

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Hodnocení mechanických vlastností biokeramiky

Praha, 2016

NOVÁK Vítězslav

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Novák** Jméno: **Vítězslav** Osobní číslo: **420477**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávací katedra/ústav: **Ústav mechaniky, biomechaniky a mechatroniky**
Studijní program: **Teoretický základ strojního inženýrství**
Studijní obor: **bez oboru**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Hodnocení mechanických vlastností keramiky

Název bakalářské práce anglicky:

Evaluation of mechanical properties of ceramics

Pokyny pro vypracování:

1. Vypracujte přehled použití keramických materiálů v konstrukci implantátů
 2. Zpracujte metodiku normalizované zkoušky pevnosti keramického materiálu pro výrobu kloubních náhrad.
 3. Proveďte zkoušky pevnosti u několika skupin vzorků, vyhodnoďte naměřená data a porovnejte zjištěnou pevnost mezi skupinami.
 4. Pokuste se vyhodnotit souvislost mezi výsledky testů pevnosti a výsledky indentačních zkoušek.
- Rozsah práce: cca 30 stran A4

Seznam doporučené literatury:

1. Norma ISO 13356:2008(E) - Implants for surgery - Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)
2. Norma ISO 14704:2008(E) - Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature
3. Suchý, T.: Biomechanika III - statistika, podklady pro přednášky

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. Pavel Růžička Ph.D.

Jméno a pracoviště konzultanta(ky) bakalářské práce:

Datum zadání bakalářské práce: **11.04.2016**

Termín odevzdání bakalářské práce: **12.08.2016**

Platnost zadání bakalářské práce: _____



Podpis vedoucí(ho) práce



Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry



Podpis děkana(ky)

Neodevzdá-li student bakalářskou nebo diplomovou práci v určeném termínu, tuto skutečnost předem písemně zdůvodnil a omluva byla děkanem uznána, stanoví děkan studentovi náhradní termín odevzdání bakalářské nebo diplomové práce. Pokud se však student řádně neomluvil nebo omluva nebyla děkanem uznána, může si student zapsat bakalářskou nebo diplomovou práci podruhé

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

25.4.2016

Datum převzetí zadání



Podpis studenta(ky)

Anotační list

Jméno autora:	Vítězslav Novák
Název BP:	Hodnocení mechanických vlastností keramiky
Anglický název:	Evaluation of mechanical properties of ceramics
Rok:	2016
Obor studia:	Bez oboru
Ústav/Odbor:	Teoretický základ strojního inženýrství
Vedoucí:	Ing. Pavel Růžička, Ph.D.
Konzultant:	
Bibliografické údaje:	Počet stran 50 Počet obrázků 33 Počet tabulek 17
Klíčová slova:	Biomateriály, biokeramika, čtyřbodový ohyb, ANOVA, indentace
Keywords:	Biomaterials, bioceramics, four-point bending, ANOVA, indentation

Anotace:

Bakalářská práce se zabývá testováním vzorků z biomateriálu, konkrétně zirkoničité keramiky ZrO_2 , Y_3O_3 -stabilizovaný zkouškami v čtyřbodovém ohybu dle norem ISO 13356:2008(E) a ISO 14704:2008(E) a zkouškami nanoindentací. Ověření vlivu rozdílných stavů skupin vzorků je provedeno pomocí metody ANOVA.

Abstract:

The bachelor thesis deals with testing samples of the biomaterial, specifically zirconium ceramic ZrO_2 , Y_3O_3 -stabilized in four-point bending tests according to standards ISO 13356:2008(E) and ISO 14704:2008(E) and nanoindentation. Verification of the influence of different states of groups of samples is performed using ANOVA.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval zcela samostatně a použil jsem pouze podklady uvedené v příloženém seznamu.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu § 60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne 11.8.2016

.....

Podpis

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu bakalářské práce Ing. Pavlu Růžičkovi, PhD. za cenné rady, vstřícnost a věcné připomínky při tvorbě této práce.

Dále bych chtěl poděkovat své rodině a přítelkyni za jejich podporu po celou dobu studia.

Obsah

1. Úvod	9
2. Biomateriály a biokeramika	10
2.1 Biomateriály	10
2.1.1 Biokompatibilita	10
2.1.2 Dělení, příklady, využití	10
2.2 Biokeramika.....	12
2.2.1 Vývoj biokeramiky	12
2.2.2 Chemické vlastnosti	14
2.2.3 Mechanické vlastnosti.....	14
2.2.4 Struktura a pórovitost	17
2.2.5 Výroba biokeramiky	18
3. Zkoušky pevnosti v ohybu	19
3.1 Metodika	19
3.1.1 Popis přípravků.....	19
3.1.2 Specifikace testovaných vzorků	22
3.2 Příprava zkoušky	23
3.3 Průběh zkoušky	23
3.4 Použitá zařízení a laboratoř.....	27
3.5 Zpracování naměřených hodnot	28
3.5.1 Odvození ohybové pevnosti.....	28
3.5.2 Naměřené a vypočtené hodnoty	32
3.6 Závěr zkoušek ohybu.....	37
4. Zkoušky nanoindentace	38
4.1 Metodika	38
4.2 Zpracování výsledků.....	40
4.3 Závěr zkoušek indentace.....	46
5. Závěr.....	47
6. Zdroje	Chyba! Záložka není definována.

Přehled použitých veličin a jednotek

K_c	[MPa · m ^{1/2}]	lomová houževnatost
a	[mm]	délka ramene ohybového momentu
L	[mm]	vzdálenost středů podpírajících válečků
b	[mm]	šířka vzorku
d	[mm]	výška vzorku
HRC	[-]	tvrdost podle Rockwella
R	[mm]	poloměr zaoblení vzorku
S	[mm ²]	průřez vzorku
W_o	[mm ³]	průřezový modul v ohybu
SD	[j.]	směrodatná odchylka
F	[N]	zatěžující axiální síla
t	[s]	čas zatěžování
σ_{Pt}	[MPa]	napětí v tahu
σ_{Pd}	[MPa]	napětí v tlaku
$\sigma_{o min}$	[MPa]	minimální ohybové napětí
$\sigma_{o max}$	[MPa]	maximální ohybové napětí
σ_{Dt}	[MPa]	dovolené napětí v tahu
σ_{Dd}	[MPa]	dovolené napětí v tlaku
k_t	[-]	bezpečnost v tahu
k_d	[-]	bezpečnost v tlaku
σ_f	[MPa]	ohybová pevnost
F_x	[N]	síla ve směru osy x
R_{Ax}	[N]	reakce v bodě A ve směru osy x
R_{Ay}	[N]	reakce v bodě A ve směru osy y
R_{By}	[N]	reakce v bodě B ve směru osy y
M_A	[Nm]	moment v bodě A
M_B	[Nm]	moment v bodě B
$T(x)$	[N]	posouvající síla ve vzdálenosti x
$T(\bar{x})$	[N]	posouvající síla ve vzdálenosti \bar{x}
$M_o(x)$	[Nm]	ohybový moment ve vzdálenosti x
$M_o(\bar{x})$	[Nm]	ohybový moment ve vzdálenosti \bar{x}

$M_{o\ max}$	[Nm]	maximální ohybový moment
W_{oy}	[mm ³]	průřezový modul v ohybu ve směru osy y
J_y	[mm ⁴]	kvadratický moment průřezu ve směru osy y
σ_P	[MPa]	ohybová pevnost
α	[-]	hladina významnosti testu
SS	[j. ²]	součet čtverců
DF	[°]	stupně volnosti
MS	[j. ²]	průměrný čtverec
F	[-]	hodnota Fisherova rozdělení
P	[-]	pravděpodobnost nulové hypotézy
$F\ krit$	[-]	tabulková kritická hodnota Fisherova rozdělení
n	[-]	počet prvků platných měření
φ	[°]	čelní úhel jehlanu
P_{max}	[mN]	maximální indentační síla
h	[nm]	hloubky vniknutí indentačního hrotu
E_r	[GPa]	redukovaný modul pružnosti
E_s	[GPa]	Youngův modul pružnosti vzorku
E_i	[GPa]	modul pružnosti materiálu hrotu indentoru
H	[GPa]	indentační tvrdost
ν_i	[-]	Poissonovo číslo materiálu hrotu indentoru
ν_s	[-]	Poissonovo číslo vzorku

1. Úvod

Lidské tělo nám umožňuje pohybovat se, jíst, reprodukovat, vykonávat různé činnosti. Jednoduše je naším prostředkem k životu. Proto si ho musíme chránit, pečovat o něj nebo jej případně léčit. V důsledku nemocí, zranění či jiných faktorů může dojít k jeho porušení. Jak věda postupuje, dokážeme léčit ve stále větším rozsahu, k čemuž potřebujeme najít vhodné materiály.

Tato bakalářská práce zkoumá mechanické vlastnosti biokeramického materiálu ZrO_2 , Y_2O_3 -stabilised (Y-TZP) dodávaného společností BASF, který by mohl být využit v lékařství pro výrobu kloubních náhrad.

V první části bakalářské práce jsou teoreticky vyloženy biomateriály a biokeramické materiály. Je popsána jejich historie, možné využití v konkrétních variantách a vlastnosti jak mechanické, tak chemické. Dále je vysvětlena teorie mechanické zkoušky pevnosti v čtyřbodovém ohybu dle norem ISO 13356:2008(E) a ISO 14704:2008(E), jejíž experimentální praktická část na ni navazuje. V té je popsán konkrétní průběh zkoušky v ohybu a jsou zde zpracována naměřená data vyhodnocená dle statistické metody analýzy rozptylu ANOVA. Cílem je nalezení vlivu rozdílných stavů zkušebních vzorků.

Následuje teorie indentační zkoušky s navazující praktickou částí, jejíž výsledky budou sloužit k porovnání s předchozí zkouškou. Bude se zkoumat spojitost mezi elasticitou a tvrdostí z indentačních zkoušek a pevností v ohybu ze zkoušek čtyřbodovým ohybem. Cílem je zjištění závislosti mezi těmito vlastnostmi.

2. Biomateriály a biokeramika

2.1 Biomateriály

Biomateriály jsou materiály, které se používají a jsou upraveny pro medicínské účely. Nahrazují měkké i tvrdé tkáně. Biomateriál je jakýkoli materiál, přírodní či umělý, který nahrazuje či spíše tvoří část nebo celou živou strukturu. Bývají často uměle vytvořené. Jejich charakterizující vlastností je biokompatibilita. [10], [13]

Biomateriály se od ostatních vyznačují specifickými vlastnostmi při kontaktu s lidskou tkání. Materiál by měl splňovat podmínky biofunkčnosti, biokompatibility a technickoekonomické požadavky. [11]

2.1.1 Biokompatibilita

Biokompatibilita představuje míru tolerance biomateriálu s vnitřním prostředím těla. [13]

Možná rizika použití umělého, tedy uměle vytvořeného materiálu, jsou:

- reakce imunitního systému (ihned nebo po určité době);
- koroze implantátu;
- karcinogenost implantátu;
- toxicita implantátu. [4]

Testování biokompatibility se provádí dvěma způsoby laboratorních testů, a to:

- 1) *in vivo*: přímo v živých organismech (na zvířatech), které je více objektivní, avšak z etických důvodů méně používané;
- 2) *in vitro*: mimo živý organismus (v korosivních a slaných kapalinách, s buněčnými kulturami), která ovšem zanedbává některé důležité faktory, jenž působí v těle. [4], [13]

2.1.2 Dělení, příklady, využití

Biomateriály se dále rozlišují podle působení na živou tkáň na:

- 1) bioinertní, které organismus nepovažuje za vlastní, avšak nedochází k nevhodné reakci a tyto materiály živá tkáň toleruje. Na fázovém rozhraní dochází k tvorbě fibrózního tkaniva obalujícího implantát bez ohledu na to, zda je ve styku s měkkou nebo tvrdou (kostní) tkání. Kostní trámce se s implantátem nespojí chemickou vazbou. Osteoblasty (kostní buňky)

osidlují povrch a zadávají vznik vazivového pouzdra. Tímto organismus reaguje na přítomnost cizího tělesa, které nechce vypudit

- 2) bioaktivní jsou ty, které organismus považuje za vlastní. Místo fibrózního spojení vzniká přímá chemická vazba. Přilehlé měkké tkáně mohou vrůst do pórů materiálu a vytvořit tak pevnou fixační vazbu.
- 3) resorbovatelné jsou ty, které jsou postupně vstřebávány při obnovování kostní tkáně. Očekává se tedy časově omezený účinek. Jejich zanikání v organismu je bez vzniku metabolicky škodlivých složek. Slouží jako stavební materiál v osifikačním procesu, tj. obnovení původní kostní tkáně. Nedochází ke vzniku fibrózního rozhraní, materiály zprostředkovávají jen rychlejší obnovování. [11], [14]

Biomateriály lze rozdělit dle nejvyužívanějších materiálů do tří základních skupin a tedy na:

- 1) kovové;
- 2) polymerní;
- 3) keramické. [4]

Biomateriály se využívají například pro:

- kloubní endoprotézy;
- ploténky;
- umělé vazy a šlachy;
- zubní implantáty pro fixaci zubů;
- cévní protézy;
- srdeční chlopně;
- kochleární náhrady;
- kontaktní čočky. [10], [4]

Biomateriály jsou například:

- austenitická korozivzdorná ocel;
- kobaltové slitiny;
- titanové slitiny;
- Ti-Ni s tvarovou pamětí;

- hydroxyapatit (HA);
- kolagen (přepřacováno);
- ultravysokomolekulární polyetylen (UHMWPE);
- zirkonová keramika;
- korundová keramika. [6], [10]

2.2 Biokeramika

Významnou skupinou biomateriálů je z důvodu velkého množství specifických vlastností a obzvláště díky vysoké biokompatibilitě keramika, která se uplatňuje jako velice vhodná volba materiálu pro biomedicínské aplikace. Používá se jako náhrada tvrdých tkání v lidském těle. Má široké uplatnění v ortopedii, chirurgii a stomatologii. Pro její správnou aplikaci je zapotřebí znalostí biologicko-klinického a materiálového výzkumu a pozorování. Toto multidisciplinární odvětví vyhodnocuje, analyzuje a řadí výsledky veškerých vědeckých prací od specializovaných odborníků a lékařů. V dnešní době lékařství spěje k tomu, že by všechny důležité orgány mohly mít vlastní uměle vytvořené analogie, vyjma mozku a centrální nervové soustavy. [3], [11], [15]

2.2.1 Vývoj biokeramiky

2.2.1.1 Bioinertní keramika

Nejstarší pokusy nahradit tvrdou tkáň biomateriály se zaměřovaly na obnovení základních funkcí opravou vady způsobené zraněním či nemocí a současně chtěly vyvolat minimální biologickou odpověď od fyziologického prostředí. Tyto materiály jsou nyní klasifikovány jako bioinertní. [18]

2.2.1.2 Bioaktivní keramika

Rozmach ve vývoji biokeramiky přišel v 60. letech 20. století. Za jednu ze stěžejních osobností je považován profesor Larry Hench, který v roce 1967 začal řešit problémy vzniklé kvůli amputacím během války ve Vietnamu. Bylo potřeba najít materiál, který tvoří přímou vazbu s tkání, což tehdejší kovové a polymerní implantáty nedokázaly. [18]

Začátkem 70. let zveřejnil L. Hench výzkum, v němž popsal amorfni biosklo. Jednalo se o amorfni látku s obsahem $\text{Na}_2\text{O-CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ s příměsí B_2O_3 a CaF_2 , která při kompozici blížíci se 45S5 (45 představuje 45 hmotn.% SiO_2 , S formuje síť a 5 reprezentuje poměr 5:1 CaO s P_2O_5) tvořila silnou vazbu s lidskou kostí. [18]

In vitro test ukázal, že kompozice 45S5 bioskla podléhá povrchové reakci s živou tkání, ke které dochází velice rychle. Povrchová reakce je složitý vícefázový proces, který vyústí formováním biologicky aktivní hydroxy-karbonové apatitové (HCA) vrstvy. Tato HCA vrstva je strukturálně a chemicky podobná minerální složce kosti a díky tomu je schopna vytvořit přímou vazbu. Dokáže tedy propojit hostitelskou tkáň a implantát. Od tohoto okamžiku se vedle bioinertních materiálů stávají předmětem studií i bioaktivní materiály, které mají pevnější vazbu. Rychlost kostního propojení, pevnost a stabilita vazby se liší v závislosti na kompozici a mikrostruktuře bioaktivního materiálu. [18]

Další objev byl v Japonsku v roce 1982, kdy profesor Kobuko zveřejnil studii o vynalezení A-W sklokeramického materiálu. Tento kompozitní materiál je složen z malých apatických částic posílených wollastonickou složkou. Byl to jeden z nejkoumanějších sklokeramických materiálů pro kostní náhrady. [18]

2.2.1.3 Resorbovatelná biokeramika

V letech 1980 až 1990 probíhal značný výzkum hustého hydroxyapatitu (HA) skupinami, které vedli profesori DeGroot, Jarcho, Driessens, Bonfield a Zang. Hydroxyapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ je syntetický kalcium fosfát. Kalcium fosfáty jsou základním minerálním prvkem kosti. Zjistilo se také, že poměr vápníku a fosforu může vyvolat nežádoucí reakce na implantát. Avšak v určitých situacích může být požadováno, aby implantát pomohl v léčení kosti a poté byl pomalu resorbován živou tkání. Ovšem je nezbytné dobře vystihnout poměr vstřebávání a očekávané regenerace kostní tkáně. [18]

Objevuje se nám tedy třetí druh biomateriálu. Je nazýván jako resorbovatelný. Kalcium fosfáty jsou nyní používány pro celou řadu různých aplikací pokrývajících všechny oblasti kosterní soustavy včetně spojení páteřních kostí, léčení kostních defektů a zlomenin nebo craniomaxillofaciální rekonstrukce. Kalcium fosfátové implantáty, zejména HA, jsou používány ve formě povlaků kovových implantátů, jako plniva v polymerních matricích, kostní tmely, granuláty nebo jako větší formované struktury.

Výzkum dále směřoval směrem výroby, úprav a aplikací různých druhů těchto materiálů. [18]

2.2.2 Chemické vlastnosti

Chemické vlastnosti jsou pro materiál stěžejní a odvíjí se hlavně od druhu atomů a vazeb. [17]

U keramiky se vyskytuje iontová a kovalentní vazba, jež zajišťují inherentně pevný a tvrdý materiál o nízké hmotnosti díky vysokému odporu proti pohybu dislokací. To také znamená, že materiál není schopen relaxace napětí na defektech, což ústí ve velkou křehkost materiálu. [17]

Specifickou vlastností při využívání biokeramiky je fakt, že postupem času dochází u implantátu k uvolňování iontů do fyziologického prostředí, čímž se doplňují biogenní prvky. Biokeramika je často z iontů netoxických látek, které jsou obsaženy právě také ve fyziologickém prostředí (např. Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} , Na^+) a z iontů vykazujících omezenou toxicitu (např. Ti^{2+} , Al^{3+}). [14], [15]

Tyto toxické ionty však podléhají silné kovalentní vazbě, takže jsou jako implantát bezpečné. Příkladem je toxický Al^{3+} , který je díky silné vazbě Al-O ve sloučenině Al_2O_3 téměř nerozpustný a jeho koncentraci dokážeme řídit přirozenými regulačními mechanismy lidského těla. [3], [14], [15], [16]

Biokeramika je rovněž chemicky velice stálá a odolná. [17]

2.2.3 Mechanické vlastnosti

Biokeramika spadá do konstrukční keramiky. Její mechanické vlastnosti jsou shodné s mechanickými vlastnostmi konstrukčních keramik. [12]

Keramické materiály se vyznačují tvrdostí a křehkostí. Jsou relativně lehké, mají dobrou otěruvzdornost a pevnost v tlaku na rozdíl od horší pevnosti v tahu. [12]

2.2.3.1 Otěruvzdornost

Keramické materiály mají vysokou otěruvzdornost a jsou využívány jako ochrana proti opotřebení. Čím jsou houževnatější a tvrdší, tím lepší je jejich odolnost proti abrazivnímu poškození. Z hlediska mikrostruktury je výhodnější jemnozrnná struktura, která s vyšší otěruvzdorností zajišťuje i vyšší odolnost proti lomu. Avšak porozita, fázová stabilita nebo vlastnosti mezifázového rozhraní mohou snižovat ochranu proti otěru a tím znatelně zvětšují rozsah výsledků zkoušek opotřebení. [26]

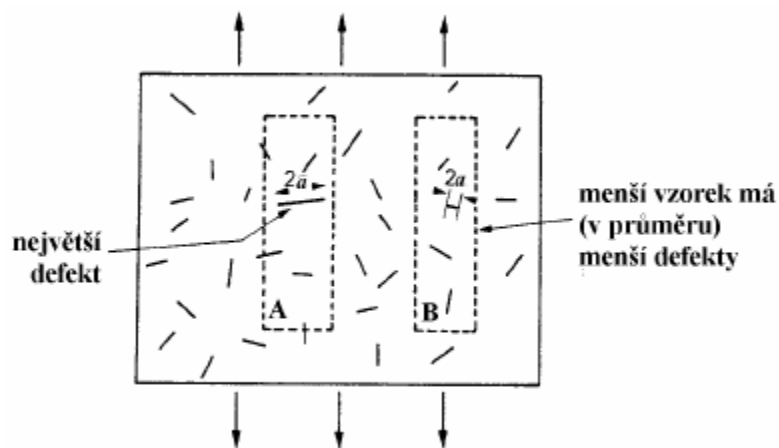
Kovy ve srovnání s keramikou dosahují nižší odolnosti opotřebení a tvrdosti na úkor vyšší lomové houževnatosti. To lze vynahradit povrchovou vrstvou či povlakem o zvýšené tvrdosti, zatímco v jádře kovu zůstane větší lomová houževnatost. [26]

Problém nastává, pokud například u hlavic kloubních implantátů vyrobených z kovu dojde časem k narušení materiálu v důsledku otěru, jeho rozpouštění a korozi. Mikročástice pak mohou být přenášeny po těle na nežádoucí místa. Tento jev se označuje jako metalóza. [27]

Proto je například dříve používaný implantát kyčelního kloubu s artikulační dvojicí typu kov-kov, tedy konkrétně Co-Cr dnes nahrazován keramickými hlavicemi. [27]

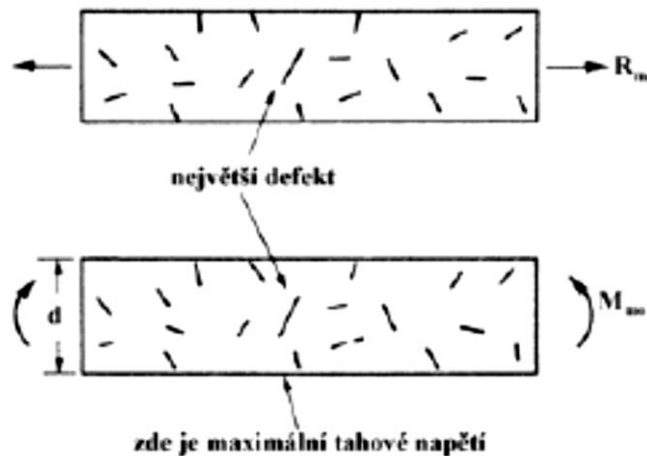
2.2.3.2 Pevnost v tahu

Jako nevýhoda jsou špatné tahové vlastnosti. Kvůli velkému rozptylu hodnot jsou tahové zkoušky těžce vyhodnotitelné. Příčinou je výskyt vad a defektů ve struktuře keramiky. Dva nominálně shodné vzorky mohou mít rozdílnou pevnost. Na příkladu vidíme, že větší vzorek A s větším defektem má nižší pevnost než menší vzorek B s menšími defekty (viz Obr. 2.1). [17]



Obr. 2.1: Tahová zkouška vzorků A a B

Díky rozdílnému rozložení napětí je pevnost v ohybu přibližně 1,7x větší než pevnost v tahu (viz Obr. 2.2). Napětí v tahu je konstantní, kdežto napětí v ohybu roste od středu směrem k okraji, takže zatěžuje svým maximem pouze malou část vzorku a má tak menší pravděpodobnost dosáhnout křehkého lomu.



Obr. 2.2: Napětí v tahu a ohybu stejného vzorku

K určování tahové pevnosti nám slouží tzv. Weibullův modul, který je popsán jako míra spolehlivosti materiálu. Tu dostaneme z Weibullova rozdělení pravděpodobnosti, kde nám náhodnou veličinu zastupuje životnost materiálu. [12], [23]

2.2.3.3 Křehkost

Keramické materiály jsou například oproti kovům více křehké. To je ukázáno na jejich odolnosti proti iniciaci lomu (viz Tab. 2.1). [17]

Tab. 2.1: Přibližné hodnoty lomové houževnatosti vybraných materiálů

Materiál	Lomová houževnatost K_C [MPa · m ^{1/2}]
Šedá litina	10 – 25
Ocel	20 – 200
Al ₂ O ₃	1 – 3,5
ZrO ₂	1 – 10

Kvůli křehkosti by měl být keramický materiál používán spíše na staticky namáhané součásti než dynamicky namáhané. S rostoucím počtem podkritických trhlin při zatěžování v čase, které jsou spjaté s křehkostí, se nám zvyšuje intenzita napětí. To může mít za následek disfunkčnost implantátu. Větší počet těchto trhlin nám může také zapříčinit cyklické namáhání nebo prostředí s vodou, např. v ústech a kloubech. [21], [23]

2.2.4 Struktura a pórovitost

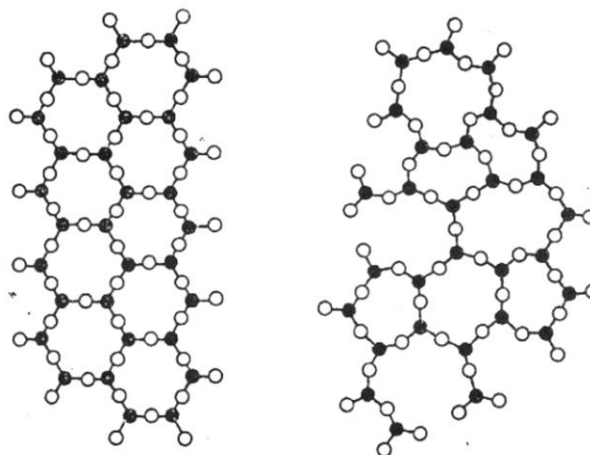
Významný faktor materiálu zastává jeho struktura a pórovitost. Strukturu můžeme rozdělit na mikrostrukturu a makrostrukturu. [12]

Mikrostruktura keramiky, pakliže je jednofázová, je tvořena hlavně zrna a póry. Pojem mikrostruktura značí jak prostorové rozdělení jednotlivých fází, tak i tvar, formu, velikost a orientaci zrn a pórů. Lze ji ovlivnit čistotou, zrnitostí výchozích prášků a technologií výroby. Velikost zrna a počet či velikost pórů mají veliký vliv na vlastnosti keramiky. [12], [24]

Pórovitost keramiky je často interpretována procentuálním podílem teoretické hustoty, což je podíl hustoty vzorku ku hustotě keramiky bez pórů. Póry vznikají během slinování keramického prášku, kdy se jednotlivá zrna navzájem spojují v kompaktní celek. Pórovitost má také velký vliv na stabilní uchycení implantátu. Dostatečně velké póry ideálně mezi 120 až 400 μm , ne však méně než 70 μm , jsou vhodné k prorůstání tkáně dovnitř, čímž se postupně vytvoří pevná mechanická vazba. Proto je nutné uvádět rozsah velikosti pórů. [12], [15]

Struktury složitějších tvarů jsou vícefázové. Skládají se z krystalických a nekrystalických, jinak pojmenovaných také jako amorfních, fází. Dle podílu fází rozeznáme rozdíl mezi keramikou a skly. Látky, u nichž převažuje krystalická fáze, nazýváme jako keramické. Látky s většinovým obsahem amorfní struktury pak jako skelné. Materiál s vyrovnaným zastoupením obou fází označujeme jako sklokeramiku. [25]

Na Obr. 2.3 jsou znázorněny jednofázové struktury keramiky. Vlevo vidíme krystalickou strukturu s pravidelně uspořádanými atomy. Vpravo vidíme amorfni strukturu s náhodným uspořádáním atomů. [20]



Obr. 2.3: Schematický náčrt krystalické a amorfni struktury

Ideální mikrostruktura se skládá z homogenních zrn, obsahuje minimální počet pórů a případně má rovnoměrně rozloženy všechny přítomné fáze. Teoreticky platí, že jemnější zrna nám zajišťují kvalitnější vlastnosti materiálu. [12], [22]

Makrostruktura je obvykle spjata s vadami výrobků zapříčiněnými nedodržením optimálních podmínek zpracování. Jedná se zejména o patrné póry větších velikostí a trhliny vzniklé špatným teplotním režimem při slinovacím procesu. Obecně z makroskopického hlediska můžeme také sledovat a posuzovat výskyt hrubších vměstků všeho druhu. [12]

2.2.5 Výroba biokeramiky

Postup výroby biokeramiky zahrnuje obdobné technologické kroky jako u keramiky klasické. Je to:

- příprava keramického prášku a jeho tvarování;
- zhutňování prášku a částečné sušení;
- výpal při vysoké teplotě a konečná úprava povrchu.

[12]

3. Zkoušky pevnosti v ohybu

Zkoušení pevnosti v ohybu se provádělo na skupinách vzorků z biokeramického materiálu, konkrétně zirkoničité keramiky ZrO_2 , Y_3O_3 -stabilizovaný. Tyto skupiny o rozdílných parametrech technologie výroby vstříkovaním a úpravy povrchu byly dodané chemickou firmou BASF.

Testování keramických vzorků se provádělo čtyřbodovým ohybem dle mezinárodních norem ISO 13356:2008(E) – „Implants for surgery – Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)“ [1] a ISO 14704:2008(E) – “Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature” [2].

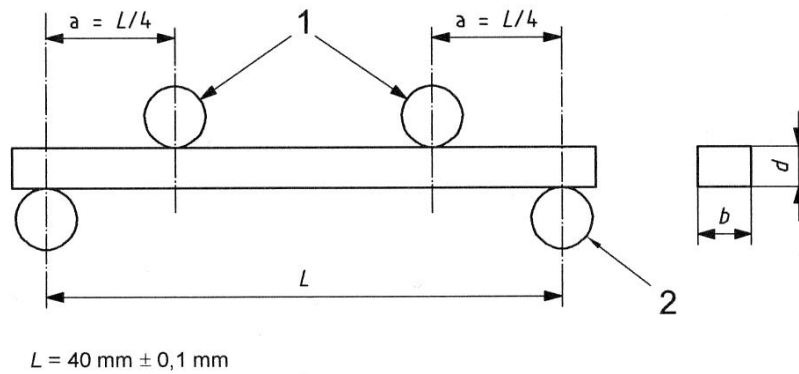
3.1 Metodika

3.1.1 Popis přípravků

Přípravky byly navrhnutý a vytvořeny dle článku 4.5 z normy ISO 13356:2008(E), kde jsou specifikovány obecné parametry. Testovaný vzorek je podpírán dvěma stejně orientovanými válečky o průměru $(5,0 \pm 0,2)$ mm, které jsou umístěny symetricky vzhledem k délce testovaného vzorku a to ve vzdálenosti $(40,0 \pm 0,5)$ mm od sebe. Dva vnitřní zatěžující válečky o stejném průměru jako podpírající válečky by od sebe měly být vzdáleny $(20,0 \pm 0,2)$ mm.

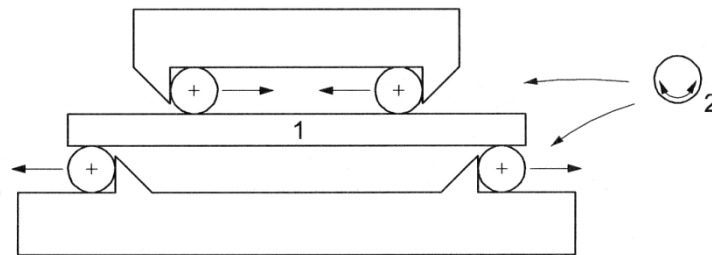
Podrobnější detaily funkčnosti přípravku popisuje této normě podřazená mezinárodní norma ISO 14704 “Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature” [2], která udává informace o poloze jednotlivých přípravků, jejich pohyblivosti a také vlastnostech materiálu, z něž jsou vyrobené.

Z navrhnutých poloh rozložení válečků bylo vybráno dle normy doporučené rozložení, které vidíme na obrázku níže (viz Obr. 3.1).



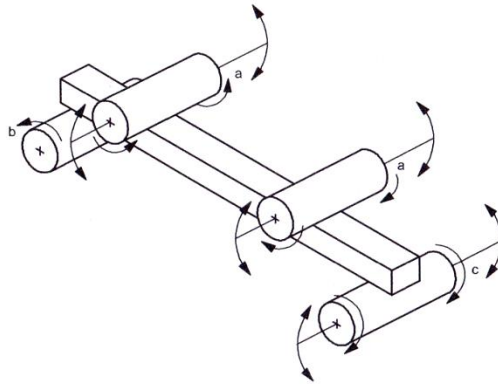
Obr. 3.1: Schéma rozmístění válečků; 1 označuje zatěžující válečky; 2 označuje podpírající válečky [2]

Válečky by také měly být schopné dostatečné pohyblivosti, aby mohly při zatěžování kompenzovat vyskytující se povolené nerovnosti zkušebních vzorků. Klade se důraz na to, aby všechny válečky měly možnost se odvalit do určitého směru, což vidíme na obrázku (viz Obr. 3.2). Dorazy pro vyhovující umístění zkušebních těles v přípravku zajišťují toleranci $\pm 0,1 \text{ mm}$ mezi podélnou osou přípravku a testovaným vzorkem.



Obr. 3.2: Návrh přípravku s možností odvalení válečků, kde 1 je testovaný vzorek a 2 značí možné směry odvalení [2]

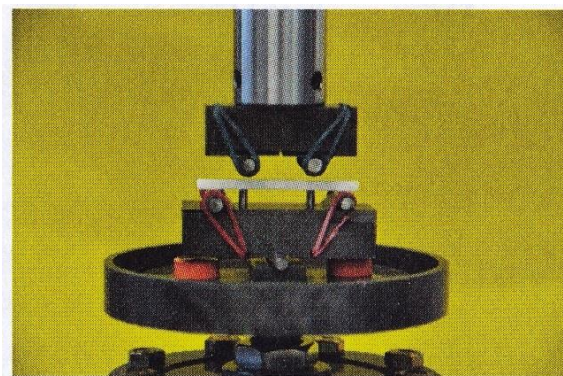
Přípravkové válečky také musí disponovat vlastností volného otáčení kolem svých os. To vidíme na Obr. 3.3. Při zkouškách vzorků ve stavu „po výpalu“ je rovněž zásadní možnost naklápění tří ze čtyř podpěrných válečků – „fully articulating fixture“, opět viditelné na Obr. 3.3.



Obr. 3.3: Znáornění volného otáčení a naklápění válečků [2]

Další důležitý faktor je materiál přípravků, respektive tvrdost materiálu. Zatěžující válečkovité přípravky by měly mít tvrdost nejméně *HRC* 46 pro ohybovou tvrdost do 2 000 MPa nebo *HRC* 40 do 1 400 MPa.

Dle těchto požadavků vyplývajících z mezinárodních norem pro čtyřbodový ohyb byly zhotoveny dílčí přípravky, které smontované tvoří celkový přípravek pro realizaci zkoušky pevnosti v ohybu keramiky (viz Obr. 3.4 a Obr. 3.5). Součásti se vyrobily z nerezové oceli 17 029 (dle ČSN 41 7029) a také se povrchově zakalily pro dosažení vytyčené tvrdosti. Celý přípravek se připevnil k testovacímu zařízení MTS Mini Bionix. Dále bylo vhodné umístit zde plastový kryt pro ochranu před úlomky při destrukcích zkušebních vzorků.



Obr. 3.4: Zkompletovaný testovací přípravek



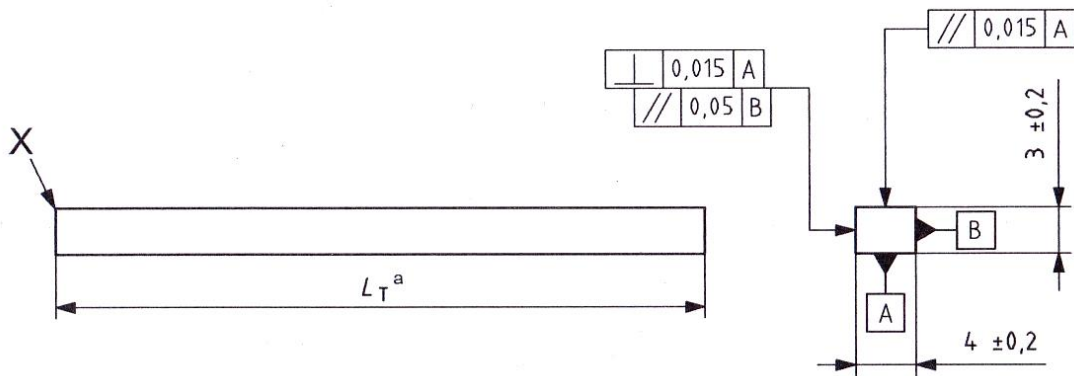
Obr. 3.5: Součásti testovacího přípravku

3.1.2 Specifikace testovaných vzorků

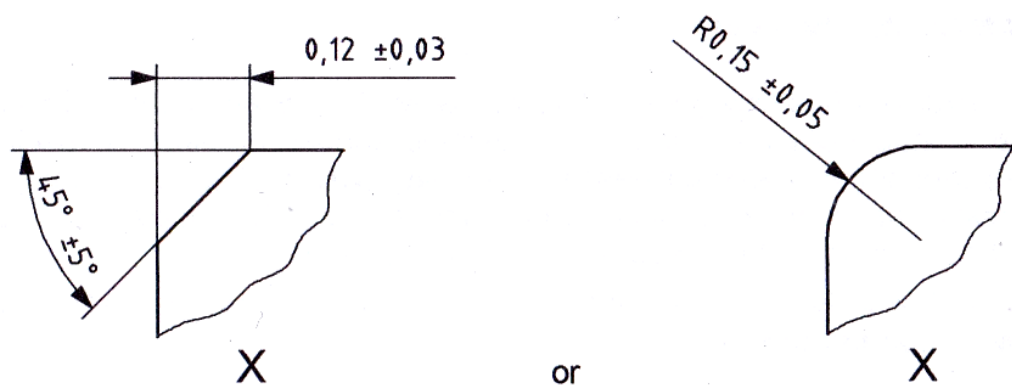
Norma ISO 13356:2008(E) [1] nám kromě přípravků popisuje i zkušební vzorky. Jejich rozměry i s tolerancemi můžeme vidět v Tab. 3.1 a pro lepší znázornění také na Obr. 3.6. Hrany zkušebních těles mohou být buď zaoblené, anebo zkosené (viz Obr. 3.7). U zkoušek ohybové pevnosti je předepsán minimální počet vzorků 10 ks.

Tab. 3.1: Rozměry zkušebních vzorků

Délka L	min. 45 mm
Šířka b	$4,0 \pm 0,2$ mm
Výška d	$3,0 \pm 0,2$ mm



Obr. 3.6: Standardní testovací vzorek s $L_T \geq 45$ mm pro 40 mm instalaci [2]



Obr. 3.7: Zkosení nebo zaoblení testovaného vzorku [2]

3.2 Příprava zkoušky

Před zatěžováním je dobré pečlivě pokreslit vzorky značkami v místech dotyku s válečky, aby po destrukci bylo možné vyhodnotit, zda nebyl testovaný kus porušen mimo určenou oblast. Dále je vhodné si připravit pytlíky či jiné schránky s popisky pro uložení jednotlivých vzorků po destrukci, aby nedošlo k jejich vzájemnému promíchání nebo poškození. Kvůli případné ovlivnitelnosti zkoušky dotyky rukou je také na místě používat textilní rukavice při manipulaci se vzorky. V neposlední řadě je užitečné mít připraven soubor, například v Microsoft Excel, pro přehledné zapisování hodnot jak z měření vzorků před zkouškou, tak pro měření výstupů ze zkoušky a samozřejmě mít připravená všechna potřebná zařízení a jiné věci s testováním spojené.

3.3 Průběh zkoušky

Zkouška pevnosti v ohybu dle mezinárodní normy ISO 14704 [2] probíhala následovně. Na začátku se proměřily všechny testované vzorky, zda vyhovují parametrům, přehledně rozdělily do pytlíků a přidaly se k nim štítky s popisky pro zajištění jednoznačné identifikace a nezaměnitelnosti. Kontrolování jednoho vzorku se provádělo v pěti rovnoměrně rozložených řezech podél osy tělesa pomocí mikrometru. Velikosti šířek b a výšek d vzorku se následně zprůměrovaly a tyto hodnoty se použily do výpočtu průřezového modulu v ohybu (5), což je vidět v Tab. 3.2 na příkladu zápisu hodnot vzorku č.5 ze skupiny č.5. Výpočet modulu W_0 je v kapitole 3.5.1 Odvození ohybové pevnosti.

Tab. 3.2: Příklad zápisu hodnot vzorku č.5 včetně vypočtené směrodatné odchylky, průřezu a průřezového modulu v ohybu

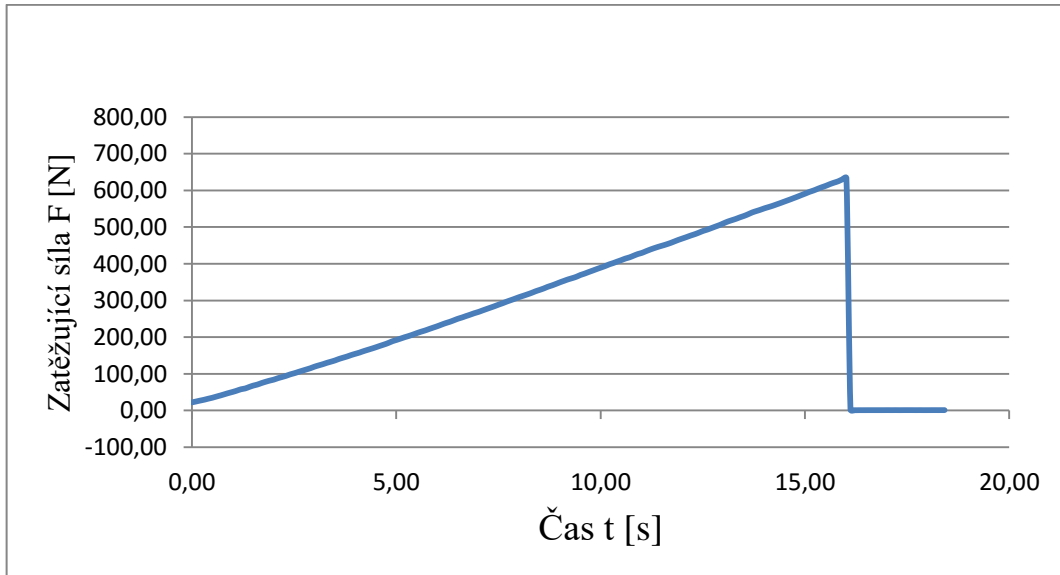
Vzorek	5	
Měření	b	d
1	4,026	3,057
2	4,017	3,056
3	4,010	3,060
4	4,013	3,059
5	4,017	3,069
Průměr	4,017	3,060
Směrodatná odchylka SD	0,006	0,005
Průřez S [mm ²]	12,292	
Modul W_0 [mm ³]	6,269	

Vzorky charakterizované stavem „po výpalu“ nevyžadují stoprocentní dodržení hodnot předepsaných rozměrů a požadavků na symetričnost, ale je potřeba je proměřit a čísla zapsat. [2]

Následovalo zatěžování jednotlivých zkušebních těles. Jeden vzorek se pozorně vložil do přípravku a usadil k dorazům pro vzájemně vyhovující polohu. Přípravek se dle doporučení zakryl ochranným pouzdrem, jež zachycovalo úlomky při destrukci vzorku. Dále se testovaný objekt zatížil předtížením do 10 % ohybové pevnosti. Poté se zkontrolovalo, zda je vzorek ve správné poloze a zda dosedají všechny části přípravku.

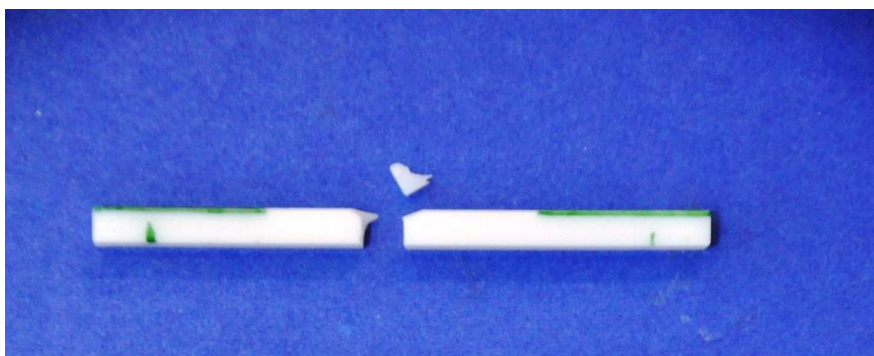
Pokud vše vyhovovalo, pokračovalo se se zatěžováním až do destrukce zkoušeného tělesa. Zatěžovalo se vždy konstantní rychlostí s ohledem na to, aby k destrukci vzorku došlo v intervalu mezi 3 až 30 s. Počáteční rychlost je dle doporučení nastavována na 0,5 mm/min.

Příklad průběhu zatěžování v čase je na Obr. 3.8 níže. Graf znázorňuje rostoucí sílu zatěžování a následný pád, který značí destrukci vzorku, konkrétně vzorku č.5 skupiny č.5. Maximální zatěžující síla F byla u tohoto vzorku přibližně 637,6 N a k destrukci došlo za 16 s.



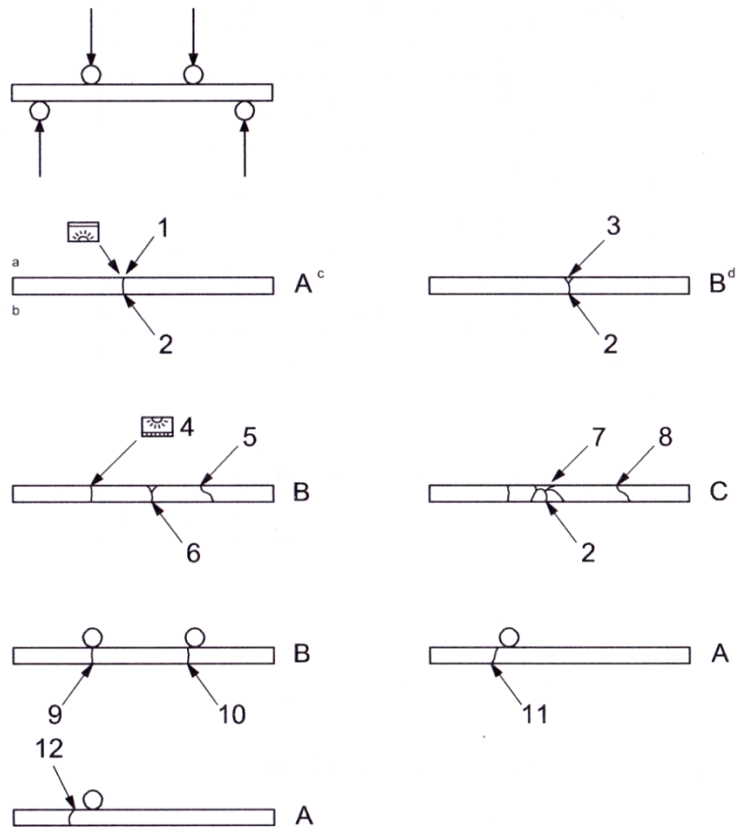
Obr. 3.8: Graf průběhu zatěžování vzorku č.5 skupiny č.5

Po destrukci se posbíraly všechny části včetně malých úlomků testovaného vzorku, přenesly se na rovný čistý povrch, kde se přibližně poskládaly do původního tvaru, a zkoumalo se, jestli nedošlo k iniciaci lomu vně vnitřní oblasti horních zatěžovacích válečků, což je dle normy [2] vyhodnoceno jako neplatná zkouška. Pohled na vzorek po destrukci vidíme opět na příkladu vzorku č.5 skupiny č.5 na Obr. 3.9 níže. Je vidět, že se lom inicioval v povolené oblasti ohraničené pomocnými zelenými čarami v horní části vzorku, takže zkouška mohla být vyhodnocena jako platná.



Obr. 3.9: Vzorek č.5 skupiny č.5 po destrukci ze zkoušky ohybem

Při tomto posuzování jsme využili předem nakreslené značky na vzorcích, které již byly zmíněny dříve v přípravě zkoušky, a také přílohu C normy [2], která popisuje určité variace lomu a vyskytujících se trhlin (viz Obr. 3.10).



Legenda

- 1 kompresní vlna
- 2 počátek lomu – trhlinka je kolmo k povrchu
- 3 „Y shape“ – horní úlomky nejsou důležité
- 4 druhotný lom, objevuje se pod zatěžovacím válečkem
- 5 druhotný lom
- 6 prvotní lom – počátek
- 7 trhlinka větví se a otáčející se zpět k tahové straně
- 8 druhotný lom
- 9 druhotný lom pod zatěžujícím válečkem
- 10 prvotní lom – počátek blízko nikoli však přímo pod zatěžujícím válečkem
- 11 lom blízko nebo pod zatěžujícím válečkem
- 12 prvotní lom mimo měřený úsek
- A nízko-energetický lom
- B středně- nebo vysoko-energetický lom
- C vysoko-energetický lom
- a kompresní strana
- b tahová strana
- c lomová plocha je kolmo k povrchu
- d horní úlomky nejsou důležité a mohou být odloženy

Obr. 3.10: Typické lomy keramických vzorků [2]

3.4 Použitá zařízení a laboratoř

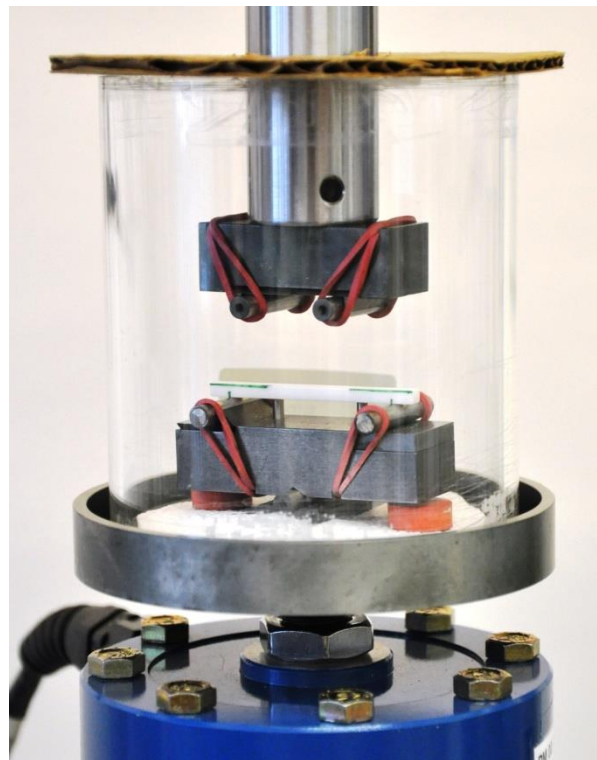
Realizace zkoušek probíhala v laboratoři mechanických zkoušek na ČVUT fakultě strojní, jenž spadá pod ústav mechaniky, biomechaniky a mechatroniky.

Zkoušky se realizovaly na prvotřídním testovacím systému MTS 858.2 Mini Bionix (viz Obr. 3.11), jenž je hydraulické plně počítačově řízené zařízení se schopností provozovat současně zatěžování osovou silou a momentem síly s rozsahy do 25 kN a 100 Nm a které dokáže provádět experimenty s vysokou přesností použitého zatížení. U zkoušky byl použit snímač pro axiální síly do $\pm 2,5$ kN s nejistotou 0,03 %. Tento údaj se určil z kalibrace pro hodnoty v okolí naměřených maxim zatěžování. V normě [2] uvedená přesnost měření silových účinků do 1 % byla tedy bez problému dodržena.

Pro proměřování testovaných vzorků byl použit mikrometr s plochými měřícími hroty o nejistotě měření 0,002 mm. Pravoúhlost a paralelita zkušebních těles by měla být zkoumána pomocí optického mikroskopu. Testované vzorky byly vkládány do speciálního přípravku (viz Obr. 3.12) s jehož pomocí byla zkouška realizována.



Obr. 3.11: Testovací systém MTS Mini Bionix



Obr. 3.12: Vzorek v přípravku před zkouškou

3.5 Zpracování naměřených hodnot

3.5.1 Odvození ohybové pevnosti

V teorii pružnosti a pevnosti rozeznáváme dva druhy chování materiálu v běžných podmínkách a to tvárný a křehký stav chování. Naše vzorky spadají jako keramika do skupiny s křehkým stavem chování neboli křehkých materiálů. Je zapotřebí si uvědomit, že destrukcí vzorku, respektive lomem tělesa či trvalou deformací, nastává změna kvalitativního chování materiálu. Počátek destrukce nazýváme mezním stavem. V teorii pružnosti a pevnosti rozlišujeme několik mezních stavů a sice:

- 1) mezní stav pružnosti;
- 2) mezní stav pevnosti;
- 3) mezní stav únosnosti;
- 4) mezní stav stability. [7]

U našich vzorků jakožto křehkého materiálu figuruje při zkoušce mezní stav pevnosti a značíme jej σ_p . U křehkých materiálů můžeme například z tahové a tlakové zkoušky při jednoosé napjatosti vidět, že hodnoty pro tah jsou výrazně menší než hodnoty pro tlak, tj. $\sigma_{Pt} < \sigma_{Pd}$. Z toho vychází pevnostní podmínka při ohybu u křehkých materiálů, v literatuře například ve skriptech pružnosti a pevnosti [7], definována jako:

$$|\sigma_{o \min}| \leq \sigma_{Dd} = \frac{\sigma_{Pd}}{k_d}, \quad (1)$$

$$\sigma_{o \max} \leq \sigma_{Dt} = \frac{\sigma_{Pt}}{k_t}. \quad (2)$$

V normě [2] je standardní rovnice pro stanovení jmenovité pevnosti při čtyřbodovém ohybu:

$$\sigma_f = \frac{3Fa}{bd^2}, \quad (3)$$

σ_fohybová pevnost [MPa],

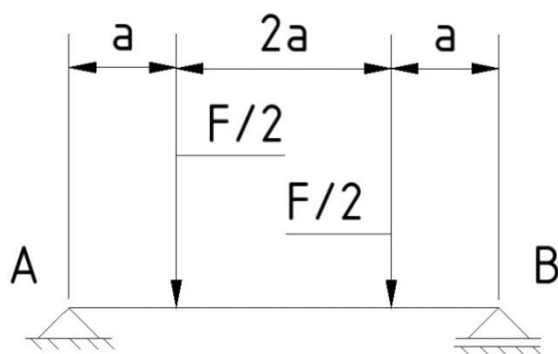
Fsíla při destrukci [N],

a délka ramene ohybového momentu – 10 mm,

b šířka zkušební tělesa [mm],

d tloušťka zkušební tělesa [mm].

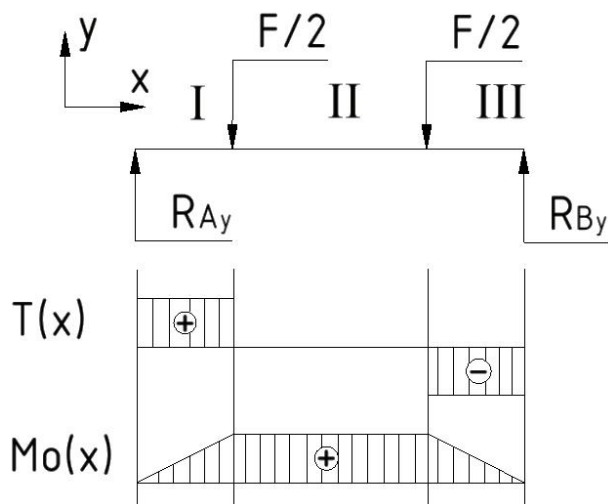
Tuto rovnici (3) si můžeme odvodit ze zjednodušeného modelu typu nosník (viz Obr. 3.13) dle principů pružnosti a pevnosti [7].



Obr. 3.13: Zjednodušený model vzorku typu nosník

Protože zkouškové zařízení působí silou přesně uprostřed ve stejné vzdálenosti od obou válečků, tak je zatěžující síla F rozložena symetricky na obě strany. Rozměry odpovídají normě. Přesahující konce vzorku nemusíme uvažovat, jelikož neovlivňují výpočty.

Nosník uvolníme (viz Obr. 3.14) a rozdělíme na tři části. Následně z rovnic rovnováhy vypočteme reakce v podpěrách. V x -ovém směru nepůsobí žádná síla, takže je reakce nulová.



Obr. 3.14: Uvolněný nosník a průběh zatěžující síly a momentu

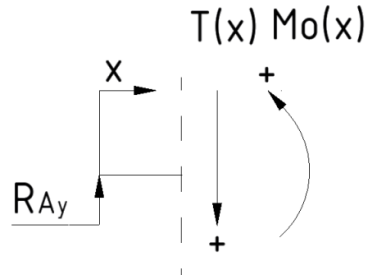
$$\sum F_x = 0: R_{Ax} = 0$$

$$\sum M_A = 0: -\frac{F}{2} \cdot a - \frac{F}{2} \cdot 3a + R_{By} \cdot 4a = 0 \Rightarrow R_{By} = \frac{F}{2}$$

$$\sum M_B = 0: -R_{Ay} \cdot 4a + \frac{F}{2} \cdot 3a + \frac{F}{2} \cdot a = 0 \Rightarrow R_{Ay} = \frac{F}{2}$$

Průběh posouvající síly a ohybového momentu viditelné na Obr. 3.14 dostaneme pomocí Eulerovi metody řezu ze tří částí označenými římskými číslicemi I, II a III (viz Obr. 3.15, Obr. 3.16, Obr. 3.17).

I

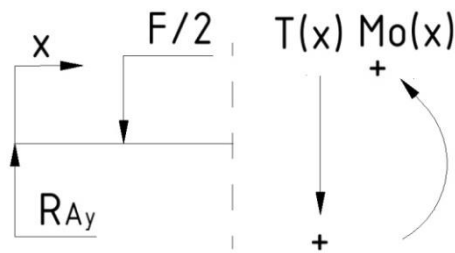


Obr. 3.15: Řez části I

$$T(x) - R_{Ay} = 0 \Rightarrow T(x) = R_{Ay} = \frac{F}{2}$$

$$M_o(x) - R_{Ay} \cdot x = 0 \Rightarrow M_o(x) = R_{Ay} \cdot x = \frac{F}{2} \cdot x$$

II

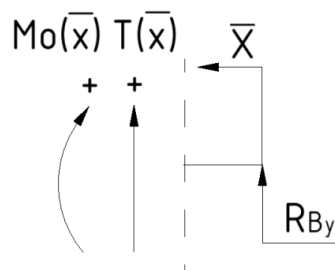


Obr. 3.16: Řez části II

$$T(x) - R_{Ay} + \frac{F}{2} = 0 \Rightarrow T(x) = R_{Ay} - \frac{F}{2} = \frac{F}{2} - \frac{F}{2} = 0$$

$$M_o(x) - R_{Ay} \cdot x + \frac{F}{2} \cdot (x - a) = 0 \Rightarrow M_o(x) = R_{Ay} \cdot x - \frac{F}{2} \cdot x + \frac{F}{2} \cdot a = \frac{F}{2} \cdot a$$

III



Obr. 3.17: Řez části III

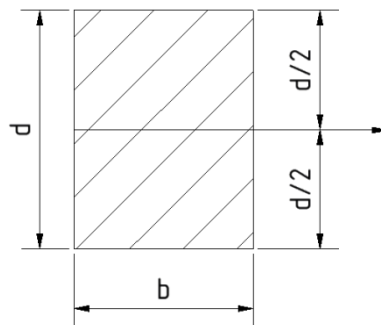
$$T(\bar{x}) + R_{By} = 0 \Rightarrow T(\bar{x}) = -R_{By} = -\frac{F}{2}$$

$$M_o(\bar{x}) - R_{By} \cdot \bar{x} = 0 \Rightarrow M_o(\bar{x}) = R_{By} \cdot \bar{x} = \frac{F}{2} \cdot \bar{x}$$

Z průběhu momentu (viz Obr. 3.14) vidíme, že moment je mezi působíšti sil konstantní a nabývá svého maxima:

$$M_{o \max} = \frac{F}{2} \cdot a. \quad (4)$$

Průřezový modul v ohybu odpovídá charakteristickému průřezu obdélníku (viz Obr. 3.18) definovaném například v [7]. Zaoblení nebo zkosení hran u vzorků zanedbáme.



Obr. 3.18: Charakteristický průřez

$$W_{o_y} = \frac{J_y}{\frac{d}{2}} = \frac{\frac{1}{12}bd^2}{\frac{d}{2}} = \frac{1}{6}bd^2 \quad (5)$$

Výsledný vzorec na pevnost v ohybu se shoduje se vzorcem (3) z normy [2].

$$\sigma_P = \frac{M_{o \max}}{W_{o_z}} = \frac{\frac{F}{2} \cdot a}{\frac{1}{6}bd^2} = \frac{3Fa}{bd^2} = \sigma_f = \frac{3Fa}{bd^2} \quad (3)$$

3.5.2 Naměřené a vypočtené hodnoty

V následující kapitole jsou zpracována data zkoušek ohybových pevností a jejich zkoumání statistickou metodou ANOVA a Tukeyho metodou. Vše je podrobněji popsáno v dokumentu Příloha zkoušek pevnosti v ohybu.

3.5.2.1 Samostatné skupiny

Celkem bylo 82 platných měření zkoušek ohybu z deseti skupin vzorků. Většina skupin, až na skupinu č.6, byla vyrobena technologií vstřikování a ze směsi o stejném složení. Skupina č.6 se zhotovila z odlišné směsi a jako jediná technologií nízkotlakého lití.

Technologické parametry se různí teplotou a tlakem během vstřikování. Poloha vtoku znamená, jaká je kombinace nastavení vtoků do formy. Tyto údaje jsou know-how firmy, takže je nelze publikovat. Proto jsou v práci uvedené pouze tímto nekonkrétním způsobem (viz Tab. 3.3).

Tab. 3.3: Skupiny testovaných vzorků včetně parametrů technologie a úpravy povrchu

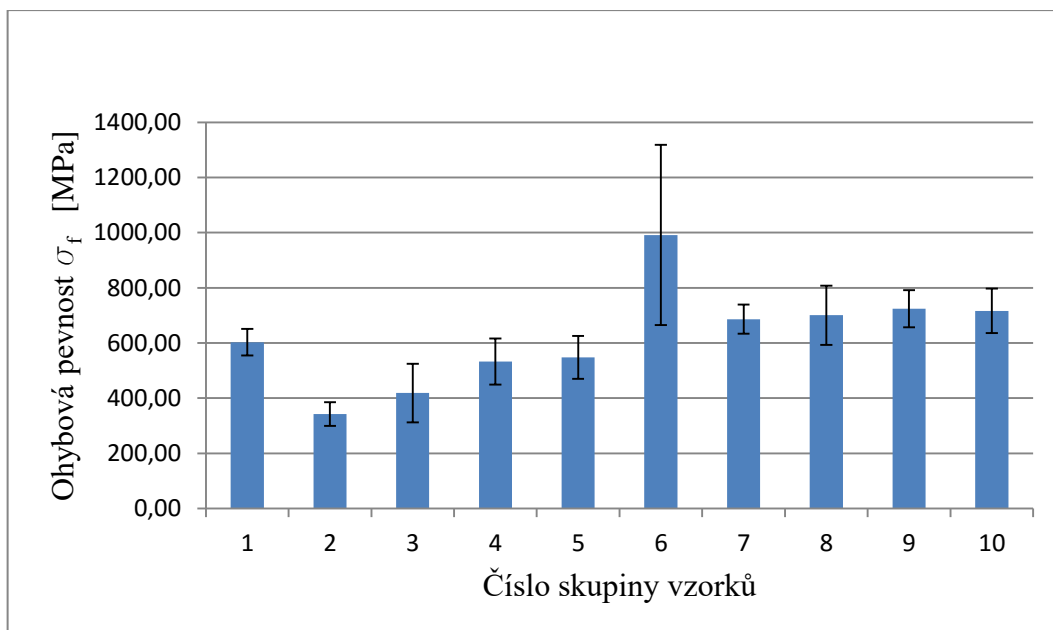
Skupina	Parametry vzorku
1	Vstřikování, technologické parametry I, stav po výpalu
2	Vstřikování, technologické parametry II, stav po výpalu
3	Vstřikování, technologické parametry III, stav po výpalu
4	Vstřikování, technologické parametry IV, stav po výpalu
5	Vstřikování, technologické parametry V, stav po výpalu
6	Nízkotlaké lití
7	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku I, broušeno, ostré hrany
8	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku I, broušeno, leštěno, sražené hrany
9	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku II, broušeno, leštěno, sražené hrany
10	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku III, broušeno, leštěno, sražené hrany

Na následující Tab. 3.4 jsou vidět naměřené ohybové pevnosti ze zkoušek ohybu, dále vypočtené průměry a směrodatné odchylky (SD) po jednotlivých skupinách a počty platných měření ve skupině označené písmenem n .

Tab. 3.4: Hodnoty ohybových pevností v MPa ve sloupcích po skupinách vzorků

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	560,73	408,99	317,66	352,30	600,47	835,55	728,41	791,57	876,33	791,56
	571,68	349,04	512,82	650,67	428,89	1151,30	648,96	880,99	757,71	705,05
	655,60	313,33	384,66	466,69	588,05	572,96	634,95	703,06	646,80	548,88
	513,20	297,62	339,96	529,02	613,51	1439,56	774,38	613,64	645,67	718,76
	668,62	339,25	403,47	558,04	508,52	957,54	621,76	666,77	693,82	731,14
	617,96	402,27	352,93	533,00	/	/	726,55	561,96	722,07	723,16
	614,36	398,27	371,64	580,58	/	/	678,80	687,07	682,28	778,36
	620,17	299,72	305,01	552,22	/	/	678,05	/	765,59	677,99
	/	326,64	581,34	573,64	/	/	/	/	677,07	854,40
	/	290,80	619,37	/	/	/	/	/	773,72	634,67
Průměr	602,79	342,59	418,89	532,91	547,89	991,38	686,48	700,72	724,11	716,40
SD	48,16	43,33	106,23	83,53	78,09	326,70	52,74	107,19	67,45	80,71
n	8	10	10	9	5	5	8	7	10	10

Z údajů Tab. 3.4 byl pro názornější porovnání průměrů skupin vytvořen sloupcový graf (viz Obr. 3.19).



Obr. 3.19: Sloupcový graf průměrných ohybových pevností všech skupin vzorků včetně směrodatných odchylek

Na hodnoty z Tab. 3.4 byla aplikována statistická metoda ANOVA, což je metoda analýzy rozptylu. Všechny skupiny se do statistiky zahrnují samostatně. V našem případě je zkoumána jen pevnost v ohybu, takže se využila jednofaktorová analýza. Hladina významnosti testu α byla zvolena dle časté volby pro biologická měření 0,05, čímž dostaneme 95 % jistotu správného rozhodnutí. [6]

Jako nástroj na výpočty této metody byl použit doplněk Analytické nástroje v programu Microsoft Excel. Výstupní data jsou zapsána v Tab. 3.5.

Tab. 3.5: Vyhodnocení zkoušek pevnosti v ohybu samostatných skupin metodou ANOVA

	<i>SS</i>	<i>DF</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>F krit</i>	Význam
Mezi skupinami	2227566,48	9	247507,39	20,81	9,174E-17	2,01	++
Uvnitř skupin	856373,30	72	11894,07				
Celkem	3083939,78	81					

Význam položek v Tab. 3.5 je následující:

- *SS* – součet čtverců (*sum of squares*), představují variabilitu uvnitř a mezi skupinami;
- *DF* – stupně volnosti (*degree of freedom*), určují počet možných různých změn hodnoty;
- *MS* – průměrný čtverec (*mean square*), udává průměrnou variabilitu uvnitř a mezi skupinami;
- *F* – hodnota Fisherova rozdělení (*F-distribution*), značí poměr vlivu faktoru a šumu, tedy poměr rozptylů mezi skupinami a rozptylů uvnitř skupin, křivka *F* rozdělení se mění v závislosti na stupních volnosti;
- *P* – pravděpodobnost nulové hypotézy (*P-value*), vypovídá o možném významném rozdílu mezi skupinami;
- *F krit* – tabulková kritická hodnota, její poměr s *F* může zamítnout nulovou hypotézu.

Z Tab. 3.5 je vidět, že hodnota *F* vyšla větší než hodnota *F krit*. To znamená, že můžeme zamítnout nulovou hypotézu, což je důležité jako jeden z předpokladů správnosti metody ANOVA. Nulová hypotéza, označována jako H_0 , předpokládá, že jsou prvky výběru nezávislé. Jinými slovy je to tvrzení, které vyjadřuje nepodstatný rozdíl mezi sledovanými skupinami. [6]

To samé potvrzuje i hodnota P , která určuje, zda je mezi skupinami významný rozdíl. Pokud je hodnota nižší než 0,05, mluvíme o vysoce významném rozdílu (zn. ++). Významný rozdíl nám také vyvrací nulovou hypotézu. [6]

Výsledkem této metody bylo potvrzeno, že mezi skupinami je vysoce významný rozdíl, který je zapříčiněn vlivem rozdílných parametrů vzorků.

Mezi kterými bylo zjištěno pomocí Tukeyho multikomparativní metody s využitím následujícího vzorce, který je uveden například v [6]:

$$|\bar{y}_i - \bar{y}_h| \geq q_\alpha(k, n - k) \sqrt{\frac{SS_r}{2(n-k)} \left(\frac{n_i+n_h}{n_i n_h}\right)} \quad (6)$$

Porovnaných dvojic skupin s významným vzájemným rozdílem vyšlo 21 ze 45 sledovaných. Konkrétní dvojice jsou uvedeny v dokumentu Příloha zkoušek pevnosti v ohybu. Tyto dvojice se dají relativně dobře vyčíst i ze sloupcového grafu výše (viz Obr. 3.19), kde je například vidět, že skupina č.2 bude mít nejvíce rozdílných hodnot s ostatními, zatímco skupiny č.7, č.8, č.9 a č.10 nebudou mít mezi sebou významné rozdíly.

3.5.2.2 Skupiny rozdělené dle povrchových úprav

Z Tab. 3.3 vyplývá, že některé skupiny v rámci technologie vstřikování mají stejné povrchové úpravy vzorků. Proto byly skupiny č.1 až č.5 sloučeny v jednu skupinu č.I, stejně jako skupiny č.8 až č.10 ve skupinu č.III. Skupina č.7 je samostatná a jen se přeznačila na skupinu č. II. Skupina č.6 byla vytvořena jinou technologií, takže se v tomto vyhodnocování zanedbala. Nově vytyčené skupiny dělené dle úprav povrchů jsou zapsány v Tab. 3.6.

Tab. 3.6: Nově označené skupiny vzorků pevnosti ohybu rozdělené dle povrchových úprav

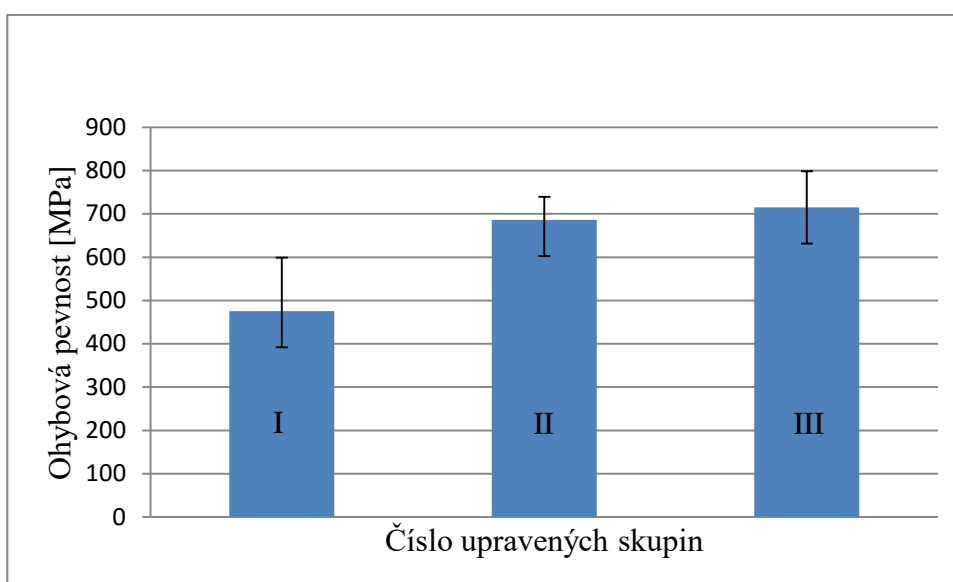
Nové označení	Povrchová úprava
I	Stav po výpalu
II	Broušeno, ostré hrany
III	Broušeno, leštěno, sražené hrany

Obdobně jako v Tab. 3.4 se pro skupiny I, II a III vypočetl průměr, směrodatná odchylka a zapsal se počet platných měření n (viz Tab. 3.7).

Tab. 3.7: Skupiny povrchových úprav s vypočtenými průměry a směrodatnými odchylkami včetně počtů platných měření n

	I	II	III
Průměr	475,54	686,48	715,19
SD	123,42	52,74	83,63
n	42	8	27

Z těchto hodnot byl opět vytvořen sloupcový graf viditelný na Obr. 3.20, ze kterého je patrné, že významný rozdíl bude mezi dvojicemi I-II a I-III.



Obr. 3.20: Sloupcový graf průměrných ohybových pevností včetně směrodatných odchylek skupin vzorků rozdělených a sloučených dle jejich povrchových úprav

Jako přesnější ověření byla stejně jako dříve využita statistická metoda ANOVA, jejíž výsledky (viz Tab. 3.8) opět prokázaly vysoce významný rozdíl mezi skupinami a obdobně následovalo využití Tukeyho metody (viz Tab. 3.9).

Tab. 3.8: Vyhodnocení zkoušek pevnosti v ohybu upravených skupin metodou ANOVA

	SS	DF	MS	F	P	F krit	Význam
Mezi skupinami	1042281	2	521140,44	46,69	7,65E-14	3,12	++
Uvnitř skupin	825888	74	11160,65				
Celkem	1868169	76					

Tab. 3.9: Porovnání Tukeyho metodou skupin rozdílných povrchových úprav vzorků

Porovnání	Význam
I s II	Významný rozdíl
I s III	Významný rozdíl
II s III	Nevýznamný rozdíl

3.6 Závěr zkoušek ohybu

Bylo realizováno 82 platných měření zkoušek čtyřbodového ohybu zahrnujících 10 skupin o rozdílných technologických parametrech a povrchových úpravách. Pomocí statistické metody ANOVA a Tukeyho statistické metody bylo z hodnot ohybových pevností vyhodnoceno a potvrzeno, jak v rámci všech skupin samostatně, tak v rámci skupin společných povrchových úprav, že rozdílné stavy dodaných vzorků mají významný vliv na pevnost materiálu v ohybu.

Skupiny dělené dle povrchových úprav vzorků nabývají vyšší hodnoty testovacího kritéria F než skupiny samostatné. Z toho vyplývá, že rozdíly zapříčiněné opracováním vzorků mají na ohybovou pevnost větší vliv, než rozdíly způsobené technologickými parametry vstřikování. Jako nejkvalitnější se z Tukeyho metody jeví vzorky broušené bez ostrých hran.

Skupina č.6 vytvořená od ostatních odlišnou technologií nízkotlakým litím sice dosahuje nejvyšší průměrné hodnoty ohybové pevnosti, avšak podléhá velkému rozptylu dat. To je u materiálů využívaných například pro kloubní náhrady velice nežádoucí. Testovaných vzorků této technologické výroby nízkotlakým litím je ovšem v porovnání s výrobou vstřikováním zřetelně méně.

4. Zkoušky nanoindentace

Indentace je zkouška zatěžování tlakem, pomocí níž se na základě vpichování indentačního hrotu zjišťují mechanické vlastnosti materiálu jako tvrdost, tuhost nebo elasticita. Indentační hrot je diamantový hrot přesně stanovených rozměrů pro snadnější měření velikosti plochy vpichu. V průběhu celého procesu zatěžování a odlehčování je měřena hloubka vpichu a velikost zatěžující síly. [8]

Výhodou této zkoušky je, že se dá využít u vzorků malých rozměrů. Pohybujeme se v oblasti velikosti zatěžovacích sil v řádech milinewtonů a hloubek v řádech desítek nanometrů. Námi zjišťované vlastnosti jsou modul pružnosti E a tvrdost H . [8]

Tato zkouška byla kvůli velké časové náročnosti provedena jen pro čtyři vybrané vzorky skupiny č.8 ze zkoušky v ohybu jako část bakalářské práce, která by mohla ukázat možnou spojitost mezi pevností v ohybu, elasticitou a tvrdostí.

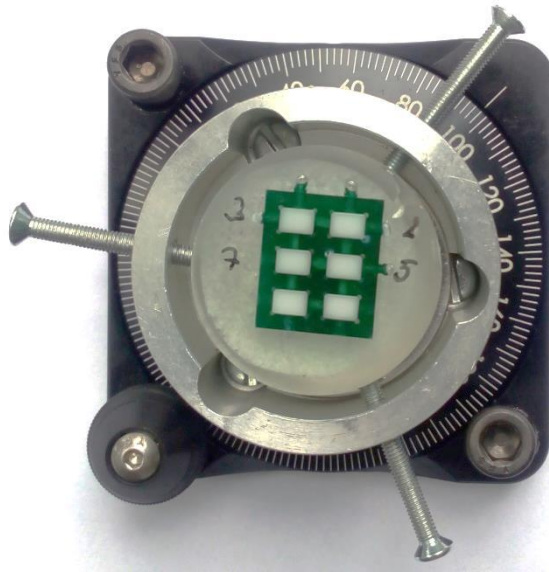
4.1 Metodika

Pro zkoušku byly vybrány čtyři charakteristické vzorky (viz Tab. 4.1) ze skupiny č.8 ze zkoušek ohybu, kde dva dosáhly největších hodnot ohybové pevnosti a dva nejmenších hodnot ohybové pevnosti v rámci této skupiny.

Tab. 4.1: Vzorky s hodnotami ohybových pevností vybrané pro indentační zkoušku

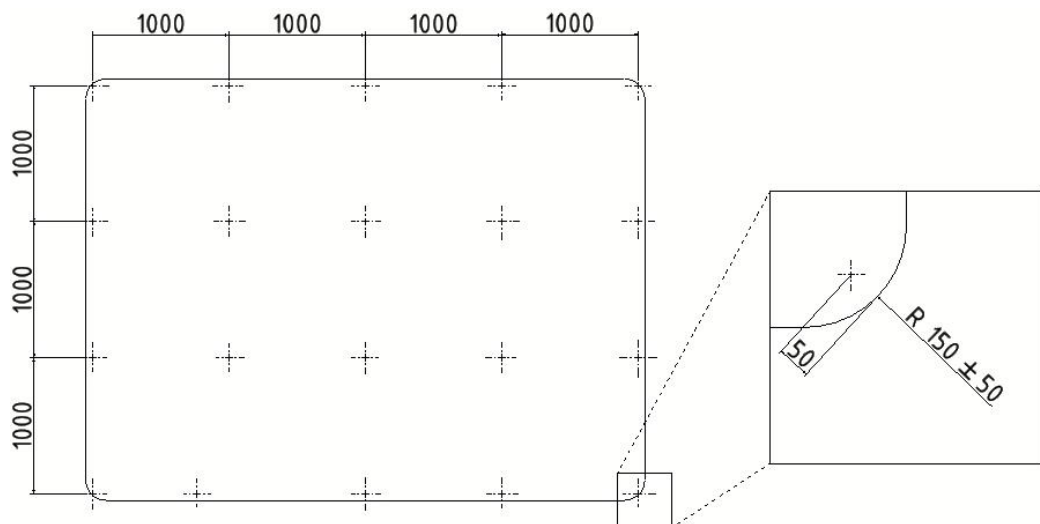
Číslo vzorku	Pevnost v ohybu σ_f [MPa]
2	792
3	881
5	614
7	562

Největší kusy z rozlomených částí každého tělesa s plochou lomu byly vsazeny do přípravku vyrobeného 3D tiskem, jenž posloužil pro lepší upevnění a sousost vzorků. Po zalití epoxidem byl proveden výbrus strany přilehlé k lomu. Celý přípravek je viditelný na obrázku níže vsazen v upevňovacím objektu (viz Obr. 4.1). Je patrné, že jsou zde přítomny dva vzorky navíc. Ty slouží pro přesnější vybrušování a nebyly podrobeny indentační zkoušce.



Obr. 4.1: Připravené vzorky v epoxidu uchyceném v upevňovacím stolku

Na každém vzorku bylo provedeno 4x3, tedy 12, indentací maticově rozložených po 5 μm pro každou pozici a to v 5x4 umístěních, což je 20 míst maticově rozložených dle následujícího Obr. 4.2 s alespoň 50 μm vzdáleností od okraje vzorku.



Obr. 4.2: Rozložení míst na zbroúšené ploše vzorku (hodnoty v μm)

Jako indentační hrot byl zvolen typ Berkovich. To je diamantový hrot ve tvaru trojbokého jehlanu s čelním úhlem $\varphi = 65,27^\circ$. [8]

Maximální indentační síla P_{max} se zvolila 10 mN . Hloubky vniknutí h se pohybovaly okolo 170 nm .

Pro zkoušku bylo využito zařízení TI 950 TriboIndenter od společnosti Hysitron.

4.2 Zpracování výsledků

Pro lepší orientaci bylo u pozic indentace vzorku zavedeno maticové označení proměnnými X a Y. Maticově zapsané umístění tedy vypadá následovně:

X0Y0	X1Y0	X2Y0	X3Y0	X4Y0
X0Y1	X1Y1	X2Y1	X3Y1	X4Y1
X0Y2	X1Y2	X2Y2	X3Y2	X4Y2
X0Y3	X1Y3	X2Y3	X3Y3	X4Y3

Obr. 4.3: Maticové označení míst indentace v pohledu na zbroušené místo lomu vzorku

Pro nás důležité veličiny poskytnuté indentačním zařízením ze zkoušek v každé pozici (např. pozice X0Y0) byly:

- 1) E_r [GPa] - redukovaný modul pružnosti,
- 2) H [GPa] - indentační tvrdost.

Hodnoty redukovaného modulu pružnosti E_r bylo nutno převést na Youngův modul pružnosti E_s . K tomu byl využit vzorec z [8]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} + \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s}, \quad (6)$$

kde

ν_i Poissonovo číslo materiálu indentačního hrotu – 0,07 [-] [8]

ν_s Poissonovo číslo vzorku – 0,3 [-] [9]

E_i modul pružnosti materiálu indentačního hrotu – 1140 [GPa] [8]

Pro platná měření z dvanácti uskutečněných v každé pozici byl u těchto veličin spočítán průměr včetně výběrové směrodatné odchylky. Ne vždy se podařilo všechna měření dostatečně provést a tak musela být z celkových hodnot vyloučena. Proto je u výsledků zapsán i počet úspěšných indentačních měření číslem n .

Tabulky výsledných hodnot všech čtyř vzorků jsou v dokumentu Příloha zkoušek indentace. Příklady výsledků indentačních měření jsou ukázány na testovaných tělesech s výrazným rozdílem ohybových pevností. Jsou to vzorek 2 v Tab. 4.2 a vzorek 5 v Tab. 4.3.

Tab. 4.2: Výsledné hodnoty Youngova modulu pružnost E a indentační tvrdosti H indentační zkoušky vzorku 2

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	X0Y0		X1Y0		X2Y0		X3Y0		X4Y0	
Průměr	198,63	17,55	195,35	17,25	195,07	17,30	191,45	17,02	187,03	16,62
SD	5,69	0,50	6,47	0,66	3,22	0,64	3,81	0,66	6,23	0,57
n	12		11		12		12		10	
	X0Y1		X1Y1		X2Y1		X3Y1		X4Y1	
Průměr	199,17	16,67	195,03	16,70	192,03	16,33	189,45	16,21	190,14	16,16
SD	7,60	0,60	5,23	0,71	6,07	0,55	4,61	0,59	4,17	0,52
n	11		12		12		12		12	
	X0Y2		X1Y2		X2Y2		X3Y2		X4Y2	
Průměr	200,49	16,69	191,95	16,36	191,80	16,26	192,99	16,81	195,14	16,77
SD	4,33	0,35	4,18	0,84	6,05	0,60	4,42	0,56	8,58	1,07
n	12		11		12		7		12	
	X0Y3		X1Y3		X2Y3		X3Y3		X4Y3	
Průměr	202,09	16,49	210,94	16,62	207,94	16,45	204,04	16,30	192,55	16,22
SD	9,05	1,12	11,26	1,25	7,17	0,47	4,51	0,49	5,73	0,48
n	12		12		12		12		12	

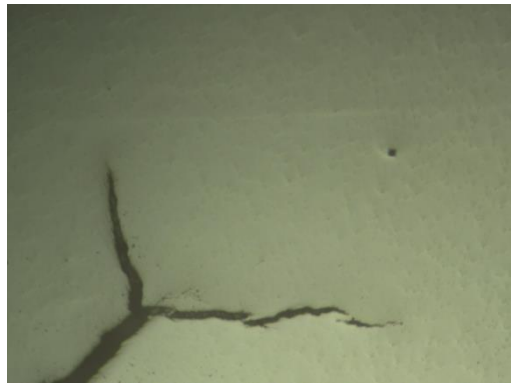
Tab. 4.3: Výsledné hodnoty Youngova modulu pružnost E a indentační tvrdosti H indentační zkoušky vzorku 5

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	X0Y0		X1Y0		X2Y0		X3Y0		X4Y0	
Průměr	220,55	19,21	201,87	17,62	200,05	17,58	200,94	17,47	201,73	17,09
SD	5,92	0,56	8,27	0,92	5,26	0,54	6,22	0,61	11,45	1,26
n	12		12		12		11		7	
	X0Y1		X1Y1		X2Y1		X3Y1		X4Y1	
Průměr	205,57	17,01	196,57	16,35	198,46	16,54	198,66	16,90	197,47	16,46
SD	5,20	0,38	7,96	0,89	4,34	0,55	7,68	0,77	6,73	0,73
n	12		12		12		12		12	
	X0Y2		X1Y2		X2Y2		X3Y2		X4Y2	
Průměr	205,84	16,94	195,59	16,20	194,36	16,41	194,30	16,44	197,35	16,63
SD	7,28	0,58	5,14	0,44	5,50	0,59	3,78	0,51	4,52	0,50
n	12		11		12		12		12	
	X0Y3		X1Y3		X2Y3		X3Y3		X4Y3	
Průměr	207,79	16,62	212,56	16,54	212,51	16,46	207,48	16,33	197,56	16,22
SD	6,25	0,66	7,09	0,58	6,30	0,46	5,68	0,35	6,47	0,80
n	11		12		12		11		11	

Z těchto tabulek se dá vypožorovat, jestli nejsou hodnoty tvrdosti a Youngova modulu pružnosti ovlivněny pozicí ve zbrúšené ploše lomu vzorku. Během zkoušky byla také nafocena podezřelá místa s nestandardním skosením či vyskytující se prasklinou, jejichž fotky jsou uvedené jako Obr. 4.4, Obr. 4.5, Obr. 4.6, Obr. 4.7, Obr. 4.8 a Obr. 4.9 níže.



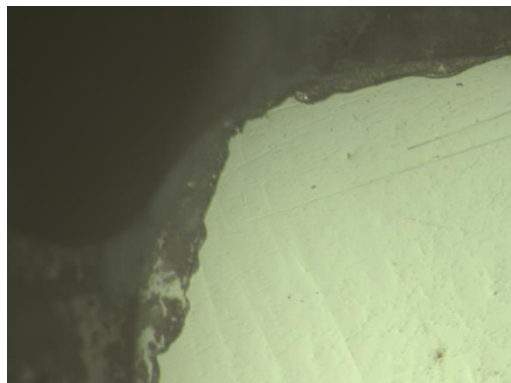
Obr. 4.4: Skos vzorku 2 v místě X0Y3



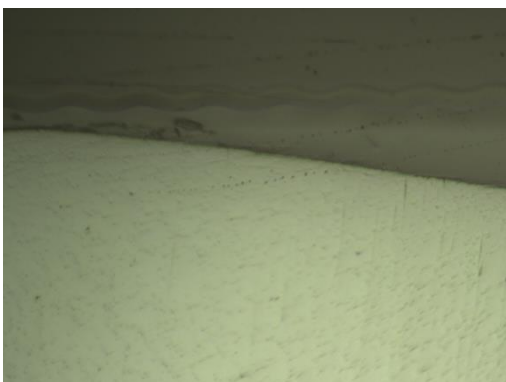
Obr. 4.5: Prasklina vzorku 2 v místě X2Y1



Obr. 4.6: Skos vzorku 2 v místě X4Y3



Obr. 4.7: Skos vzorku 5 v místě X0Y0



Obr. 4.8: Skos vzorku 5 v místě X3Y0



Obr. 4.9: Skos vzorku 5 v místě X4Y0

Z pohledu do Tab. 4.2 a Tab. 4.3 je vidět, že podezřelá místa se hodnotami modulu pružnosti E_s a indentační tvrdosti H nalézají přibližně uprostřed rozsahu hodnot všech měřených míst. Lépe jsou hodnoty pozorovatelné v Tab. 4.4. kde je možné je porovnat s celkovými průměry jednotlivých vzorků. Výjimkou je pouze místo X0Y0 vzorku 5. Zde se nestandardní zkos projevil nárůstem indentační tvrdosti a modulu pružnosti.

Tab. 4.4: Indentační tvrdosti a moduly pružnosti podezřelých míst porovnatelné s celkovými hodnotami průměrů veličin všech 20 rozmístění vzorků 2 a 5.

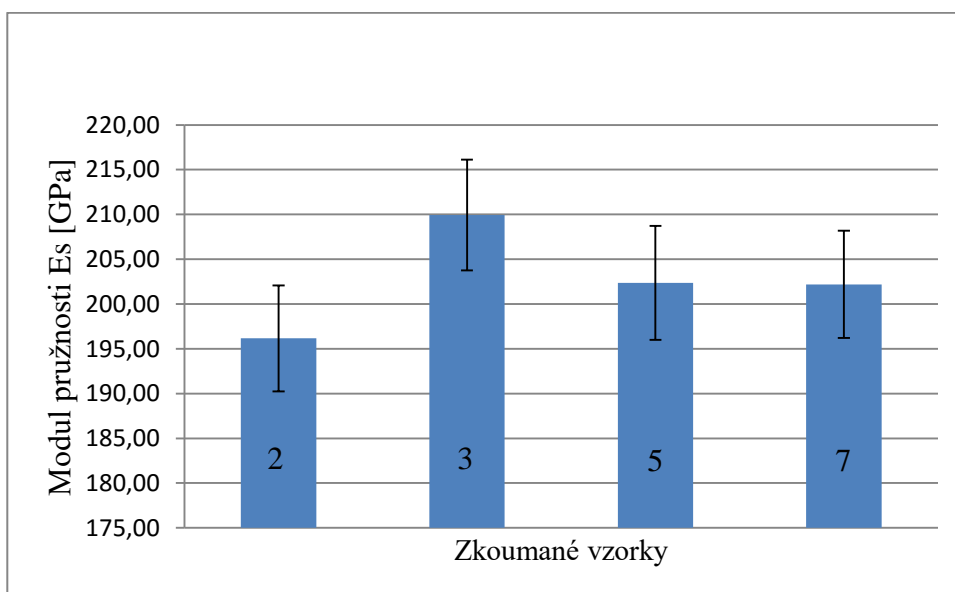
Vzorek 2		Vzorek 5		
Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	
X0Y3		X0Y0		
202,09	16,49	220,55	19,21	
9,05	1,12	5,92	0,56	
X2Y1		X3Y0		
192,03	16,33	200,94	17,47	
6,07	0,55	6,22	0,61	
X4Y3		X4Y0		
192,55	16,22	201,73	17,09	
5,73	0,48	11,45	1,26	
Celkový průměr	196,16	16,64	202,36	16,85
SD	5,92	0,66	6,35	0,63

Pro nalezení případné spojitosti mezi ohybovou pevností, elasticitou a tvrdostí byly hodnoty z indentačních míst zprůměrovány do jediné pro každý ze čtyř vzorků (viz Tab. 4.5).

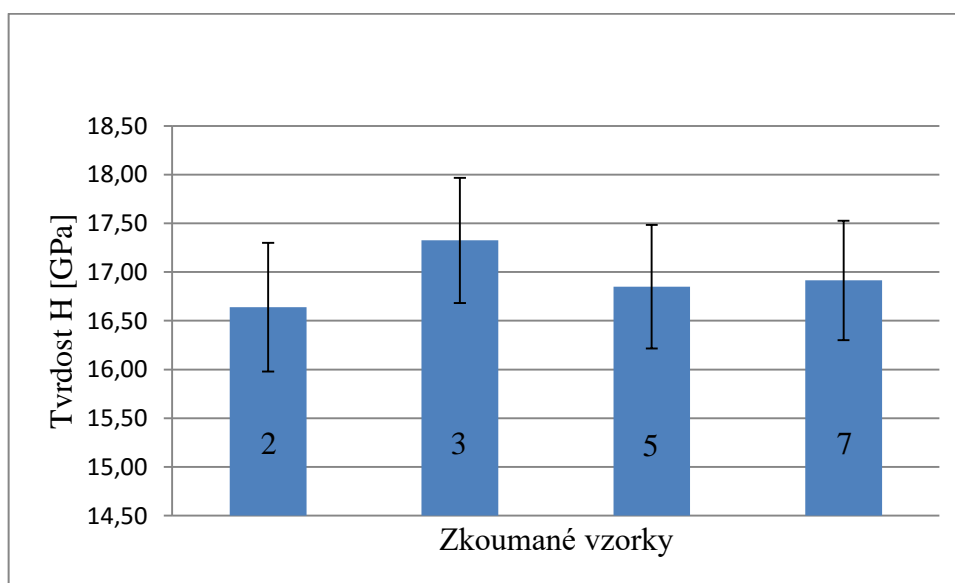
Tab. 4.5: Průměry a směrodatné odchylky tvrdosti H a modulu pružnosti E_s všech 4 vzorků včetně počtů platných měření n a ohybových pevností σ

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	vzorek 2		vzorek 3		vzorek 5		vzorek 7	
Průměr	196,16	16,64	209,93	17,33	202,36	16,85	202,20	16,91
SD	5,92	0,66	6,18	0,64	6,35	0,63	5,99	0,61
n	230		234		230		237	
σ [MPa]	792		881		614		562	

Pro přehlednější porovnání byly hodnoty E_s a H z Tab. 4.5 vyobrazeny ve sloupcových grafech na Obr. 4.10 a Obr. 4.11.



Obr. 4.10: Sloupcový graf Youngova modulu pružnosti vzorků 2, 3, 5 a 7



Obr. 4.11: Sloupcový graf tvrdosti vzorků 2, 3, 5 a 7

Jako věrohodné ověření závislosti skupin byla na hodnotách průměrů modulů pružnosti E_s a indentačních tvrdostí H změřených ve 20 místech jednotlivých vzorků aplikována metoda ANOVA.

Tab. 4.6: Vyhodnocení modulů pružnosti a indentačních tvrdostí mezi vzorky metodou ANOVA

Es							
ANOVA	SS	DF	MS	F	P	F krit	Význam
Mezi skupinami	1908	3	635,92	21,04	5,07E-10	2,72	++
Uvnitř skupin	2298	76	30,23				
Celkem	4205	79					
H							
ANOVA	SS	DF	MS	F	P	F krit	Význam
Mezi skupinami	4,96	3	1,65	5,52	0,0017	2,72	++
Uvnitř skupin	22,74	76	0,30				
Celkem	27,69	79					

Z Tab. 4.6 vyplývá, že u obou veličin je alespoň jeden velice významný rozdíl mezi skupinami hodnot jednotlivých vzorků. Obě hodnoty P jsou totiž menší než 0,05. Které vzorky jsou závislé je zjištěno opět pomocí Tukeyho metody (viz Tab. 4.7).

Tab. 4.7: Významné hodnoty rozdílů Youngova modulu pružnosti a indentační tvrdosti mezi vzorky zjištěné Tukeyho multikomparativní metodou

Významné rozdíly	
Es	H
2 s 3	2 s 3
2 s 5	-
2 s 7	-
3 s 5	-
3 s 7	-

Z konfrontace Tab. 4.7 s hodnotami tvrdosti H , modulu pružnosti E_s a ohybové pevnosti σ v Tab. 4.5 se dá vyčíst, že vzorky 2 a 3 s vyšší pevností v ohybu se významně liší svým modulem pružnosti od všech ostatních vzorků. Vzorek 3 má jak největší pevnost σ , tak největší modul E_s . Oproti tomu má však vzorek 2 nejnižší modul pružnosti, i když je jeho ohybová pevnost vysoká a znatelně vyšší, než u vzorků 5 a 7, které dosahují větších modulů E_s . Neměla by tedy být vyvozována rostoucí závislosti mezi pevností v ohybu a Youngovým modulem pružnosti.

V indentační tvrdosti se mezi sebou významně liší pouze oba vzorky s vyššími pevnostmi v ohybu, tedy vzorek 2 a 3.

4.3 Závěr zkoušek indentace

Celkem bylo na 20 místech každého ze 4 vzorků realizováno v souhrnu 931 platných měření indentace. To je velké množství měření jen pro 4 vzorky, z čehož je vidět, že je indentační zkouška časově velmi náročná.

Vliv podezřelých míst vytypovaných před zkouškou (viz Obr. 4.4, Obr. 4.5, Obr. 4.6, Obr. 4.7, Obr. 4.8 a Obr. 4.9) se dle Tab. 4.4 projevil pouze v místě X0Y0 vzorku 5 zvýšením velikosti indentační tvrdosti H i Youngova modulu pružnosti E_s vlivem nestandardního zkosení.

Indentační tvrdosti a moduly pružnosti se v rámci rozmístění na vzorcích se zřetelem na směrodatné odchylky nijak zásadně nemění a přibližně se shodují.

Metodou ANOVA byly u obou zkoumaných veličin potvrzeny výskyty alespoň jednoho významného rozdílu analyzovaného faktoru, tedy modulu pružnosti nebo indentační tvrdosti.

Po zpracování celkových hodnot jednotlivých vzorků Tukeyho metodou (viz Tab. 4.7) bylo zjištěno, že vzorky 2 a 3, které mají vysokou pevnost v ohybu, se významně liší od všech ostatních v Youngově modulu pružnosti a jako jediné se liší v indentační tvrdosti a sice mezi sebou.

Z Tab. 4.5 a Obr. 4.10 je poznat, že závislost ohybové pevnosti na modulu pružnosti není jejich funkcí, poněvadž vzorek 3 nabývá nejvyšších hodnot obou veličin a vzorek 2 pouze velké ohybové pevnosti, avšak nejnižší hodnoty modulu pružnosti.

Ze všech těchto zjištění se dá usoudit, že vzorky s vysokou pevností v ohybu vykazují hodnoty Youngova modulu pružnosti o velkém rozsahu, kdežto vzorky s nižší ohybovou pevností mají tyto hodnoty stabilnější.

To značí, že pravděpodobně neexistuje zřetelná spojitost mezi elasticitou s indentační tvrdostí a pevností v ohybu anebo to nelze dokázat zvolenými zkouškami. V potaz by se ovšem mělo brát, že byly porovnány hodnoty pouze u 4 vzorků. K jistějšímu tvrzení by bylo zapotřebí testovaných těles více.

5. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo provést a vyhodnotit zkoušky čtyřbodového ohybu skupin vzorků ze zirkoničité keramiky ZrO_2 , Y_2O_3 -stabilizované. Následně pro 4 vybrané vzorky z těchto zkoušek realizovat zkoušku indentace a hledat případnou spojitost mezi hodnotami ohybové pevnosti, tvrdosti a Youngova modulu pružnosti.

V úvodní části práce je věnována pozornost biomateriálům a biokeramickým materiálům, do kterých se řadí materiál testovaných vzorků.

V další části jsou teoreticky popsány zkoušky pevnosti v ohybu čtyřbodovým ohybem dle mezinárodních norem ISO 13356:2008(E) [1] a ISO 14704:2008(E) [2]. V navazující praktické části je zpracováno 82 platných měření ze zkoušek 10 skupin dodaných vzorků. Pro nalezení vlivu rozdílných stavů skupin byly použity statistické metody ANOVA a Tukeyho. Bylo zjištěno, že parametry technologického zpracování i úpravy povrchu vzorků mají vliv na ohybovou pevnost. Dále se ukázalo, že úpravy povrchu mají větší vliv na pevnost v ohybu než modifikace technologických parametrů výroby vstřikováním.

V závěru práce jsou popsány zkoušky nanoindentace, které byly realizovány z časové náročnosti jen pro 4 vybrané vzorky ze zkoušek ohybu. Byly to vzorky 2 a 3 skupiny č.8, které mají vyšší hodnoty ohybových pevností, a vzorky 5 a 7 stejné skupiny, jež mají nižší hodnoty ohybových pevností. Z průměrných hodnot jejich tvrdostí a modulů pružnosti bylo zjištěno, že zbroušená plocha vzorků zúčastněná v lomu při ohybové zkoušce má v každém místě přibližně konstantní tvrdost a elasticitu.

Vliv podezřelých míst jako neobvyklý skos, či prasklina byl nalezen pouze v místě X0Y0 vzorku 5, kde zapříčinil zvýšení elasticity a indentační tvrdosti. Bylo to ale pouze jedno místo s podezřelým skosem z pěti zkoumaných.

Práce končí porovnáním ohybových pevností vzorků z nanoindentace s hodnotami tvrdosti a Youngova modulu pružnosti. Metodou ANOVA bylo prokázáno, že existuje alespoň jeden významný rozdíl v tvrdosti a modulu pružnosti mezi analyzovanými vzorky. Z následné Tukeyho metody bylo zjištěno, že v indentační tvrdosti se významně liší pouze vzorky 2 a 3. Oba tyto vzorky mají vysokou ohybovou pevnost, takže se její vliv na indentační tvrdost nevztahuje.

Oproti tomu v elasticitě se liší všechny dvojice vzorků, kromě páru vzorků 5 a 7. Z porovnání modulu pružnosti a pevnosti v ohybu je patrné, že vzorek 3 nabývá nejvyšších hodnot obou veličin a vzorek 2 pouze velké ohybové pevnosti, avšak nejnižší hodnoty modulu pružnosti.

Z těchto zjištění se dá usoudit, že vzorky s vysokou pevností v ohybu vykazují hodnoty Youngova modulu pružnosti o velkém rozsahu, kdežto vzorky s nižší ohybovou pevností mají tyto hodnoty stabilnější. Další vzájemné vlivy pevnosti v ohybu na indentační tvrdost s modulem pružnosti nebyly nalezeny. V potaz by se ovšem mělo brát, že porovnávané hodnoty pouze u 4 vzorků. K jistějšímu tvrzení by bylo zapotřebí testovaných těles více.

Všem cílům zmíněných v úvodu práce byla věnována pozornost a lze je považovat za splněné.

6. Seznam literatury

- [1] ISO 13356:2008(E) - *Implants for surgery - Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)*. ICS: 81.060.30. Ed. 2, 2008-02-01. International Organization for Standardization.
- [2] ISO 14704:2008(E) - *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature*. ICS: 11.040.40. Ed. 2, 2008-06-01. International Organization for Standardization.
- [3] OVČAČÍKOVÁ H.; VLČEK J.: *Speciální keramické materiály* [online]. VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3365-1. [cit. 2016-05-15] Dostupné z: <http://www.fmfi.vsb.cz/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-2-metalurgie/specialni-keramicke-materialy/>
- [4] RAMAKRISHNA S.; HUANG Z.; KUMAR G. V.; BATCHELOR A. W.; MAYER J.: *An Introduction to Biocomposites* [online]. Imperial College Press, London, 2004. ISBN 1-86094-425-6. [cit. 2016-05-10] Dostupné z: https://books.google.cz/books/about/An_Introduction_to_Biocomposites.html?id=bgHnX51WmfIC&redir_esc=y
- [5] SUCHÝ, T.: *Biomechanika III – statistika 3.*, podklady pro přednášky
- [6] KONVIČKOVÁ S.; VALENTA J.: *Biomechanika kloubů člověka a jejich náhrady*. Vienela, Štřoffek Košice, Praha 2000, s. 307-322. ISBN 80-7099-443-6.
- [7] MICHALEC J. a kol.: *Pružnost a pevnost I*. 1. dotisk 3. vyd. Česká technika – nakladatelství ČVUT, Praha 2010, 308s.
- [8] OLIVER W. C., PHARR G. M.: *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, June 1992
- [9] Zirconium Oxide CeramTec MZ 111 Zirconia, ZrO₂-Y₂O₃ [online], [cit. 2016-07-13]. Dostupné z: <http://matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=873f908048fa485189f0e8da0140c576>
- [10] TATHE A.; GHODKE M.; NIKALJE A. P.: *A brief review: Biomaterials and their application* [online]. Pharmaceutical Chemistry Department, Y. B. Chavan College of Pharmacy, Aurangabad, India, Vol. 2, Suppl. 4, 2010. [cit. 2016-06-05]. ISSN 0975-1491 Dostupné z: <http://web.deu.edu.tr/metalurjimalzeme/pdf/okumasalonu/biomaterials.pdf>
- [11] URBAN Z.; STRNAD Z.: *Bioaktivní sklokeramika nahrazující kost: Neživé náhrady srůstající s živou tkání* [online]. Vesmír. 1. 1. 2000, č. 79, s. 130-133. [cit. 2016-06-06] Dostupné z <http://casopis.vesmir.cz/clanky/clanek/id/129>
- [12] MACEK K.; ZUNA P. a kol.: *Nauka o materiálu*. Dotisk 1. vyd., ČVUT, 1999.
- [13] FISCHMAN G.: *Bioceramics: Materials and Applications*. DOI: 0944904823.

- [14] MAJLING J.; PLESCH G.: *Technológia špeciálných anorganických materiálov*. Bratislava: Vydavateľstvo STU, 2002. 248 s.
- [15] RAVAGLIOLI A.; KRAJEWSKI A.: *Bioceramics: Materials, Properties, Applications*, London: Chapman and Hall, 1992. 422s ISBN: 0-412-34960-4
- [16] HEIMANN R. R.: *Materials Science of Crystalline Bioceramics: A Review of Basic Properties and Applications* [online]. CMU. Journal. 2002, roc. 1, c. 1. [cit. 2016-06-20]. Dostupné z: <http://cmuj.cmu.ac.th/sites/default/files/styles/thumbnail/jan2002-2f.pdf>
- [17] DLOUHÝ; HADRABA; CHLUP: *Keramika* [online]. Určeno pro výukové potřeby ÚFM AV ČR, v.v.i., [cit. 2016-06-15] Dostupné z: <http://www.ipm.cz/group/fracture/vyuka/doc/P12.pdf>
- [18] BEST. S. M.; PORTER. A. E.; THIAN. E. S.; HUANG, J.: *Bioceramics: Past, present and for the future. Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2008, 28, 7, [cit. 2010-04-24]. Dostupné z: www.sciencedirect.com
- [19] Keramika. Vysoká škola chemicko technologická: 2008, 2009/2010. Dostupné z: www.vscht.cz/sil/keramika/Ceramic_Technology/SM-Lect-13-C.pdf
- [20] Krystalické látky. [online]. [cit. 2016-05-12]. Dostupné z: http://is.muni.cz/do/1499/el/estud/prif/ps09/9045979/web/kapitola1/img12_4.html
- [21] TEOH S. H.: *Engineering Materials for Biomedical Applications*, World Scientific Publishing Co., Singapore, 2004.
- [22] ŠVORČÍK V.; VOJTĚCH D.: *Úvod do studia materiálů*. Praha, 2005. 143 s. ISBN 80-7080-568-4.
- [23] VOLPATO M. and col.: *Application of Zirconia in Dentistry: Biological, Mechanical and Optical Considerations. Advances in Ceramics - Electric and Magnetic Ceramics, Bioceramics, Ceramics and Environment*. [online]. InTech, [cit. 2016-07-05]. DOI:10.5772/21630. Dostupné z: <http://www.intechopen.com/books/advances-in-ceramics-electric-and-magnetic-ceramics-bioceramics-ceramics-and-environment>
- [24] BUCHNER W.; SCHLIEBS R.; WINTER C. ; BUCHEL K. H.: *Průmyslová anorganická chemie*, SNTL, Praha, 1991
- [25] MCLAREN E. A. a Phong Tran CAO. *Ceramics in Dentistry: Part I: Classes of Materials*. [online]. 2009, c. 10, s. 94-104 [cit. 2016-07-22]. Dostupné z: http://thinkblue.me/Pubs/PDFs/Ceramic_in_Dent_09.pdf
- [26] SUCHÁNEK J.: *Abrazivní opotřebení keramických materiálů* [online]. [cit. 2016-07-23]. Dostupné z : <http://www.tribotechnika.sk/tribotechnika-12016/abrazivni-opotrebeni-keramickykh-materialu.html>
- [27] Článek: *Metal Poisoning & Metallosis* [online]. Naposledy upraveno: 29.7.2016 [cit. 2016-07-30]. Dostupné z: <https://www.drugwatch.com/hip-replacement/metallosis/>

7. Příloha zkoušek pevnosti v ohybu

Tato příloha obsahuje tabulku naměřených hodnot ze zkoušek ohybu, dále jejich zpracování statistickou metodou ANOVA a následné porovnání Tukeyho multikomparativní metodou.

7.1 Zápis výsledků zkoušky

Pro přehlednější a jednodušší popis byly skupiny vzorků označeny čísly. V Tab. 7.1 jsou také uvedeny technologické parametry a úpravy povrchu zkušebních těles.

Tab. 7.1: Označení skupin testovaných vzorků včetně parametrů technologie a úpravy povrchu

Skupina	Označení	Parametry vzorku
2015_09_1	1	Vstřikování, technologické parametry I, stav po výpalu
2015_09_2	2	Vstřikování, technologické parametry II, stav po výpalu
2015_09_3	3	Vstřikování, technologické parametry III, stav po výpalu
2015_11_1	4	Vstřikování, technologické parametry IV, stav po výpalu
2015_11_2	5	Vstřikování, technologické parametry V, stav po výpalu
2015_11_3	6	Nízkotlaké lití
2016_02_1	7	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku I, broušeno, ostré hrany
2016_03_1	8	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku I, broušeno, leštěno, sražené hrany
2016_05_1	9	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku II, broušeno, leštěno, sražené hrany
2016_05_2	10	Vstřikování, technologické parametry VI, poloha vtoku III, broušeno, leštěno, sražené hrany

Naměřené hodnoty ohybových pevností se přehledně zapsaly do tabulky a vypočetl se průměr a výběrová směrodatná odchylka (SD). Číslo n představuje počet platných měření zkoušek v ohybu. Celkem proběhlo 82 platných zkoušek.

Tab. 7.2: Hodnoty ohybových pevností v MPa ve sloupcích po skupinách vzorků

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	560,73	408,99	317,66	352,30	600,47	835,55	728,41	791,57	876,33	791,56
	571,68	349,04	512,82	650,67	428,89	1151,30	648,96	880,99	757,71	705,05
	655,60	313,33	384,66	466,69	588,05	572,96	634,95	703,06	646,80	548,88
	513,20	297,62	339,96	529,02	613,51	1439,56	774,38	613,64	645,67	718,76
	668,62	339,25	403,47	558,04	508,52	957,54	621,76	666,77	693,82	731,14
	617,96	402,27	352,93	533,00			726,55	561,96	722,07	723,16
	614,36	398,27	371,64	580,58			678,80	687,07	682,28	778,36
	620,17	299,72	305,01	552,22			678,05		765,59	677,99
		326,64	581,34	573,64					677,07	854,40
		290,80	619,37						773,72	634,67
Průměr	602,79	342,59	418,89	532,91	547,89	991,38	686,48	700,72	724,11	716,40
SD	48,16	43,33	106,23	83,53	78,09	326,70	52,74	107,19	67,45	80,71
n	8	10	10	9	5	5	8	7	10	10

7.2 ANOVA

7.2.1 Samostatné skupiny

Na hodnoty z Tab. 7.2 byla aplikována statistická metoda ANOVA, což je metoda analýzy rozptylu. Všechny skupiny se do statistiky zahrnuly samostatně. V našem případě je zkoumána jen pevnost v ohybu, takže se využila jednofaktorová analýza. Hladina významnosti testu α byla zvolena dle časté volby pro biologická měření 0,05, čímž dostaneme 95 % jistotu správného rozhodnutí. [6]

Tab. 7.3: Vyhodnocení zkoušek pevnosti v ohybu samostatných skupin metodou ANOVA

	SS	DF	MS	F	P	F krit	Význam
Mezi skupinami	2227566,48	9	247507,39	20,81	9,174E-17	2,01	++
Uvnitř skupin	856373,30	72	11894,07				
Celkem	3083939,78	81					

Význam položek v Tab. 7.3 je následující:

- SS – součet čtverců (*sum of squares*), představují variabilitu uvnitř a mezi skupinami;
- DF – stupně volnosti (*degree of freedom*), určují počet možných různých změn hodnoty;
- MS – průměrný čtverec (*mean square*), udává průměrnou variabilitu uvnitř a mezi skupinami;
- F – hodnota Fisherova rozdělení (*F-distribution*), značí poměr vlivu faktoru a šumu, křivka F rozdělení se mění v závislosti na stupních volnosti;
- P – pravděpodobnost nulové hypotézy (*P-value*), vypovídá o možném významném rozdílu mezi skupinami;
- F_{krit} – tabulková kritická hodnota, její poměr s F může zamítnout nulovou hypotézu.

Z Tab. 7.3 je vidět, že hodnota F vyšla větší než hodnota F_{krit} . To znamená, že můžeme zamítnout nulovou hypotézu, což je důležité jako jeden z předpokladů správnosti metody ANOVA. [6]

To samé potvrzuje i hodnota P , která určuje, zda je mezi skupinami významný rozdíl. Pokud je hodnota nižší než 0,05, mluvíme o vysoce významném rozdílu (zn. ++). Významný rozdíl nám také vyvrací nulovou hypotézu. [6]

7.2.2 Skupiny rozdělené dle povrchových úprav

V Tab. 7.1 je vidět, že některé skupiny byly upraveny stejným způsobem. Proto je záhodno vyhodnotit pevnosti v ohybu v rámci pospojovaných skupin (viz Tab. 7.4). Skupina č.6 byla vyrobena jinou technologií, takže není vhodné ji v této statistice uvažovat.

Tab. 7.4: Skupiny rozdělené dle povrchových úprav

Upravené skupiny	Nové označení	Povrchová úprava
1 + 2 + 3 + 4 + 5	I	Stav po výpalu
6		
7	II	Broušeno, ostré hrany
8 + 9 + 10	III	Broušeno, leštěno, sražené hrany

Skupiny č.1 až č.5 jsou nyní sloučeny do jedné skupiny č.I. Podobně skupiny č.8, č.9 a č.10 jsou sloučeny do skupiny č.III. Hodnoty průměru ohybových pevností, směrodatné odchylky (SD) a počtu platných měření n jsou v Tab. 7.5.

Tab. 7.5: Průměry, směrodatné odchylky a počet prvků upravených skupin vzorků

	I					II	III		
	1	2	3	4	5	7	8	9	10
Průměr	475,54					686,48	715,19		
SD	123,42					52,74	83,63		
n	42					8	27		

Výsledky aplikace statistické metody ANOVA s hladinou významnosti 0,05 vidíme v Tab. 7.6. Opět mohla být zamítnuta nulová hypotéza dle hodnoty P nebo dle poměru F a F krit a byl vyhodnocen velice významný rozdíl mezi skupinami (++)

Tab. 7.6: Vyhodnocení zkoušek pevnosti v ohybu upravených skupin metodou ANOVA

	SS	DF	MS	F	P	F krit	Význam
Mezi skupinami	1042281	2	521140,44	46,69	7,65E-14	3,12	++
Uvnitř skupin	825888	74	11160,65				
Celkem	1868169	76					

7.3 TUKEY

7.3.1 Samostatné skupiny

Je patrné, že mezi samostatnými skupinami je vysoce významný rozdíl. Mezi kterými se zjistilo pomocí Tukeyho multikomparativní metody. Využilo se následujícího vzorce, který je uveden například v [6]:

$$|\bar{y}_i - \bar{y}_h| \geq q_\alpha(k, n - k) \sqrt{\frac{SS_r}{2(n-k)} \left(\frac{n_i + n_h}{n_i n_h}\right)} \quad (6)$$

Porovnané skupiny, u kterých vyšlo, že mají mezi sebou významný rozdíl, vidíme v Tab. 7.7.

Tab. 7.7: Významné rozdíly mezi skupinami vzorků

Významný rozdíl skupin	
1 s 2	3 s 5
1 s 3	3 s 9
1 s 6	3 s 10
2 s 4	4 s 6
2 s 5	4 s 9
2 s 6	4 s 10
2 s 7	5 s 6
2 s 8	6 s 7
2 s 9	6 s 8
2 s 10	6 s 9
	6 s 10

7.3.2 Skupiny rozdělené dle povrchových úprav

U skupin rozdělených dle povrchových úprav vyšel ze statistické metody ANOVA také významný rozdíl. Opět se dá použít Tukeyho multikomparativní metoda, kde se nyní porovnávají pouze tři skupiny (viz Tab. 7.8).

Tab. 7.8: Porovnání Tukeyho metodou skupin rozdílných povrchových úprav vzorků

Porovnání	Význam
I s II	Významný rozdíl
I s III	Významný rozdíl
II s III	Nevýznamný rozdíl

8. Příloha zkoušek indentace

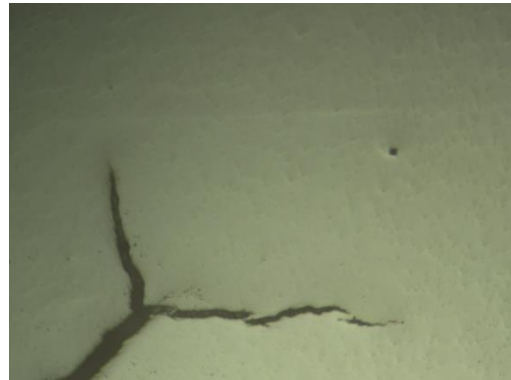
Tato příloha obsahuje tabulky výsledných hodnot ze zkoušek indentace včetně snímků podezřelých částí vzorků vytypovaných před zkouškou.

8.1 Snímky podezřelých částí vzorků

Následující snímky jsou podezřelé nestandardním zkosením nebo prasklinou v místech indentace.



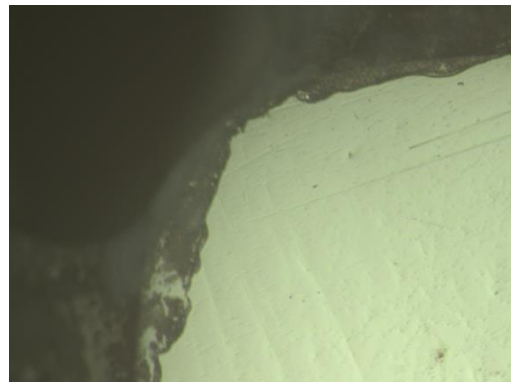
Obr. 8.1: Skos vzorku 2 v místě X0Y3



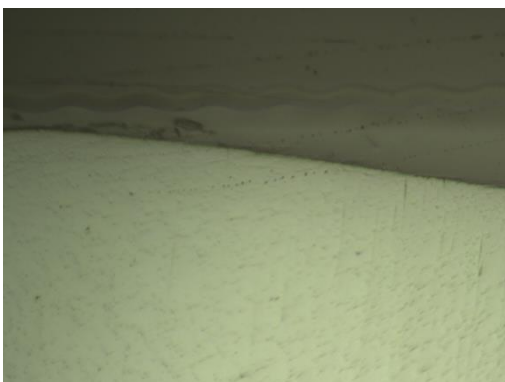
Obr. 8.2: Prasklina vzorku 2 v místě X2Y1



Obr. 8.3: Skos vzorku 2 v místě X4Y3



Obr. 8.4: Skos vzorku 5 v místě X0Y0



Obr. 8.5: Skos vzorku 5 v místě X3Y0



Obr. 8.6: Skos vzorku 5 v místě X4Y0

8.2 Tabulky výsledných hodnot

Tab. 7.1: Výsledné hodnoty Youngova modulu pružnost E a indentační tvrdosti H indentační zkoušky vzorku 2

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	X0Y0		X1Y0		X2Y0		X3Y0		X4Y0	
Průměr	198,63	17,55	195,35	17,25	195,07	17,30	191,45	17,02	187,03	16,62
SD	5,69	0,50	6,47	0,66	3,22	0,64	3,81	0,66	6,23	0,57
n	12		11		12		12		10	
	X0Y1		X1Y1		X2Y1		X3Y1		X4Y1	
Průměr	199,17	16,67	195,03	16,70	192,03	16,33	189,45	16,21	190,14	16,16
SD	7,60	0,60	5,23	0,71	6,07	0,55	4,61	0,59	4,17	0,52
n	11		12		12		12		12	
	X0Y2		X1Y2		X2Y2		X3Y2		X4Y2	
Průměr	200,49	16,69	191,95	16,36	191,80	16,26	192,99	16,81	195,14	16,77
SD	4,33	0,35	4,18	0,84	6,05	0,60	4,42	0,56	8,58	1,07
n	12		11		12		7		12	
	X0Y3		X1Y3		X2Y3		X3Y3		X4Y3	
Průměr	202,09	16,49	210,94	16,62	207,94	16,45	204,04	16,30	192,55	16,22
SD	9,05	1,12	11,26	1,25	7,17	0,47	4,51	0,49	5,73	0,48
n	12		12		12		12		12	

Tab.7.2: Výsledné hodnoty Youngova modulu pružnost E a indentační tvrdosti H indentační zkoušky vzorku 3

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	X0Y0		X1Y0		X2Y0		X3Y0		X4Y0	
Průměr	213,12	18,65	207,49	17,74	208,96	17,63	206,67	17,79	203,32	17,20
SD	10,36	1,09	4,43	0,48	4,35	0,32	4,02	0,53	3,90	0,48
n	12		11		12		12		12	
	X0Y1		X1Y1		X2Y1		X3Y1		X4Y1	
Průměr	214,17	17,99	208,53	17,36	204,11	16,90	208,14	17,22	205,66	16,94
SD	6,40	0,47	4,61	0,58	5,41	0,57	3,69	0,51	5,43	0,38
n	12		12		12		11		11	
	X0Y2		X1Y2		X2Y2		X3Y2		X4Y2	
Průměr	212,18	17,61	208,38	17,12	208,25	17,37	208,38	17,20	206,65	16,91
SD	7,94	0,63	11,44	1,22	5,22	0,69	5,46	0,71	8,14	1,10
n	12		11		11		12		12	
	X0Y3		X1Y3		X2Y3		X3Y3		X4Y3	
Průměr	212,95	17,58	215,56	16,60	221,22	17,08	217,03	16,89	207,89	16,71
SD	7,53	0,61	6,42	0,78	7,42	0,56	6,74	0,66	4,78	0,48
n	12		12		12		12		11	

Tab. 7.3: Výsledné hodnoty Youngova modulu pružnost E a indentační tvrdosti H indentační zkoušky vzorku 5

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	X0Y0		X1Y0		X2Y0		X3Y0		X4Y0	
Průměr	220,55	19,21	201,87	17,62	200,05	17,58	200,94	17,47	201,73	17,09
SD	5,92	0,56	8,27	0,92	5,26	0,54	6,22	0,61	11,45	1,26
N	12		12		12		11		7	
	X0Y1		X1Y1		X2Y1		X3Y1		X4Y1	
Průměr	205,57	17,01	196,57	16,35	198,46	16,54	198,66	16,90	197,47	16,46
SD	5,20	0,38	7,96	0,89	4,34	0,55	7,68	0,77	6,73	0,73
N	12		12		12		12		12	
	X0Y2		X1Y2		X2Y2		X3Y2		X4Y2	
Průměr	205,84	16,94	195,59	16,20	194,36	16,41	194,30	16,44	197,35	16,63
SD	7,28	0,58	5,14	0,44	5,50	0,59	3,78	0,51	4,52	0,50
N	12		11		12		12		12	
	X0Y3		X1Y3		X2Y3		X3Y3		X4Y3	
Průměr	207,79	16,62	212,56	16,54	212,51	16,46	207,48	16,33	197,56	16,22
SD	6,25	0,66	7,09	0,58	6,30	0,46	5,68	0,35	6,47	0,80
N	11		12		12		11		11	

Tab. 7.4: Výsledné hodnoty Youngova modulu pružnost E a indentační tvrdosti H indentační zkoušky vzorku 7

	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]	Es [GPa]	H [GPa]
	X0Y0		X1Y0		X2Y0		X3Y0		X4Y0	
Průměr	203,23	17,69	200,62	17,28	201,83	17,45	202,71	17,56	199,84	17,01
SD	3,80	0,49	6,35	0,69	5,44	0,56	5,07	0,75	4,30	0,64
n	12		11		12		12		12	
	X0Y1		X1Y1		X2Y1		X3Y1		X4Y1	
Průměr	203,59	17,73	200,60	16,88	200,65	16,84	202,07	16,69	201,96	16,56
SD	9,47	0,51	5,25	0,69	4,37	0,39	7,37	0,98	6,25	0,59
n	12		11		12		12		12	
	X0Y2		X1Y2		X2Y2		X3Y2		X4Y2	
Průměr	204,32	17,42	200,87	16,76	198,12	16,52	200,52	16,59	202,39	16,44
SD	5,59	0,38	8,30	0,86	5,92	0,50	3,81	0,39	5,77	0,44
n	12		12		12		12		12	
	X0Y3		X1Y3		X2Y3		X3Y3		X4Y3	
Průměr	209,50	17,63	201,73	16,42	204,91	16,61	209,73	16,67	194,76	15,56
SD	10,25	0,95	4,86	0,60	5,39	0,56	5,98	0,44	6,18	0,86
n	11		12		12		12		12	