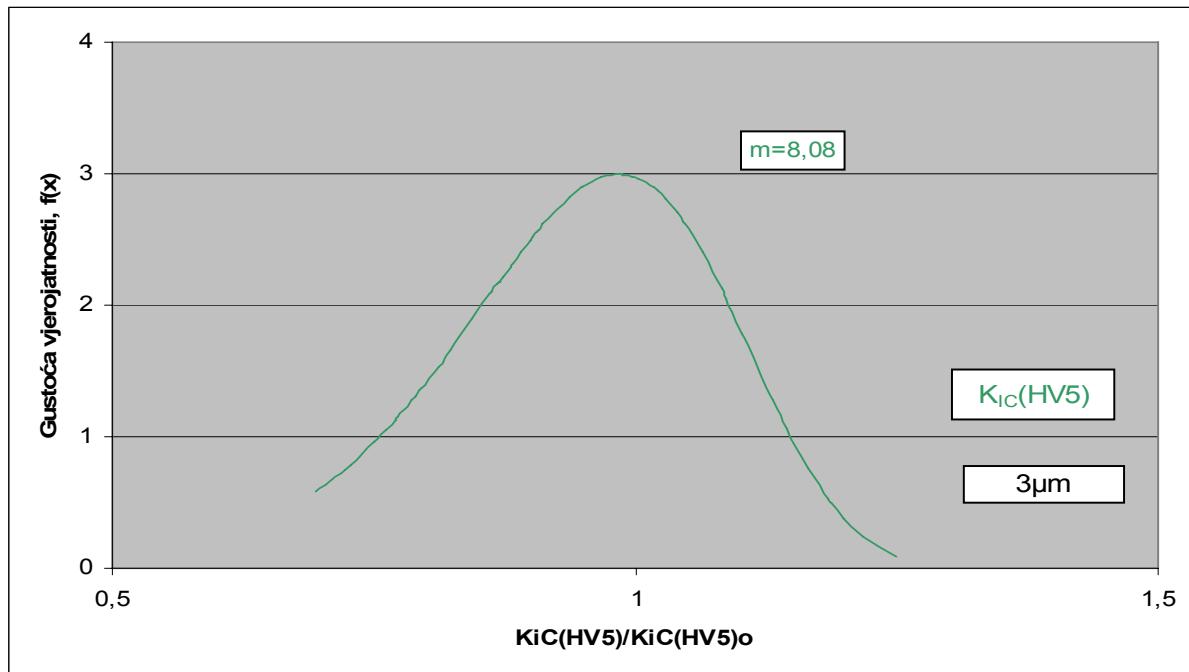
Na osnovu dobivenih podataka nacrtane su funkcije gustoće vjerojatnosti za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5) i prikazani su slikama 47, 48 i 49.



Slika 47. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV1) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

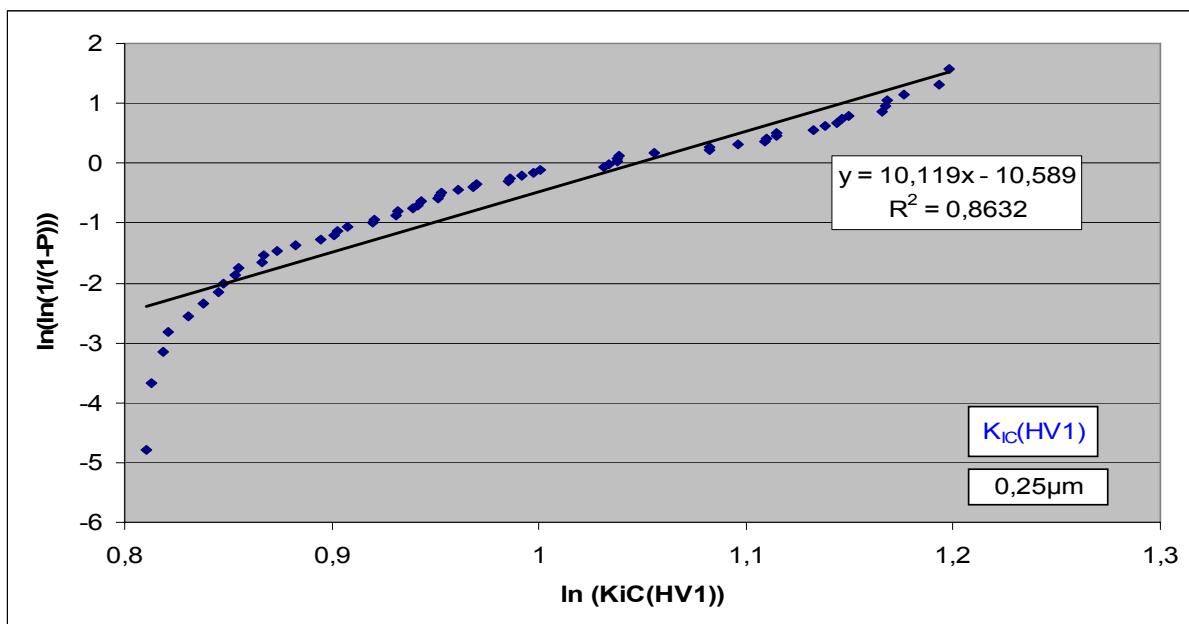


Slika 48. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV3) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

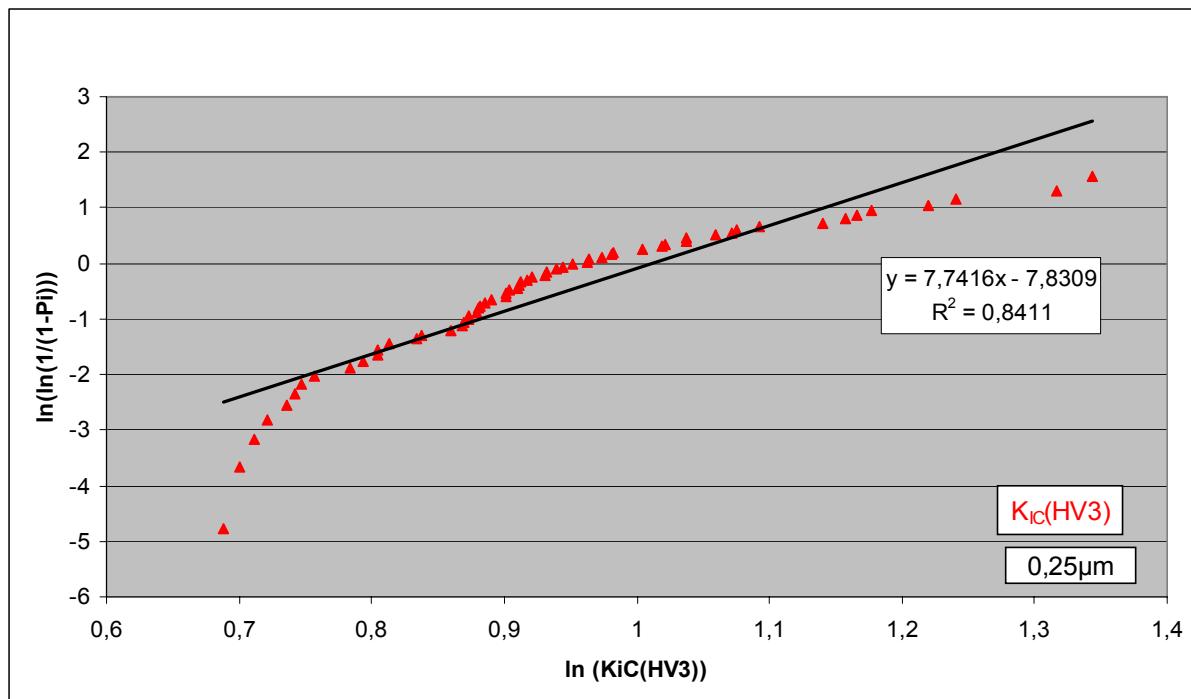


Slika 49. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV5) za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

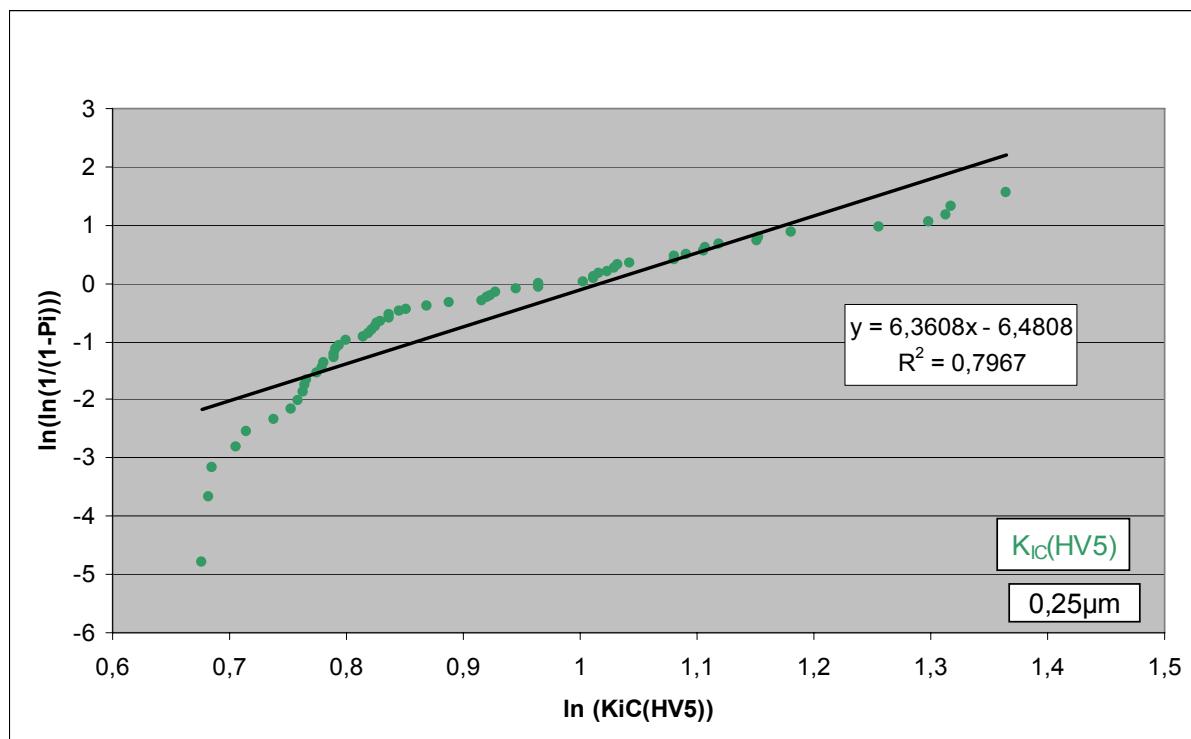
Na kraju određivana je ovisnost $\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1-P_i} \right) \right)$ o $\ln(HV_i)$ za $K_{IC}(HV1)$, $K_{IC}(HV3)$ i $K_{IC}(HV5)$ na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$ i prikazana je slikama 50, 51 i 52.



Slika 50. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{IC} (HV1) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$



Slika 51. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{Ic} (HV3) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$



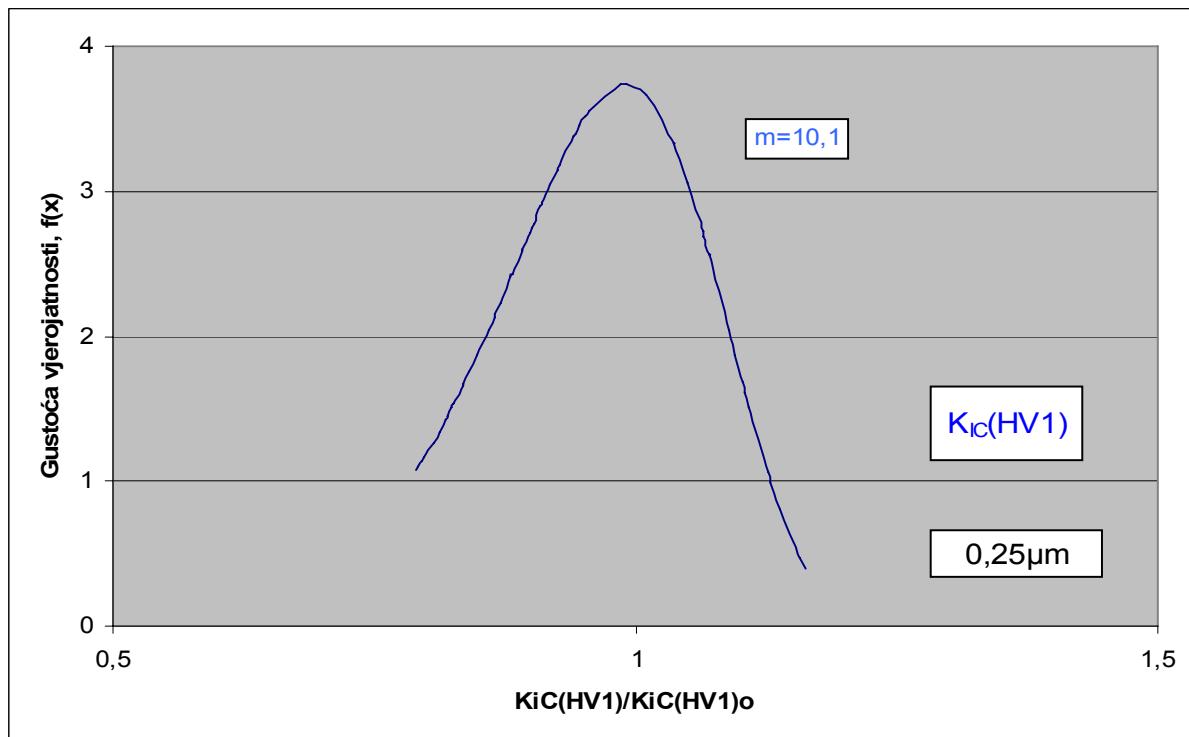
Slika 52. Dijagram linearne regresijske analize Weibullove razdiobe za lomnu žilavost K_{Ic} (HV5) na površini završno poliranoj dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

Na osnovu dobivenih podataka izračunati su Weibullovi parametri čije su vrijednosti prikazane u tablici 17.

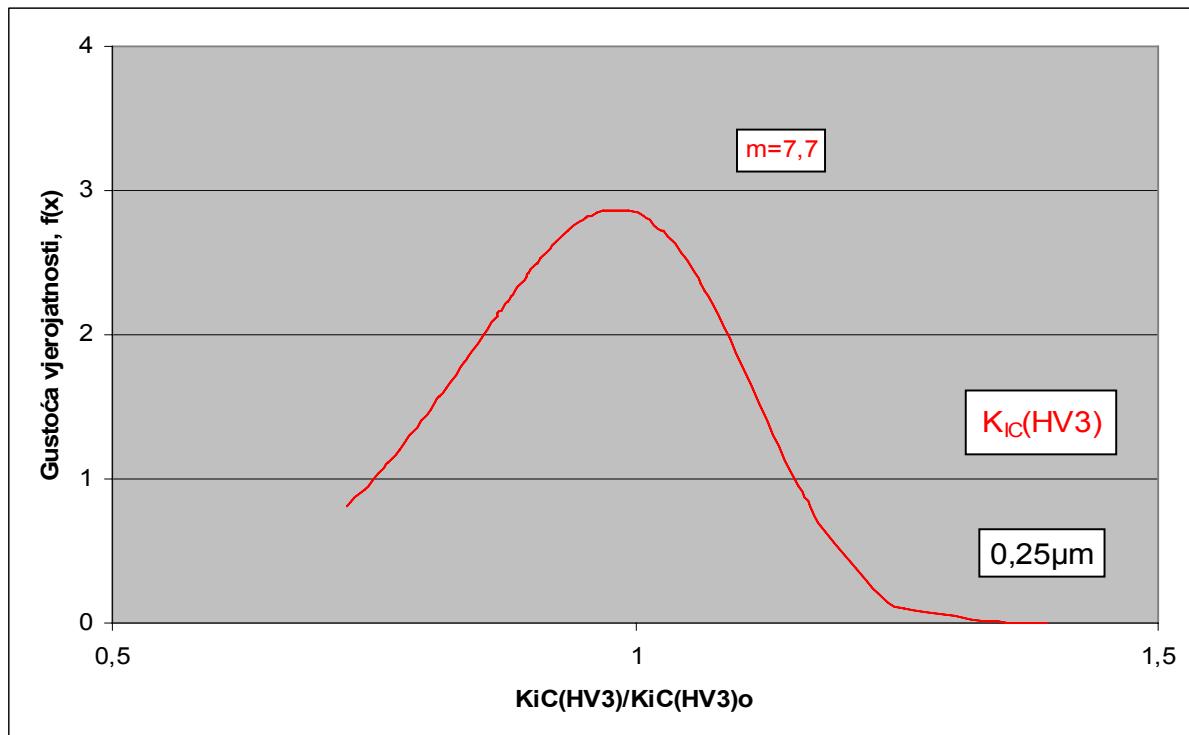
Tablica 17. Weibullovi parametri za lomnu žilavost i površinu završno poliranu dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

Tvrdoća	Opterećenje, $F[\text{N}]$	Parametar oblika, m	Normalizacijski parametar, $K_{IC_{io}}$	Koeficijent determinacije, R^2
K_{IC} (HV1)	9,81	10,1	2,85	0,8632
K_{IC} (HV3)	29,43	7,7	2,75	0,8411
K_{IC} (HV5)	49,05	6,4	2,77	0,7967

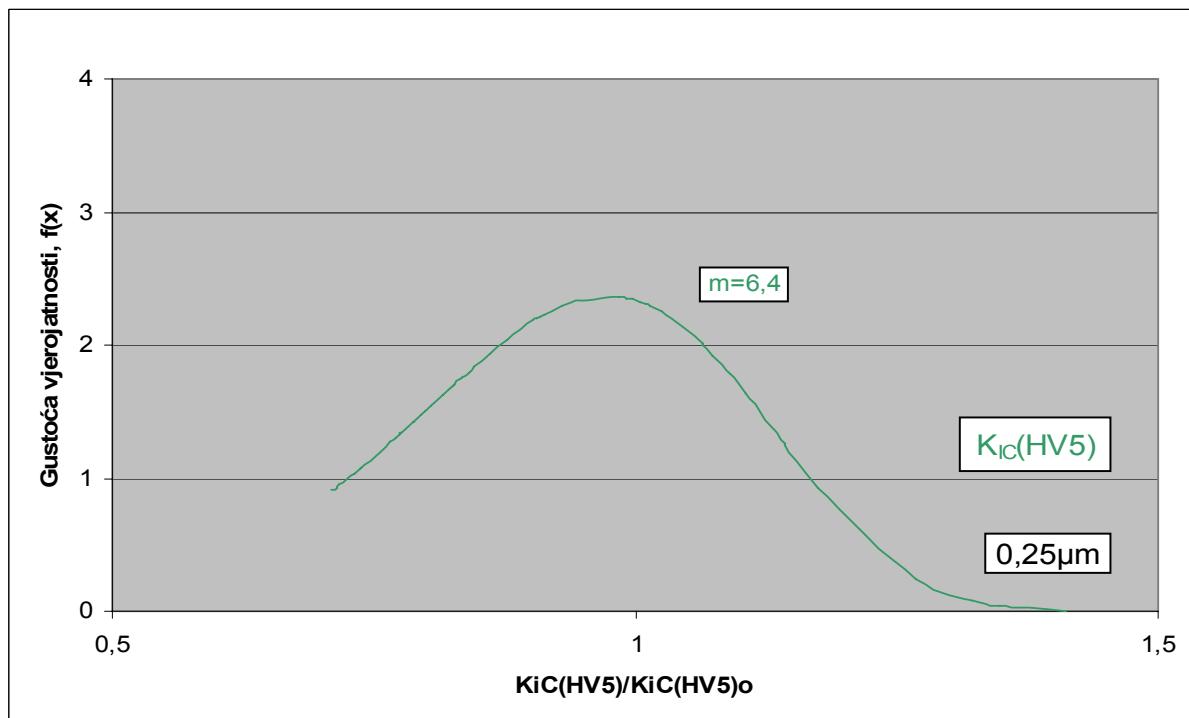
Na osnovu dobivenih podataka nacrtane su funkcije gustoće vjerojatnosti za opterećenja od 9,81N (HV1), 29,43N (HV3) i 49,05N (HV5). Prikazane su na slikama 53, 54 i 55.



Slika 53. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV1) za površinu završno poliranu dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$



Slika 54. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV3) za površinu završno poliranu dijamantnim česticama $0,25 \mu m$



Slika 55. Funkcija gustoće vjerojatnosti za K_{IC} (HV5) za površinu završno poliranu dijamantnim česticama $0,25 \mu m$

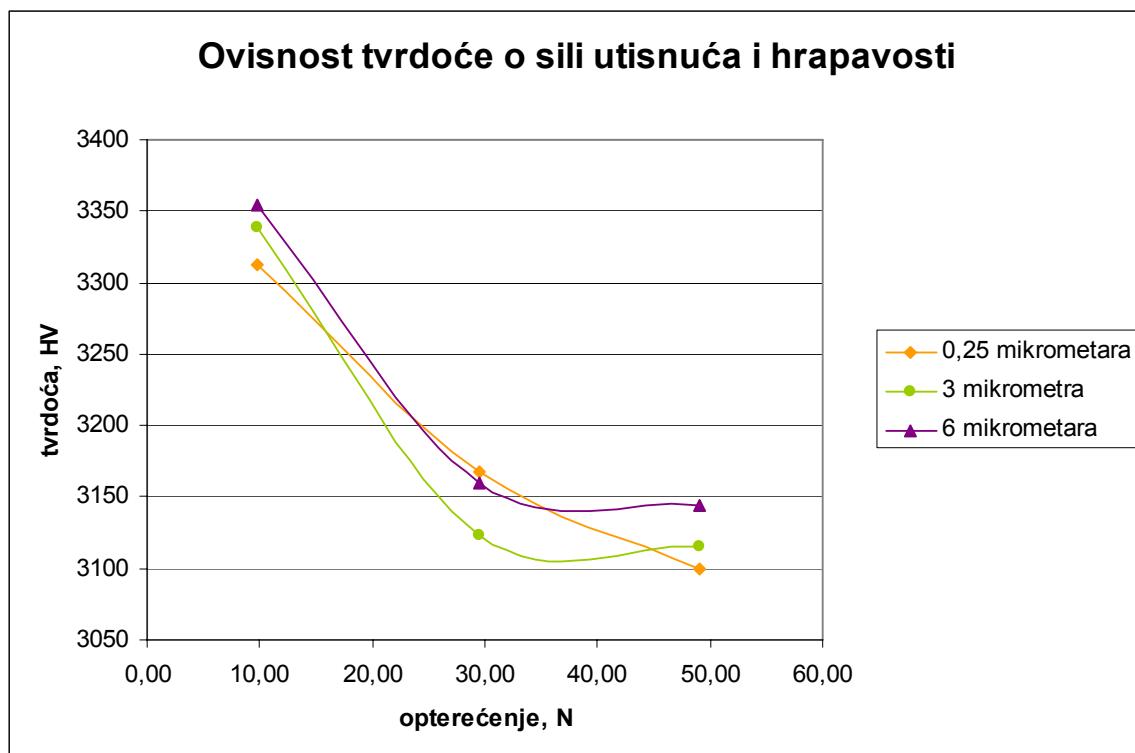
6. ANALIZA REZULTATA

6.1 Utjecaj sile utisnuća i hrapavosti površine na izmjerenu tvrdoću

U tablici 18, prikazane su srednje vrijednosti tvrdoće HV1, HV3 i HV5 za sve kvalitete površine. U dijagramu na slici 56, prikazana je ovisnost izmjerene tvrdoće o primijenjenom opterećenju i kvaliteti površine.

Tablica 18. Prosječne vrijednosti tvrdoće za hrapavost površine nakon završnih poliranja dijamantnom pastom veličine čestica 6, 3 i 0,25 µm

Sila, F [N]	Tvrdoća, HV		
	6 µm	3 µm	0,25 µm
9,81	3354	3338	3312
29,43	3160	3123	3168
49,05	3144	3115	3099



Slika 56. Dijagramske prikaze ovisnosti tvrdoće o sili utisnuća i hrapavosti

Na temelju dobivenih podataka može se jasno vidjeti da primijenjeno opterećenje pri mjerenu tvrdoće ima veliki utjecaj na dobivene rezultate. S porastom sile utisnuća tvrdoća pada. Pad tvrdoće je znatno naglašeniji prirastom sile od 9,81 N na 29,43 N nego prirastom sile od 29,43 N do 49,05 N.

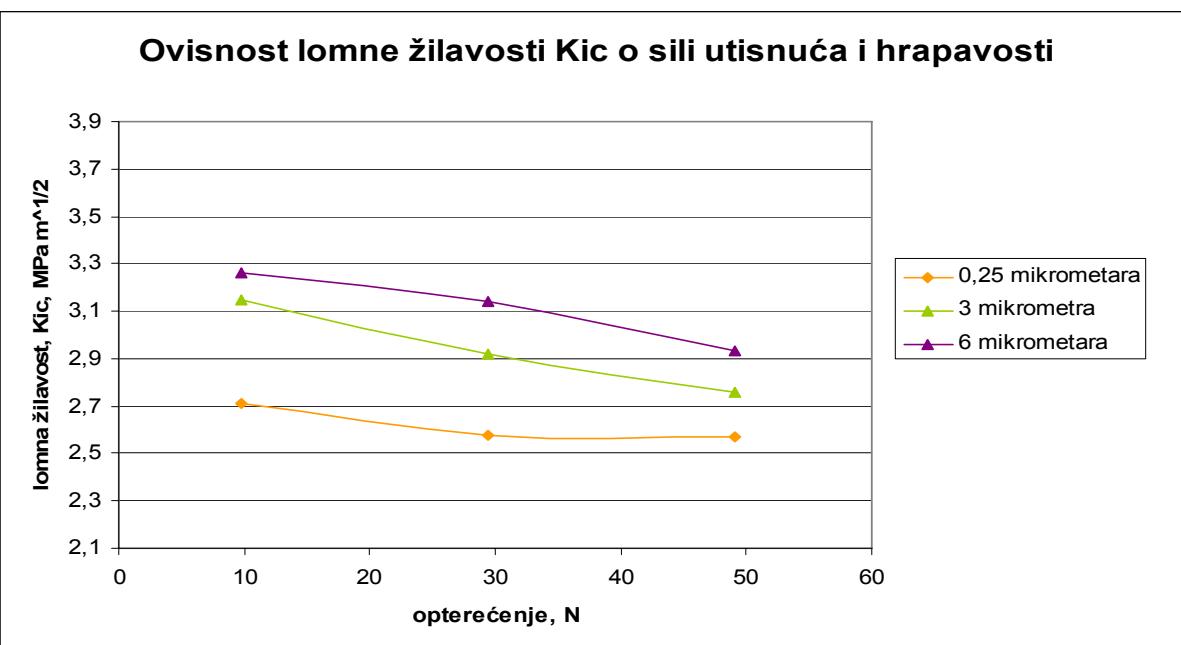
Hrapavost površine nema značajan utjecaj na dobivene rezultate iako je uočen blagi pad tvrdoće sa smanjenjem hrapavosti odnosno povećanjem kvalitete polirane površine.

6.2 Utjecaj sile utisnuća i hrapavosti na vrijednost lomne žilavosti

Tablica 19 prikazuje srednje vrijednosti lomne žilavosti za sve kvalitete površine, a slika 57 ovisnost izračunate lomne žilavosti K_{IC} o sili utisnuća i hrapavosti.

Tablica 19. Prosječne vrijednosti lomne žilavosti za hrapavost površine nakon završnih poliranja dijamantnom pastom veličine čestica 6, 3 i 0,25 μm

Sila, F [N]	Lomna žilavost, K_{IC} [$\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$]		
	6 μm	3 μm	0,25 μm
9,81	3,26	3,15	2,71
29,43	3,14	2,92	2,58
49,05	2,93	2,76	2,57



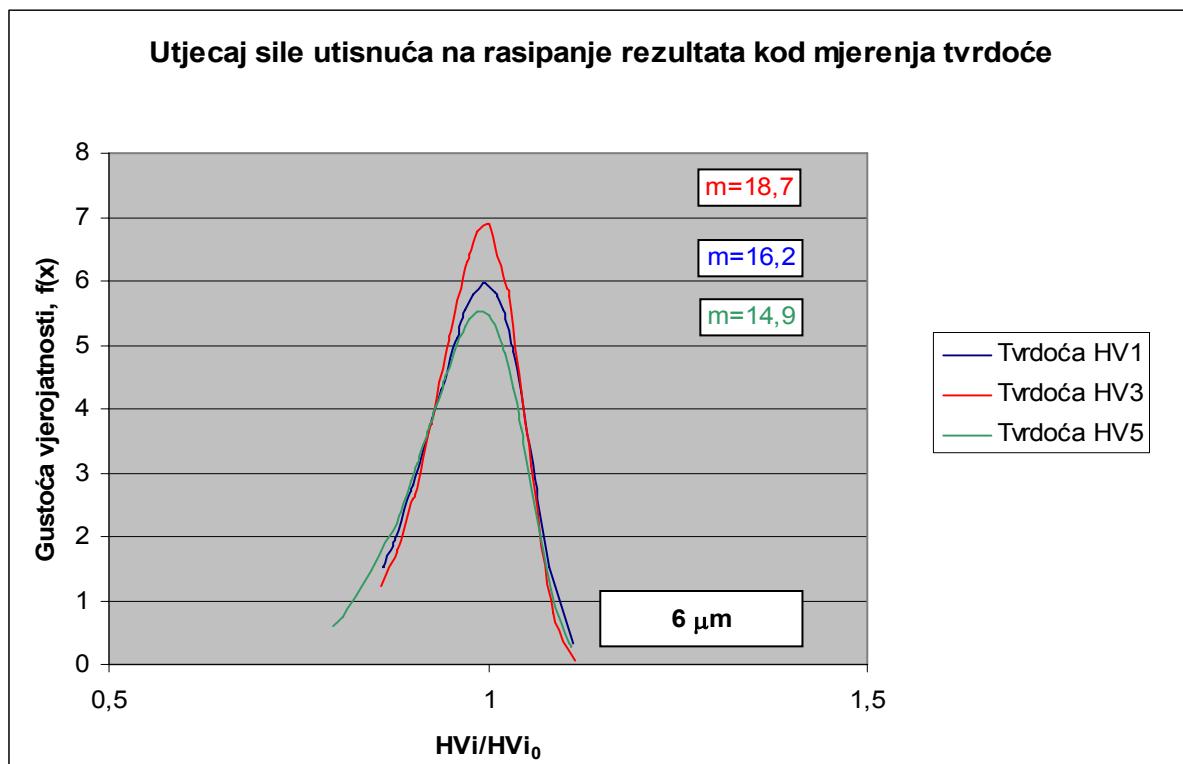
Slika 57. Dijagramski prikaz lomne žilavosti K_{IC} o sili utisnuća i hrapavosti

Vidljivo je da primijenjeno opterećenje utječe na dobivene rezultate. Porast sile utisnuća uzrokuje pad vrijednosti lomne žilavosti. Smanjenje lomne žilavosti je približno proporcionalno povećanju sile.

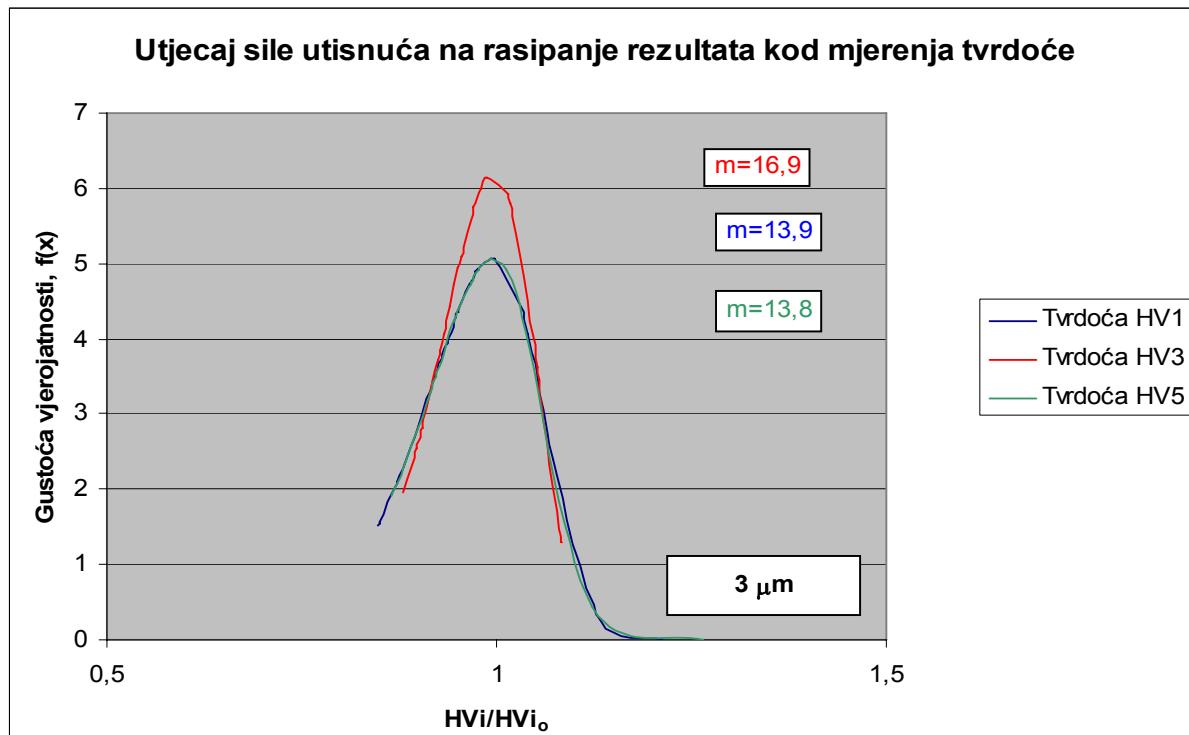
Hrapavost ispitivane površine također utječe na dobivene rezultate. S povećanjem hrapavosti povećava se i lomna žilavost.

6.3 Utjecaj sile utisnuća na rasipanje rezultata kod mjerena tvrdoće

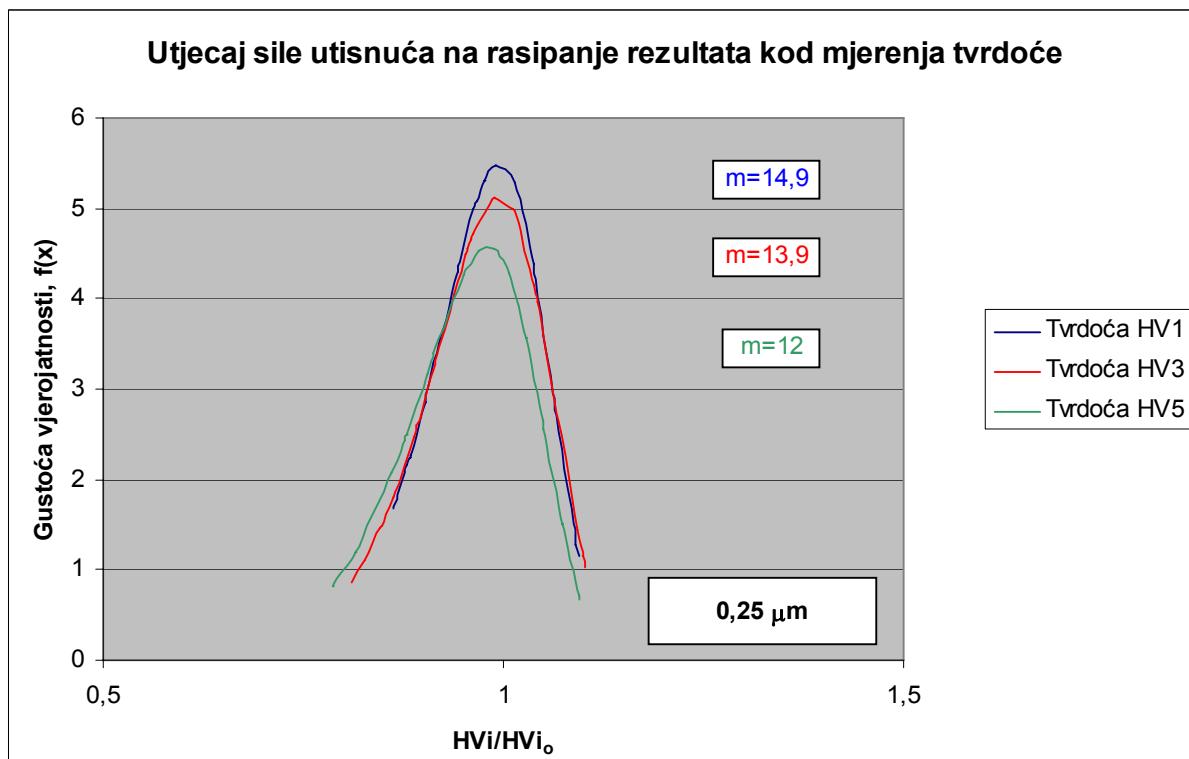
Da bi se jasno uočilo rasipanje rezultata pri mjerenu tvrdoće nacrtan je grafički prikaz funkcije gustoće vjerojatnosti za tvrdoće HV1, HV3 i HV5 pri određenoj kvaliteti površine. Dijagrami su prikazani slikama 58, 59 i 60.



Slika 58. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite tvrdoće za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama 6 μm



Slika 59. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite tvrdoće za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$

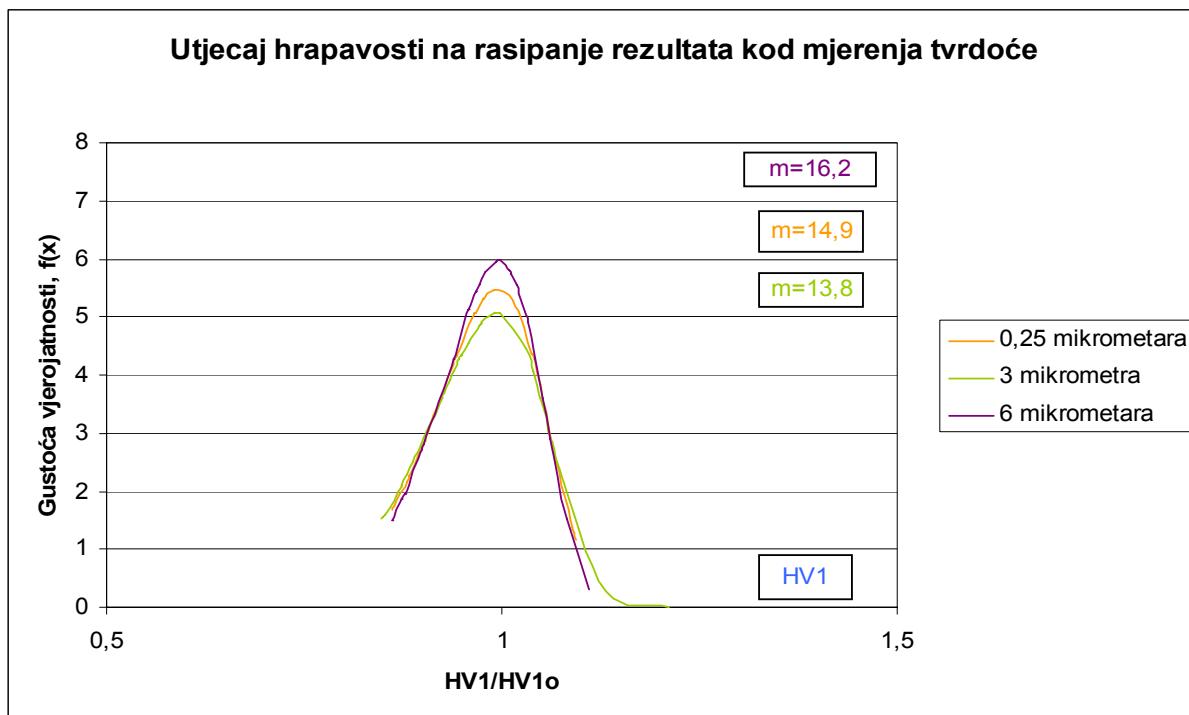


Slika 60. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite tvrdoće za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$

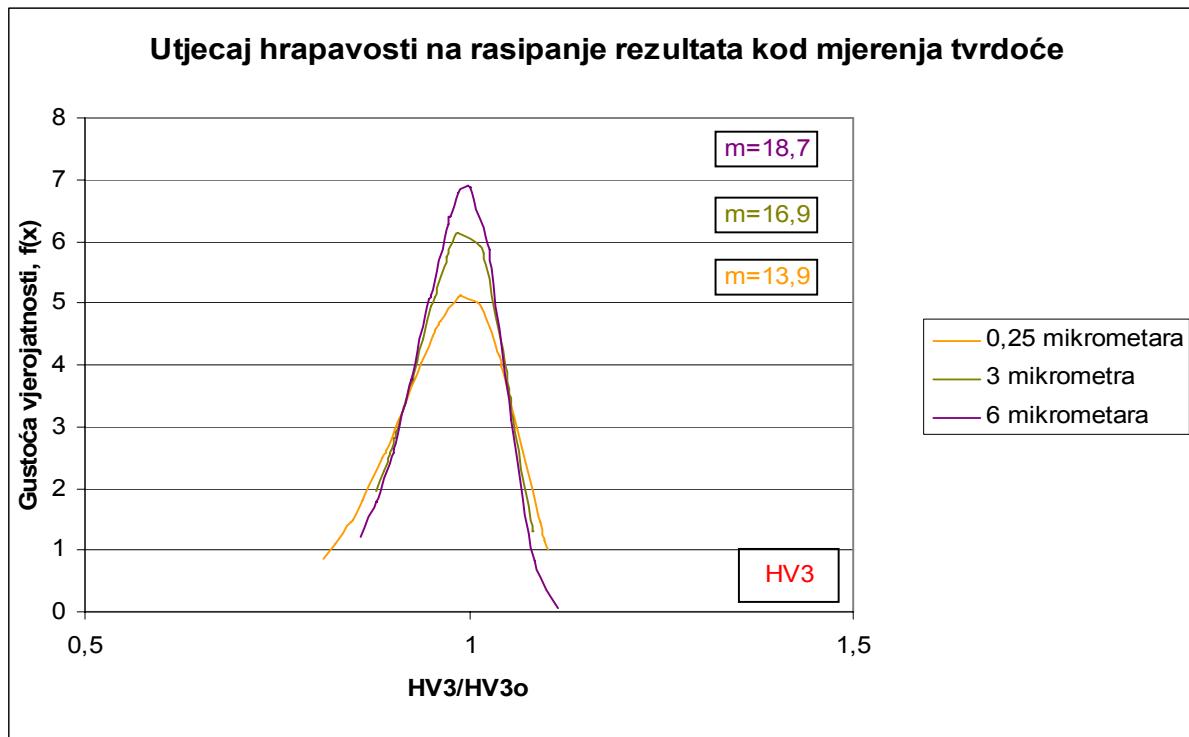
Iz dijagrama rasipanja rezultata mjerena tvrdoće za niže kvalitete površine najmanje rasipanje rezultata dobiveno je pri opterećenju od 29,43 N (HV3). Kod najfinije polirane površine najmanje rasipanje rezultata dobiveno je pri najnižem opterećenju od 9,81 N (HV1).

6.4 Utjecaj hrapavosti na rasipanje rezultata kod mjerena tvrdoće

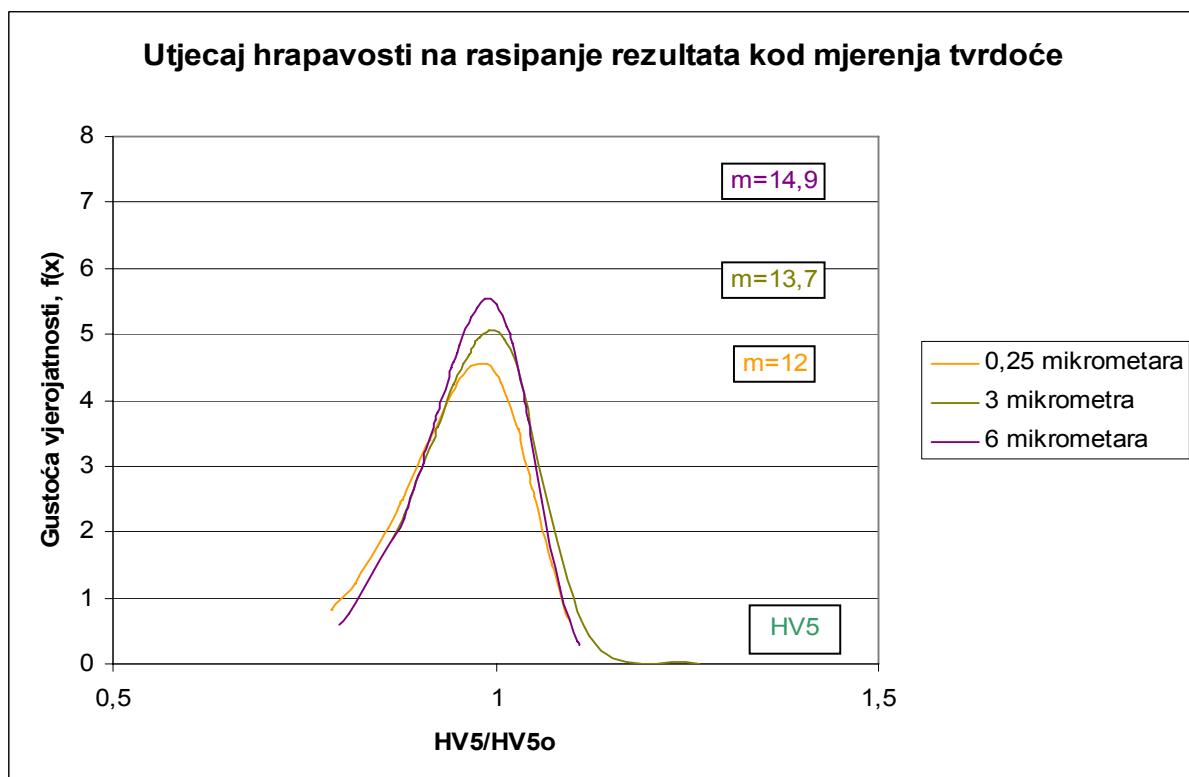
Kvaliteta završno polirane površine može imati utjecaj na rasipanje rezultata kod određivanja tvrdoće. Na slikama 61, 62 i 63 prikazano je rasipanje rezultata za različite hrapavosti površine kod mjerena tvrdoće pri određenom opterećenju.



Slika 61. Funkcija gustoće vjerojatnosti za tvrdoću HV1 pri različitim hrapavostima površine



Slika 62. Funkcija gustoće vjerojatnosti za tvrdoću HV3 pri različitim hrapavostima površine

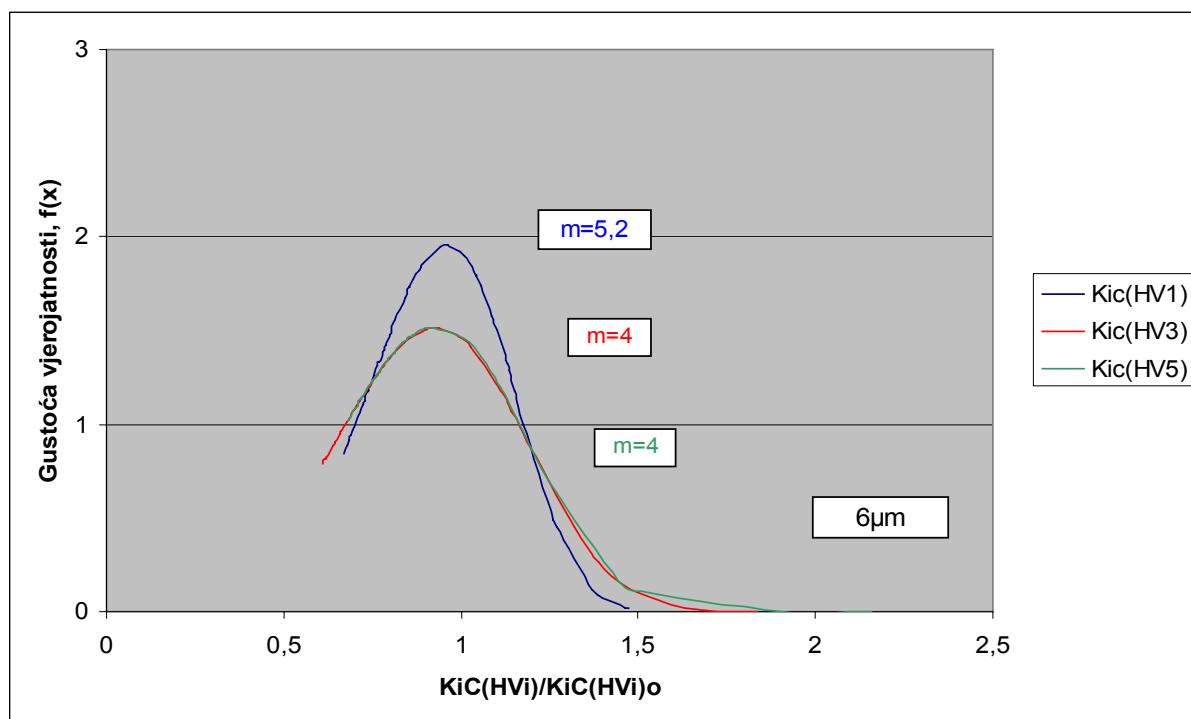


Slika 63. Funkcija gustoće vjerojatnosti za tvrdoću HV5 pri različitim hrapavostima površine

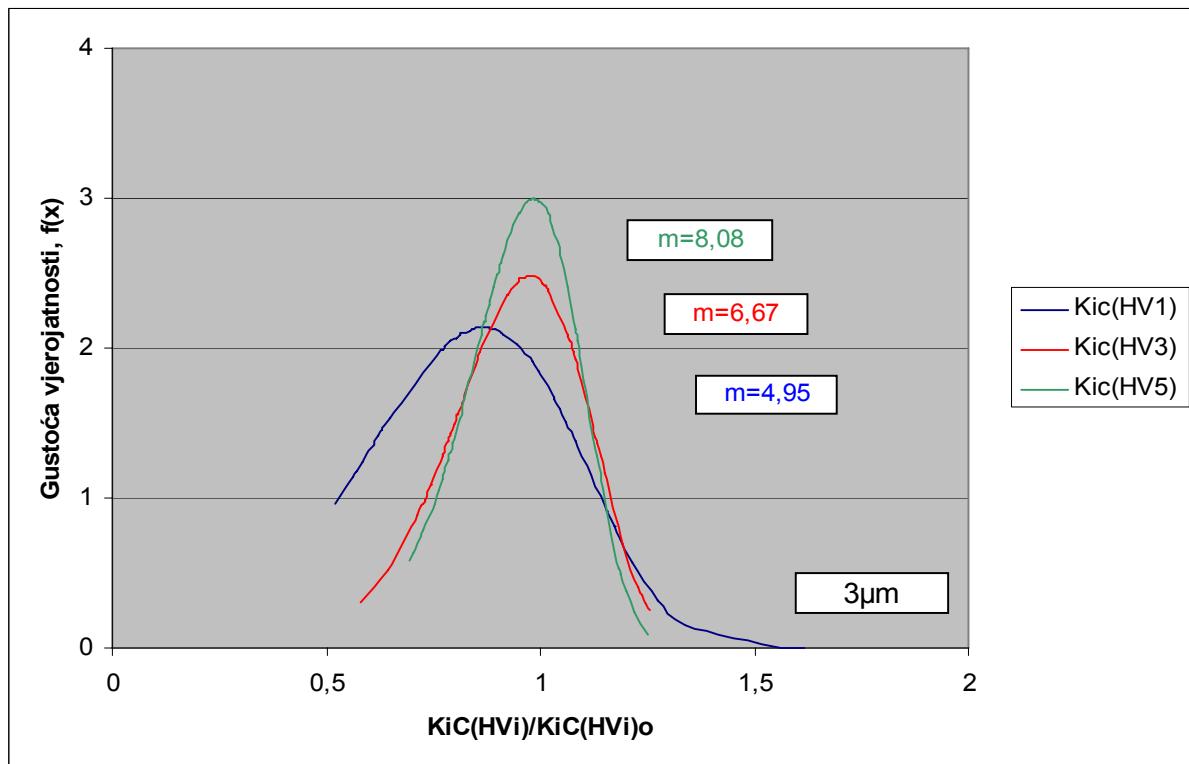
Iz prikazanih dijagrama vidljivo je da najhrapavija površina ima najmanje rasipanje rezultata mjerena. Kod sva tri dijagrama dobivene su visoke vrijednosti parametra oblika, m , za mjerjenje tvrdoće pri hrapavosti površine dobivene završnim poliranjem dijamantnim česticama veličine $6 \mu\text{m}$ što je pokazatelj točnosti ove tvrdnje.

6.5 Utjecaj sile utisnuća na rasipanje rezultata kod mjerena lomne žilavosti

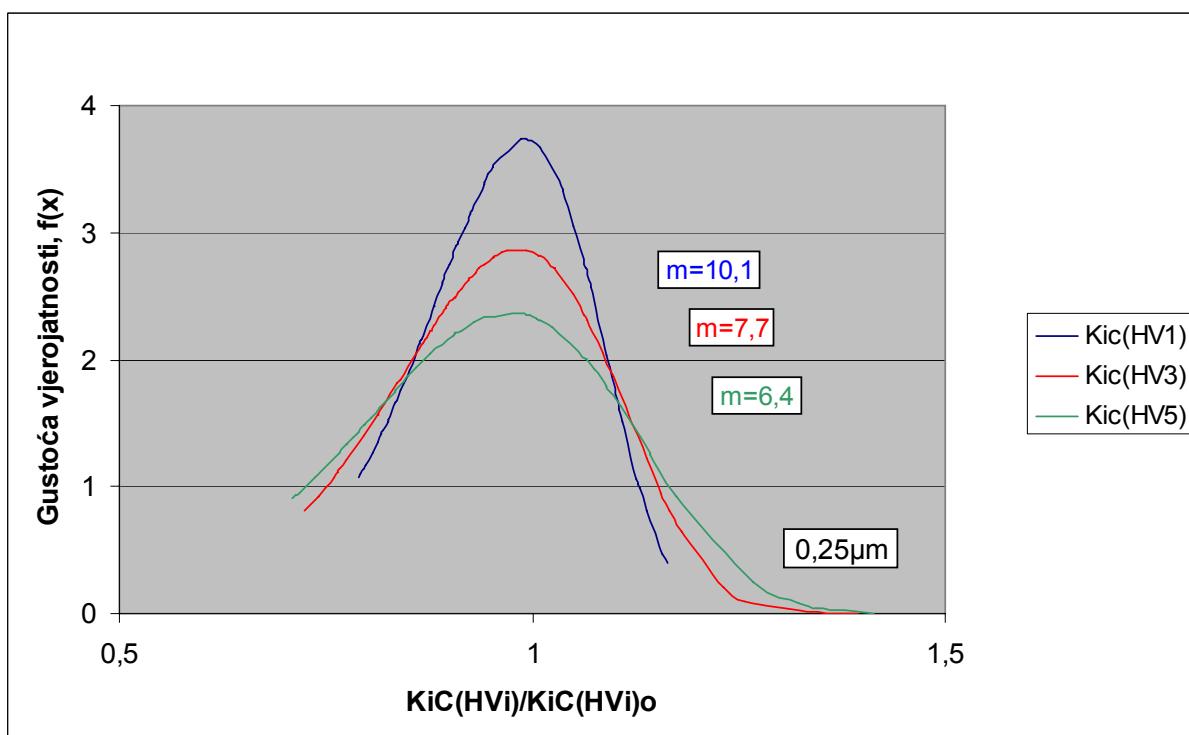
Na slikama 64, 65 i 66 prikazano je rasipanje rezultata pri određivanju lomne žilavosti za različita opterećenja i različite hrapavosti površine.



Slika 64. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite lomne žilavosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $6 \mu\text{m}$



Slika 65. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite lomne žilavosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3\text{ }\mu\text{m}$

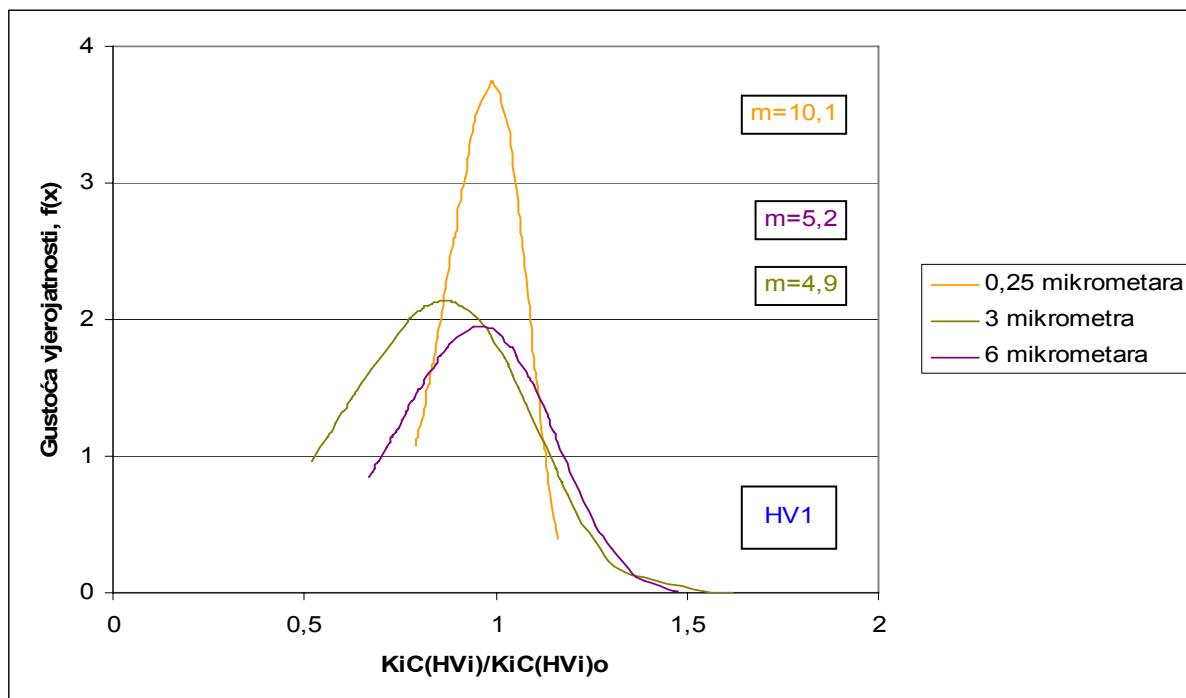


Slika 66. Funkcija gustoće vjerojatnosti za različite lomne žilavosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $0,25\text{ }\mu\text{m}$

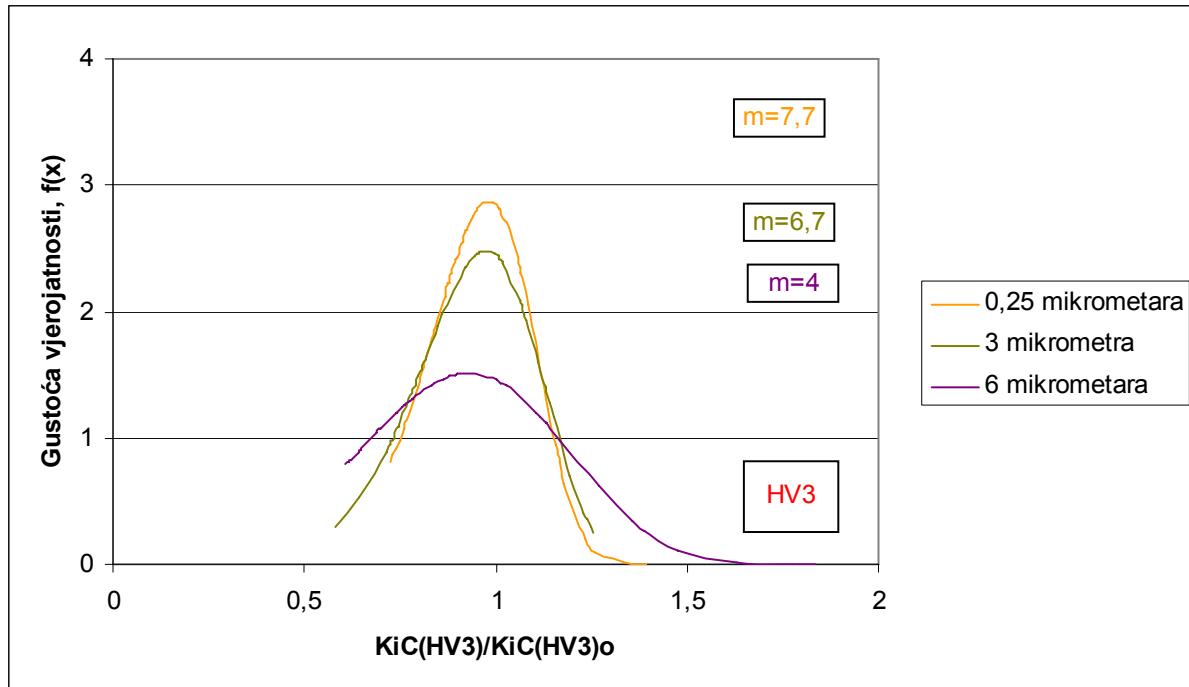
Na temelju provedene analize može se zaključiti da najmanje rasipanje rezultata kod određivanja lomne žilavosti daje najmanja sila utisnuća kod najfinije polirane površine. Iako dijagram funkcije gustoće vjerojatnosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $3 \mu\text{m}$ to opovrgava ipak je kao ključan dijagram za ovu tvrdnju uzet dijagram funkcije gustoće vjerojatnosti za površinu završno poliranu s dijamantnim česticama $0,25 \mu\text{m}$ zbog visoke vrijednosti parametra oblika, m . U literaturi se navodi da se kao bitni podaci za tehničku keramiku uzimaju podaci sa parametrom oblika $m \geq 10$.

6.6. Utjecaj hrapavosti na rasipanje rezultata kod mjerjenja lomne žilavosti

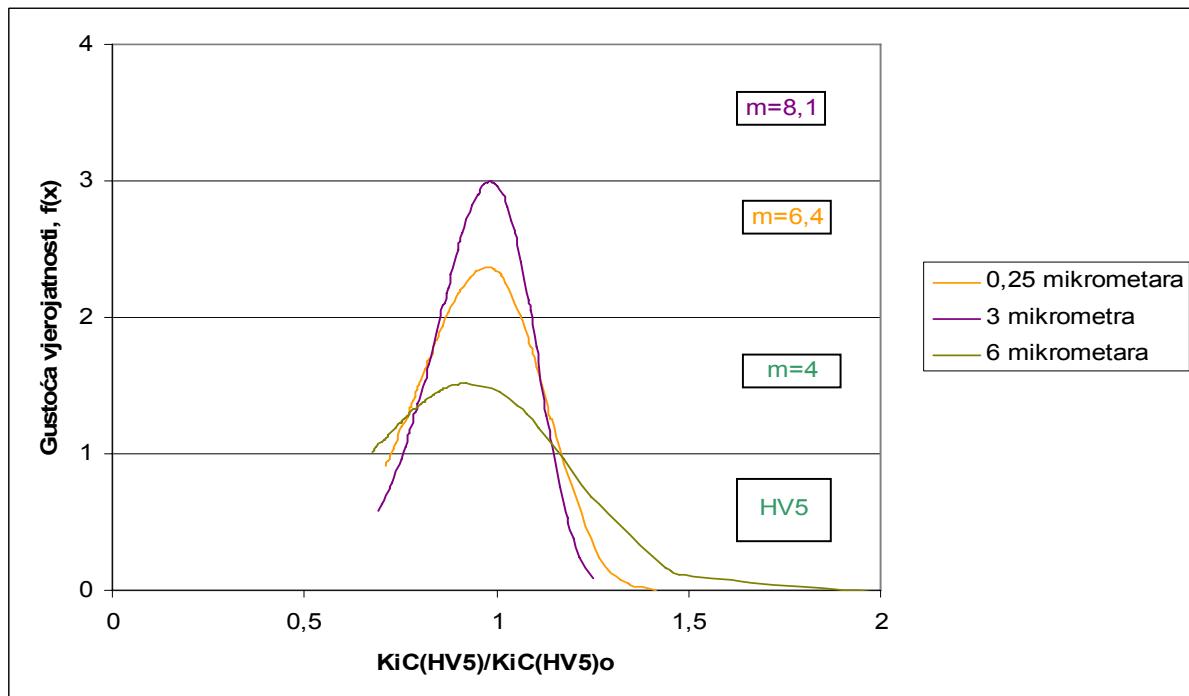
Na slikama 67, 68 i 69 prikazan je utjecaj hrapavosti na rasipanje rezultata kod mjerjenja lomne žilavosti pri istom opterećenju.



Slika 67. Funkcija gustoće vjerojatnosti za lomnu žilavost K_{Ic} (HV1) pri različitim hrapavostima površine



Slika 68. Funkcija gustoće vjerojatnosti za lomnu žilavost K_{IC} (HV3) pri različitim hrapavostima površine



Slika 69. Funkcija gustoće vjerojatnosti za lomnu žilavost K_{IC} (HV5) pri različitim hrapavostima površine

Dobiveni rezultati ukazuju na to da je najmanje rasipanje izraženo kod najfinije obrađene površine. Pri donošenu ovog zaključka u obzir su uzete visoke vrijednosti parametra oblika, m , za hrapavost površine dobivenu završnim poliranjem dijamantnim česticama 0,25 μm .

7. ZAKLJUČAK

Cilj ovog rada bio je izmjeriti tvrdoću i odrediti lomnu žilavost CVD SiC keramike te ispitati rasipanje rezultata s obzirom na primijenjeno opterećenje i kvalitetu površine.

Na temelju provedenih istraživanja i dobivenih rezultata, može se zaključiti sljedeće:

- ✓ Izmjerene vrijednosti tvrdoće CVD SiC keramike jako ovise o primijenjenom opterećenju (sili) pri utisnuću dijamantne piramide u ispitivanu površinu. Što je sila utisnuća veća, izmjerena tvrdoća je niža. To je osobito izraženo povećanjem sile od 9,81 N (HV1) na 29,43 N (HV3).
- ✓ Hrapavost površine također utječe na rezultate mjerjenja tvrdoće. Na hrapavoj površini dobivene su više vrijednosti.
- ✓ Rasipanje rezultata pri mjerenu tvrdoće najmanje je kod najhrapavije površine. Ne postoji jasno izražena relacija između rasipanja rezultata i opterećenja pri utisnuću.
- ✓ Kod određivanja lomne žilavosti opterećenje (sila) utisnuća također utječe na dobivene rezultate. U pravilu, što je opterećenje više to je lomna žilavost niža.
- ✓ Povećanjem hrapavosti ispitivane površine dobiju se znatno više vrijednosti lomne žilavosti. Važno je napomenuti da povećanje hrapavosti intenzivnije utječe na lomnu žilavost nego na tvrdoću.
- ✓ Najmanje rasipanje rezultata kod određivanja lomne žilavosti dobiveno je za najmanju silu utisnuća kod najfinije polirane površine.

8. LITERATURA

- [1] L. Čurković, V. Rede, P. Panjan, M. Fudurić Jelača i M. Lalić: Mikrostruktura toplinski nagrižene aluminij oksidne keramike, Zagreb, 2008.
- [2] Martinek Igor: Određivanje tvrdoće i lomne žilavosti silicij karbida, Diplomski rad, Zagreb, 2008.
- [3] http://www.statisticalengineering.com/extreme_value.htm
- [4] [http://147.91.212.195/ZM/2007\(2\)/ZM_48_2_25.pdf](http://147.91.212.195/ZM/2007(2)/ZM_48_2_25.pdf)
- [5] Filetin, T.; Kramer, I.: Tehnička keramika, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2005.
- [6] http://titan.fsb.hr/~tfiletin/pdf/keramika_korema92.pdf
- [7] http://www.dow.com/products/product_detail.page?product=1122020&display-mode=tds
- [8] http://www.dalcera.com/physical_properties.htm
- [9] Cvrtila Tomislav: Određivanje Weibullovog modula pri ispitivanju tvrdoće Al₂O₃ keramike, Diplomski rad, Zagreb, 2010.
- [10] Kolemen, U.: Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models, *J. Alloys Compd.* **425**, 429-435 (2006).
- [11] Sahin, O.; Uzun, O.; Kolemen, U.; Ucar, N.: Vickers microindentation hardness studies of -Sn single crystal, *Mater. Characterization*, **58**, 197-204 (2007).
- [12] <http://bama.ua.edu/~mwear/courses/MechBeh/M02a.pdf>
- [13] Laugier, M. T.: Palmquist indentation crack analyses for toughness determination in WC–Co composites. *Key Eng. Mat.* **32**, 77–84 (1989).
- [14] De Moraes, M. C. C. de S. B.; Elias, C. N.; Filho, J. D.; De Oliveira, L. Mechanical properties of aliminia-zirconia composites for ceramic abutments, *Mater. Research*, Vol. 7, No. 4, 643-649, 2004
- [15] Ren, X. J.; Hooper, R. M.; Griffiths, C.; Henshall, J. L.: Indentation size effect in ceramics: correlation with H/E, *J. Mater. Sci. Let.* **22**, 1105-1106 (2003).

9. PRILOG

9.1 Prilog 1

Tablica 20. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 9,81 N (HV1), za površinu završno poliranu s česticama 6 μm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV1
1	24,64	3037,7
2	24,33	3115,6
3	23,47	3348,1
4	23,58	3317,0
5	24,69	3025,4
6	23,83	3247,7
7	21,89	3848,9
8	22,19	3745,5
9	24,88	2979,4
10	22,4	3675,6
11	22,5	3643,0
12	22,6	3610,9
13	22,71	3576,0
14	22,71	3576,0
15	22,86	3529,2
16	22,93	3507,7
17	22,93	3507,7
18	22,96	3498,5
19	23,11	3453,2
20	23,16	3438,4
21	23,32	3391,3
22	23,42	3362,4
23	23,47	3348,1
24	23,58	3317,0
25	23,83	3247,7
26	24,3	3123,3
27	24,33	3115,6
28	24,64	3037,7
29	24,69	3025,4
30	24,88	2979,4
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV1
30	246	3354

Tablica 21. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 29,43 N (HV3), za površinu završno poliranu s česticama 6 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV3
1	39,08	3622,8
2	39,62	3524,7
3	40,16	3430,5
4	40,71	3338,5
5	40,71	3338,5
6	40,72	3336,8
7	40,72	3336,8
8	40,74	3333,5
9	41,25	3251,6
10	41,26	3250,0
11	41,31	3242,2
12	41,31	3242,2
13	41,31	3242,2
14	41,54	3206,4
15	41,79	3168,1
16	41,83	3166,6
17	41,85	3159,1
18	42,34	3086,4
19	42,34	3086,4
20	42,35	3084,9
21	42,36	3083,4
22	42,88	3009,1
23	42,89	3007,7
24	43,42	2934,7
25	43,42	2934,7
26	43,42	2934,7
27	43,45	2930,7
28	43,98	2860,5
29	43,99	2859,2
30	44,5	2794,0
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV3
30	204	3160

Tablica 22. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 49,05 N (HV5), za površinu završno poliranu s česticama 6 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV5
1	50,51	56,57
2	50,59	3603,0
3	51,13	3527,3
4	51,66	3455,3
5	52,12	3394,6
6	52,2	3384,2
7	52,38	3361,0
8	52,65	3326,6
9	52,73	3316,5
10	52,82	3305,2
11	53,19	3259,4
12	53,59	3210,9
13	53,89	3175,3
14	54,08	3153,0
15	54,43	3112,6
16	54,52	3102,3
17	54,61	3092,1
18	54,73	3078,5
19	54,8	3070,7
20	54,8	3070,7
21	55,34	3011,1
22	55,42	3002,4
23	55,88	2953,1
24	55,95	2945,8
25	56,12	2927,9
26	56,31	2908,2
27	56,57	2881,5
28	56,75	2863,3
29	59,18	2633,0
30	59,71	2586,4
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV5
30	256	3144

Tablica 23. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 9,81 N (HV1), za površinu završno poliranu s česticama 3 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV1
1	20,95	4202,0
2	21,68	3923,8
3	22,26	3722,0
4	22,48	3649,5
5	22,61	3607,7
6	22,72	3572,8
7	23,08	3462,2
8	23,1	3456,2
9	23,16	3438,3
10	23,34	3385,5
11	23,36	3379,7
12	23,38	3373,9
13	23,4	3368,2
14	23,58	3317,0
15	23,67	3291,8
16	23,67	3291,8
17	23,7	3283,4
18	23,7	3283,4
19	23,8	3255,9
20	23,86	3239,56
21	23,95	3215,3
22	23,97	3209,9
23	24,07	3183,3
24	24,47	3080,1
25	24,58	3052,6
26	24,68	3027,9
27	24,69	3025,4
28	25	2950,8
29	25,02	2946,1
30	25,04	2941,4
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV1
30	287	3338

Tablica 24. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 29,43 N (HV3), za površinu završno poliranu s česticama 3 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV3
1	40,34	3400,0
2	42,06	3127,6
3	43,04	2986,8
4	42,93	3002,1
5	40,34	3400,0
6	40,41	3388,1
7	41,14	3269,0
8	41,88	3154,5
9	40,46	3379,8
10	41,07	3280,1
11	42,75	3027,4
12	39,82	3489,4
13	42,08	3124,6
14	40,46	3379,8
15	42,61	3047,4
16	42,5	3063,2
17	42,42	3074,7
18	41,71	3180,3
19	44,18	2834,6
20	43,94	2865,7
21	43,77	2888,0
22	43,76	2889,3
23	43,64	2905,2
24	43,62	2907,9
25	43,59	2911,9
26	43,58	2913,2
27	43,54	2918,6
28	39,82	3489,4
29	40,34	3400,0
30	43,1	2978,5
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV3
30	212	3123

Tablica 25. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 49,05 N (HV5), za površinu završno poliranu s česticama 3 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV5
1	52,58	3335,5
2	53,05	3276,6
3	53,27	3249,6
4	53,54	3217,0
5	53,58	3212,1
6	53,95	3168,2
7	54	3162,3
8	54,06	3155,3
9	54,27	3131,0
10	54,27	3130,0
11	54,34	3122,9
12	54,54	3100,0
13	54,88	3061,7
14	54,88	3061,7
15	55,5	2993,7
16	55,57	2986,2
17	55,57	2986,2
18	55,59	2984,0
19	55,68	2974,4
20	55,81	2960,6
21	56,11	2929,0
22	56,54	2884,6
23	53,58	3212,1
24	56,88	2850,2
25	57,36	2802,7
26	57,36	2802,7
27	57,36	2802,7
28	53,95	3168,2
29	50,35	3637,5
30	47,42	4100,8
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV5
30	259	3115

Tablica 26. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 9,81 N (HV1), za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV1
1	22,48	3649,5
2	22,48	3649,5
3	22,75	3563,4
4	22,76	3560,3
5	23,03	3477,3
6	23,31	3349,2
7	23,46	3351,0
8	23,46	3351,0
9	23,59	3314,1
10	23,60	3311,3
11	23,63	3302,9
12	23,87	3236,8
13	23,87	3236,8
14	23,89	3231,4
15	24,12	3170,1
16	24,12	3170,1
17	24,39	3100,3
18	24,40	3097,8
19	24,40	3097,8
20	24,42	3092,7
21	22,22	3735,4
22	24,67	3030,3
23	24,67	3030,3
24	24,68	3027,9
25	24,72	3018,1
26	22,20	3742,1
27	24,95	2962,7
28	22,21	3738,8
29	24,98	2955,6
30	22,17	3752,3
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV1
30	259	3312

Tablica 27. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 29,43 N (HV3), za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV3
1	45,13	2716,5
2	45,59	2662,0
3	39,08	3622,8
4	39,14	3611,7
5	39,26	3589,6
6	40,17	3428,8
7	40,17	3428,8
8	40,18	3427,1
9	40,18	3427,1
10	40,18	3427,1
11	40,25	3415,2
12	40,71	3338,5
13	40,8	3323,7
14	41,25	3251,6
15	41,26	3250,0
16	57,57	2782,3
17	57,05	2833,3
18	41,31	3242,2
19	41,82	3163,6
20	41,88	3154,5
21	41,96	3142,5
22	42,02	3133,5
23	42,36	3083,4
24	42,88	3009,1
25	42,89	3007,7
26	42,96	2997,9
27	43,42	2934,7
28	43,45	2930,7
29	43,54	2918,6
30	44,56	2786,5
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV3
30	274	3168

Tablica 28. Prikaz dobivenih vrijednosti srednjih dijagonalala (d_{sr}) i izračunatih tvrdoća za opterećenje 49,05 N (HV5), za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm

Broj mjerena	$d_{sr}[\mu\text{m}]$	HV5
1	60,24	2541,1
2	59,16	2634,8
3	56,99	2839,2
4	51,02	3542,5
5	51,06	3537,0
6	57,05	2833,3
7	51,56	3468,7
8	51,57	3467,4
9	52,1	3397,2
10	52,11	3395,9
11	52,11	3395,9
12	52,11	3395,9
13	52,15	3390,7
14	52,65	3326,6
15	52,66	3325,3
16	53,23	3254,5
17	53,36	3238,7
18	53,73	3194,2
19	54,28	3129,8
20	54,82	3068,4
21	54,82	3068,4
22	54,82	3068,4
23	55,9	2951,0
24	55,9	2951,0
25	56,16	2923,8
26	56,99	2839,2
27	57,05	2833,3
28	57,57	2782,3
29	59,16	2634,8
30	60,24	2541,1
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija tvrdoće	Srednja vrijednost tvrdoće HV5
30	309	3099

8.2 Prilog 2

Tablica 29. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 9,81 N (HV1) za površinu završno poliranu s česticama 6 μm

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV1}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
1	23,07	5,24
2	23,17	5,21
3	24,03	4,93
4	24,25	4,86
5	25,49	4,51
6	25,6	4,48
7	26,79	4,19
8	27,13	4,11
9	27,14	4,11
10	27,2	4,09
11	27,47	4,03
12	27,55	4,01
13	28,07	3,90
14	28,25	3,87
15	28,81	3,75
16	29,06	3,71
17	29,08	3,70
18	29,58	3,61
19	29,67	3,59
20	29,93	3,55
21	30,6	3,43
22	30,65	3,42
23	30,7	3,41
24	31,11	3,35
25	32,25	3,17
26	32,36	3,15
27	32,51	3,13
28	32,68	3,11
29	33,15	3,04
30	33,18	3,04
31	33,28	3,02
32	33,36	3,01
33	33,52	2,99
34	34,27	2,89
35	34,38	2,88
36	34,61	2,85
37	34,71	2,84
38	35,06	2,84
39	35,18	2,78
40	35,18	2,78
41	35,2	2,78
42	35,64	2,73
43	35,68	2,72

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV1}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
44	36,04	2,68
45	36,41	2,64
46	36,49	2,63
47	36,58	2,62
48	36,79	2,60
49	36,87	2,59
50	36,93	2,59
51	37,08	2,57
52	37,09	2,57
53	37,41	2,54
54	38,08	2,47
55	38,26	2,45
56	38,44	2,44
57	38,45	2,44
58	38,52	2,43
59	38,71	2,41
60	39,08	2,38
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV1)
60	0,76	3,26

Tablica 30. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 29,43 N (HV3) za površinu završno poliranu s česticama 6 μm

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV3}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
1	42,91	6,38
2	43,5	6,25
3	46,41	5,68
4	49,58	5,14
5	51,61	4,84
6	52,38	4,73
7	54,84	4,42
8	57,95	4,07
9	59,18	3,94
10	59,2	3,94
11	59,7	3,89
12	60,05	3,86
13	62,06	3,67
14	63,15	3,58
15	63,65	3,53
16	64,19	3,49
17	64,78	3,44
18	64,81	3,44
19	67,19	3,26
20	67,41	3,24
21	67,52	3,23
22	67,52	3,23

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV3}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
23	67,61	3,23
24	68,08	3,19
25	68,77	3,15
26	68,94	3,13
27	69,14	3,12
28	69,94	3,07
29	70,86	3,01
30	72,38	2,91
31	72,53	2,90
32	75,14	2,75
33	75,68	2,73
34	75,84	2,72
35	76,22	2,70
36	76,94	2,66
37	77,16	2,65
38	77,38	2,64
39	78,52	2,58
40	78,58	2,58
41	79,81	2,52
42	80,51	2,48
43	81,48	2,44
44	81,85	2,42
45	82,52	2,39
46	82,54	2,39
47	83,08	2,37
48	84,64	2,30
49	84,88	2,29
50	85,27	2,28
51	86,04	2,25
52	86,2	2,24
53	86,49	2,23
54	88,35	2,16
55	88,36	2,16
56	88,39	2,16
57	88,55	2,15
58	88,59	2,15
59	88,67	2,15
60	89,56	2,12
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV3)
60	1,00	3,14

Tablica 31. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 49,05 N (HV5) za površinu završno poliranu s česticama 6 μm

Broj mjerenja	$c_1 [\mu\text{m}]$	K_{IC} (HV5) [$\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$]
1	56,57	7,05
2	61,5	6,22
3	72,93	4,81
4	73,59	4,75
5	74	4,71
6	81,46	4,08
7	84,77	3,84
8	88,07	3,63
9	89,7	3,53
10	91,16	3,44
11	93,99	3,29
12	99,6	3,02
13	100,6	3,00
14	100,69	2,97
15	101,09	2,95
16	101,11	2,95
17	54,61	2,92
18	102,09	2,91
19	103,9	2,83
20	104,02	2,83
21	104,23	2,82
22	104,52	2,81
23	105,2	2,78
24	105,29	2,78
25	106,46	2,73
26	106,51	2,73
27	106,92	2,71
28	108,38	2,66
29	108,46	2,65
30	108,59	2,65
31	109,1	2,63
32	110,02	2,60
33	110,06	2,60
34	110,38	2,59
35	110,72	2,57
36	110,89	2,57
37	112,56	2,51
38	112,62	2,51
39	112,92	2,50
40	113,69	2,47
41	114,01	2,46
42	114,31	2,45
43	114,48	2,45
44	114,66	2,44
45	114,67	2,44

Broj mjerena	$c_1[\mu\text{m}]$	$K_{IC}(\text{HV5}) [\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}]$
46	115,09	2,43
47	115,9	2,40
48	116,45	2,39
49	117,56	2,35
50	117,75	2,35
51	117,85	2,34
52	117,95	2,34
53	117,95	2,34
54	118,67	2,32
55	118,86	2,31
56	118,98	2,31
57	119,47	2,30
58	121,09	2,25
59	121,8	2,23
60	122,35	2,22
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV5)
60	0,92	2,93

Tablica 32. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 9,81 N (HV1) za površinu završno poliranu s česticama 3 μm

Broj mjerena	$c_1[\mu\text{m}]$	$K_{IC}(\text{HV1}) [\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}]$
1	47,4	1,78
2	45,05	1,92
3	44,59	1,95
4	43,83	2,01
5	42,85	2,07
6	42,77	2,08
7	41,95	2,14
8	41,64	2,17
9	41,64	2,17
10	40,83	2,23
11	27,53	4,03
12	27,79	3,97
13	29,05	3,72
14	29,07	3,71
15	29,46	3,64
16	29,72	3,59
17	29,97	3,55
18	29,98	3,55
19	30,18	3,51
20	30,74	3,41
21	31,01	3,37
22	31,02	3,37
23	31,03	3,37
24	31,03	3,37

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV1}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
25	31,81	3,24
26	32,47	3,15
27	32,66	3,12
28	32,98	3,07
29	33,17	3,05
30	33,28	3,03
31	33,39	3,02
32	33,73	2,97
33	33,89	2,95
34	34,2	2,91
35	34,26	2,90
36	34,26	2,90
37	34,4	2,88
38	34,56	2,86
39	34,84	2,83
40	35,01	2,81
41	35,09	2,80
42	35,11	2,80
43	35,17	2,79
44	35,29	2,78
45	35,46	2,76
46	35,76	2,72
47	36,18	2,67
48	36,23	2,67
49	36,41	2,65
50	36,45	2,64
51	29,07	3,71
52	29,05	3,72
53	27,79	3,97
54	27,53	4,03
55	27,27	4,09
56	26,87	4,18
57	26,02	4,38
58	25,2	4,60
59	22,72	5,37
60	22,2	5,56
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV1)
60	0,78	3,15

Tablica 33. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 29,43 N (HV3) za površinu završno poliranu s česticama 3 µm

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	K_{IC} (HV3) [$\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$]
1	40,34	1,82
2	92,79	2,02
3	86,62	2,24
4	85,96	2,26
5	85,67	2,28
6	85,48	2,28
7	85,48	2,28
8	84,26	2,33
9	84,26	2,33
10	82,29	2,42
11	82,29	2,42
12	82,26	2,42
13	82,26	2,42
14	81,46	2,46
15	81,46	2,46
16	80,96	2,48
17	80,96	2,48
18	80,37	2,51
19	79,95	2,52
20	79,95	2,52
21	79,92	2,53
22	79,92	2,53
23	79,26	2,56
24	79,26	2,56
25	77,19	2,66
26	76,54	2,70
27	73,08	2,89
28	73,07	2,89
29	71,91	2,96
30	71,56	2,98
31	71,56	2,98
32	71,32	3,00
33	71	3,02
34	70,47	3,05
35	70,37	3,06
36	69,44	3,12
37	68,95	3,15
38	68,76	3,17
39	68,69	3,17
40	68,69	3,17
41	68,46	3,19
42	68,35	3,19
43	66,42	3,33
44	66,42	3,33
45	66,35	3,34

Broj mjerena	c ₁ [μm]	K _{IC} (HV3) [MPa · √m]
46	66,24	3,35
47	66,13	3,36
48	66,13	3,36
49	65,9	3,37
50	65,71	3,39
51	64,5	3,48
52	63,85	3,54
53	63,73	3,55
54	63,45	3,57
55	63,07	3,60
56	61,52	3,74
57	60,29	3,86
58	60,06	3,88
59	59,7	3,91
60	59,47	3,94
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K _{IC} (HV3)
60	0,53	2,92

Tablica 34. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c₁) za opterećenje 49,05 N (HV5) za površinu završno poliranu s česticama 3 μm

Broj mjerena	c ₁ [μm]	K _{IC} (HV5) [MPa · √m]
1	129,97	2,03
2	128,69	2,06
3	126,57	2,12
4	125,89	2,13
5	123,27	2,20
6	122,16	2,23
7	121,24	2,26
8	120,97	2,26
9	119,89	2,29
10	119,61	2,30
11	119,26	2,31
12	118,8	2,33
13	118,6	2,33
14	117,05	2,38
15	115,93	2,41
16	87,8	3,66
17	89,31	3,57
18	90,26	3,51
19	90,82	3,48
20	91,03	3,47
21	91,99	3,41
22	93,08	3,35
23	93,79	3,32
24	95,45	3,23

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV5}) [MPa \cdot \sqrt{\text{m}}]$
25	96,36	3,18
26	96,64	3,17
27	97,77	3,12
28	98,8	3,07
29	98,85	3,06
30	98,87	3,06
31	99,26	3,05
32	99,96	3,01
33	100,49	2,99
34	100,74	2,98
35	101,7	2,94
36	102,08	2,92
37	102,28	2,91
38	102,47	2,90
39	102,67	2,90
40	102,82	2,89
41	103,53	2,86
42	104,13	2,83
43	105,47	2,78
44	105,47	2,78
45	106,38	2,75
46	108,35	2,67
47	108,72	2,66
48	108,86	2,65
49	109,09	2,64
50	109,35	2,63
51	110,07	2,61
52	110,7	2,59
53	110,88	2,58
54	111,49	2,56
55	111,77	2,55
56	111,83	2,55
57	111,89	2,55
58	112,38	2,53
59	112,53	2,52
60	114,01	2,47
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV5)
60	0,42	2,76

Tablica 35. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 9,81 N (HV1) za površinu završno poliranu s česticama 0,25 μm

Broj mjerena	$c_1[\mu\text{m}]$	K_{IC} (HV1) [$\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$]
1	31,45	3,31
2	31,55	3,30
3	31,91	3,24
4	32,07	3,22
5	32,09	3,21
6	32,13	3,21
7	32,47	3,16
8	32,54	3,15
9	32,60	3,14
10	32,73	3,12
11	32,85	3,10
12	33,24	3,05
13	33,24	3,05
14	33,34	3,03
15	33,37	3,03
16	33,66	2,99
17	33,96	2,95
18	33,97	2,95
19	34,57	2,87
20	34,97	2,83
21	34,99	2,82
22	34,99	2,82
23	35,09	2,81
24	35,13	2,81
25	35,87	2,72
26	35,94	2,71
27	36,08	2,70
28	36,21	2,68
29	36,23	2,68
30	36,60	2,64
31	36,65	2,63
32	36,83	2,61
33	37,03	2,59
34	37,05	2,59
35	37,07	2,59
36	37,26	2,57
37	37,31	2,56
38	37,36	2,56
39	37,54	2,54
40	37,56	2,54
41	37,84	2,51
42	37,85	2,51
43	38,16	2,48
44	38,29	2,47
45	38,33	2,46

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV1}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
46	38,49	2,45
47	38,81	2,42
48	39,04	2,40
49	39,20	2,38
50	39,23	2,38
51	39,52	2,35
52	39,56	2,35
53	39,71	2,33
54	39,78	2,33
55	39,97	2,31
56	40,16	2,30
57	40,43	2,27
58	40,50	2,27
59	40,64	2,26
60	40,71	2,25
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV1)
60	0,32	2,71

Tablica 36. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 29,43 N (HV3) za površinu završno poliranu s česticama 0,25 μm

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV3}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
1	60,25	3,83
2	61,33	3,73
3	64,52	3,46
4	65,4	3,39
5	67,32	3,24
6	67,82	3,21
7	68,23	3,18
8	68,98	3,13
9	71,2	2,98
10	72,01	2,93
11	72,19	2,92
12	72,82	2,88
13	73,88	2,82
14	73,91	2,82
15	74,69	2,78
16	74,77	2,77
17	75,51	2,73
18	76,65	2,67
19	76,72	2,67
20	77,09	2,65
21	77,61	2,62
22	77,66	2,62
23	78,26	2,59
24	78,59	2,57

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV3}) [MPa \cdot \sqrt{m}]$
25	78,88	2,56
26	79,25	2,54
27	79,32	2,54
28	79,85	2,51
29	80,05	2,50
30	80,33	2,49
31	80,34	2,49
32	80,44	2,48
33	80,75	2,47
34	80,87	2,46
35	80,87	2,46
36	81,52	2,43
37	81,76	2,42
38	81,99	2,41
39	82	2,41
40	82,07	2,41
41	82,41	2,40
42	82,45	2,39
43	82,62	2,39
44	82,71	2,38
45	83,18	2,36
46	84,42	2,31
47	84,63	2,30
48	85,83	2,25
49	86,3	2,24
50	86,31	2,23
51	86,9	2,21
52	87,52	2,19
53	89,11	2,13
54	89,68	2,11
55	89,99	2,10
56	90,3	2,09
57	91,19	2,06
58	91,85	2,04
59	92,5	2,01
60	93,26	1,99
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV3)
60	0,41	2,58

Tablica 37. Prikaz dobivenih vrijednosti veličina pukotina (c_1) za opterećenje 49,05 N (HV5) za površinu završno poliranu s česticama 0,25 µm

Broj mjerenja	$c_1[\mu\text{m}]$	K_{IC} (HV5) [$\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$]
1	84,12	3,91
2	86,78	3,74
3	87,01	3,72
4	87,93	3,66
5	90,41	3,51
6	95,12	3,26
7	96,86	3,17
8	96,94	3,16
9	99,03	3,06
10	99,85	3,03
11	100	3,02
12	100,96	2,98
13	101,59	2,95
14	101,63	2,95
15	104,21	2,84
16	104,93	2,81
17	105,2	2,80
18	105,56	2,78
19	106,11	2,76
20	106,43	2,75
21	106,47	2,75
22	107,06	2,73
23	109,83	2,62
24	109,86	2,62
25	111,2	2,58
26	112,5	2,53
27	112,92	2,52
28	112,92	2,52
29	113,4	2,50
30	115,58	2,43
31	117,1	2,38
32	118,47	2,34
33	118,86	2,33
34	119,56	2,31
35	119,61	2,31
36	120,22	2,29
37	120,38	2,29
38	120,59	2,28
39	120,73	2,28
40	121,03	2,27
41	121,34	2,26
42	122,51	2,23
43	123,05	2,21
44	123,32	2,21
45	123,37	2,20

Broj mjerena	$c_1 [\mu\text{m}]$	$K_{IC} (\text{HV5}) [MPa \cdot \sqrt{\text{m}}]$
46	123,46	2,20
47	124,09	2,18
48	124,2	2,18
49	124,66	2,17
50	125,37	2,15
51	125,47	2,15
52	125,6	2,15
53	125,94	2,14
54	126,52	2,12
55	127,68	2,09
56	129,8	2,04
57	130,48	2,03
58	132,25	1,99
59	132,56	1,98
60	133,06	1,97
Ukupan broj mjerena	Standardna devijacija žilavosti	Srednja vrijednost žilavosti K_{IC} (HV5)
60	0,49	2,57