

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

ZKOUŠENÍ MATERIÁLU INSTRUMENTOVANOU VNIKACÍ  
ZKOUŠKOU

MATERIAL TESTING USING INSTRUMENTED INDENTATION  
HARDNESS TEST

AUTOR: Bc. Veronika Čermáková

STUDIJNÍ OBOR: Výrobní a materiálové inženýrství

VEDOUCÍ PRÁCE: doc. Ing. Jiří Cejp CSc.

PRAHA 2017

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Čermáková** Jméno: **Veronika** Osobní číslo: **408636**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**  
Studijní program: **Strojní inženýrství**  
Studijní obor: **Výrobní a materiálové inženýrství**

## II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

**Zkoušení materiálu instrumentovanou vnikací zkouškou**

Název diplomové práce anglicky:

**Material testing using instrumented indentation hardness test**

Pokyny pro vypracování:

Možnosti instrumentované indentační zkoušky při stanovení materiálových charakteristik vybraných konstrukčních ocelí. Určit korelaci mezi těmito hodnotami a hodnotami zjištěnými ze standardní zkoušky tahem. Studijní a řešeršní činnost zaměřená na instrumentované indentační metody tvrdosti. Vlastní experimentální program - mikrostrukturní analýza, instrumentovaná vnikací zkouška, zkouška tahem.

Seznam doporučené literatury:

- [1] DOERNER, M. F.- NIX, W. D. : A Method of Interpreting the Data from the Depth-Sensing Indentation Instruments, Journal of Materials Research, Vol. 1, No. 4, 1986, pp. 601-609.  
[2] OLIVER, W.C.- PHARR, G.M. : An improved technique to determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of Materials Research, Vol. 7, No. 4, 1992, pp. 1564-1583.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:


**doc. Ing. Jiří Cejp CSc., ústav materiálového inženýrství FS**


Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **24.04.2017**

Termín odevzdání diplomové práce: **31.07.2017**

Platnost zadání diplomové práce: \_\_\_\_\_

  
Podpis vedoucí(ho) práce

  
Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

  
Podpis děkana(ky)

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomantka bere na vědomí, že je povinna 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.

25.4.2017

Datum převzetí zadání



Podpis studentky

### **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce doc. Ing. Jiřího Cejpa CSc. s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne 31. 7. 2017

.....

Bc. Veronika Čermáková

## **Anotační list**

Jméno autora:	Bc. Veronika Čermáková	
Název práce česky:	Zkoušení materiálu instrumentovanou vnikací zkouškou	
Název práce anglicky:	Material testing using instrumented indentation hardness test	
Akademický rok:	2016/2017	
Jazyk práce:	čeština	
Ústav:	Ústav materiálového inženýrství	
Studijní obor:	Výrobní a materiálové inženýrství	
Vedoucí práce:	doc. Ing. Jiří Cejp CSc.	
Konzultant práce:	Mgr. Maxim Puchnin	
Rozsah práce:	počet stran:	130
	počet obrázků:	120
	počet tabulek:	27
	počet rovnic	53
	počet příloh:	7

**Anotace česky:** Diplomová práce se v úvodní teoretické části zabývá charakteristikou tvrdosti, rozdělením a historickým vývojem metod měření tvrdosti. Dále je charakterizována instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti a faktory, které tuto zkoušku ovlivňují. Jsou zde uvedeny vzorce pro stanovení tvrdosti a modulu pružnosti, popsán průběh indentační křivky a deformovaná zóna pod vtiskem. Experimentální část práce se nejprve zaměřuje na strukturu a tvrdost deformované zóny pod vtiskem. Je zde popsána provedená zkouška tahem a způsob určení mechanických vlastností z deformačních diagramů. Následně jsou uvedené výpočty pro ověření metodiky určování vlastností při instrumentované vnikací zkoušce.

**Klíčová slova:** Instrumentovaná vnikací zkouška, tvrdost, historie měření tvrdosti, mechanické vlastnosti, sférický indentor, elastická práce, závislost napětí-deformace, deformovaná oblast pod vtiskem, zkouška tahem.

**Abstract:** In the introductory theoretical part, the diploma thesis deals with the characteristics and distribution of hardness, and the historical development of hardness test methods. Afterwards, the instrumented indentation hardness test and factors which influence the indentation test were characterized. There are formulas for determining the hardness and modulus of elasticity, and the description of the indentation curve and deformed area under the indentation punch. The experimental part is focused on the structure and hardness of the deformed area. The tensile test and determination of the mechanical properties from deformation diagrams were described. Subsequently, there are calculations for verifying the methodology for determining properties by the instrumented indentation test.

**Keywords:** Instrumented indentation test, hardness, history of hardness testing, mechanical properties, spherical indenter, elastic work, stress-strain curve, deformed area under the indentation punch, tensile test.

## **Věnování**

Tuto diplomovou práci bych chtěla věnovat mému milovanému dědovi Rudolfu Granznerovi, hodnému a vtipnému člověku, který po těžké nemoci v květnu 2017 zemřel a nemohl se tedy dožít jejího dokončení.

## **Poděkování**

Ráda bych poděkovala svému vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Jiřímu Cejpovi CSc. za cenné rady a připomínky při vypracování této práce. Dále bych chtěla vzdát dík konzultantovi diplomové práce Mgr. Maximu Puchninovi za pomoc při provádění experimentů, řešení dané problematiky a jeho přátelský přístup.

Nakonec chci poděkovat mému příteli za jeho laické posuzování stylistické stránky textu a milé babičce za podporu.

## **Obsah**

<b>1 Úvod .....</b>	<b>14</b>
<b>2 Charakteristika a rozdělení metod měření tvrdosti .....</b>	<b>15</b>
2.1 Charakteristika tvrdosti .....	15
2.2 Rozdělení metod měření tvrdosti .....	15
2.2.1 Rozdělení podle principu měření.....	15
2.2.2 Rozdělení podle rychlosti působení síly.....	15
<b>3 Historie měření tvrdosti .....</b>	<b>18</b>
3.1 Počátky měření tvrdosti.....	18
3.2 Zkoušky tvrdosti před rokem 1950 .....	18
3.2.1 Zkouška tvrdosti podle Brinella .....	19
3.2.2 Meyerovo pojetí tvrdosti .....	20
3.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse .....	21
3.2.4 Zkouška tvrdosti podle Rockwella .....	21
3.2.5 Zkoušky tvrdosti v praxi.....	22
3.2.6 Vědecký postoj k tvrdosti před rokem 1950.....	23
3.2.7 Meyerův zákon .....	23
3.2.8 Srovnání Brinellovy a Meyerovy tvrdosti .....	25
3.2.9 Pozice zkoušky tvrdosti před rokem 1950.....	26
3.3 Zkoušky tvrdosti po roce 1950.....	27
<b>4 Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti (DSI).....</b>	<b>28</b>
4.1 Stanovení tvrdosti a modulu pružnosti.....	29
4.2 Sférický indentor .....	33
4.2.1 Popis indentační křivky .....	34
4.2.2 Popis plastické zóny dle Tabora .....	37
4.3 Analytické metody zpracování indentačních dat .....	39
4.3.1 Pyramidový indentor – Berkovičův indentor .....	39
4.3.2 Metoda podle Olivera a Pharra – multibodová.....	40
4.3.3 Metoda podle Fielda a Swaina – dvoubodová.....	41

<b>5 Faktory ovlivňující indentační měření.....</b>	<b>43</b>
5.1 Určení bodu prvního dotyku indentoru .....	43
5.2 Geometrie indentoru.....	43
5.3 Velikost vtisku .....	44
5.4 Nakloněná plocha.....	45
5.5 Zbytková napětí.....	45
5.6 Pile-up a sink-in chování materiálu.....	45
<b>6 Norma ISO 14577.....</b>	<b>47</b>
<b>7 Experimentální část .....</b>	<b>48</b>
7.1 Použitá zařízení .....	49
7.1.1. Zařízení pro přípravu vzorků.....	49
7.1.2. Světelná mikroskopie .....	51
7.1.3. Elektronová mikroskopie.....	52
7.1.4. Zkouška tahem.....	52
7.1.5. Makrotvrdost .....	53
7.1.6. Mikrotvrdost .....	54
7.1.7. Experimentální makrotvrdoměr EXPIMER .....	55
7.2 Mikrostruktura základních materiálů .....	57
7.3 Tvrdost pod povrchem vtisku.....	65
7.3.1 Obdržené vzorky .....	65
7.3.2 Příprava vzorků .....	65
7.3.3 Struktura materiálu pod vtiskem .....	66
7.3.4 Mikrotvrdost .....	68
7.4 Experiment pro zachování plochy pod vtiskem .....	74
7.4.1 Podélný řez .....	74
7.4.2 Příčný řez.....	77
7.5 Zkouška tahem .....	80
7.5.1 Naměřené hodnoty ze zkoušky tahem .....	82



7.5.2 Koeficient a exponent deformačního zpevnění ze zkoušky tahem .....	86
7.6 Ověření metodiky určování vlastností .....	87
7.6.1 Výpočet podle Brinella.....	89
7.6.2 Výpočet celkové práce vnikacího procesu .....	90
7.6.3 Výpočet elastické práce vnikacího procesu.....	92
7.6.4 Výpočet modulu pružnosti .....	94
7.6.5 Určení závislosti napětí na deformaci .....	96
7.6.6 Elastická práce.....	104
<b>8 Závěr .....</b>	<b>112</b>
<b>9 Citovaná literatura .....</b>	<b>114</b>
<b>10 Seznam obrázků.....</b>	<b>118</b>
<b>11 Seznam tabulek .....</b>	<b>123</b>
<b>12 Přílohy.....</b>	<b>124</b>
12.1 Materiálový list AlCu4PbMg.....	124
12.2 Materiálový list CuSn8 .....	125
12.3 Materiálový list CuZn40Pb2 .....	126
12.4 Materiálový list S235JRC .....	127
12.5 Materiálový list S355J2.....	128
12.6 Materiálový list 11SMn30.....	129
12.7 Materiálový list E335GC .....	130

## Seznam použitých značek a symbolů

symbol	jednotky	význam symbolu
$A$	[mm <sup>2</sup> ]	kontaktní plocha
$A_i$	[mm <sup>2</sup> ]	ideální kontaktní plocha
$a$	[mm]	kontaktní poloměr / poloměr válcového indentoru
$A_{11,3}$	[%]	tažnost dlouho poměrové tyče
$a_c$	[mm]	kontaktní poloměr
$A_p$	[mm <sup>2</sup> ]	promítnutá kontaktní plocha
$a_p$	[mm]	kontaktní poloměr na počátku plastické fáze zatěžování
$b$	[mm]	hloubka plastické zóny
$d$	[mm]	průměr zbytkového vtisku v rovině povrchu
$D$	[mm]	průměr indentoru
$d_0$	[mm]	počáteční průměr vzorku
$E$	[MPa]	modul pružnosti
$E_i$	[MPa]	modul pružnosti indentoru
$E_{IT}$	[MPa]	vtiskový modul
$\dot{\epsilon}_{Lc}$	[s <sup>-1</sup> ]	deformační rychlost odhadnutá ze zkoušené délky
$E_{red}$	[MPa]	redukovaný modul pružnosti
$g$	[m · s <sup>-2</sup> ]	gravitační zrychlení
$h$	[mm]	hloubka vtisku
$H$	[-]	tvrdost materiálu
$HBW$	[-]	tvrdost podle Brinella
$h_c$	[mm]	kontaktní hloubka indentace
$h_e$	[mm]	elastická hloubka indentace
$h_{ev}$	[mm]	hloubka odpružení vrcholu vtisku
$h_{evS}$	[mm]	hloubka zbytkového odpružení vrcholu vtisku z bodu S
$H_{IT}$	[-]	vtisková tvrdost
$HM$	[-]	Martensova tvrdost
$h_{max}$	[mm]	maximální hloubka indentace

$h_p$	[mm]	hloubka na počátku plastické fáze zatěžování
$H_{pl}$	[-]	plastická mikrotvrдость
$h_r$	[mm]	hloubka zbytkového vtisku
$H_{red}$	[-]	redukovaná tvrdost
$h_{rp}$	[mm]	zbytková hloubka vtisku pro válcový indentor
$h_s$	[mm]	hloubka indentace v bodě S
$h_{tep}$	[mm]	přechodová hloubka z oblasti I do oblasti II ve fázi elasticko-plastického zatěžování
$HU$	[-]	univerzální tvrdost
$HV$	[-]	tvrdost podle Vickerse
$h_y$	[mm]	hloubka na mezi kluzu
$ISE$	[-]	Indentation Size Effect, velikostní faktor
$K$	[MPa]	koeficient deformačního zpevnění
$l$	[mm]	délka vtisku po měření tvrdosti podle Knoopa
$L_{01}$	[mm]	počáteční měřená délka krátké tyče
$L_{02}$	[mm]	počáteční měřená délka dlouhé tyče
$L_c$	[mm]	zkoušená délka
$L_{D_0}$	[mm]	průměr sférického indentoru pro výpočet deformace
$L_e$	[mm]	počáteční měřený délka průtahoměru
$L_t$	[mm]	celková délka zkušebního tělesa
$L_u$	[mm]	konečná délka zkušebního tělesa po zkoušce tahem
$n$	[-]	exponent deformačního zpevnění
$P$	[N]	síla
$P_0$	[N]	počáteční zatížení
$P_1$	[N]	zatížení předepsané normou pro měření tvrdosti podle Rockwella
$p_m$	[MPa]	střední napětí mezi indentorem a materiálem
$P_{max}$	[N]	maximální síla
$P_u$	[N]	síla při odlehčování
$P_y$	[N]	síla na mezi kluzu
$R$	[MPa]	smluvní napětí

$R_E$	[MPa]	smluvní napětí na mezi pružnosti
$R_i$	[mm]	poloměr indentoru
$R_m$	[MPa]	smluvní napětí na mezi pevnosti
$R_{p0,2}$	[MPa]	smluvní napětí na mezi kluzu
$R_r$	[mm]	poloměr zbytkového vtisku kolmo k rovině povrchu
$R_{red}$	[mm]	redukovaný poloměr
$R_y$	[MPa]	smluvní napětí na mezi kluzu
$S$	[MPa]	kontaktní tuhost
$s$	[mm]	hloubka charakterizující pile-up, sink-in chování
$S_0$	[mm <sup>2</sup> ]	počáteční průřezová plocha zkoušené délky
$S_A$	[mm <sup>2</sup> ]	aktuální průřezová plocha zkoušené délky
$u$	[mm]	rozměr úhlopříčky vtisku
$v_c$	[mm · s <sup>-1</sup> ]	rychlost posuvu příčnicku
$W_e$	[J]	elastická deformační práce vnikacího procesu
$W_p$	[J]	plastická deformační práce vnikacího procesu
$W_t$	[J]	celková deformační práce vnikacího procesu
$x, y, z$	[-]	osy souřadného systému
$\alpha$	[-]	materiálová konstanta
$\alpha'$	[°]	kombinovaný úhel
$\alpha_i$	[°]	poloviční vrcholový úhel indentoru ve tvaru kužele
$\alpha_r$	[°]	úhel zbytkového vtisku
$\beta$	[-]	korekční koeficient skutečného tvaru indentoru
$\beta$	[°]	úhel mezi rovinou původního povrchu a tečnou k indentoru v místě kontaktu s materiálem
$\Delta L_e$	[mm]	prodloužení měřené průtahoměrem
$\varepsilon$	[-]	poměrná deformace
$\varepsilon_i$	[-]	konstanta charakterizující geometrii indentoru
$\varepsilon_{ind}$	[-]	indentační deformace
$\eta_{IT}$	[%]	vztah $W_e/W_t$ , pružná část práce vnikacího procesu
$\mu$	[-]	součinitel tření

$\nu$	[-]	Poissonova konstanta materiálu vzorku
$\nu_i$	[-]	Poissonova konstanta materiálu indentoru
$\sigma$	[MPa]	skutečné napětí
$\sigma_E$	[MPa]	napětí na mezi pružnosti
$\sigma_{ind}$	[MPa]	indentační napětí
$\sigma_m$	[MPa]	napětí na mezi pevnosti
$\sigma_u$	[MPa]	napětí na mezi úměrnosti
$\sigma_y$	[MPa]	napětí na mezi kluzu
$\varphi$	[-]	skutečná deformace
$\varphi_i$	[°]	úhel charakteristický pro tvar indentoru
$\phi$	[°]	úhel rozevření vtisku

## 1 Úvod

Popis materiálu je dán především jeho strukturou a mechanickými vlastnostmi. Pro stanovení mechanických vlastností se dnes nejčastěji používá zkouška tahem. Tato zkouška je destruktivní. Je zapotřebí výroby zkušební tělesa definovaných rozměrů udávaných normou. Může se tedy stát, že pro malé součásti nebude možno zkušební těleso vyrobit. Zkouška tahem je poměrně časově a finančně náročná záležitost.

Člověk jde vždy cestou nejmenšího odporu, cestou, kdy si chce čas a námahu ušetřit. Proto se v 70. letech 20. století začala vyvíjet nová metoda pro zjišťování materiálových charakteristik – instrumentovaná vnikací zkouška. Předlohou pro zkoušku byly konvenční metody měření tvrdosti. Měření tvrdosti je rychlou a snadnou zkouškou, která také prošla určitým vývojem, což je v této práci postupně vylíčeno. Z počátku konzervativní vědci nebrali zkoušku tvrdosti vážně, neměli k dispozici žádný teoretický základ.

Vnikací zkouška je jednoduchá díky tomu, že není potřeba žádného standardizovaného tělesa, není to destruktivní zkouška a navíc ovlivňuje pouze malý objem materiálu.

Konzultantem diplomové práce Mgr. Maximem Puchninem byl vyvinut přístroj fungující na principu klasické vnikací metody, který dokáže nepřetržitě monitorovat aktuální zatížení a hloubku indentace. Z hodnot zatížení a hloubky indentace lze následně vyjádřit materiálové vlastnosti, na příklad mez kluzu, koeficient a exponent deformačního zpevnění, vtiskový modul pružnosti, tvrdost podle Brinella a vtiskovou tvrdost. Otázkou zůstává, jakým způsobem tyto vlastnosti počítat. Existuje poměrně velké množství analytických metod zpracování naměřených dat instrumentovanou vnikací zkouškou, z nichž některé tato práce uvádí.

Diplomová práce má několik klíčových cílů. Prvním z nich je vyhodnocení struktury a vlastností deformovaného materiálu, což spočívá v nalezení deformované oblasti pod provedeným vtiskem. Proto je zapotřebí vymyslet způsob, jak získat snímky deformované struktury, aniž by tato struktura byla jakkoli ovlivněna vnějším zásahem.

Dalším cílem práce je provést zkoušku tahem a zpracovat naměřená data. Poté z instrumentované vnikací zkoušky vyhodnotit mechanické vlastnosti a provést porovnání hodnot elastické práce, meze kluzu a modulu pružnosti s výsledky ze zkoušky tahem.

## **2 Charakteristika a rozdělení metod měření tvrdosti**

### **2.1 Charakteristika tvrdosti**

Tvrdot je jednou ze základních mechanických vlastností materiálu. Je definována jako odpor proti deformaci povrchu materiálu vyvolané působením cizího tělesa. Nejčastěji se určuje vtláčováním indentoru definovanou silou do povrchu zkoušeného materiálu. Zkouška tvrdosti je velmi rozšířená. Tato zkouška je rychlá a levná, což je v dnešní době ideální kombinací. Výhodou je, že pro toto měření není potřeba žádného speciálního zkušebního tělesa. Tvrdot se může měřit přímo na výrobku, protože se jedná o nedestruktivní zkoušku. Měřením se nepatrně ovlivní pouze malý objem materiálu pod povrchem. Zkouška je vhodná jak pro malé vzorky, tak i pro rozměrné součásti. [1], [2], [3]

### **2.2 Rozdělení metod měření tvrdosti**

Existuje několik hledisek, podle kterých můžeme metody měření tvrdost rozdělit.

#### **2.2.1 Rozdělení podle principu měření**

Podle použitého principu se metody dělí na vrypové, odrazové a vnikací. Vrypové zkoušky hodnotí rozměr vrypu, který byl vytvořen diamantovým tělesem určitého tvaru na vyleštěném povrchu (Martensova zkouška). Při odrazové zkoušce dopadá závaží definovaného tvaru a hmotnosti z určité výšky na povrch zkoušeného materiálu a hodnotí se výška odrazu (Shoreho zkouška). Nejčastějším způsobem měření tvrdosti je vnikací metoda, při níž se do materiálu vtláče vhodný indenter předepsanou silou. Při tomto měření se vyhodnocuje tvar a rozměry vzniklého vtisku, ze kterých se dá poté určit hodnota tvrdosti (Brinellova, Vickersova, Knoopova a Rockwellova zkouška, které jsou popsány níže). [1], [2], [4]

#### **2.2.2 Rozdělení podle rychlosti působení síly**

Dále se metody dělí podle rychlosti působení zatěžující síly. Zkouška statická je typická pro většinu vnikacích metod. Dynamická (rázová) zkouška se vyznačuje proniknutím indentoru rázem vedeným kolmo do měřeného povrchu. Dynamické zkoušky se provádí na příklad pomocí kladívka Poldi nebo Baumanova kladívka. [1], [2], [4]

Měření Poldi kladívkem je založeno na srovnávací metodě. Kladívko s vloženou porovnávací tyčkou se přiloží na zkoušený povrch a úderem na úderník vznikne vtisk jak ve zkoušeném materiálu, tak i v porovnávací tyčce, jejíž tvrdost je známá. Následně se z velikostí obou vtisků pomocí tabulky odečte tvrdost. [1], [2], [4]

Pomocí Baumanova kladívka se vyvolá rázová energie, která vytvoří vtisk pružinou o definované tuhosti. Proto je kulička vtisknuta do materiálu vždy stejnou energií. [1], [2], [4]

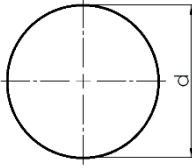
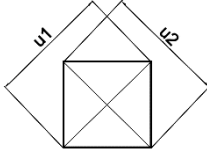
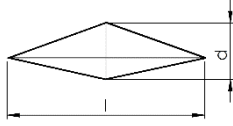
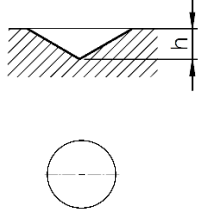
### 2.3 Přehled metod měření tvrdosti

Podle účelu měření rozdělujeme zkoušky makrotvrdosti a mikrotvrdosti. Při zkoušce makrotvrdosti se hodnotí tvrdost materiálu jako celku. Mikrotvrdost, pro kterou se používají velmi malá zatížení, stanovuje lokální vlastnosti. [1], [2], [4]

Zkoušky makrotvrdosti	Statické	Vrypové	Metoda Martens
		Vnikací	Metoda Brinell
			Metoda Vickers
			Metoda Rockwell
	Dynamické	Plastické nárazové	Metoda volným pádem
			Metoda stlačenou pružinou
			Porovnávací metoda
		Elastické odrazové	Metoda volným pádem (Shorova)
			Metoda kyvadlová
Zkoušky mikrotvrdosti	Statické	Vnikací	Metoda Vickerse při zatížení do 4,9 N

Tab. 1: Zkoušky tvrdosti [2]



Zkouška tvrdosti	Indentor	Vtisk	Označení a výpočet tvrdosti
Brinell	kulička		$HB = \frac{0,204 \cdot P}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$
Vickers	pravidelný čtyřboký jehlan $136 \pm 0,5^\circ$		$HV = \frac{0,189 \cdot P}{u^2}$
Knoop	jehlan (protáhlý kosočtverec $130^\circ, 172^\circ 30'$ )		$HK = \frac{14,2 \cdot P}{l^2}$
Rockwell	kužel $120 \pm 0,5^\circ$ kulička		HRC, HRD, HRA, HRN* HRC, HRB, HRF, HRT*

(\* podle klesající velikosti zatěžující síly)

Tab. 2: Základní vnikací metody měření tvrdosti [1]

### 3 Historie měření tvrdosti

#### 3.1 Počátky měření tvrdosti

Již v minulosti se lidé snažili o vyjádření odolnosti materiálu proti deformaci jeho povrchu. Nejstarším způsobem měření tvrdosti je vrypová zkouška (scratch hardness). Tato metoda byla pravděpodobně poprvé vyvinuta v mineralogii pro určení tvrdosti nerostů. Zkouška je velmi jednoduchá. Spočívá ve schopnosti vytvoření vrypu v povrchu materiálu jiným materiálem. Metoda byla založena na základě myšlenky Friedricha Mohse z roku 1822. Mohs vytvořil řadu deseti nerostů, které jsou seřazeny tak, že každý následující je schopen vytvořit vryp do všech předchozích nerostů. Tato řada je nazývána jako Mohsova stupnice tvrdosti, viz Tab. 3. [13], [14]

Mohsova tvrdost	Materiál	Chemický vzorec
1	Mastek	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$
2	Sůl kamenná	$NaCl$
3	Kalcit	$CaCO_3$
4	Kazivec	$CaF_2$
5	Apatit	$Ca_3(PO_4)_2$
6	Živec	$KAlSi_3O_8$
7	Křemen	$SiO_2$
8	Topaz	$Al_2[SiO_4(F, OH)_2]$
9	Korund	$Al_2O_3$
10	Diamant	$C$

Tab. 3: Mohsova stupnice tvrdosti [14]

#### 3.2 Zkoušky tvrdosti před rokem 1950

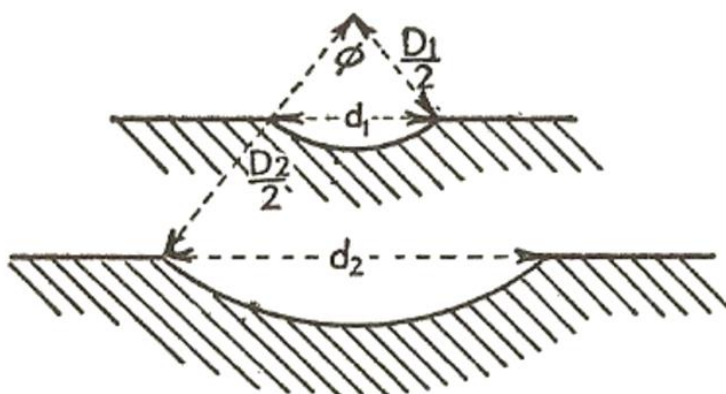
Ačkoliv se mechanické zkoušení tvrdosti na principu vtlačování indentoru do rovinného povrchu používá již více než 150 let, moderní interpretace tvrdosti kovu jako odpor proti deformaci vyvolané tvrdým a tuhým indentorem s definovanou geometrií se objevila až v roce 1900 v práci Johana Augusta Brinella. [5]

### 3.2.1 Zkouška tvrdosti podle Brinella

Zkouška tvrdosti podle Brinella spočívá ve vlačování ocelové kalené a leštěné kuličky kolmo do povrchu zkušebního tělesa po určitou dobu. Poté, co vtisk dosáhne po zhruba 15 až 30 vteřinách rovnovážného stavu, se indentor odlehčí. Následně se změří průměr vtisku. [2], [12]

Hodnota tvrdosti podle Brinella není konstantní. Záleží na velikosti zatěžování a průměru kuličky. Na základě fyzikálních zkušeností můžeme předpokládat, že pro geometricky podobné vtisky bude hodnota tvrdosti stejná. [12]

Pokud bychom měli kuličku o průměru  $D_1$ , která vytvoří vtisk o průměru  $d_1$ , hodnota tvrdosti bude stejná jako pro kuličku s průměrem  $D_2$  a vtisk velikosti  $d_2$ . Toto platí za předpokladu geometrické podobnosti obou vtisků. To znamená, že úhel rozevření vtisku  $\phi$  je stejný pro oba případy, což nastává v případě, že  $d_1/D_1 = d_2/D_2$ . [12]

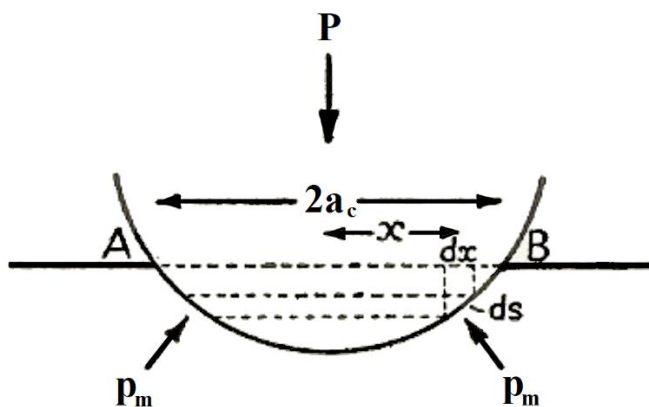


Obr. 1: Geometrická podobnost vtisků vytvořených sférickými indentyry různých průměrů [12]

Tato teoretická analýza však není uspokojivá, jelikož nebere v úvahu reálné zatížení povrchu. Poměr velikosti síly zatížení a zakřivené plochy vtisku se nerovná tlaku působícího na zatěžovaný povrch. [12]

### 3.2.2 Meyerovo pojetí tvrdosti

Předpokladem je, že mezi indentorem a povrchem vtisku je střední napětí  $p_m$ . Pokud se zanedbá tření mezi povrchem a indentorem, napětí by bylo rovno tlaku na povrchu vtisku. Jestliže se však vyjme úsek z poloměru  $x$  o šířce  $ds$ , plocha úseku ležícího na zakřiveném povrchu vtisku je rovna  $2\pi x ds$ . Svislá složka síly je tedy rovna  $p_m 2\pi x dx$ .



Obr. 2: Výpočet průměrného tlaku mezi sférickým indentorem a povrchem vtisku při zanedbání tření na rozhraní; upraveno z [12]

Složka zatěžovací síly ve vodorovném směru, stejně jako výsledná vodorovná síla, je nulová. Výsledná svislá zatěžovací síla je rovna

$$P = \int_0^a p_m 2\pi x dx = p_m \pi a_c^2 \quad (1)$$

kde  $a_c$  je kontaktní poloměr. Můžeme tedy vyjádřit, že střední napětí působící na vtisk je definováno jako

$$p_m = \frac{P}{\pi a_c^2} \quad (2)$$

Střední napětí mezi povrchem indentoru a vtiskem je tedy poměr zatěžovací síly k ploše vtisku pod indentorem. Tento výpočet jako prostředek pro vyjádření tvrdosti poprvé navrhl v roce 1908 Meyer. Výsledná hodnota je označována jako Meyerova tvrdost, tedy

$$\text{Meyerova tvrdost} = \frac{4P}{\pi d^2} \quad (3)$$

Hodnoty tvrdosti jak podle Brinella, tak i podle Meyera jsou vyjádřeny v jednotkách tlaku  $\text{kg/mm}^2$ . Použití zakřivené plochy při zkoušce tvrdosti podle Brinella bylo původně

použito pro kompenzaci účinku mechanického zpevnování, což však představuje pouze další nepřesnosti. Vyjádření Meyerovy tvrdosti je mnohem uspokojivější. [12]

### **3.2.3 Zkouška tvrdosti podle Vickerse**

Zkouška tvrdosti podle Vickerse byla poprvé popsána roku 1922. Tuto zkoušku popsali R. L. Smith a G. E. Sanland. V Evropě je zkouška známa podle tvrdoměru firmy Firth-Vickers. V Americe je však označována jako Diamond Pyramid Hardness test (DPH) podle tvaru používaného indentoru. [2], [5], [7]

Měření tvrdosti podle Vickerse je založeno na stejném principu jako Brinellův test, avšak místo kuličky se do povrchu vtlačuje diamantový leštěný pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem  $136 \pm 0,5^\circ$ . [2], [27]

Výsledkem všech výše uvedených zkoušek je napětí, kdy je v hodnotách HB či HV síla vyjádřena v jednotkách N a plocha v  $\text{mm}^2$ . Přesto se hodnoty tvrdosti mohou uvádět bezrozměrné, jelikož použití jednotky  $\text{N} \cdot \text{mm}^2$  může vést k záměně za pevnost. Proto se v některých případech uvádí tvrdost bezrozměrně s uvedením způsobu měření nebo stupnice. [8]

### **3.2.4 Zkouška tvrdosti podle Rockwella**

Pro stanovení hodnot tvrdosti pomocí výše uvedených metod bylo zapotřebí optické mikroskopie a určitý stupeň dovednosti operátora pro určení rozměrů vtisku po indentaci. Oproti tomu přišel S. P. Rockwell s novou metodou, jenž lze automatizovat a vyžaduje méně kvalifikovanou obsluhu. Tato metoda je jednoduchá pro vyhodnocení, protože nepřesnost geometrie vtisku nemá vliv na hodnotu tvrdosti. Měří se pouze hloubka vtisku. Tuto metodu si Rockwell nechal patentovat v roce 1914. Komerčně byla použita až v roce 1920. [2], [5]

Pro měření tvrdosti podle Rockwella se používají dva typy indentorů – diamantový kužel o vrcholovém úhlu  $120 \pm 0,5^\circ$  s kulovým hrotem o poloměru zakřivení 0,2 mm nebo kalená ocelová kulička. [9]

Existuje několik Rockwellových stupnic, které se vzájemně liší geometrií indentoru a zatížením. Každá stupnice je vhodná pro zkoušení různých druhů materiálů s určitým rozsahem hodnot tvrdosti. Pro měkké materiály se jako vnikací těleso používá kulička, naopak kužel pro tvrdé materiály. Na příklad Rockwellova stupnice C se používá pro měření tepelně zpracovaných ocelí. Značení tvrdosti, typ indentoru a velikosti zatěžujících sil lze vidět v Tab. 4. [5], [27]

Označení	Tvar indentoru	Zatížení [N]		
		P <sub>0</sub>	P <sub>1</sub>	P <sub>0</sub> + P <sub>1</sub>
HRA	Kužel	98	490	588
HRC	Kužel	98	1373	1471
HRB	Kulička	98	883	981
HRN	Kužel	29,4	117,7	147,1
HRT	Kulička	29,4	268,4	297,8
			419,9	449,3

Tab. 4: Přehled značení tvrdosti podle Rockwella [10]

### 3.2.5 Zkoušky tvrdosti v praxi

Metody měření podle Brinella, Vickerse a Rockwella byly široce používány v hutním a strojírenském průmyslu na počátku 20. století jako nástroj pro měření kvality a specifikaci mechanických vlastností kovových součástí. Rychlá a rozsáhlá adaptace měření tvrdosti v průmyslu je spojena s rozvojem masové výroby. Vyskytla se možnost průběžně sledovat hodnoty tvrdosti při tepelném zpracování a tváření ocelí a neželezných kovů, které mají neustále rostoucí uplatnění v automobilovém, leteckém a zbrojním průmyslu. Především zbrojní průmysl byl ovlivněn Brinellovou metodou během první světové války. Indentační test se uplatnil díky své jednoduchosti a rychlosti ve srovnání se zkouškou tahem, která je náročná na výrobu zkušebního tělesa. [5], [10]

Zájem o indentační zkoušky pro průmyslové využití byl opravdu veliký, což dokazuje množství knih vydané na toto téma v letech 1930 až 1950. Nevýznamnějšími autory byli O'Neill, Lea, Späth, Williams a Lysaght. Všechny knihy poskytují komplexní praktické rady pro provedení různých metod. Vzájemně se však od sebe liší výkladem fyzikální podstaty indentační zkoušky. [5]

### 3.2.6 Vědecký postoj k tvrdosti před rokem 1950

Přestože bylo sepsáno mnoho prací věnované tvrdosti (O'Neill více než 400 publikací, Williams více než 1800 publikací), byl velký zmatek v tom, kterou z metod pro měření tvrdosti používat. Williams popsal celou řadu různých metod pro určení tvrdosti, včetně zkoušky založené na vnikání (indentaci), poškrábání (scratching test), odrazu, obrobitelnosti a zkoušky odvíjející se z vlastností materiálu jako mez kluzu, magnetické a elektrické vlastnosti. [5]

Dr. L. B. Tuckerman z amerického Národního ústavu pro normalizaci a technologii (National Institute of Standards and Technology, dříve National Bureau of Standards) v roce 1925 poznamenal, že tvrdost je nejasně smyšlený shluk vlastností materiálu. Tento názor reprodukoval i Lysaght v roce 1949. Je však třeba si uvědomit, že v této době bylo vědecké porozumění pevnostních charakteristik na velmi nízké úrovni. Teprve v roce 1920 Griffith objasnil základy mechanického lomu a roku 1934 popsali Orowan, Polanyi a Taylor existenci dislokací. Moderní pojetí plastické deformace a lomu a jejich vzájemný vztah s mikrostrukturou materiálu se objevuje až po roce 1950. [5]

Ačkoli se obecně všichni shodli na tom, že indentační zkouška, zejména Brinellova, je velmi užitečná pro praktické využití v průmyslu, neexistovala shoda o tom, co se vlastně pomocí indentace měří. Byly zjišťovány empirické korelace pro čisté kovy mezi tvrdostí a modulem objemové pružnosti, absolutním bodem tavení a koeficientem tepelné roztažnosti. Přestože korelace s některými mechanickými vlastnostmi jako mez kluzu, mez pevnosti v tahu a mez únavy byly již známy, teoretický výklad korelace s některými z těchto vlastností nebyl popsán. H. O'Neill v roce 1934 ve své knize napsal: „*V říši tvrdosti praxe předstihla teorii.*“ [5], [11]

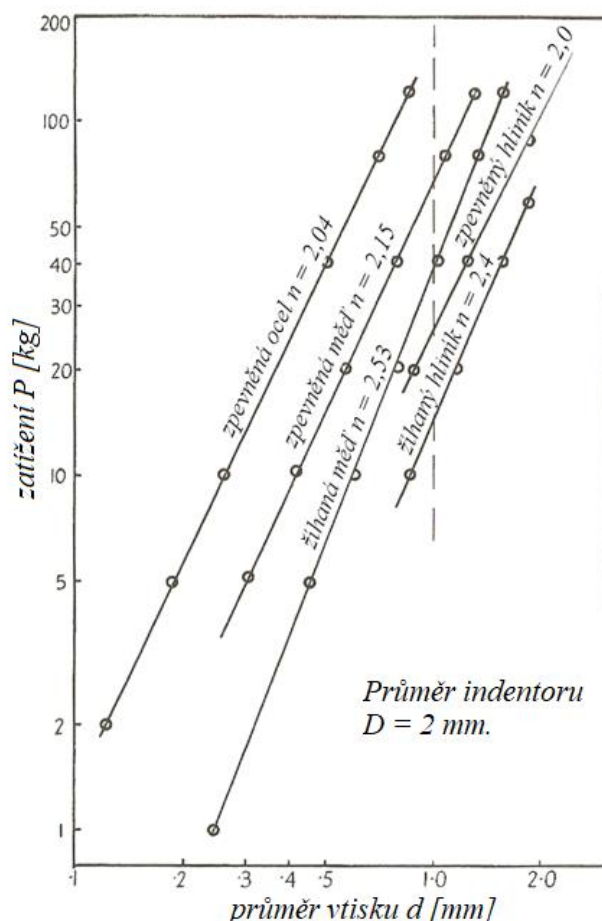
### 3.2.7 Meyerův zákon

Navzdory nedostatku porozumění principu mechanismů v mikrostruktuře při zpevnování kovů se objevila myšlenka, že proces vlačování indentoru do povrchu zkoušeného tělesa způsobuje lokální zpevnění materiálu pod povrchem. Práce Meyera byla významná a velmi vyzdvihována ostatními. O'Neill jeho práci reprezentoval jako jednu z nejdůležitějších publikací týkající se tématu tvrdosti.

Meyer z experimentu měření sférickým indentorem na různých kovech odvodil, že průměr vtisku  $d$  je po odlehčení úměrný síle  $P$ , která na něj působila, dle vztahu

$$P = k \cdot d^n \quad , \quad (4)$$

kde  $k$  je konstanta úměrnosti. Exponent  $n$ , známý jako Meyerův index, je závislý na zpevnění kovu a nezávislý na velikosti indentoru. Hodnota exponentu  $n$  je větší než 2, obvykle se nachází na intervalu mezi 2 a 2,5. Pro materiál s nulovou kapacitou pro zpevňování (plně zpevněný materiál) je  $n = 2$ . Kovy, které nejsou nijak zpevněné, jsou tedy plně vyžíhané, mají exponent  $n$  blízký se hodnotě 2,5. [5], [12]



Obr. 3: Závislost zatěžovací síly na průměru vtisku vytvořeného sférickým indentorem v logaritmických souřadnicích pro materiály: zpevněná ocel, zpevněná měď, žíhaná měď, zpevněný hliník, žíhaný hliník; upraveno z [12]

Závislost  $P = k \cdot d^n$  pro různé materiály ukazuje Obr. 3. Směrnice křivky závislosti je rovna Meyerovu indexu. Můžeme vidět, že pro zpevněné materiály je exponent  $n$  přibližně roven hodnotě 2. Žíhané materiály se blíží 2,5, některé tuto hodnotu dokonce přesahují. Za povšimnutí stojí to, že pro průměr vtisku  $d = 1$  mm je hodnota síly  $P$  rovna konstantě  $k$ . Tento stav naznačuje čárkovaná čára v grafu na Obr. 3. [12]



Meyer také pomocí experimentů zjistil, že hodnota  $n$  je v podstatě nezávislá na průměru indentoru, avšak hodnota  $k$  klesá s rostoucím průměrem kuličky tak, že pro různé průměry  $D_i$  kuličky platí

$$A = k_1 \cdot D_1^{n-2} = k_2 \cdot D_2^{n-2} = k_3 \cdot D_3^{n-2} \quad , \quad (5)$$

kde  $A$  je konstanta. Nejobecnější vztah, který zahrnuje průměr indentoru i vtisku, je

$$P = \frac{Ad_1^n}{D_1^{n-2}} = \frac{Ad_2^n}{D_2^{n-2}} = \frac{Ad_3^n}{D_3^{n-2}} = \dots \quad . \quad (6)$$

Rovnici můžeme přepsat na tvar

$$\frac{P}{d^2} = A \left( \frac{d}{D} \right)^{n-2} \quad . \quad (7)$$

Toto chování znamená, že pro  $n > 2$  je střední napětí působící během indentace definováno rovnicí (3). Střední napětí se mění s průměrem indentoru a velikostí zatěžující síly. Rovnici (6) můžeme také napsat ve tvaru

$$\frac{P}{D^2} = A \left( \frac{d}{D} \right)^n \quad . \quad (8)$$

Pokud je poměr  $P/D^2$  konstantní, znamená to, že vtisky budou geometricky podobné (budou mít stejný poměr  $d/D$ ). Při použití indentoru o průměru 10 mm a zatěžovací síle 3000 kg bude vtisk geometricky podobný vtisku způsobenému indentorem o velikosti 5 mm a síle 750 kg, stejně jako vtisku s kuličkou 1 mm a silou 30 kg. [12]

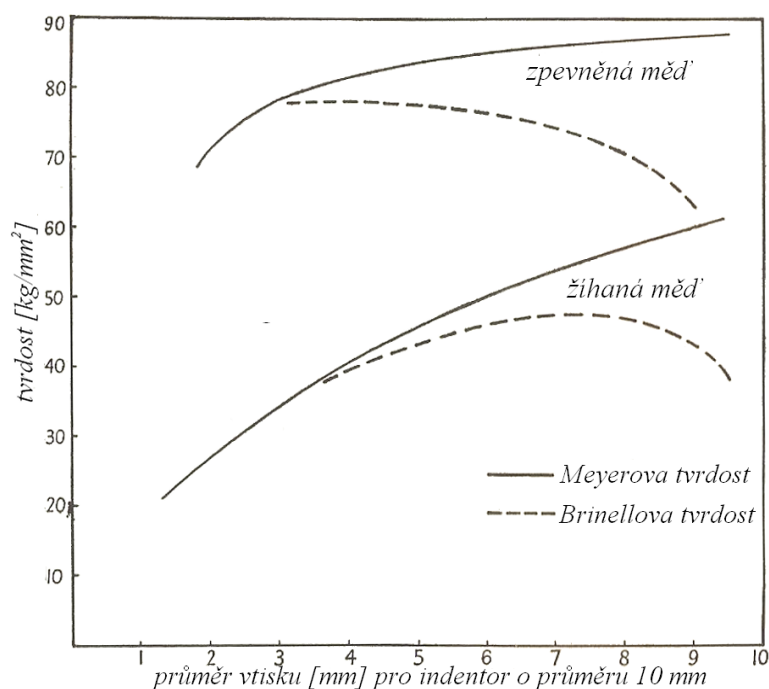
Vztahy popsané rovnicemi (4) a (5) jsou běžně známy jako Meyerovy zákony.

### 3.2.8 Srovnání Brinellovy a Meyerovy tvrdosti

Pro srovnání průběhu hodnot tvrdosti podle Brinella a Meyerovy tvrdosti použil D. Tabor vzorky zpevněné a žíhané mědi. Do grafu vynesl hodnoty tvrdosti v jednotkách  $\text{kg}/\text{mm}^2$  v závislosti na průměru vtisku v mm vytvořeného kuličkovým indentorem o průměru 10 mm, viz Obr. 4.

Z diagramu je patrné, že průběh Meyerovy tvrdosti leží na rostoucí monotónní křivce. Meyerova tvrdost roste se zvětšujícím se zatížením, roste tedy i tlak a velikost vtisku. Toto chování je způsobeno mechanickým zpevněním kovu v průběhu indentace. Průběh Brinellovy tvrdosti z počátku roste, avšak při vyšším zatížení náhle klesá. To by odpovídalo stavu, kdy se kov méně zpevňuje při vyšších zatíženích než při nižších, což však nekoresponduje s reálným chováním materiálu. [12]

Je tedy zřejmé, že Meyerova tvrdost má lepší fyzikální základ pro měření indentační tvrdosti než Brinellova interpretace.



Obr. 4: Porovnání průběhu Brinellovy a Meyerovy tvrdosti; upraveno z [12]

### 3.2.9 Pozice zkoušky tvrdosti před rokem 1950

Indentační zkouška byla v první polovině 20. století velmi používána, uznána v národních normalizačních ústavech a schopna dosažení opakovatelných a přesných výsledků majících praktický význam. Avšak dostupnost empirických dat a vznik určitého ohlasu nepřevážily nízké pochopení teoretických základů tvrdosti a jejích korelací. Vědecké špičky proto neuznávali indentační zkoušku a její interpretaci z důvodu chybějícího teoretického výkladu. [5]

### 3.3 Zkoušky tvrdosti po roce 1950

V roce 1951 publikoval David Tabor krátkou knihu *The Hardness of Metals* (Tvrdost kovů). Tato kniha měla významný vliv na vědecký rozvoj vnikací zkoušky. *The Hardness of Metals* byla mezi lety 1970 až 2007 citována celkem 1592 krát, což svědčí o jejím významu.

David Tabor se narodil v Londýně roku 1913 rodičům, kteří emigrovali z Ruska. Vystudoval University of London (Imperial College). Od roku 1936 se zabýval vzájemným působením kontaktních povrchů při jejich vzájemném pohybu, procesy tření a opotřebení. Pro tento vědní obor Tabor navrhl název tribofyzika. Tabor je jedním ze zakladatelů vědy tribologie. Byl známý pro přínos v porozumění tření a mezního mazání. Se svým kolegou Philipem Bowdenem formuloval teorii adhezního tření. [5], [15]

První Taborova publikace, která byla primárně soustředěna na tvrdost, se nazývá *Jednoduchá teorie statické a dynamické tvrdosti* (A simple theory of static and dynamic hardness) vydaná roku 1948. Taborův zájem o tvrdost vznikl již v jeho dřívějším výzkumu skutečného kontaktního povrchu mezi pevnými látkami. Ve výzkumu vytvořil model plastické deformace drsností povrchů za předpokladu konstantně působícího napětí při kontaktu. Tento model experimentálně vyzkoušel na zkřížených válciích z oceli a stříbra. Využil zavedené koncepce indentace konstantním tlakem. Jeho objev nespočíval v analýze tvrdosti, ale v porozumění faktorů, které ovlivňují skutečnou kontaktní plochu. [5]

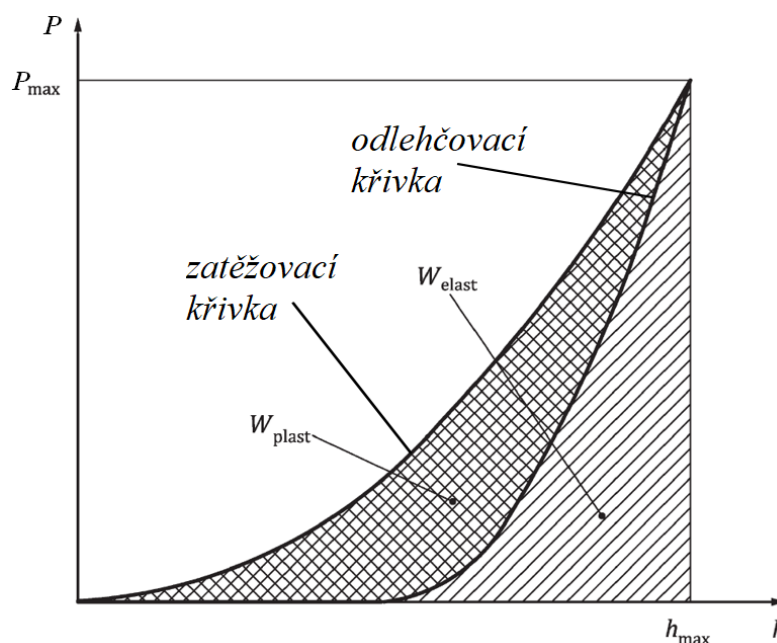
Taborova kniha *The Hardness of Metals* poskytuje podkladové materiály o plasticitě, pevnosti materiálu a také experimentální důkazy, které potvrzují teorii indentace. Schopnost predikce materiálových vlastností pomocí indentační zkoušky byla jedna ze základních teorií D. Tabora. Mechanické vlastnosti materiálu bylo v té době možno určit pouze tahovou zkouškou. [5]

#### 4 Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti (DSI)

V šedesátých letech 20. století se začínaly využívat metody nanášení tenkých vrstev pro úpravu povrchových vlastností nástrojů. Požadavkem bylo vytvořit novou měřicí techniku, která by dokázala určit mechanické vlastnosti tenkých vrstev. [17]

V té době byla k dispozici zkouška mikrotvrdosti, kterou však nebylo možno použít, protože měřicí přístroj nebyl způsobilý k tomu vytvořit malé zatížení, které by postihovalo pouze tenkou vrstvu bez substrátu. Bylo potřeba, aby celková hloubka vtisku byla rovna 10 % z celkové hloubky vrstvy. Pokud se podařilo vytvořit vtisk dle požadavku, klasické optické mikroskopy nebyly schopny změřit jeho rozměry. Takto malý vtisk lze měřit na elektronovém mikroskopu, což je však poměrně zdlouhavé a pracné. Proto byla snaha vyvinout novou, jednodušší metodu pro určení mechanických vlastností. [16]

Metoda DSI (Depth Sensing Indentation) se v českém jazyce nazývá Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti. Někdy bývá v literatuře označována jako IIT (Instrumented Indentation Testing). Tato metoda začala být vyvíjena v 70. letech 20. století vědci Bulychovem a Alekinem. Na počátku osmdesátých let vylepšili Oliver a Pharr metodiku, analýzu a shromažďování dat. [16]



Obr. 5: Indentační křivka – plastická a elastická část práce vnikacího procesu;

upraveno z [23]

DSI patří mezi nedestruktivní metody. Princip DSI je stejný jako u konvenčních vnikacích metod měření tvrdosti. Odlišuje se vyhodnocováním a řízeným odlehčováním indentoru. Základním kamenem metody je přístroj, který umí vyhodnotit okamžitou změnu hloubky průniku indentoru do měřeného povrchu v závislosti na nárůstu nebo poklesu zatěžování v průběhu celého procesu zatěžování nebo odlehčování. Dokáže tedy nepřetržitě monitorovat zatížení a hloubku vtisku. Přístroj, který díky připojenému počítači tato data zaznamenává a ukládá, dokáže v průběhu měření vykreslovat grafickou závislost zatížení na hloubce vtisku. Grafická závislost zatížení – hloubka vtisku se nazývá indentační křivka, viz Obr. 5. Přístroj s připojeným softwarem kromě indentačních křivek umí vyhodnotit i některé materiálové charakteristiky. [16]

#### 4.1 Stanovení tvrdosti a modulu pružnosti

Hodnota tvrdosti je obecně definována jako poměr maximální zatěžovací síly  $P_{max}$  a zbytkové kontaktní (styčné) plochy  $A$ , tedy

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad . \quad (9)$$

Při použití Vickersova indentoru je hodnota tvrdosti počítána jako

$$HV = \frac{P_{max}}{A} = \frac{1}{g} \cdot \frac{2 \cdot P_{max} \cdot \sin \alpha_i}{d^2} \quad , \text{ kde} \quad (10)$$

$g$  je gravitační zrychlení,  $\alpha_i = 68^\circ$ , což je poloviční úhel svírající protilehlé strany indentoru,  $d$  aritmetický průměr ze dvou měření velikosti úhlopříček na sebe kolmých. [16]

Instrumentovanou indentační zkouškou lze určit tvrdost jako funkci okamžité hloubky vtisku. Takto se definuje Martensova tvrdost  $HM$ , která je často nazývána jako univerzální tvrdost  $HU$ . Pro Vickersův indentor platí vztah

$$HM = \frac{P}{A(h)} = \frac{P}{26,43 \cdot h^2} \quad . \quad (11)$$

Martensova tvrdost je funkcí hloubky vtisku  $HM = f(h)$ , zatímco univerzální tvrdost  $HU$  je definována jako tvrdost při maximálním zatížení a tomu odpovídající maximální hloubce, viz (12).

$$HU = \frac{P_{max}}{A} = \frac{P_{max}}{26,43 \cdot h_{max}^2} \quad . \quad (12)$$

Univerzální tvrdost zahrnuje elastickou i plastickou odezvu materiálu na působící zatížení. Proto se zvlášť definuje plastická tvrdost, která popisuje plastickou deformaci materiálu a lze ji vyjádřit jako

$$H_{pl} = \frac{P_{max}}{A} = \frac{P_{max}}{26,43 \cdot h_p^2}, \text{ kde} \quad (13)$$

$h_p$  je průsečík osy hloubky vtisku s tečnou k odlehčovací křivce v bodě  $P_{max}$ .  $h_p$  je definováno vztahem

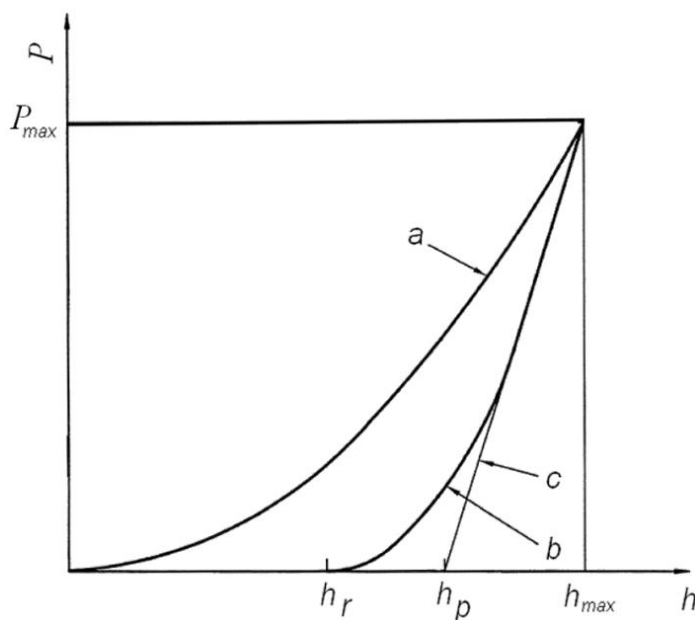
$$h_p = h_{max} - \frac{P_{max}}{dP/dh}, \text{ kde} \quad (14)$$

$h_{max}$  je maximální hloubka vtisku při maximální zatěžovací síle  $F_{max}$ .

Mnohem častěji se používá vtisková tvrdost  $H_{IT}$ , která stejně jako  $H_{pl}$  odpovídá míře odporu k trvalé deformaci.

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A_p} = \frac{P_{max}}{24,50 \cdot h_p^2}, \text{ kde} \quad (15)$$

$A_p$  je průmět kontaktní plochy indentoru ve vzdálenosti  $h_p$  od hrotu,  $h_p$  značí plastickou hloubku po odlehčení zatížení. [16]



Obr. 6: Schématický průběh indentační křivky: a) zatěžovací křivka; b) odlehčovací křivka; c) tečna ke křivce b v  $P_{max}$ ; upraveno z [16]

Pro kontaktní hloubku platí vztah

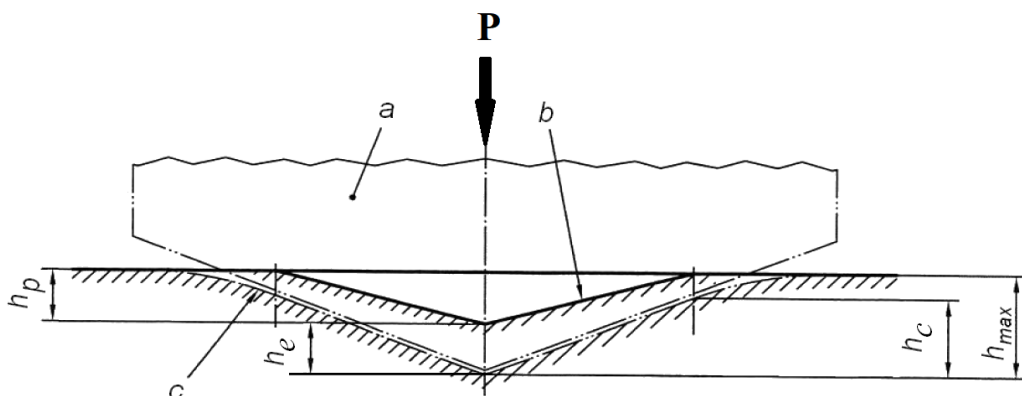
$$h_c = h_{max} - \varepsilon_i \cdot \frac{P_{max}}{dP/dh} = h_{max} - \varepsilon_i \cdot (h_{max} - h_r) \quad , \text{kde} \quad (16)$$

$\varepsilon_i$  je konstanta charakterizující geometrii použitého indentoru,  $h_r$  hloubku zbytkového vtisku. [16]

Pro válcový (plochý) indentor platí  $\varepsilon = 1$ ,  $h_r$  je tedy speciálním případem  $h_p$ . V případě rotačního paraboloidu, včetně koule, a Vickersova indentoru je  $\varepsilon = 3/4$ , pro kuželový indentor platí  $\varepsilon = 0,73$ . [16]

Průběh indentační křivky začíná vtačováním indentoru do povrchu, přičemž se logicky současně zvyšuje zatěžovací síla a okamžitá hloubka vtisku. Tato křivka se nazývá zatěžovací a na Obr. 6 je označena písmenem *a*. Následuje odlehčovací křivka označená *b*. Síla i okamžitá hloubka klesá. Odlehčovací křivka končí v souřadnicích [ $P = 0$ ;  $h = h_r$ ].  $h_r$  je redukovaná (fiktivní) hloubka vtisku, jak již bylo uvedeno výše. Pokud se sestrojí tečna k odlehčovací křivce v bodě  $P_{max}$ , protne osu hloubky vtisku v bodě  $h_p$ . Hloubka  $h_p$  značí plastickou hloubku po odlehčení zatížení. Tečna ke křivce má označení *c*.

Pro lepší pochopení výše uvedených vzorců a indentační křivky je na Obr. 7 znázorněn příčný řez vtisku při působení Vickersova indentoru.



Obr. 7: Schématické znázornění příčného řezu vtisku v případě materiálu „sink-in“:  
a) indentor; b) povrch plastického vtisku ve zkoumaném povrchu; c) povrch zkušebního tělesa při maximální hloubce vtisku a maximálním zkušebním zatížení; upraveno z [16]

Metodou DSI lze získat nejenom okamžitou hloubku vtisku, ale i vtiskový neboli indentační modul. Vtiskový modul je roven elastickému (Youngovu) modulu pouze v ideálním případě. Materiál nevykazuje jednotnou odezvu v průběhu indentace (pile-up, sink-in). Ve výpočtech není tato odezva zahrnuta, proto nelze oba moduly považovat za identické. Vtiskový modul lze určit ze sklonu křivky odlehčení, platí tedy

$$S = \frac{dP}{dh} = 2 \cdot h \cdot E_{red} \cdot \sqrt{\frac{A_p}{\pi}} \quad (17)$$

$S$  značí kontaktní tuhost (sklon křivky),  $E_{red}$  kombinovaný (redukovaný) modul.  $E_{red}$  kombinuje moduly indentoru a zkoumaného materiálu a je definovaný rovnicí

$$\frac{1}{E_{red}} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad , \text{ kde} \quad (18)$$

členy s indexem  $i$  platí pro indentor a členy bez indexu pro měřený materiál. Rovnice (18) byla odvozena za předpokladu, že se indentor a zkušební těleso chovají jako dvě sériově spojené pružiny. [16], [30]

Pokud se z rovnice (17) vyjádří kombinovaný (redukovaný) modul  $E_{red}$ , mění se na tvar

$$E_{red} = \frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \sqrt{A_p}} = \frac{S}{2 \cdot a_c} \quad , \text{ kde} \quad (19)$$

$a_c$  značí kontaktní poloměr.

Vtiskový modul  $E_{IT\ ISO}$  je dle norem a standardů určen vzorcem

$$E_{IT\ ISO} = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_{red}} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (20)$$

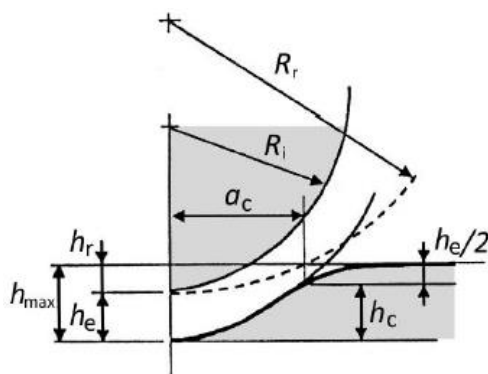
Tento vzorec však není korektní, pokud před měření nezní známo Poissonovo číslo  $\nu$  materiálu. Správný vzorec pro výpočet vtiskového modulu, který vyhovuje definici, je roven

$$E_{IT\ ISO} = \frac{1}{\frac{1}{E_{red}} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad \cdot [16], [30] \quad (21)$$



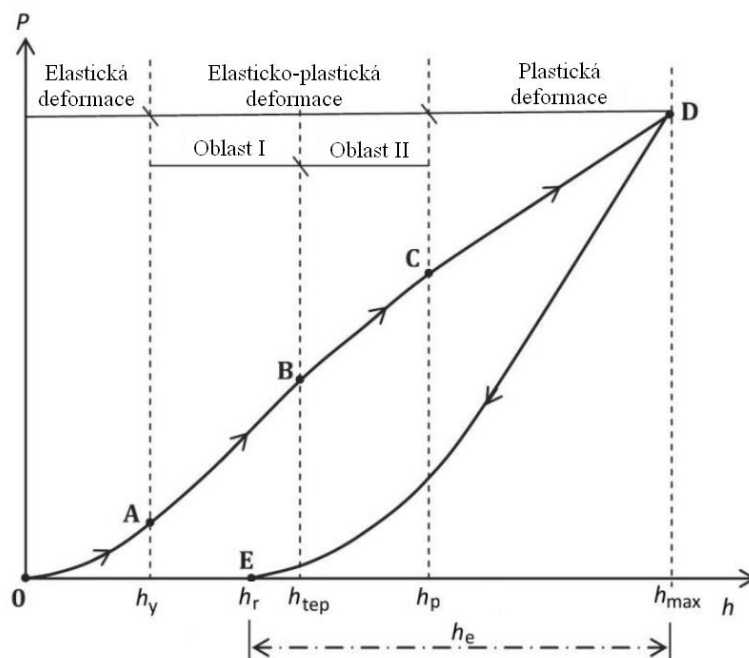
## 4.2 Sfěrický indentor

Na rozdíl od jiných indentorů má sfěrický indentor výhodu v tom, že u něj nedochází k plastické deformaci v důsledku přítomnosti hran. Použitím sfěrického indentoru se vykresluje indentační křivka určitého tvaru, ze které lze vyčíst vlastnosti zkoumaného materiálu. Na Obr. 8 je znázorněno schéma indentace sfěrickým indentorem. Poloměr indentoru je označen  $R_i$ .  $R_r$  značí poloměr zbytkového vtisku.



Obr. 8: Schéma indentace sfěrickým indentorem; upraveno z [18]

Zatěžovací křivka z procesu indentace pomocí sfěrického indentoru se rozděluje na tři fáze deformace, jak je zobrazeno na Obr. 9.



Obr. 9: Indentační křivka při použití sfěrického indentoru, závislost síly na hloubce indentace; upraveno z [19]

Výše uvedenou indentační křivku definovali Akuro Big-Alabo, Philip Harrison a Matthew P. Cartmell působící na univerzitách v Glasgow a Sheffieldu. Tito vědci rozdělili problematickou elasticko-plastickou část křivky na dvě oblasti. Tím se zjednodušil výpočet, avšak experimentálně se zjistilo, že model není zcela přesný. [19]

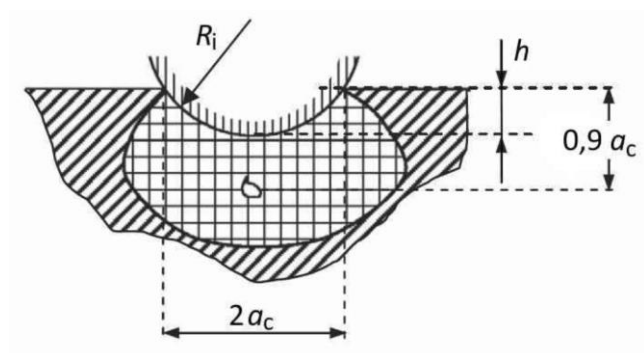
#### 4.2.1 Popis indentační křivky

##### *Elastická deformace*

Na počátku zatěžování dochází k elastické deformaci, kdy se materiál dokáže ještě vrátit zpět do svého původního tvaru. Popis této fáze vychází z Hertzovy kontaktní teorie. Elastická fáze končí dosažením meze kluzu - bodu A na Obr. 9, který odpovídá hloubce  $h_y$ , hloubce na mezi kluzu.

Bod A je určen středním napětím mezi kontaktními plochami indentoru a zkoušeného materiálu. Tato hodnota je definována jako  $1,1 \sigma_y$ , kde  $\sigma_y$  je smluvní napětí na mezi kluzu materiálu. Při dosažení tohoto zatížení se pod vtiskem začíná vytvářet plasticky deformovaná zóna, viz Obr. 10.

Jelikož se postupně zvětšuje kontaktní plocha indentoru s materiálem, křivka této fáze není lineární.



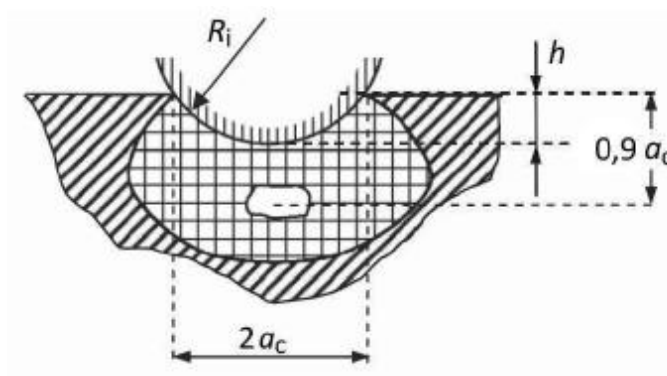
Obr. 10: Velikost plastické zóny pod vtiskem – dosažení meze kluzu; upraveno z [19]

### Elasticko-plastická deformace

Ve druhé fázi se již uplatňuje zároveň i plastická deformace. Tato fáze se nazývá elasticko-plastická deformace, kterou dále rozdělujeme na dvě oblasti. Oblasti jsou od sebe odděleny bodem B, který odpovídá přechodové hloubce  $h_{tep}$ .

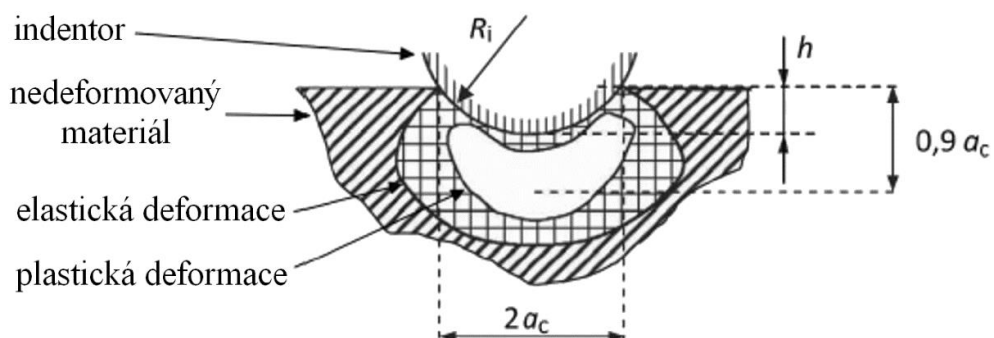
Oblast I počíná dosažením meze kluzu a končí přechodovou hloubkou  $h_{tep}$ . Křivka oblasti I má nelineární průběh. Podíl elasticky deformovaného materiálu převyšuje podíl plasticky deformovaného materiálu. Velikost plastické zóny zobrazuje Obr. 11.

Experimentálně bylo zjištěno, že k vyrovnání podílů elasticky a plasticky deformovatelného materiálu dochází v okamžiku, kdy je střední napětí na kontaktní ploše rovno  $1,95 \sigma_y$ . Tato hodnota je přímo uprostřed mezi mezí kluzu a mezí, kdy je kontakt čistě plastický. Pro čistě plastický kontakt platí  $2,8 \sigma_y$ .



Obr. 11: Velikost plastické zóny pod vtiskem – oblast I elasticko-plastické deformace;  
upraveno z [19]

Oblast II navazuje na oblast I a končí hloubkou  $h_p$ . V hloubce  $h_p$  se plasticky deformovaná oblast materiálu přiblíží na rozhraní kontaktu s indentorem. Podíl plasticky deformovatelného materiálu je srovnatelný, někdy i větší oproti podílu elasticky deformovatelného materiálu, viz Obr. 12. Oblast II se vyznačuje lineárním průběhem na křivce indentace.



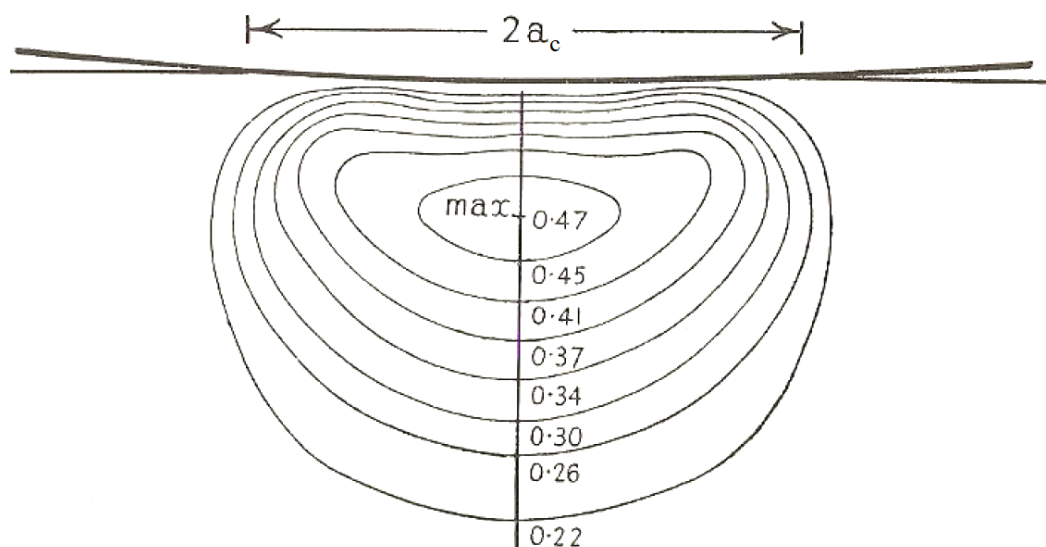
Obr. 12: Velikost plastické zóny pod vtiskem – oblast II elasticko-plastické deformace;  
upraveno z [19]

### *Plastická deformace*

Třetí fáze je plně plastická deformace. Fáze začíná dosažením hloubky  $h_r$ . Plastická deformace nastane dotykem plasticky deformovaného materiálu s indentorem, respektive šířením plasticky deformovaného materiálu až na povrch zkoušeného materiálu. Začátek plastické deformace odpovídá střednímu napětí na kontaktní ploše o hodnotě  $2,8 \sigma_y$ .

#### 4.2.2 Popis plastické zóny dle Tabora

Jiným způsobem došel ke stejnému závěru D. Tabor, který vycházel z výzkumu R. M. Daviese z roku 1949. Pro výpočet byla použita Trescova a Huber-Misesova podmínka plasticity. Bylo zjištěno, že místo dosažení podmínky plasticity, tedy místo s nejvyšší hodnotou smykového napětí, se vyskytuje uprostřed vtisku ve vzdálenosti přibližně  $0,5 a_c$  pod povrchem. [12]



Obr. 13: Elastická deformace zobrazující maximální smykové napětí v materiálu pod vtiskem; upraveno z [12]

Hodnota smykového napětí závisí na Poissonově čísle. Pro materiály, které mají Poissonovo číslo rovno přibližně 0,3, je hodnota smykového napětí rovna  $0,47 p_m$ , kde  $p_m$  je střední napětí mezi indentorem a materiálem. [12]

Dle podmínky plasticity podle Tresca a Huber-Misese platí, že plastická deformace nastane, pokud se střední napětí rovná polovině meze kluzu

$$p_m = 0,5 \sigma_y.$$

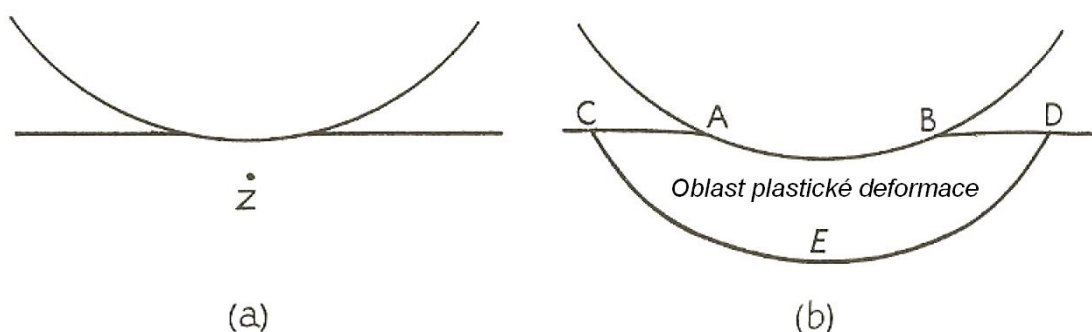
Na příklad pokud se pro materiály s Poissonovým číslem 0,3 vloží hodnota smykového napětí  $0,47 p_m$  do výše uvedené rovnice, vznikne

$$0,47 p_m = 0,5 \sigma_y,$$

což je rovnice odpovídající podmínce pro vznik plastické deformace. Pokud se z rovnice vyjádří  $p_m$ , vyjde hodnota uvedená již výše při popisu elastické fáze

$$p_m \approx 1,1 \sigma_y.$$

Pokud je hodnota středního napětí vyšší než  $1,1 \sigma_y$ , dochází v oblasti  $Z$  k plastické deformaci. Zbytek materiálu je elasticky deformován, takže při odstranění zatížení je množství zbytkové deformace velmi malé.



Obr. 14: Plastická deformace ideálně plastického materiálu: (a) počátek lokalizace v oblasti  $Z$  za podmínky  $p_m = 1,1 \sigma_y$ ; (b) pozdější fáze, kdy se celý materiál plasticky deformuje; upraveno z [12]

### 4.3 Analytické metody zpracování indentačních dat

#### 4.3.1 Pyramidový indenter – Berkovičův indenter

Oliver a Pharr pro experimenty používali primárně Berkovičův (pyramidový) indenter, nicméně jejich metodu lze použít i pro ostatní indentory.

Pro Berkovičův indenter platí vztah mezi projekční plochou  $A_p$  a kontaktní hloubkou vtisku  $h_c$  vztah

$$A_p = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2 \varphi \quad (22)$$

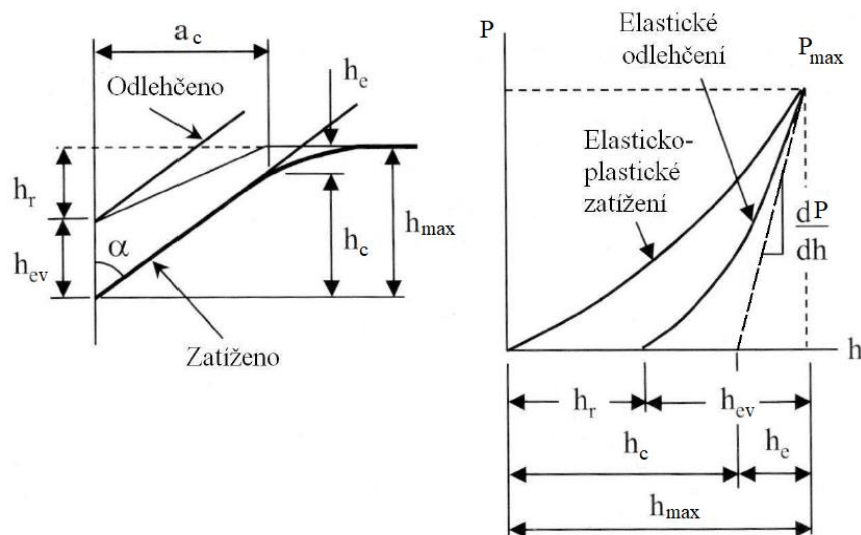
Z důvodu nesymetrického tvaru pyramidového indentoru se geometrie převádí na kuželové indentory – osově symetrické. Poloviční vrcholový úhel  $\alpha_i$  modelového kužele má stejný poměr  $A_p$  ku  $h_c$  jako Berkovičův indenter.

$$\tan \alpha_i = \left( \frac{3 \cdot \sqrt{3} \cdot \tan^2 \varphi}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (23)$$

Za předpokladu, že při odlehčování dochází k čistě elastické deformaci, platí

$$P = \frac{2}{\pi} \cdot E_{red} \cdot h_{ev}^2 \cdot \tan \alpha' \quad (24)$$

$\alpha'$  je kombinovaný úhel a je roven  $\alpha' = 90^\circ - \alpha_r - \alpha_i$ , kde  $\alpha_r$  je úhel zbytkového vtisku. Vzhledem k tomu, že hodnoty  $\alpha'$  jsou poměrně velké, lze zanedbat přemístění materiálu v radiálním směru, ve směru od osy kužele. [16]



Obr. 15: vlevo: Schematické znázornění povrchu vzorku a kuželového indentoru při plném zatížení a odlehčení; vpravo: indentační křivka pro elasticko-plastické zatěžování a elastické odlehčení; upraveno z [16]

Pokud se indentor odlehčí, jeho hrot se posune o vzdálenost  $h_{ev}$  a kraj kruhového kontaktu s povrchem vzorku se posune o vzdálenost  $h_e$ . Porovnáním vztahů pro výpočet  $h_{ev}$  a  $h_e$  vznikne vztah

$$h_e = \left( \frac{\pi - 2}{\pi} \right) \cdot h_{ev} . \quad (25)$$

Zároveň také platí

$$h_{max} = h_c + h_e . \quad (26)$$

#### 4.3.2 Metoda podle Olivera a Pharra – multibodová

Oliver a Pharr se zaměřili na velikost sklonu tečny k počátku odlehčovací křivky. Místem, kde tato tečna protne osu  $x$ , je kontaktní hloubka  $h_p$ . Derivací rovnice (24) se získá sklon tečny

$$P = \frac{1}{2} \cdot \frac{dP}{dh} \cdot h_e . \quad (27)$$

Dosazením rovnice (25) do rovnice (27) vznikne vztah pro hloubku  $h_e$

$$h_e = \left[ \frac{2 \cdot (\pi - 2)}{\pi} \right] \cdot \frac{P_{max}}{dP/dh} . \quad (28)$$

Hodnota v hranaté závorce závisí na geometrii použitého indentoru a značí se  $\varepsilon$ . Vztah pro výpočet kontaktní hloubky po dosazení do rovnice  $h_{max} = h_c + h_e$  je

$$h_c = h_{max} - \varepsilon_i \cdot \frac{P_{max}}{dP/dh} . \quad (29)$$

Experimentální výsledky Olivera a Pharra prokázaly, že pro kuželový indentor je geometrická konstanta  $\varepsilon_i = 0,75$ .

Kombinovaný modul pružnosti se získá z vyjádření  $h_e$  a rovnice (27)

$$E_{red} = \frac{dP}{dh} \cdot \frac{1}{2a_c} = \frac{1}{2} \cdot \frac{dP}{dh} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} . \quad (30)$$

Pro přesný výsledek musíme do rovnice zakomponovat korekční faktor pro skutečnou geometrii Berkovičova indentoru. Tento korekční faktor se označuje  $\beta$  a byl vypočten Kingem metodou konečných prvků. Pro Berkovičův indentor platí  $\beta = 1,034$ . Tato hodnota se uplatňuje na naměřené hodnoty tuhosti  $dP/dh$  při odlehčování. Z experimentů dle zdroje [16] vyplývá, že člen  $dP/dh$  v rovnici (30) se určí

$$\frac{dP}{dh} = \frac{1}{\beta} \cdot \left( \frac{dP}{dh} \right)_{změřené} . \quad (31)$$



### 4.3.3 Metoda podle Fielda a Swaina – dvoubodová

Dvoubodová metoda využívá dvou bodů na křivce odlehčení a Hertzovy rovnice. Pokud se do rovnice (26) dosadí rovnice (25), vznikne

$$h_{max} = h_c + h_e = h_c + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_{ev} \quad . \quad (32)$$

Platí rovnice  $h_{ev} = h_{max} - h_r$ , proto

$$h_{max} = h_c + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot (h_{max} - h_r) \quad . \quad (33)$$

Z rovnice (33) lze vyjádřit výraz pro kontaktní hloubku

$$h_c = h_{max} - \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_{max} - \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_r \quad . \quad (34)$$

Po úpravě rovnice (34) je vztah pro výpočet kontaktní hloubky  $h_c$

$$h_c = \frac{2}{\pi} \cdot h_{max} + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_r \quad . \quad (35)$$

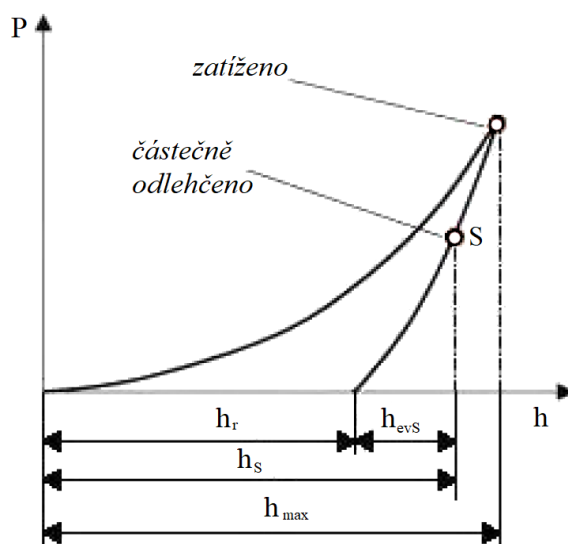
Zbytková hloubka  $h_r$  se stanoví vyjádřením obecné elastické hloubky, kterou indenter při odlehčení z maximálního zatížení musí překonat. [16]

$$h_{ev} = P_{max}^{\frac{1}{2}} \cdot \left( \frac{\pi}{2 \cdot E_{red} \cdot \tan \alpha'} \right)^{\frac{1}{2}} \quad . \quad (36)$$

Obr. 16 znázorňuje situaci, kdy se indenter v průběhu odlehčování opět zatíží, což odpovídá bodu S na odlehčovací křivce. V bodě S je indenter v hloubce  $h_S$  a působí na něj síla  $P_S$ . Pro okamžik v bodě S lze stanovit zbytkovou hloubku vtisku, která označuje vzdálenost, která zbývá indentoru překonat do stavu nulového zatížení. Tato vzdálenost se označuje jako elastická zbytková hloubka  $h_{evS}$ .

Stejně jako byl vyjádřen vztah pro  $h_{ev}$  rovnicí (36), analogicky lze vyjádřit vztah pro  $h_{evS}$

$$h_{evS} = P_S^{\frac{1}{2}} \cdot \left( \frac{\pi}{2 \cdot E_{red} \cdot \tan \alpha'} \right)^{\frac{1}{2}} \quad . \quad (37)$$



Obr. 16: Schematické znázornění průběhu indentační křivky pro metodu Fielda a Swaina; upraveno z [16]

Z Obr. 16 lze odvodit vztahy  $h_{evS} = h_{max} - h_r$  a  $h_{evS} = h_s - h_r$ . Dosazením do rovnice (36) a (37) se získá

$$h_{max} - h_r = P_{max}^{\frac{1}{2}} \cdot \left( \frac{\pi}{2 \cdot E_{red} \cdot \tan \alpha'} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (38)$$

$$h_s - h_r = P_s^{\frac{1}{2}} \cdot \left( \frac{\pi}{2 \cdot E_{red} \cdot \tan \alpha'} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (39)$$

Pokud se dají rovnice (38) a (39) do poměru, vznikne

$$\frac{h_{max} - h_r}{h_s - h_r} = \frac{P_{max}^{\frac{1}{2}}}{P_s^{\frac{1}{2}}} \quad (40)$$

Z rovnice (40) lze vyjádřit zbytkovou hloubku vtisku

$$h_r = \frac{\left( \frac{P_{max}}{P_s} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot h_s - h_{max}}{\left( \frac{P_{max}}{P_s} \right)^{\frac{1}{2}} - 1} \quad (41)$$

Nyní již lze do rovnice (35) dosadit rovnici (41) a určit tak kontaktní hloubku  $h_c$ , kontaktní plochu, tvrdost a z rovnice (30) kombinovaný modul. [16]

## **5 Faktory ovlivňující indentační měření**

Měření tvrdosti indentační zkouškou je založeno na přesném určení zatížení a hloubky průniku indentoru do zkušebního povrchu. Jakékoli přesné měření v praxi je velmi obtížné a bývá ovlivněno různými vnějšími i vnitřními faktory.

Faktory, které ovlivňují měření metodou DSI, lze rozdělit do dvou skupin. První skupinou jsou tzv. faktory vnější. Do této skupiny patří okolní podmínky měření a vlastnosti měřicího přístroje. Těmito faktory jsou například kolísání teploty, jež ovlivňuje přístroj a zároveň zkušební těleso, tuhost měřicího přístroje, skutečná geometrie indentoru, určení bodu prvního dotyku indentoru s povrchem (nulová poloha), kalibrace přístroje a nakloněná plocha. [16], [18], [20]

Do druhé skupiny patří vlastnosti samotného zkušebního vzorku. Zkušební vzorek je ovlivněn již při jeho přípravě, jelikož je při měření velmi důležitá kvalita povrchu. Měření může ovlivnit drsnost povrchu, znečištění povrchu, velikost vtisku (ISE), tvar vtisku (pile-up, sink-in), zpevnění materiálu, zbytkové napětí, vady ve struktuře. [16], [18], [20]

Některé z výše uvedených faktorů ovlivňujících měření budou dále podrobně charakterizovány.

### **5.1 Určení bodu prvního dotyku indentoru**

Určení nulové polohy indentoru je důležité pro správné určení hloubky vniknutí. Ideálním stavem je, pokud se hrot indentoru dotýká povrchu zkušebního vzorku bez jakéhokoli deformačního ovlivnění.

Takového stavu bez deformačního ovlivnění v podstatě nelze dosáhnout. V praxi se první kontakt uskutečňuje s nejmenším možným zatížením, které lze přístrojem vyvinout. Nulová počáteční hloubka se vypočítá pomocí Hertzových rovnic. Předpokládá se tedy působení pouze elastické deformace. [16]

Počáteční hloubka vniknutí pak musí být přičtena ke všem dále změřeným hloubkám.

### **5.2 Geometrie indentoru**

Principem vnikací zkoušky je průnik indentoru do povrchu, z jehož zanechané stopy v materiálu, projekční plochy, se tvrdost určuje. Proto je skutečný tvar indentoru podstatný.

Pro odstranění odchylky projekční plochy se používá korekční faktor  $A/A_i$ , kde  $A$  značí skutečnou plochu a  $A_i$  ideální plochu. [16]

Korekční faktor lze určit mikroskopickými technikami AFM či SEM. V praxi se však používá nepřímá metoda měření provedením série vtisků při různých zatíženích na etalonu o známé hodnotě modulu pružnosti a Poissonova čísla. [16]

### 5.3 Velikost vtisku

Dalším ovlivňujícím faktorem měření tvrdosti je velikost vtisku, anglicky Indentation Size Effect – ISE. Vliv velikosti vtisku na měření tvrdosti se vyskytuje zejména při zatížením nižším, než 5 N. S klesajícím zatížením roste naměřená hodnota tvrdosti. Jsou však známy i výjimečné případy, kdy byl výsledek opačný. S nižším zatížením tvrdost poklesla, což se označuje jako negativní ISE. Častější efekt je nazýván pozitivní ISE. [16], [20]

Nejčastějšími vysvětleními příčiny tohoto jevu jsou:

1. Při snížení zatížení se na měřicím přístroji více projevují vibrace. To má za následek zvětšení velikosti vtisku a tím zdánlivý pokles tvrdosti.
2. Povrch vzorku je deformačně zpevněn procesem mechanického leštění, tudíž se tvrdost zvýší.
3. Měření velikosti vtisku po působení malého zatížení na optickém mikroskopu je obtížné. Obvyklé rozlišení optického mikroskopu činí přibližně 0,5  $\mu\text{m}$ . Proto je měření těchto vtisků nepřesné. Vtisk se může jevit jako větší, než ve skutečnosti je. [21]

Příčina efektu velikostního faktoru může také souviset s vnitřní strukturou zkoumaného vzorku. Podle M. Bückleho může ISE způsobovat:

1. Elastické zotavení při nízkém zatížení je mnohem výraznější.
2. Objem vtisku je tak malý, že neobsahuje téměř žádné dislokace, takže se tvrdost blíží teoretickému limitu pro dokonalý krystal.
3. V průběhu indentace dochází k deformačnímu zpevnění.
4. Z důvodu přítomnosti povrchových a vnitřních nečistot i vzniklých oxidových vrstev na povrchu je tvrdost vyšší. [16], [21]

## 5.4 Nakloněná plocha

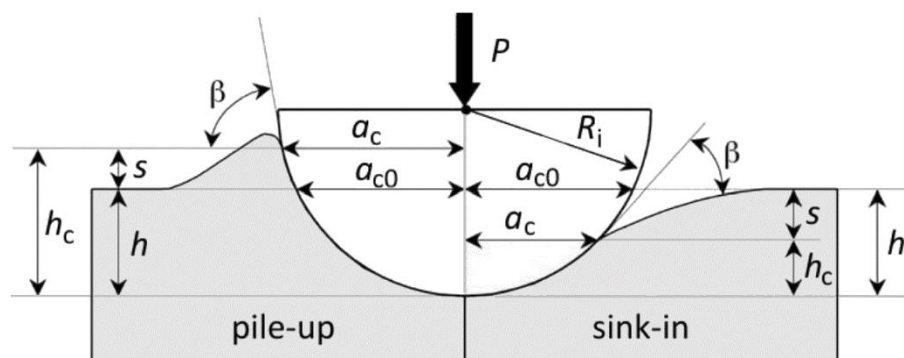
Měření povrchové tvrdosti těles, které mají obecný tvar, neobsahují žádnou rovinnou plochu, může způsobit nepřesnosti. Pokud se tvar skutečné kontaktní plochy liší oproti předpokládané přímé rovinné zkušební ploše, může docházet k chybám měření. Průnik indentoru do nakloněné plochy může vyvolat ve vzorku asymetrické síly, které následně nepříznivě ovlivňují naměřené hodnoty. [18]

## 5.5 Zbytková napětí

Proces výroby ovlivňuje nejenom povrch, ale do určité hloubky i materiál. Poslední výrobní proces má tedy na součástku nejvýraznější vliv. Zbytková napětí se v materiálu vyskytují bez působení vnějšího napětí. Napětí přímo souvisí se změnou tvrdosti, pokud jsou napětí v intervalu platnosti Hookova zákona. Platí, že tahová napětí vyvolávají větší změnu tvrdosti, nežli tlaková napětí. [16]

## 5.6 Pile-up a sink-in chování materiálu

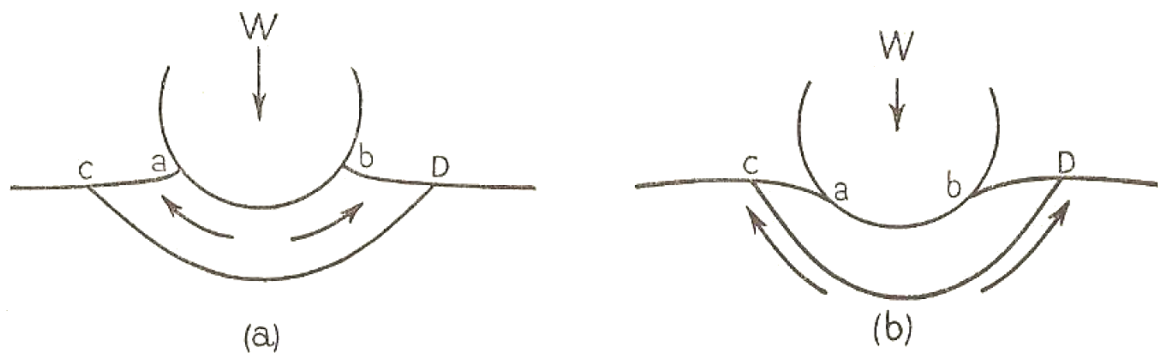
Pro zjištění tvrdosti je zapotřebí správně určit projekční plochu vtisku, zejména kontaktní poloměr  $a_c$ . Pokud se kontaktní poloměr stanoví nepřesně, výsledky měření mohou být vyhodnoceny až s 60% chybou. [16]



Obr. 17: Pile-up a sink-in chování materiálu při použití sférického indentoru;  
upraveno z [22]

Chování materiálu se posuzuje na základě poměru  $E/\sigma_y$  a schopnosti deformačního zpevnění. Pokud je tento poměr malý, materiál je měkký, je schopen se deformovat, tudíž se při indentaci objeví efekt sink-in. Naopak při velkém poměru bude převládat pile-up.

Materiály, které se při indentaci deformačně nezpevnějí (např. tvářené kovy, již deformačně zpevněné), vykazují pile-up, protože dochází k plastické deformaci v těsném okolí indenteru. Pro materiály schopné deformačního zpevnění nastane sink-in, jelikož se plastická zóna šíří dál do materiálu. [12], [16], [22]



Obr. 18: Chování materiálu: (a) pile-up; (b) sink-in [12]

## 6 Norma ISO 14577

Pro možnost standardizace zkoušení, vyhodnocení vtisků a dat po instrumentované indentační zkoušce byla Mezinárodní organizací pro normalizaci vydána norma ISO 14577 ve čtyřech částech. Českým ekvivalentem této normy je:

ČSN EN ISO 14577 Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část:

Část 1: Zkušební metoda ČSN EN ISO 14577-1

Část 2: Ověřování a kalibrace zkušebních strojů ČSN EN ISO 14577-2

Část 3: Kalibrace referenčních destiček ČSN EN ISO 14577-3

Část 4: Zkušební metoda pro kovové a nekovové povlaky ČSN EN ISO 14577-4.

Normy popisují princip metody, její definici, zajišťují správný postup a opakovatelnost zkoušky a podávají informace o různých metodách kalibrace. [23], [24], [25], [26]

Norma specifikuje metodu zkoušky pro tři rozsahy:

rozsah makro:  $2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$

rozsah mikro:  $2 \text{ N} > F; h > 0,2 \text{ }\mu\text{m}$

rozsah nano:  $h \leq 0,2 \text{ }\mu\text{m}$ . [23]

První část normy uvádí a vysvětluje všechny značky a výpočty vztahující se k této vnikací zkoušce.

## 7 Experimentální část

Experimentální část se zabývá především ověřením platnosti teoretických podkladů uvedených v první části této diplomové práce. Zaměřuje se na analýzu naměřených dat získaných instrumentovanou vnikací zkouškou. Snaží se dokázat, že pomocí vnikací zkoušky lze zjistit nejen hodnotu tvrdosti materiálu, ale i jeho mechanické a fyzikální vlastnosti. Zaměřili jsme se na stanovení celkové a elastické práce vnikacího procesu, meze kluzu, koeficientu a exponentu deformačního zpevnění, vtiskového modulu pružnosti a tvrdosti podle Brinella.

K dispozici bylo osm materiálů, z nichž čtyři byly oceli a čtyři neželezné kovy, viz Tab. 5. K přípravě vzorků a zkoušení bylo využito vybavení laboratoře na Ústavu materiálového inženýrství. Vlastnosti uvedené výše byly zjišťovány instrumentovanou vnikací zkouškou se sférickým indentorem. Tyto vlastnosti byly následně ověřovány dalšími zkouškami, na příklad vnikací zkouškou pomocí mikrotvrdoměru, tahovou zkouškou a bylo využito světelné i elektronové mikroskopie pro zhodnocení struktury materiálu.

Tab. 5 ukazuje základní materiály, které byly využity při experimentu. Tabulka obsahuje název materiálu a jeho označení včetně ekvivalentů.

Materiál	Označení
Slitina hliníku	AlCu4PbMg, EN AW-2030 T3, 3.1645
Měď	Cu-ETP, 2.006
Bronz	CuSn8, 2.1030
Mosaz	CuZn40Pb2, 2.0402
Ocel 1	S235JRC, 1.0122
Ocel 2	S355J2, 1.0577
Ocel 3	11SMn30, 1.0715
Ocel 4	E335GC, 1.0543

Tab. 5: Základní materiály použité v experimentální části

Vlastnosti těchto materiálů uváděné výrobcem souhrnně popisuje Tab. 6. Údaje byly zjištěny z materiálových listů, viz příloha 12.1 až 12.7. Dále je v tabulce uvedeno Poissonovo číslo, které bylo určeno z obecného přehledu materiálů. [28]



Materiál	Modul pružnosti $E$ [MPa]	Mez pevnosti $R_m$ [MPa]	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Tvrdość HBW [-]	Poissonovo číslo $\nu$ [-]
AlCu4PbMg	72 500	470	410	-	0,32
Cu-ETP	127 000	-	-	-	0,33
CuSn8	115 000	-	-	169	0,34
CuZn40Pb2	96 000	430	220	153	0,33
S235JRC	210 000	640	590	185	0,30
S355J2	210 000	725	650	-	0,30
11SMn30	210 000	583	540	177	0,30
E335GC	210 000	767	652	-	0,30

Tab. 6: Základní vlastnosti použitých materiálů

## 7.1 Použitá zařízení

Všechna zařízení jak pro přípravu vzorků, tak i měřicí přístroje, které byly použity pro experimenty při řešení problematiky této práce, se nachází v laboratořích Ústavu materiálového inženýrství ČVUT v Praze.

### 7.1.1. Zařízení pro přípravu vzorků

Pro dělení materiálu byla použita pila MIKRON 3000. Tato pila se používá pro přípravu velmi přesných a čistých řezů. Pilou se mohou řezat poměrně malé vzorky, jelikož lze docílit řezu až 0,03 mm. Zařízení disponuje pojízdným stolcem, tudíž lze přesně nastavit místo řezu. Samotný proces řezání je nízkorychlostní za minimálního přitlaku, takže nedochází k výrazné deformaci struktury ve vzorku.

Zalisování vzorků proběhlo za pomoci zalévacího lisu Leco PR-4. Výhodou lisu je možnost digitálního nastavení podmínek lisování. Byla použita zalévací hmota Black Bakelit Powder, jejíž optimální podmínky pro použití jsou 300 °F, 4200 PSI.

Broušení a leštění bylo prováděno na dvou možných zařízeních. První brusku/leštičkou bylo LECO GPX 300, které disponuje automatickým systémem leštění až šesti vzorků najednou. Na této brusce/leštičce lze nastavit čas, po který bude leštička pracovat, rychlost otáčení kotouče, přitlak působící na vložené vzorky, rychlost a smysl otáčení věnce. Dalším

možným přístrojem pro broušení/leštění je MTH KOMPAKT 1031. Toto zařízení umožňuje pouze ruční manipulaci se vzorky.



Obr. 19: Metalografická pila MTH MIKRON 3000



Obr. 20: vlevo: bruska/leštička LECO GPX 300, vpravo: displej brusky/leštičky s nastavenými podmínkami leštění

### 7.1.2. Světelná mikroskopie

Pro zobrazení mikrostruktury vzorků byl použit světelný metalografický mikroskop Zeiss Neophot 32 vybavený CCD kamerou. Dosahuje zvětšení 25x až 1000x, pomocí imerzních objektivů až 1200x. Umožňuje pozorování ve světlém a tmavém poli a pomocí polarizovaného světla. Pro vyhodnocení struktury je k mikroskopu přidružen software NIS Elements Advanced Research.



Obr. 21: Světelný metalografický mikroskop Zeiss Neophot 32

Dále byl použit polarizační světelný mikroskop Nikon Eclipse ME600. Vybaven je Nomarskiho kontrastem a CCD kamerou. Tento mikroskop umožňuje pozorovat vzorky v průchozím nebo odraženém světle s maximálním zvětšením 500x. Zvětšení objektivů je 2,5; 5; 10; 20 a 50x, zvětšení okuláru 10x. Vzorky lze pozorovat v polarizovaném světle. Díky Nomarskiho kontrastu neboli diferenciálnímu interferenčnímu kontrastu není v obraze rušivý šum.



Obr. 22: Polarizační světelný mikroskop Nikon Eclipse ME600 [34]

### 7.1.3. Elektronová mikroskopie

Elektronový mikroskop byl využit pro podrobnější zkoumání struktury materiálu vzorků, jelikož má mnohem lepší rozlišovací schopnost nežli světelný mikroskop.

Na ústavu se nachází řádkovací elektronový mikroskop se Schottkyho termoemisní katodou JEOL JSM-7600F. Rozlišení mikroskopu je až 1,2 nm. Je doplněn o detektor zpětně odražených elektronů a energiově disperzní X-ray detektor EDS. Pomocí detektoru EDS lze určit prvkové složení povrchu zkoumaného vzorku.



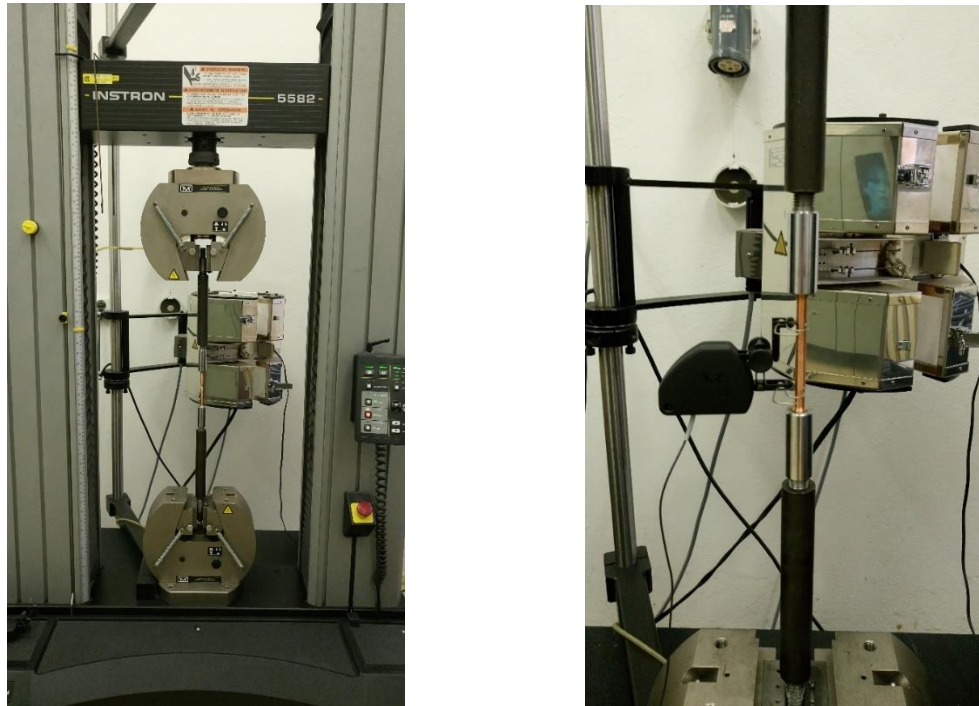
Obr. 23: Řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F

### 7.1.4. Zkouška tahem

Určení mechanických vlastností vzorků bylo provedeno na univerzálním trhacím stroji INSTRON 5582 s možností zatížení až 100 kN. Stroj je opatřen měřicím a vyhodnocovacím softwarem INSTRON.

Okamžitou deformaci zkušební tyče, která vzniká při zatěžování, lze zjistit upnutím průtahoměru (extenzometru) přímo na tyč. Průtahoměr měří změnu délky v definované oblasti vzorku.

Fotografie na Obr. 24 jsou z prováděné zkoušky tahem podle normy ČSN EN ISO 6892-1. Na fotografiích lze vidět upnutou zkušební tyč bez a s nasazeným průtahoměrem.

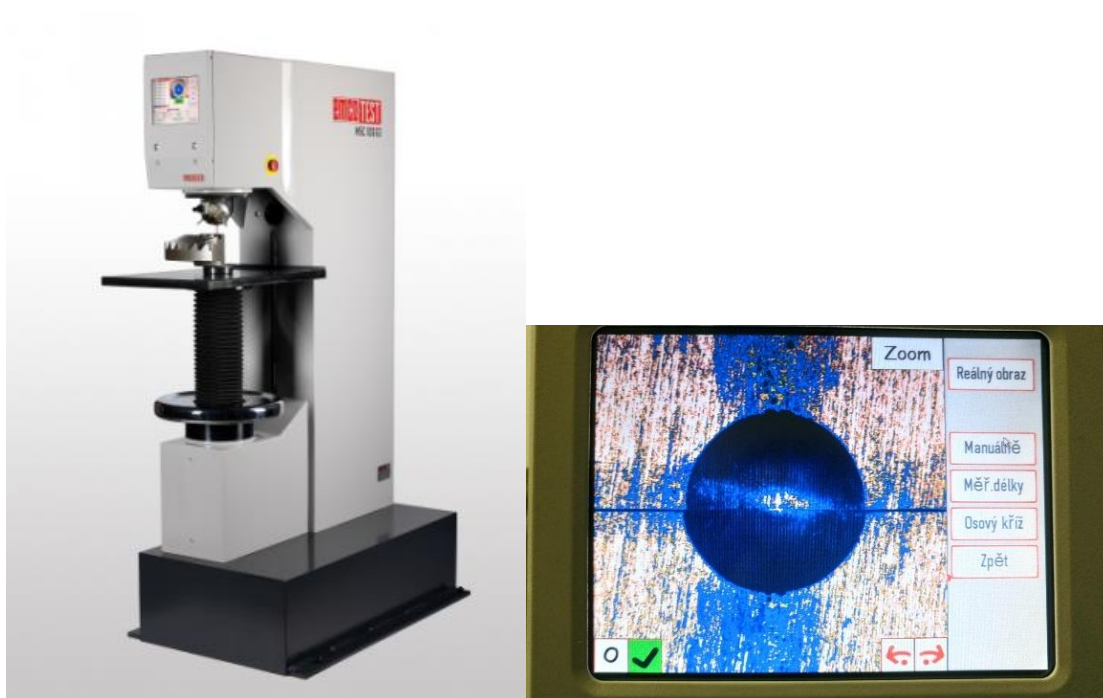


Obr. 24: vlevo: univerzální trhací stroj INSTRON 5582, vpravo: upnutí průtahoměru

### 7.1.5. Makrotvrdomost

Pro měření makrotvrdomosti je v laboratoři ústavu k dispozici univerzální tvrdoměr EMCOTEST M4C 075/750. Rozsah zatěžovacích sil zařízení je 9,8 až 7350 N. Tento tvrdoměr umožňuje použití různých typů indentorů. Výhodou přístroje je, že disponuje objektivem a displejem se zobrazeným osovým křížem, díky kterému je možno naprosto přesně umístit vtisk.

Na Obr. 25 je fotografie displeje se vtiskem z vlastního experimentu.



Obr. 25: vlevo: univerzální tvrdoměr EMCOTEST M4C 075/750 [33]; vpravo: displej EMCOTEST M4C 075/750

### 7.1.6. Mikrotvrdoměr

Měření mikrotvrdoměru bylo provedeno na mikrotvrdoměru LECO M-400-G1. Tento mikrotvrdoměr používá hrot typu Vickers. Rozsah sil, kterými umožňuje povrch zatížit, je 0,1 až 10 N.

Zařízení se obsluhuje tak, že operátor si vybere díky objektivu místo vpichu. Mikrotvrdoměr je propojen s monitorem, takže obraz lze vidět komfortně bez naklánění se k okuláru. Následně se objektiv revolverovou hlavicí zamění za indenter. Indentor provede vtisk, jehož provedení trvá zhruba 10 vteřin. Otočením revolverové hlavice se nad vzorek opět umístí objektiv. Vtisk je tvaru kosočtverce s viditelnými úhlopříčkami, jak je pro Vickersovu metodu typické.

Na obrazovce jsou zobrazeny dvě rovnoběžné čáry, které jsou určeny pro měření délky úhlopříček. Operátor ručně změří obě úhlopříčky, jejichž délka se zobrazí na displeji.

Stisknutím tlačítka se potvrdí změření obou úhlopříček a přístroj vyhodnotí a zobrazí hodnotu tvrdosti HV.



Obr. 26: Mikrotvrdoměr LECO M-400-G1

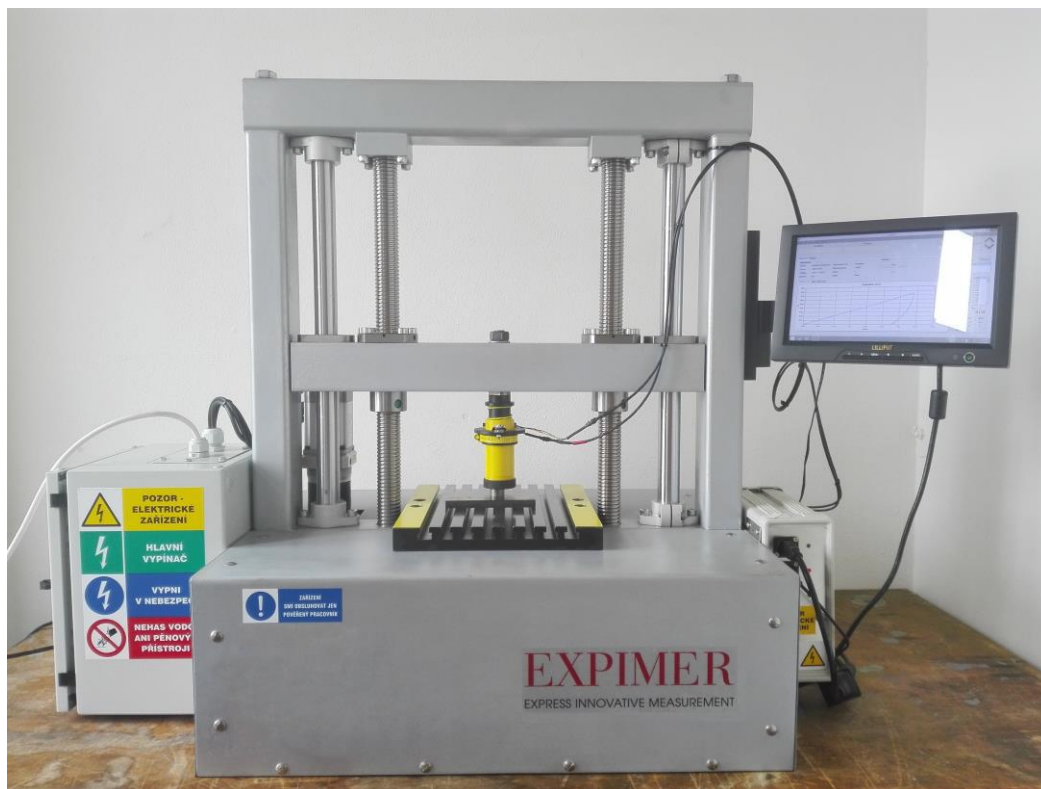
### 7.1.7. Experimentální makrotvrdoměr EXPIMER

EXPIMER je přístroj, na němž měření funguje na principu instrumentované vnikací zkoušky. Název EXPIMER je akronymem názvu Express Innovative Measurement. Přístroj byl navržen a patentován Mgr. Maximem Puchním na Ústavu materiálového inženýrství ČVUT v Praze. Zařízení je plně automatizované a umožňuje zjistit vlastnosti materiálu: tvrdost podle Brinella, mez kluzu, modul pružnosti, koeficient deformačního zpevnění  $K$  a exponent deformačního zpevnění  $n$ . Vnikací zkouška na tomto přístroji se uskutečňuje sférickým indentorem o průměru 5 mm.

Přístroj provedením jednoho vtisku dokáže vyhodnotit výše uvedené vlastnosti materiálu. Jedná se o nedestruktivní zkoušku. V běžné praxi se však pro určení těchto vlastností používá zkouška tahem. Pro zkoušku tahem se z materiálu musí vyrobit zkušební tyč, nelze tedy měřit přímo na zkoumané součásti. Zkouška tahem je časově náročná, především na přípravu. Použití přístroje EXPIMER by umožnilo zachování funkčnosti součásti a časovou úsporu.

K přístroji byl vyvinut speciální software, který umožňuje nastavit podmínky měření: zatížení, rychlost zatěžování, doba výdrže, rychlost odlehčování, počet cyklů. Software

vyhodnocuje a zobrazuje naměřená data v reálném čase, kdy lze na displeji pozorovat vykreslující se indentační křivku. Po ukončení měření software dokáže vygenerovat protokol o zkoušce a exportovat naměřená data do Excelu.



Obr. 27: Experimentální makrotvrdoměr EXPIMER

Poloměr indentoru $R_i$	2,5 mm
Chemické složení	94 % WC, 6 % Co
Tvrдость	1800 HV 10
Měrná hmotnost	14,947 g · cm <sup>-3</sup>
Poissonovo číslo $\nu_i$	0,21
Modul pružnosti $E_i$	640000 MPa
Mez pevnosti v tahu	1700 MPa
Mez pevnosti v tlaku	5700 MPa

Tab. 7: Vlastnosti indentoru přístroje EXPIMER



## 7.2 Mikrostruktura základních materiálů

Pro každý z osmi materiálů byly pořízeny čtyři snímky – dva v podélném, dva v příčném řezu. První snímek je vždy v pohledovém měřítku (zvětšení 100x), druhý je zobrazen v detailu (zvětšení 500x). Pro pozorování mikrostruktury byl použit světelný mikroskop Zeiss Neophot 32.

### *AlCu4PbMg*

Mikrostruktura hliníkové slitiny AlCu4PbMg je zobrazena na Obr. 28 až 31. Na Obr. 28 je vidět řádkovitost intermiárních fází. Struktura je rovnoměrná. Tmavá místa jsou nejspíše fáze olova.



Obr. 28: AlCu4PbMg – podélný řez 1



Obr. 29: AlCu4PbMg – podélný řez 2



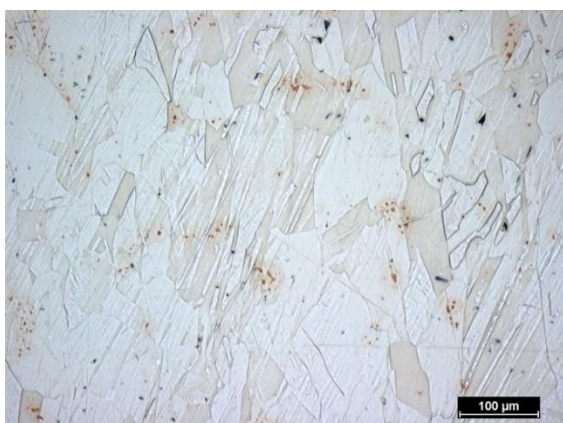
Obr. 30: AlCu4PbMg – příčný řez 1



Obr. 31: AlCu4PbMg – příčný řez 2

## *Cu-ETP*

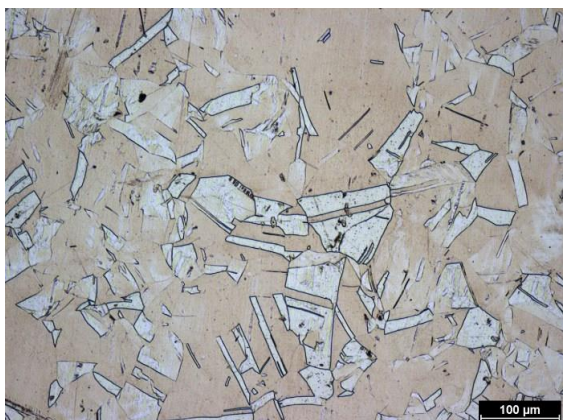
Na Obr. 32 až 35 je mikrostruktura čisté mědi Cu-ETP. Zrna mědi jsou poměrně velká. Není zde přítomna řádkovitost. Tmavé fáze jsou pravděpodobně oxid mědný  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Struktura v příčném řezu na Obr. 34 a 35 je nepatrně jemnější. Na Obr. 34 jsou viditelné dvojčatové deformační pásy, které se vyskytly po tváření polotovaru. Odlišné zabarvení zrn je způsobeno leptáním.



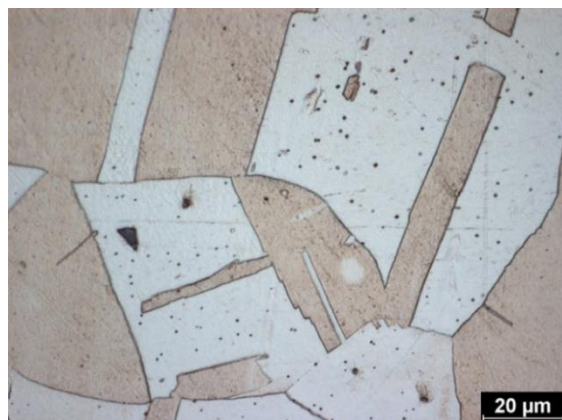
Obr. 32: Cu-ETP – podélný řez 1



Obr. 33: Cu-ETP – podélný řez 2



Obr. 34: Cu-ETP – příčný řez 1



Obr. 35: Cu-ETP – příčný řez 2

## *CuSn8*

Mikrostruktura bronzu CuSn8 je vyobrazena na Obr. 36 až 39. Jeho struktura není řádkovitá, je homogenní. Zrna jsou relativně velká. Tmavé fáze přítomné ve struktuře obsahují fosfor. V příčném řezu je struktura jemnější. Na Obr. 38 je zjevná dvojčatová struktura. Rozdílné zbarvení zrn je stejně jako v předchozím případě pravděpodobně zapříčiněno leptáním.



Obr. 36: CuSn8 – podélný řez 1



Obr. 37: CuSn8 – podélný řez 2



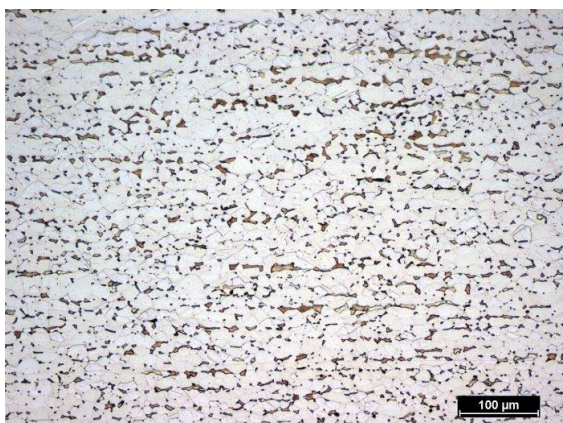
Obr. 38: CuSn8 – příčný řez 1



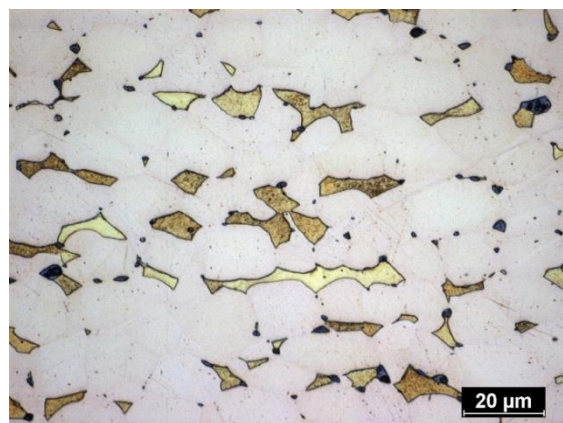
Obr. 39: CuSn8 – příčný řez 2

## *CuZn40Pb2*

Snímky mikrostruktury mosazi CuZn40Pb2 jsou na Obr. 40 až 43. Struktura této mosazi je dvoufázová  $\alpha + \beta'$ . Fáze  $\beta'$  je jemně řádkovitá, což je zřejmé na Obr. 40 a také v detailu na Obr. 41. Tmavá místa jsou fáze olova. V příčném řezu je struktura rovnoměrnější a jemnější, jak je vidět na Obr. 42 a 43.



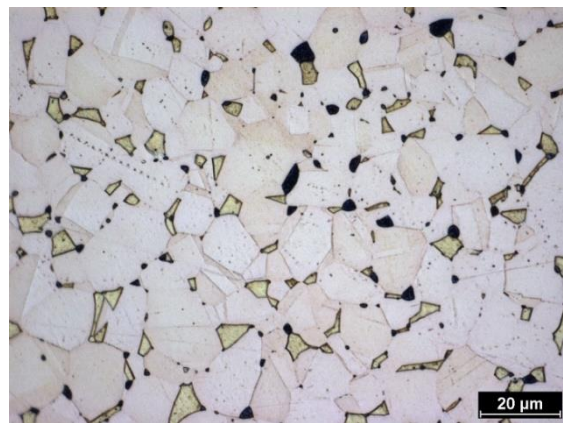
Obr. 40: CuZn40Pb2 – podélný řez 1



Obr. 41: CuZn40Pb2 – podélný řez 2



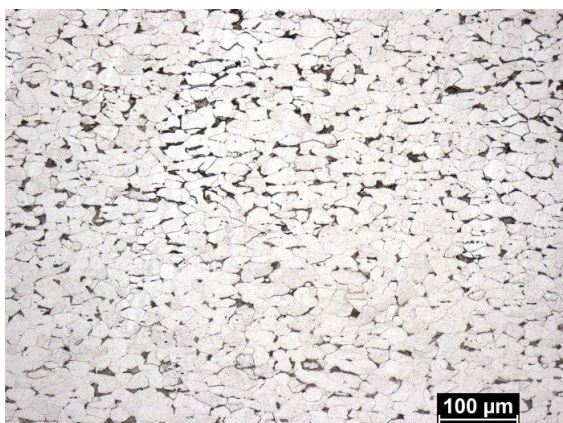
Obr. 42: CuZn40Pb2 – příčný řez 1



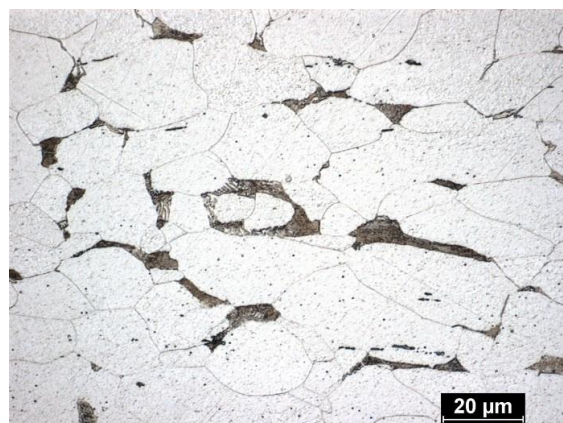
Obr. 43: CuZn40Pb2 – příčný řez 2

## S235JRC

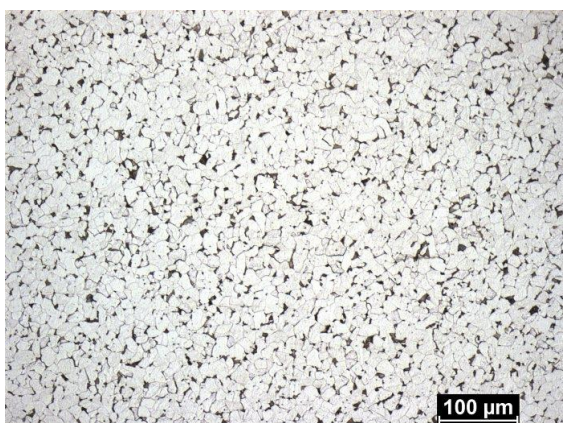
Mikrostruktura oceli S235JRC je vidět na Obr. 44 až 47. Tato ocel je feriticko-perlitická. Na snímku v podélném řezu na Obr. 44 i v detailu na Obr. 45 je patrné nerovnoměrné rozložení perlitu. Stejně jako struktura v příčném řezu, i v podélném nevykazuje řádkovitost. Zrna jsou v příčném řezu menší. Malé množství perlitu je především způsobeno malým množstvím uhlíku.



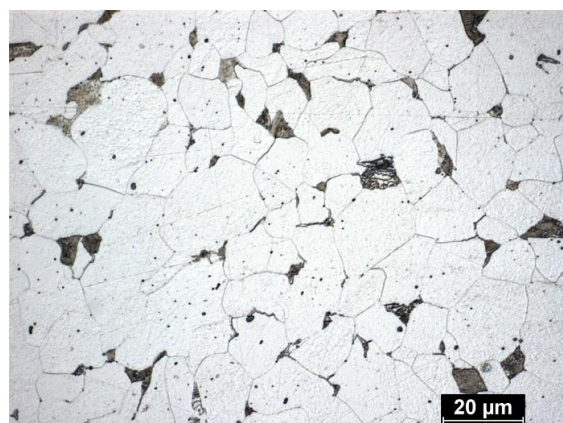
Obr. 44: S235JRC – podélný řez 1



Obr. 45: S235JRC – podélný řez 2



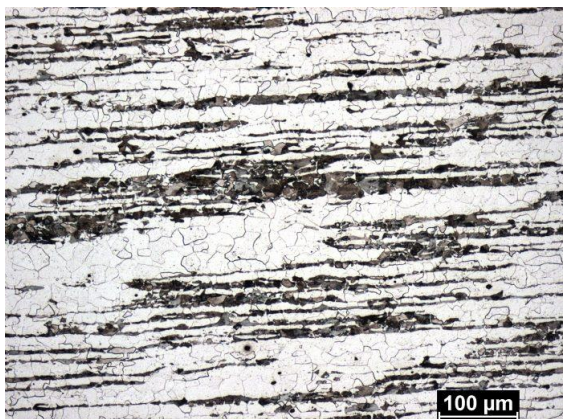
Obr. 46: S235JRC – příčný řez 1



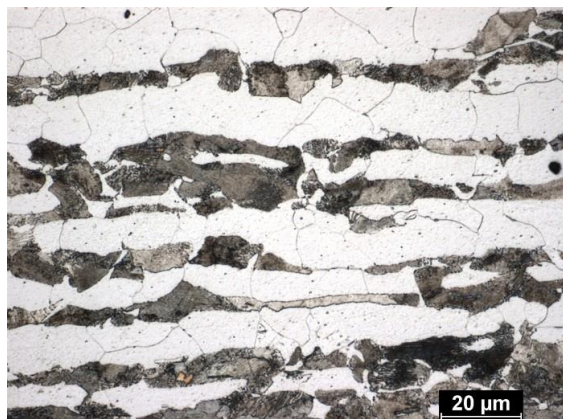
Obr. 47: S235JRC – příčný řez 2

## S355J2

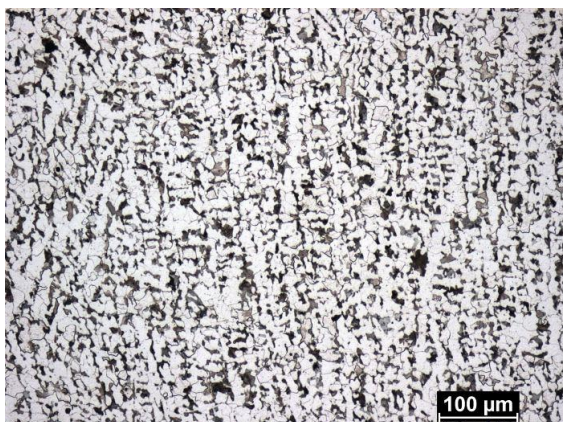
Feriticko-perlitická struktura je viditelná také u oceli S355J2 na Obr. 48 až 51. V podélném řezu je jasně zřejmá řádkovitost perlitu. Řádkovitost je vidět i v detailu na Obr. 49. Struktura v příčném řezu na Obr. 50 a 51 je rovnoměrnější, zrna jsou menší.



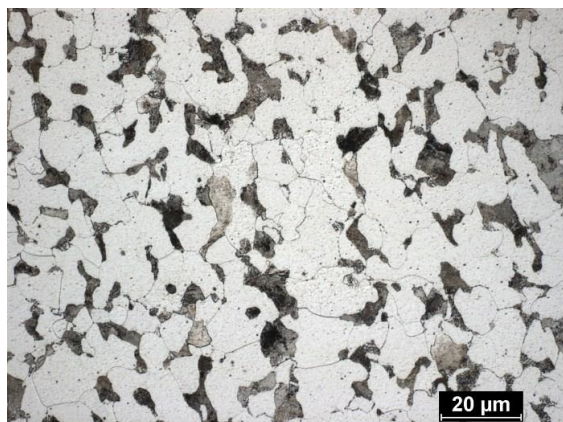
Obr. 48: S355J2 – podélný řez 1



Obr. 49: S355J2 – podélný řez 2



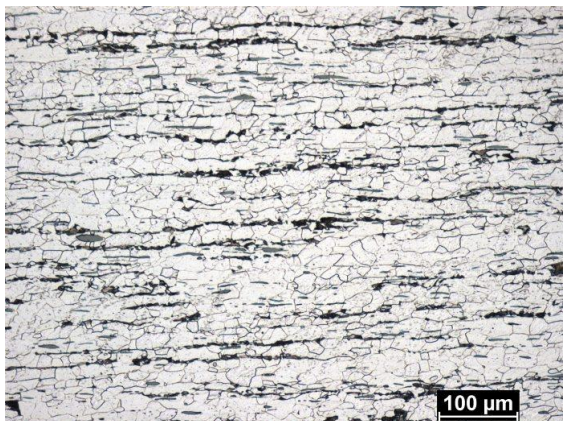
Obr. 50: S355J2 – příčný řez 1



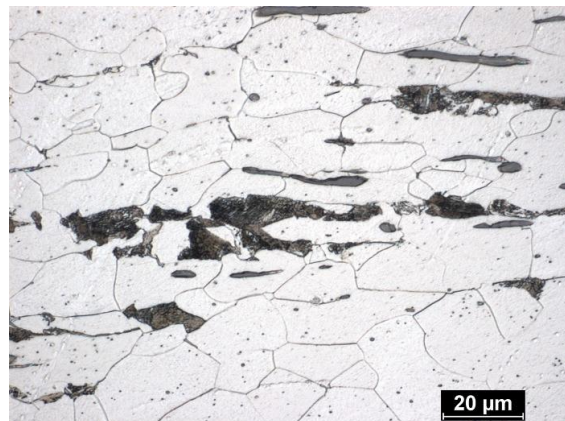
Obr. 51: S355J2 – příčný řez 2

## 11SMn30

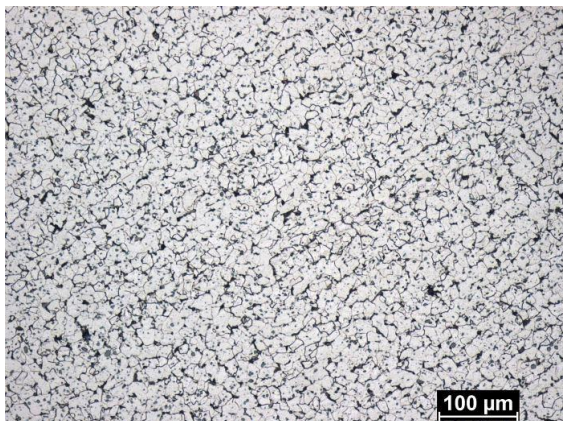
Na Obr. 52 až 55 je zobrazena struktura oceli 11SMn30. Ocel je opět feriticko-perlitická. Podélný řez na Obr. 52 a 53 má jemnou řádkovitost perlitu. Na snímcích příčného řezu na Obr. 54 a 55 je struktura podobná jako v podélném řezu. Nicméně ve struktuře příčného řezu není patrná řádkovitost, struktura je homogenní.



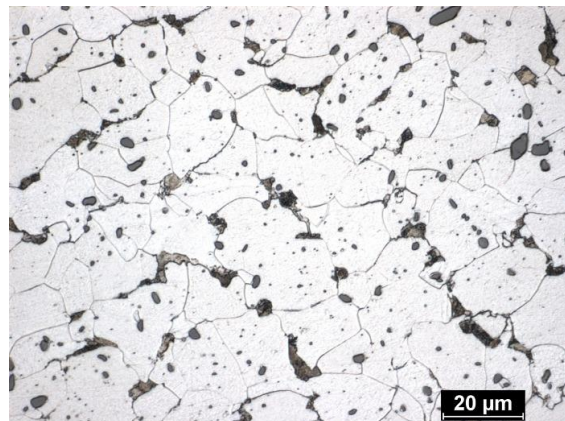
Obr. 52: 11SMn30 – podélný řez 1



Obr. 53: 11SMn30 – podélný řez 2



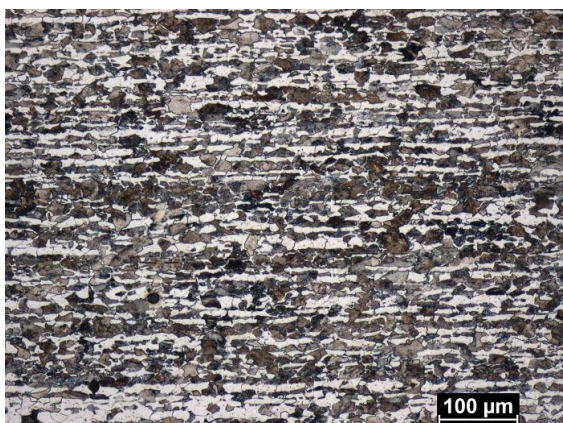
Obr. 54: 11SMn30 – příčný řez 1



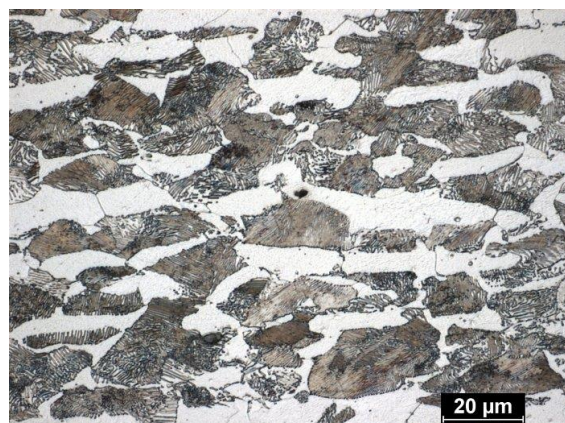
Obr. 55: 11SMn30 – příčný řez 2

## E335GC

Snímky mikrostruktury oceli E335GC jsou na Obr. 56 až 59. Struktura oceli je perliticko-feritická. Jasně převažuje množství perlitu nad feritem. Na snímku podélného řezu je vidět feritická řádkovitost, což je nejvíce zřejmé z Obr. 57. V příčném řezu je struktura rovnoměrnější. Zrna jsou menší. Ze všech snímků je patrné, že tato ocel má největší podíl perlitu. Větší množství perlitu značí větší množství uhlíku.



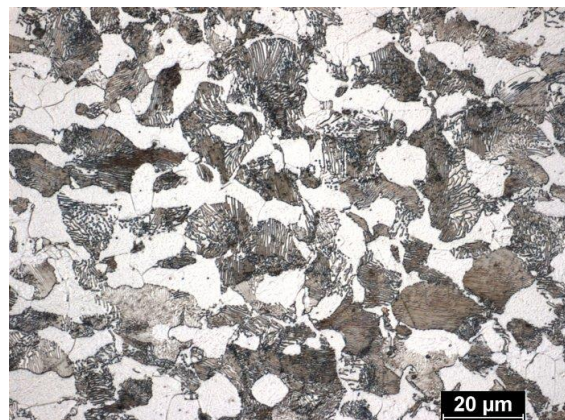
Obr. 56: E335GC – podélný řez 1



Obr. 57: E335GC – podélný řez 2



Obr. 58: E335GC – příčný řez 1



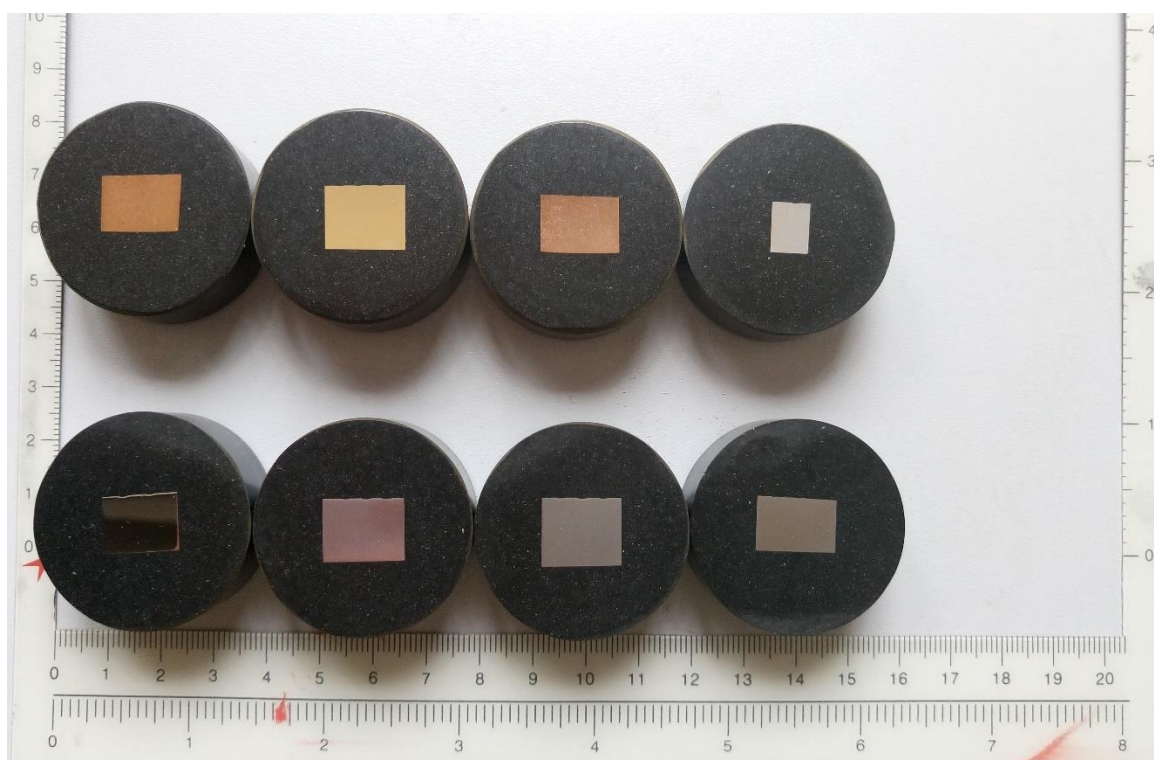
Obr. 59: E335GC – příčný řez 2



## 7.3 Tvrdost pod povrchem vtisku

### 7.3.1 Obdržené vzorky

Byly obdrženy vzorky všech osmi materiálů zalisované v bakelitu. Vzorky byly již dříve podrobeny instrumentované vnikací zkoušce sférickým indentorem. Byly provedeny dva vtisky. Jeden při statickém zatížení, druhý vtisk byl vytvořen dynamickým (cyklickým) zatěžováním. Následně byly vzorky rozříznuty uprostřed průměrů vtisků. Cílem bylo připravit vzorky, abychom mohli prozkoumat strukturu materiálu pod povrchem vtisku.



Obr. 60: Obdržené vzorky se dvěma vtisky po instrumentované vnikací zkoušce

### 7.3.2 Příprava vzorků

Broušení se využívá k postupnému zmenšení povrchových mikronerovností řezu. Využívá se brusných papírů s různými stupni drsnosti. Při přechodu na brusný papír s menší drsností vzorek vždy opláchneme vodou a brousíme v kolmém směru k předešlému směru broušení. Pro jistotu před broušením vždy opláchneme i brusný papír z důvodu možnosti výskytu nečistot. Vzorek brousíme do té doby, dokud zcela nezmizí drážky způsobené předchozím směrem broušení. Tento postup stále opakujeme, než se dostaneme k nejjemnějšímu brusivu.

Vzorky byly broušeny na papírech se zrnitostí 80, 180, 400, 800 a 1200. Pro broušení byla použita bruska MTH KOMPAKT 1031 s využitím broušení pod vodou.

Dále se přešlo k leštění na přístroji LECO GPX 300. Vzorky byly leštěny ve skupinách podle materiálu. Všechny čtyři ocelové vzorky byly leštěny najednou. Mosaz a bronz byly leštěny také společně. Zvlášť byla leštěna hliníková slitina a čistá měď. Každý materiál vyžaduje jiné podmínky pro leštění, proto byly vzorky takto rozděleny. Leštění probíhalo až do dosažení zrcadlového lesku bez přítomnosti rýh, což bylo ověřeno na světelném mikroskopu Zesiss Neophot 32. Vzorky byly dostatečně opláchnuty pod vodou, ošetřeny lihem a osušeny.

Pro zviditelnění struktury je potřeba po leštění vzorky naleptat. Každá skupina materiálů vyžaduje jiné leptadlo, což ukazuje Tab. 8.

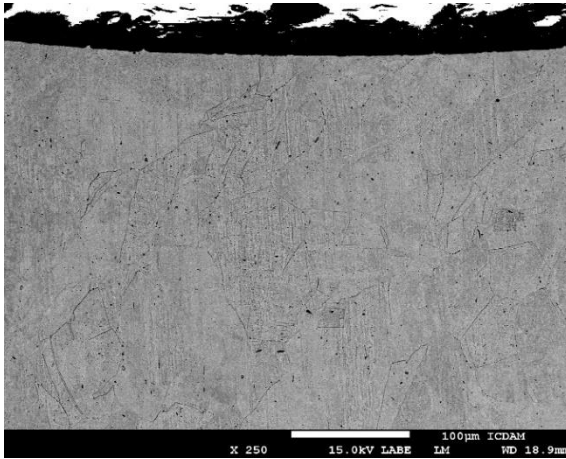
Materiál	Leptadlo
AlCu4PbMg	DIX - Keller
Cu-ETP	100 ml ethanol, 20 ml HCl, 5 g FeCl <sub>3</sub>
CuSn8	100 ml ethanol, 20 ml HCl, 5 g FeCl <sub>3</sub>
CuZn40Pb2	100 ml ethanol, 20 ml HCl, 5 g FeCl <sub>3</sub>
S235JRC	2 % kyselina dusičná v ethanolu (Nital)
S355J2	2 % kyselina dusičná v ethanolu (Nital)
11SMn30	2 % kyselina dusičná v ethanolu (Nital)
E335GC	2 % kyselina dusičná v ethanolu (Nital)

Tab. 8: Použitá leptadla

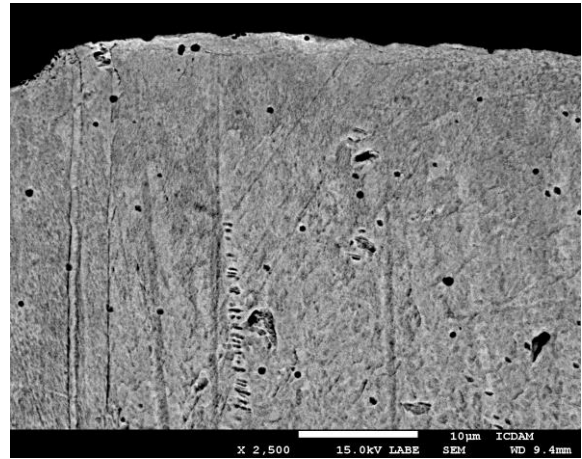
### 7.3.3 Struktura materiálu pod vtiskem

Účelem tohoto experimentu bylo prozkoumat strukturu materiálu pod vtiskem. Předpokladem byla přítomnost deformované oblasti. Pro zkoumání struktury materiálů byl použit řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F.

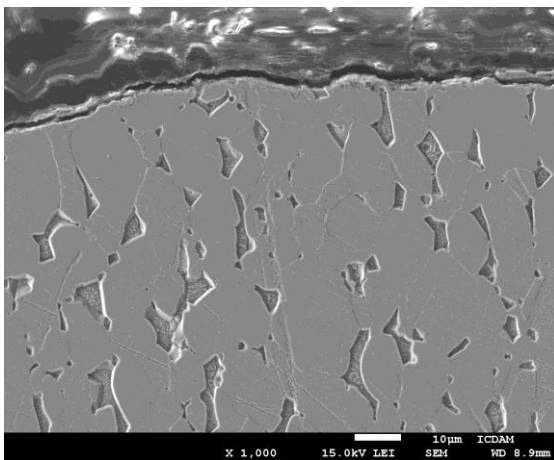
Na Obr. 61 až 64 je zobrazen důkaz existence deformované zóny potvrzující teorii uvedenou v teoretické části. Byly vybrány snímky materiálů, na nichž se deformovaná oblast nejvíce projevila.



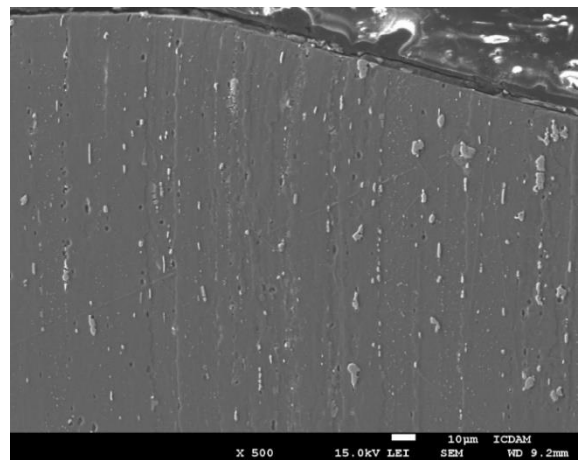
Obr. 61: Cu-ETP – cyklické zatěžování – střed vtisku, zvětšení 250x



Obr. 62: Cu-ETP – cyklické zatěžování – kraj vtisku, zvětšení 2500x



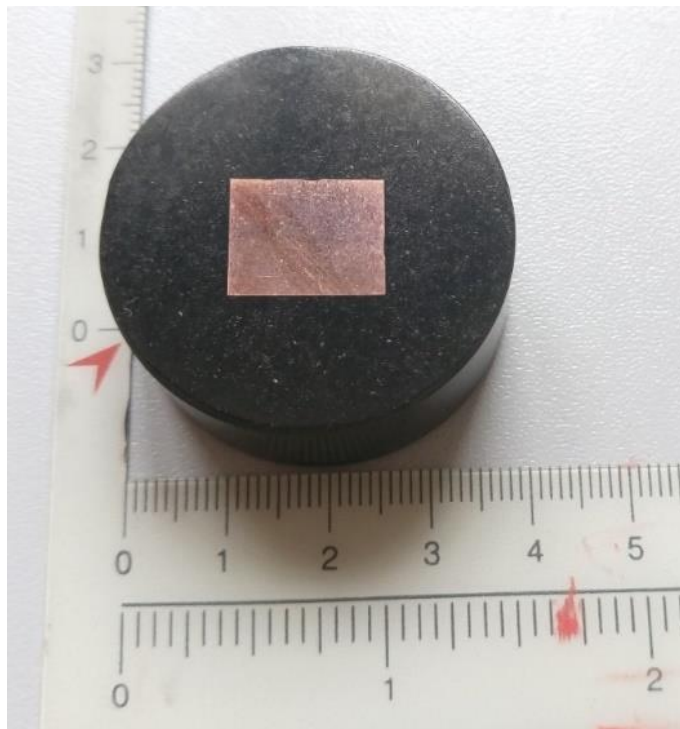
Obr. 63: CuZn40Pb2 – kraj vtisku, zvětšení 1000x



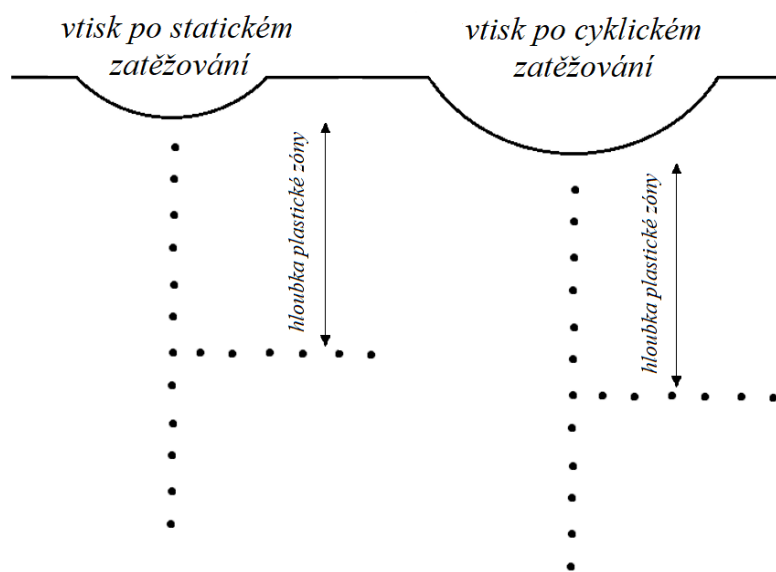
Obr. 64: AlCu4PbMg – kraj vtisku, zvětšení 500x

### 7.3.4 Mikrotvrdość

Pro měření mikrotvrdości byl vybrán vzorek materiálu Cu-ETP. Měření bylo provedeno na mikrotvrdoměru LECO M-400-G1. Cílem tohoto měření bylo zjistit, zda se pod povrchem vtisku v ovlivněné oblasti mění tvrdość nezvyklým způsobem či nikoliv.



Obr. 65: Vzorek materiálu Cu-ETP po měření mikrotvrdości



Obr. 66: Schéma měření mikrotvrdości pod vtisky

Jelikož je čistá měď poměrně měkký kov, bylo zvoleno zatížení 100 g. Mikrotvrdot se měřila pod oběma vtisky z instrumentované indentace. Menší vtisk byl vytvořen statickým zatížením, větší dynamickým (cyklickým) zatížením.

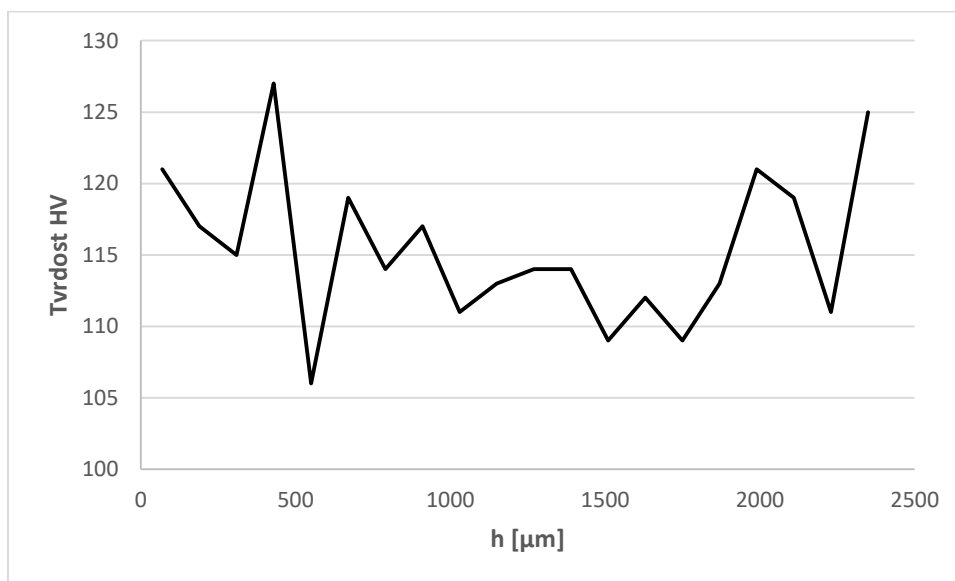
Vpichy mikrotvrdoměrem byly nejprve umístěny uprostřed průměrů vtisků provedených instrumentovanou vnikací zkouškou. Vtisky směřovaly kolmo k tečně průměru vtisku 70  $\mu\text{m}$  od povrchu směrem do materiálu. Vzdálenost mezi vtisky činila 120  $\mu\text{m}$ . Tato vzdálenost byla vypočítána jako trojnásobek délky vtisknuté úhlopříčky. Schematické umístění vtisků lze vidět na Obr. 66.

Bylo provedeno dvacet vpichů kolmo od povrchu vtisku. Hodnoty tvrdosti v závislosti na hloubce ukazuje Tab. 9.

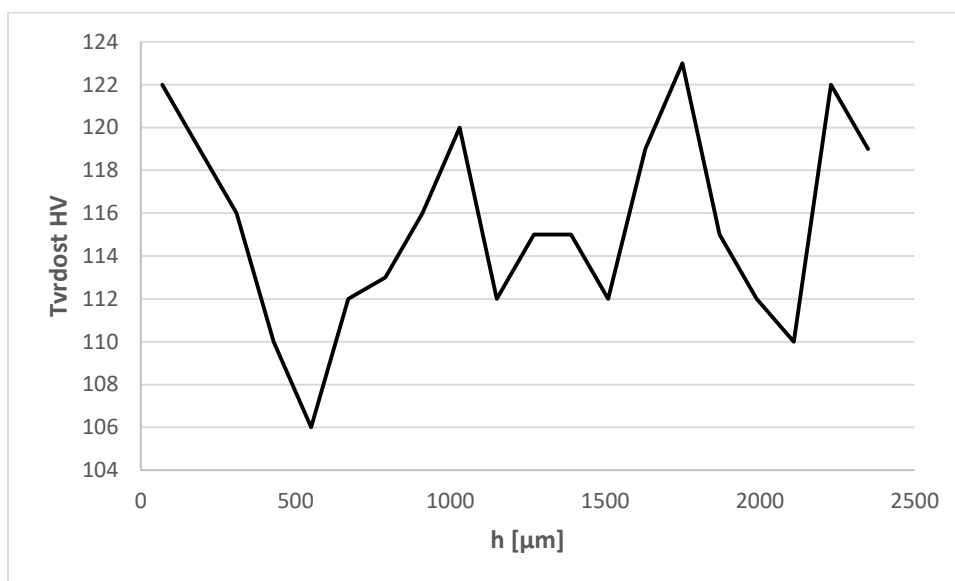
Číslo měření	Hloubka od povrchu h [ $\mu\text{m}$ ]	Malý vtisk	Velký vtisk
		Mikrotvrdot HV	Mikrotvrdot HV
1	70	121	122
2	190	117	119
3	310	115	116
4	430	127	110
5	550	106	106
6	670	119	112
7	790	114	113
8	910	117	116
9	1030	111	120
10	1150	113	112
11	1270	114	115
12	1390	114	115
13	1510	109	112
14	1630	112	119
15	1750	109	123
16	1870	113	115
17	1990	121	112
18	2110	119	110
19	2230	111	122
20	2350	125	119

Tab. 9: Mikrotvrdot měřená kolmo od povrchu

Grafická závislost průběhu tvrdosti směřující kolmo od povrchu vtisku je vykreslena na Obr. 67 a Obr. 68.



Obr. 67: Průběh mikrotvrdosti v závislosti na hloubce kolmo od povrchu – malý vtisk



Obr. 68: Průběh mikrotvrdosti v závislosti na hloubce kolmo od povrchu – velký vtisk

### *Plastická zóna*

Podle rovnice (42) byla vypočítána hloubka  $b$  plastické zóny od povrchu vtisku. Pro výpočet je nutno znát zatěžující sílu při vzniku vtisku, mez kluzu a kontaktní poloměr. Tyto hodnoty byly pro vzorek známy, jak je vidět po dosazení v rovnici (43).

$$b = \sqrt{\frac{P}{2 \cdot R_{p0,2}} - 1,6 \cdot a_c^2} \quad (42)$$

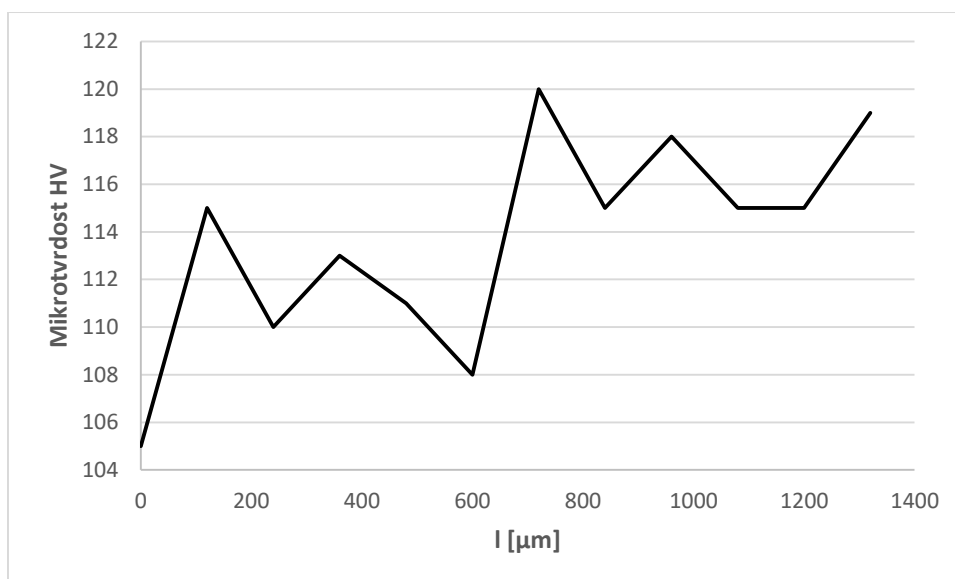
$$b = \sqrt{\frac{2457}{2 \cdot 340} - 1,6 \cdot 1,754^2} = 1,363 \text{ mm} \quad (43)$$

Plastická zóna se nacházela v hloubce 1363  $\mu\text{m}$ . V této hloubce se tvrdost měřila od osy středu vtisku do strany, viz Obr. 66. Vykonáno bylo 12 vtisků od sebe vzdálených 120  $\mu\text{m}$ . Naměřené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 10.

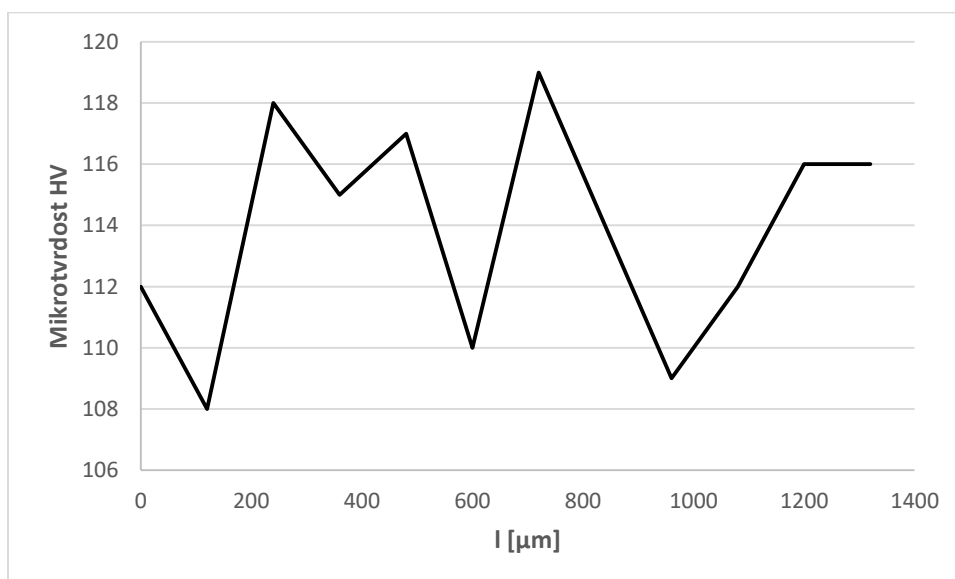
Číslo měření	Vzdálenost od osy vtisku l [ $\mu\text{m}$ ]	Malý vtisk	Velký vtisk
		Mikrotvrdość HV	Mikrotvrdość HV
1	0	105	112
2	120	115	108
3	240	110	118
4	360	113	115
5	480	111	117
6	600	108	110
7	720	120	119
8	840	115	114
9	960	118	109
10	1080	115	112
11	1200	115	116
12	1320	119	116

Tab. 10: Mikrotvrdość měřená do strany od osy vtisku v hloubce 1363  $\mu\text{m}$

Průběh mikrotvrdomosti v hloubce plastické zóny 1363  $\mu\text{m}$  zobrazují Obr. 69 a Obr. 70.



Obr. 69: Průběh mikrotvrdomosti v závislosti na vzdálenosti od osy vtisku v hloubce 1363  $\mu\text{m}$  – malý vtisk



Obr. 70: Průběh mikrotvrdomosti v závislosti na vzdálenosti od osy vtisku v hloubce 1363  $\mu\text{m}$  – velký vtisk

Pro porovnání byl změřen průběh tvrdosti mimo ovlivněnou oblast pod vtiskem v základním (neovlivněném) materiálu. Nezáleželo na hloubce provedení řady vpichů, byla

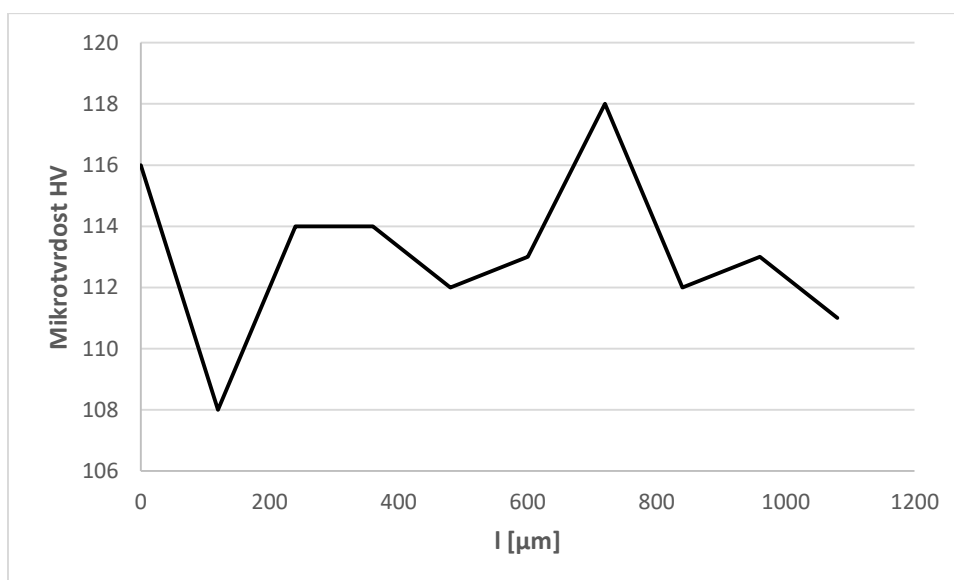


dodržena pouze vzdálenost 120  $\mu\text{m}$  mezi nimi. Uskutečnilo se 11 měření, což pro porovnání mikrotvrdomosti pod vtisky postačovalo. Výsledky zkoušky udává Tab. 11 a Obr. 71.

Ve všech případech zkoušky se tvrdost měřila do té doby, dokud se hodnoty tvrdosti neustálily.

Číslo měření	Vzdálenost mezi vtisky l [ $\mu\text{m}$ ]	Mikrotvrdomost HV
1	0	116
2	120	108
3	240	114
4	360	114
5	480	112
6	600	113
7	720	118
8	840	112
9	960	113
10	1080	111

Tab. 11: Mikrotvrdomost základního (neovlivněného) materiálu



Obr. 71: Průběh mikrotvrdomosti v základním (neovlivněném) materiálu

Při porovnání naměřených mikrotvrdotí bylo zjištěno, že se ovlivněná oblast od základního materiálu příliš neliší. Všechny uvedené průběhy mikrotvrdotí nejsou nijak nezvyklé pro tento materiál.

Bylo dosaženo závěru, že oblast plastické zóny nevykazuje žádné změny zřejmě z důvodu mechanického ovlivnění při přípravě vzorku. Když se vzorek řezal na dvě poloviny, došlo k výraznému tepelnému ovlivnění. Následné broušení a leštění také přispělo ke znehodnocení vlastností ovlivněné oblasti pod vtiskem. Bylo tedy zapotřebí jiného experimentu, který by zaručil nepoškození oblasti.

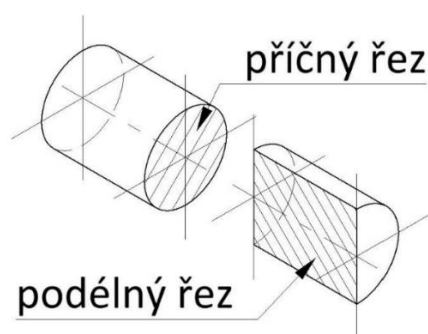
#### 7.4 Experiment pro zachování plochy pod vtiskem

Aby byla zachována struktura a vlastnosti ovlivněné oblasti pod vtiskem, musel být vymyšlen nějaký nový způsob zkoušení. Vznikl nápad spojení dvou kusů materiálu, přičemž se provede vtisk přímo doprostřed spoje.

Byl vybrán vzorek hliníkové slitiny AlCu4PbMg z tyče kruhového průřezu.

##### 7.4.1 Podélný řez

Materiál bylo potřeba rozříznout uprostřed nejprve v příčném směru a poté v podélném směru, jak je schematicky ukázáno na Obr. 72. Řezání bylo provedeno na metalografické pile MTH MIKRON 3000, která se používá pro přípravu velmi přesných a čistých řezů.



Obr. 72: Schéma příčného a podélného řezu válcem [20]

Z původního válečku vznikly čtyři části. Poloviny podélného řezu, které pasovaly k sobě, se zalisovaly do bakelitu pomocí zalévacího lisu LECO PR-4. Musely být tedy broušeny a leštěny dva vzorky, přičemž každý obsahoval dvě poloviny z podélného řezu.

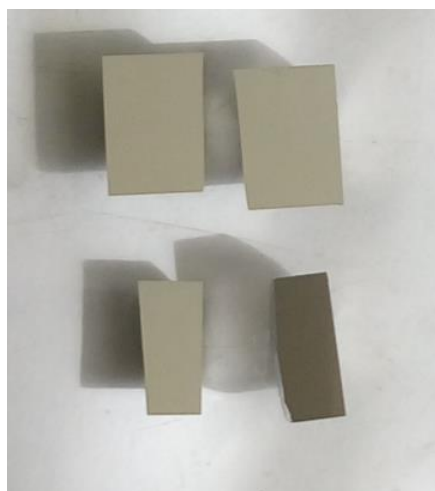
Broušeny byly ručně na brusných papírech se zrnitostí postupně od 80 až do 1200. Leštění probíhalo v automatickém věnci leštičky LECO GPX 300. Nastavení parametrů leštění je v Tab. 12. Leštění trvalo celkově asi 30 minut pro dosažení zrcadlového lesku bez přítomnosti rýh. Pro leštění byla použita koloidní silika. Vzorky byly poté omyty, osušeny a podrobeny kontrole povrchu na světelném mikroskopu.

Rychlost kotouče [ot./min.]	150
Přítlak na vzorky [N]	15
Rychlost věnce [ot./min.]	30
Smysl otáčení věnce	opačný

Tab. 12: Parametry leštění hliníkové slitiny

Dalším krokem bylo vyjmutí materiálu z bakelitu. To se provedlo upnutím vzorku do svěráku a postupným vyklepáváním a odsekáváním bakelitu kladivem. Tato operace byla nejnáročnější z důvodu potřeby velké síly a zároveň opatrného zacházení, aby se pracně vyleštěné plochy nepoškodily. Materiál se poté důkladně umyl a vysušil.

Poloviny byly následně přiloženy k sobě, přilepeny lepicí páskou a pro jistotu zafixovány plastovou stahovací páskou. Takto připravené vzorky byly společně zalisovány do bakelitu. Po zalisování byly broušeny na brusných kotoučích do zrnitosti 400, aby byla zajištěna rovná a relativně hladká plocha bez defektů.



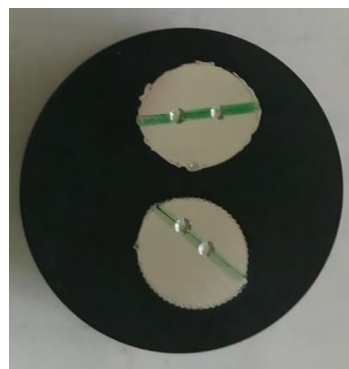
Obr. 73: Materiál po vyjmutí z bakelitu



Obr. 74: Spleené poloviny v podélném řezu



Obr. 75: Zalisované vzorky s řezem  
v podélném řezu



Obr. 76: Vzorky po indentaci s řezem  
v podélném řezu

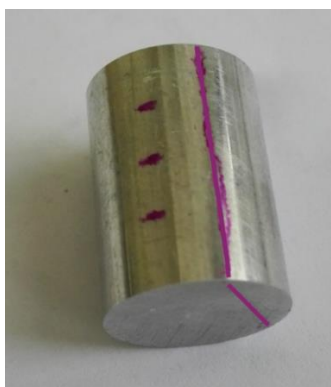
Na vzorcích byla fixem označena část, kde se poloviny dotýkají. V těchto místech byly provedeny pro každý vzorek dva vtisky. Vtisky byly uskutečněny na přístroji EXPIMER, který funguje na principu instrumentované vnikací zkoušky sférickým indentorem. Na tomto přístroji je velmi obtížné určit polohu vpichu. Vzorek se musí ručně posouvat a určení polohy vpichu neumožňuje žádná technika, nýbrž pouze lidské oko. Indentor tedy nemusel být vtlačován naprosto přesně na rozhraní dvou částí, mohl být mírně vychýlen.

Po indentaci se vzorky musely opět dostat pryč z bakelitu pomocí kladiva a očistit. Nejobtížnější bylo ze vzorků odstranit lepidlo, které vyteklo z lepicí pásky. Pro lepší odstranění byly vzorky ponořeny do kádinky s ethanolem a vloženy do ultrazvukové čističky.

Vzorky byly poté zkoumány na světelném mikroskopu. Struktura však příliš nevynikla, proto se provedl stejný experiment, avšak v příčném řezu.

#### 7.4.2 Příčný řez

Pro zkoušení v příčném řezu byl opět k dispozici materiál hliníkové slitiny tvaru válce. Z důvodu budoucího vytvoření vtisků musela být nejprve seříznuta podélná část válce pro vytvoření rovné plochy. Následně se vzorek nařezal na čtyři plátky o tloušťce přibližně 5 mm.



Obr. 77: Vzorek s vyznačením míst řezu pro zkoušení v příčném řezu

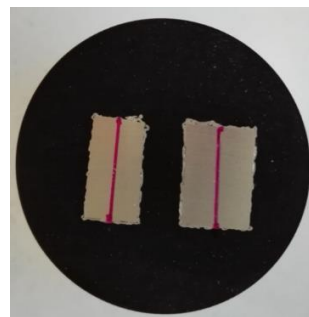


Obr. 78: Plochy z příčného řezu připravené k zalisování a následnému broušení a leštění

Z nařezaných plátků byly vytvořeny dva zalisované vzorky do bakelitu, kde každý měl dvě shodné plochy, jak je zobrazeno na Obr. 80. Postup byl stejný jako u zkoušení s podélným řezem. Vzorky se brousily, leštily, vyjmuly z bakelitu, očistily. Opět se poloviny spojily, tentokrát pouze lepicí páskou, a společně zalisovaly. Pro vytvoření rovné plochy se také brousily.



Obr. 79: Vzorky po slepení v příčném řezu

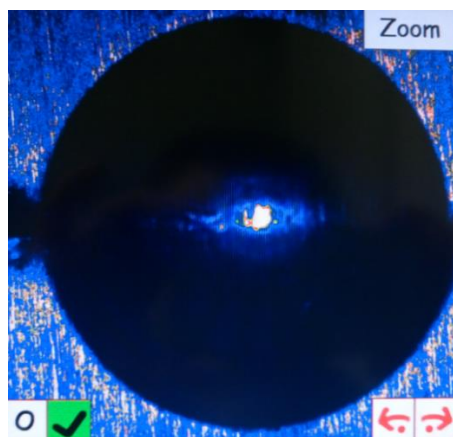


Obr. 80: Vzorky zalisované v bakelitu s vyznačením dotyku polovin v příčném směru

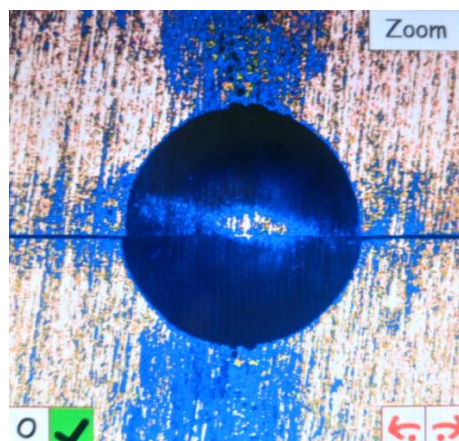
Nejprve byla snaha vykonat vtisk na přístroji EXPIMER. Vzorek byl pod indentor umístěn tak, aby první vtisk byl proveden na kraji. Protože však byl vzorek zalisován s půlkruhovým průřezem, snadno se z bakelitu uvolnil. Čím déle působila na vzorek zátěž na jedné straně, tím více se vysunoval z lisovací hmoty na straně druhé.

Po předchozí zkušenosti bylo nutností provést vtisky pouze uprostřed vzorku, aby se zabránilo jeho uvolňování. Z důvodu obtížného určení místa vtisku na přístroji EXPIMER bylo rozhodnuto uskutečnit vnikací zkoušku na univerzálním tvrdoměru EMCOTEST M4C 075/750. Díky tomu, že tvrdoměr má objektiv propojený s displejem se zobrazeným osovým křížem, bylo umožněno přesně určit místo, kde se poloviny dotýkají, tudíž bylo zbytečné toto místo vyznačovat fixem.

Na prvním vzorku bylo nastaveno zatížení 750 kp, na druhém 250 kp. Oba vtisky byly uskutečněny sférickým indentorem o průměru 5 mm.

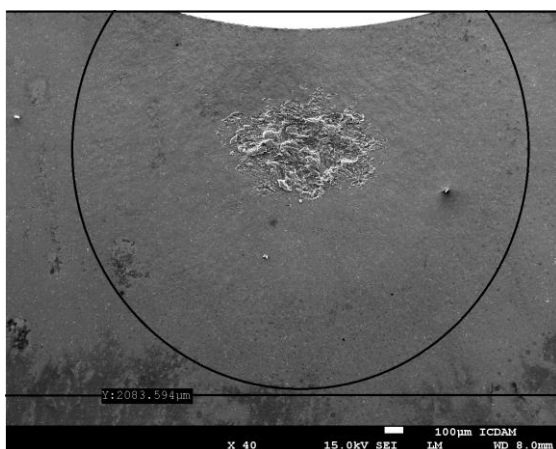


Obr. 81: Vtisk po zatížení 750 kp

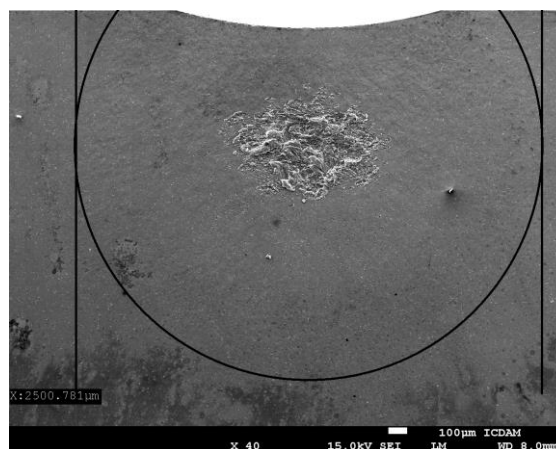


Obr. 82: Vtisk po zatížení 250 kp

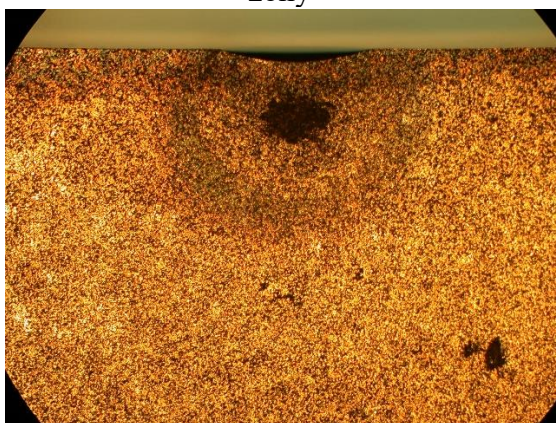
Po rozdělení polovin se povrch vyleštil a naleptal. Struktura byla pozorována na světelném mikroskopu s použitím polarizačního světla a řádkovacím elektronovém mikroskopu, viz Obr. 83 až 88.



Obr. 83: Vtisk 250 kp – hloubka plastické zóny



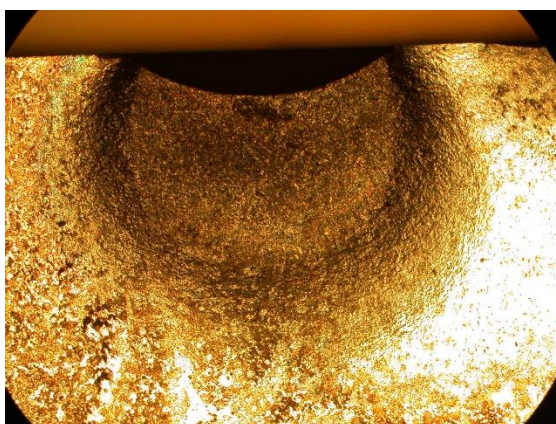
Obr. 84: Vtisk 250 kp – šířka plastické zóny



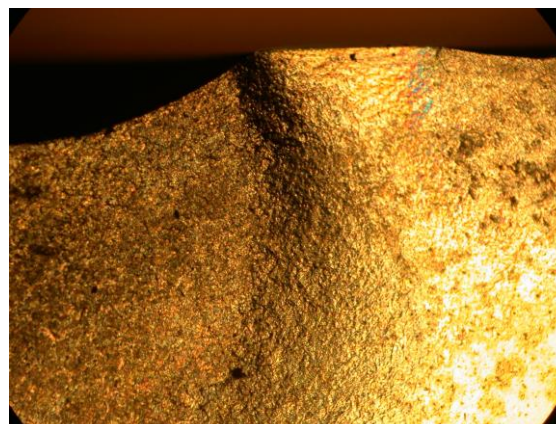
Obr. 85: Vtisk 250 kp v polarizačním světle, zvětšení 5x



Obr. 86 Vtisk 250 kp v polarizačním světle, zvětšení 5x



Obr. 87: Vtisk 750 kp v polarizačním světle, zvětšení 2,5x



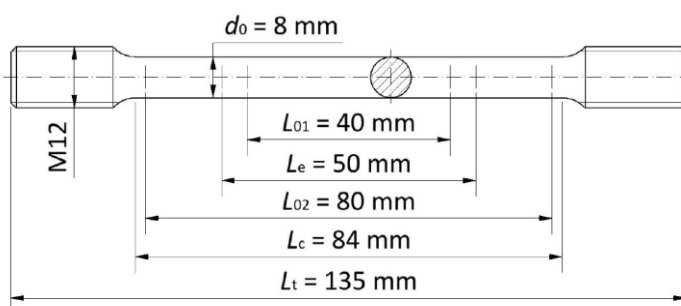
Obr. 88: Vtisk 750 kp v polarizačním světle, zvětšení 5x

Pomocí mikroskopických metod byla potvrzena existence plastické zóny. U vtisku vytvořeného zatížením 250 kp byly odhadnuty rozměry plastické zóny. Hloubka, do které tato oblast zasahuje, je vzdálena 2083,6  $\mu\text{m}$  od povrchu. Přibližná šířka plastické zóny činí 2500,8  $\mu\text{m}$ . Snímky s okótovanými rozměry jsou na Obr. 83 a 84.

## 7.5 Zkouška tahem

Měření proběhlo dle normy ČSN EN ISO 6892-1 Kovové materiály – Zkoušení tahem – Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty. Zkouška byla provedena na univerzálním trhacím stroji Instron 5582.

Pro zkoušku tahem byly k dispozici zkušební vzorky poměrových dlouhých tyčí kruhového průřezu osmi různých materiálů vyhovujících normě ČSN EN ISO 6892–1, viz Obr. 90. Každý zkušební vzorek měl celkovou délku  $L_t = 135 \text{ mm}$ , zkoušenou délku  $L_c = 84 \text{ mm}$ , počáteční měřenou délku označenou  $L_{02} = 80 \text{ mm}$ , počáteční měřenou délku průtahoměru  $L_e = 50 \text{ mm}$  a počáteční měřenou délku označenou  $L_{01} = 40 \text{ mm}$ . Počáteční průměr zkoušené délky byl  $d_0 = 8 \text{ mm}$ .



Obr. 89: Tvar a rozměry zkušební vzorku na zkoušku tahem [20]



Obr. 90: Vzorky pro zkoušku tahem



Od každého materiálu byly zkouškou tahem podrobeny dva vzorky. Pro jeden vzorek byl při tahové zkoušce použit průtahoměr (extenzometr), druhý bez průtahoměru. Průtahoměr se upíná přímo na tyč a lze jím měřit okamžitou deformaci, která vzniká při zatěžování. Zkušební vzorkům byl před zkouškou tahem důkladně změřen skutečný průměr. Pro měření bez průtahoměru byla na tyčích označena vzdálenost 80 mm pro následné určení tažnosti.

Při měření bez průtahoměru byla zvolena zkušební metoda A, kdy zkušební rychlost vychází z řízení deformační rychlosti ze zkoušené délky  $L_c = 84$  mm. Deformační rychlost byla řízena rychlostí příčnicku  $v_c = 5$  mm/min. Deformační rychlost lze vypočítat vztahem

$$\dot{\epsilon}_{L_c} = \frac{v_c}{L_c} \text{ [s}^{-1}\text{]}$$

$$\dot{\epsilon}_{L_c} = \frac{5 \text{ mm/min}}{84 \text{ mm}} = \frac{0,083 \text{ mm/s}}{84 \text{ mm}} = 0,000992 \text{ s}^{-1}.$$

Pro měření s průtahoměrem byla pro měřicí stroj přímo nastavena deformační rychlost 1 %/min.

Výsledky měření byly zaznamenány softwarem přidruženým k měřicímu stroji. Po přetržení vzorku bez použití průtahoměru byla posuvným měřítkem změřena konečná délka. Měření s průtahoměrem neskončilo lomem. Měření bylo provedeno především pro zjištění modulu pružnosti, který se nacházel v intervalu napětí 100 až 300 MPa, tudíž nebylo nutno zkušební tyč podrobit lomu.

Označení materiálu	bez průtahoměru		s průtahoměrem
	$d_0$ [mm]	$L_u$ [mm]	$d_0$ [mm]
AlCu4PbMg	-	-	7,920
Cu-ETP	8,030	86,300	7,990
CuSn8	7,990	105,310	7,997
CuZn40Pb2	8,010	93,840	7,990
S235JRC	7,900	86,380	7,964
S355J2	7,960	86,060	7,91
11SMn30	8,050	85,440	8,015
E335GC	7,920	84,260	7,986

Tab. 13: Rozměry na zkušebních tyčích měřené před a po zkoušce posuvným měřítkem

### 7.5.1 Naměřené hodnoty ze zkoušky tahem

V Tab. 14 jsou zaneseny výsledné vlastnosti materiálu ze zkoušky tahem: modul pružnosti  $E$ , mez kluzu  $R_{p02}$ , mez pevnosti  $R_m$  a tažnost dlouhé poměrové tyče  $A_{11,3}$ . Měření provedené s průtahoměrem je označeno \*.

Materiál	Označení	$E$ [MPa]	$R_{p02}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$A_{11,3}$ [%]
Slitina hliníku	AlCu4PbMg	14 940	418	489	8,5
Slitina hliníku *		72 705	414	456	3,0
<b>průměr</b>		<b>43 823</b>	<b>416</b>	<b>473</b>	<b>5,8</b>
Měď	Cu-ETP	16 599	347	329	7,9
Měď *		122 640	336	343	4,0
<b>průměr</b>		<b>69 620</b>	<b>342</b>	<b>336</b>	<b>6,0</b>
Bronz	CuSn8	15 029	431	523	31,6
Bronz *		98 158	377	455	2,6
<b>průměr</b>		<b>56 594</b>	<b>404</b>	<b>489</b>	<b>17,1</b>
Mosaz	CuZn40Pb2	13 625	353	410	17,3
Mosaz *		71 370	344	397	3,1
<b>průměr</b>		<b>42 498</b>	<b>349</b>	<b>404</b>	<b>10,2</b>
Ocel 1	S235JRC	19 980	512	538	8,0
Ocel 1 *		219 485	523	550	4,7
<b>průměr</b>		<b>119 733</b>	<b>518</b>	<b>544</b>	<b>6,4</b>
Ocel 2	S355J2	19 769	597	643	8,25
Ocel 2 *		200 215	575	624	2,0
<b>průměr</b>		<b>109 992</b>	<b>646</b>	<b>634</b>	<b>5,1</b>
Ocel 3	11SMn30	20 240	656	660	6,8
Ocel 3 *		273 670	660	667	2,8
<b>průměr</b>		<b>146 955</b>	<b>658</b>	<b>664</b>	<b>4,8</b>
Ocel 4	E335GC	19 143	740	854	5,3
Ocel 4 *		184 028	661	850	3,5
<b>průměr</b>		<b>101 586</b>	<b>701</b>	<b>852</b>	<b>4,4</b>

\* měření s průtahoměrem, neukončeno lomem

Tab. 14: Základní vlastnosti materiálů zjištěné zkouškou tahem

Z exportovaných dat softwarem měřicího stroje do Excelu se následně po přepočtu vygenerovaly smluvní a skutečné diagram, viz Obr. 92 až 97. Oba diagramy jsou ukončeny mezí pevnosti, která předchází přetržení zkušební tyče.

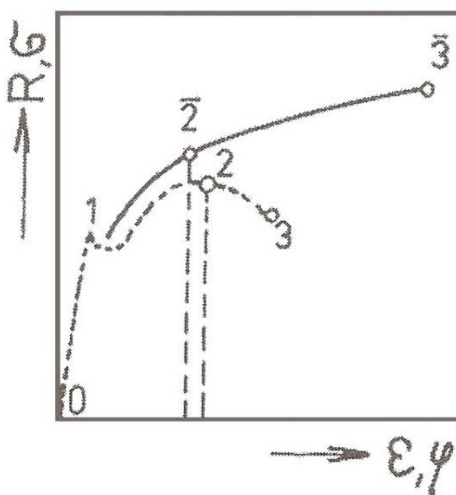
Smluvní diagram je v souřadnicích smluvní napětí  $R$  – poměrná deformace  $\varepsilon$ . Pro přepočet na tyto souřadnice byly použity vzorce

$$R = \frac{P}{S_0},$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L_e}{L_e},$$

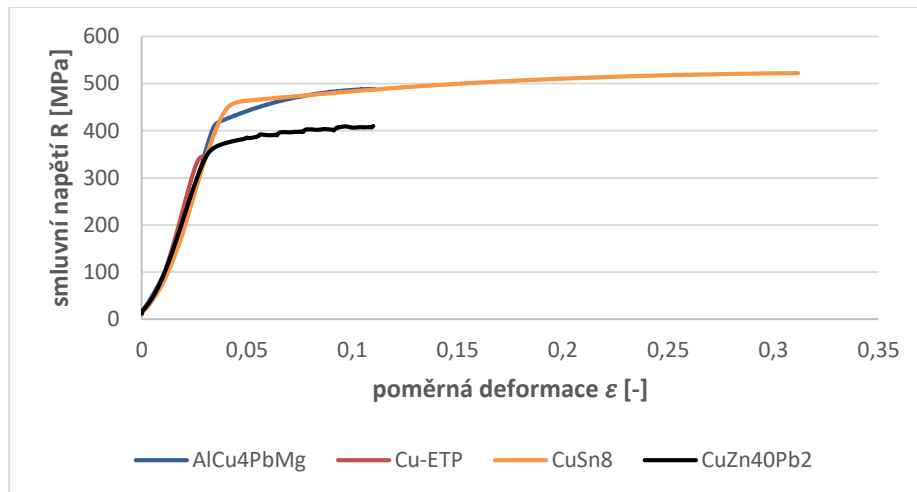
kde  $S_0$  je počáteční průřezová plocha zkoušené délky a  $\Delta L_e$  prodloužení měřené průtahoměrem.

Skutečný diagram se vykresluje v souřadnicích skutečné napětí  $\sigma$  – skutečná deformace  $\varphi$ . Tyto hodnoty vygeneroval software.

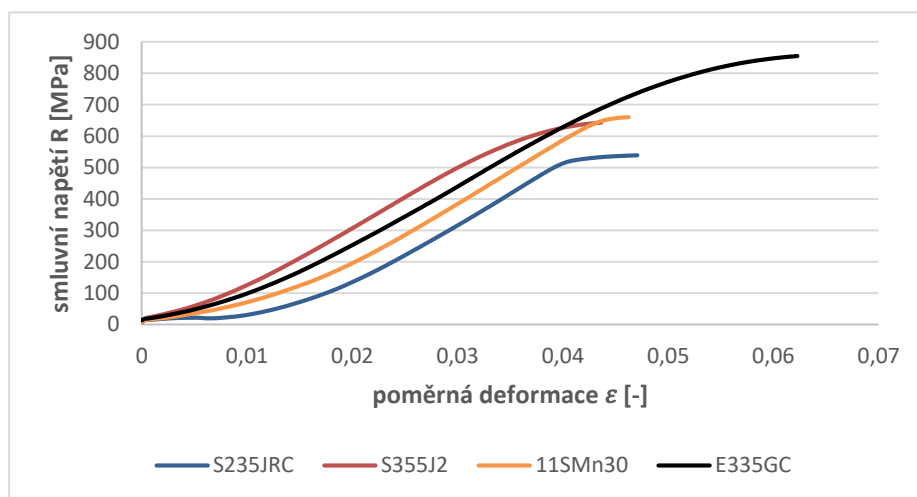


Obr. 91: Schématický deformační diagram: čárkovaně – smluvní diagram, plně – skutečný diagram [1]

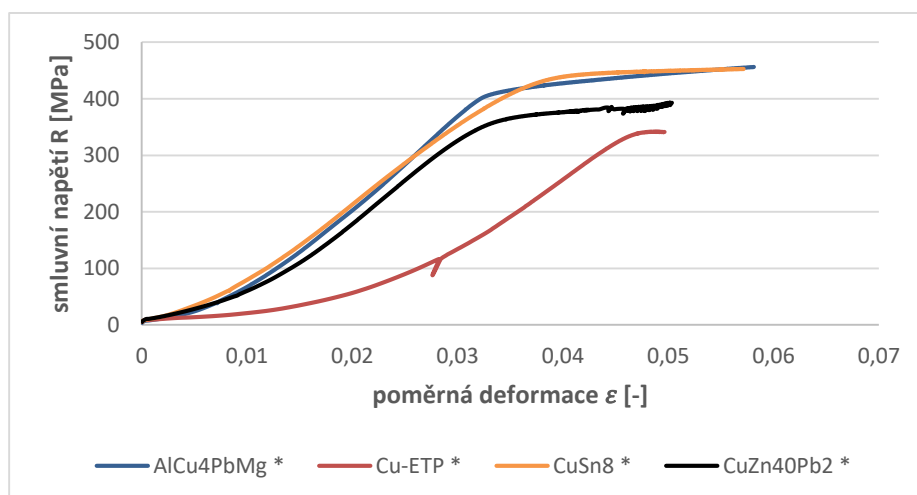
Smluvní a skutečné tahové diagramy osmi základních materiálů jsou uvedeny níže.



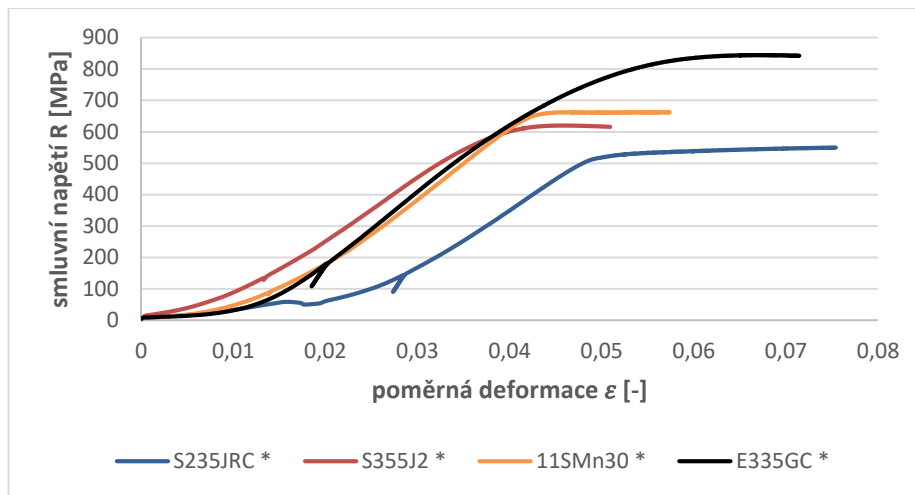
Obr. 92: Smluvní tahový diagram neželezných kovů



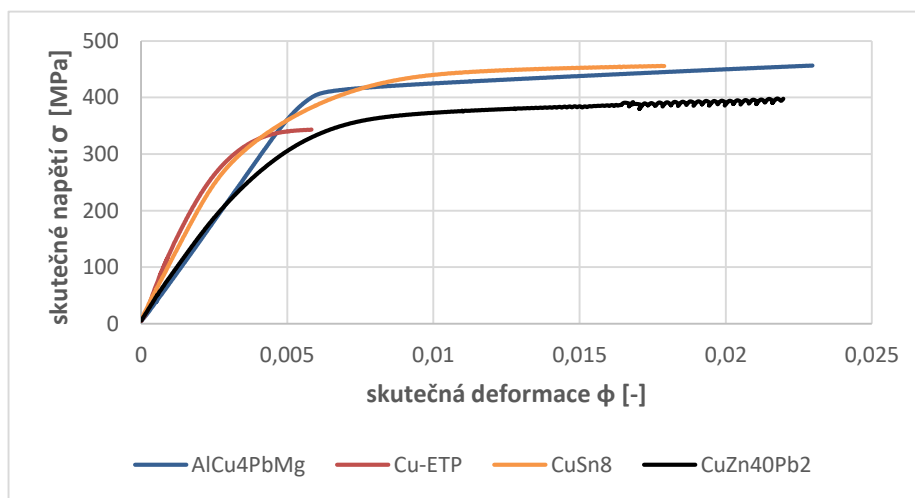
Obr. 93: Smluvní tahový diagram ocelí



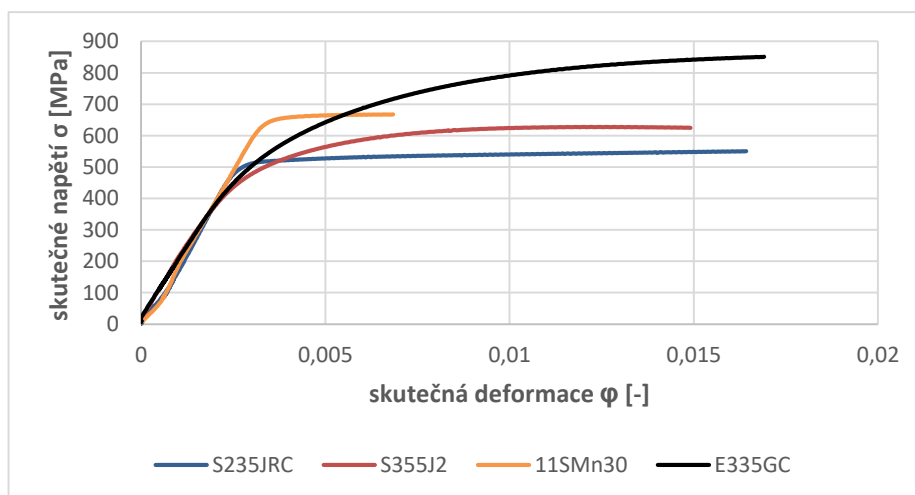
Obr. 94: Smluvní tahový diagram neželezných kovů (měření s průtahoměrem)



Obr. 95: Smluvní tahový diagram ocelí (měření s průtahoměrem)



Obr. 96: Skutečný tahový diagram neželezných kovů (měření s průtahoměrem)



Obr. 97: Skutečný tahový diagram ocelí (měření s průtahoměrem)

Kmitání v koncové části křivky mosazi CuZn40Pb2 ve smluvním i skutečném diagramu je zřejmě způsobeno prokluzem zkušební tyče v závitech.

### 7.5.2 Koeficient a exponent deformačního zpevnění ze zkoušky tahem

Software automaticky vyhodnotil koeficient deformačního zpevnění  $K$  a exponent deformačního zpevnění  $n$ .

Pro ověření hodnot byla použita data z tahové zkoušky s použitím průtahoměru. Pro kontrolu a porovnání těchto deformačních charakteristik byla vymezena oblast rovnoměrné plastické deformace skutečného diagramu. Oblast rovnoměrné plastické deformace se nachází na Obr 62. mezi body 1 a  $\bar{2}$ . Touto částí diagramu byla v programu Excel aproximována mocninná funkce a následně odečteny hodnoty podle rovnice

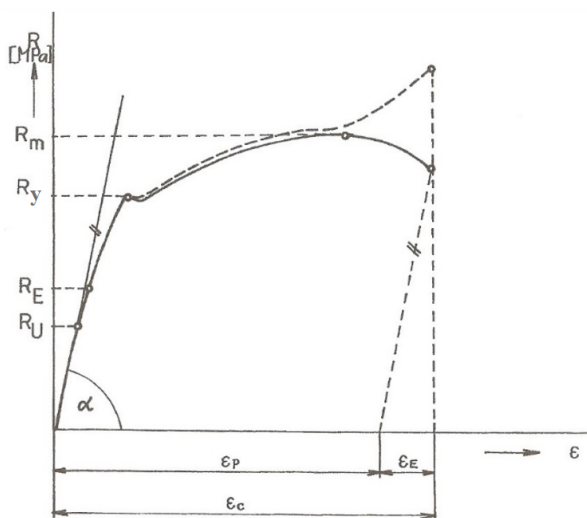
$$\sigma = K \cdot \varphi^n .$$

Pro většinu materiálů bylo velice obtížné nalézt oblast rovnoměrné plastické deformace z důvodu nevýrazné meze kluzu.

Nakonec byly výsledky ověřeny výpočtem. Pro výpočet byl použit vzorec z článku [22]

$$K = \sigma_u \cdot \left(\frac{E}{\sigma_u}\right)^n . \quad (44)$$

Mez úměrnosti  $\sigma_u$  byla odečtena z digramu, jak naznačuje Obr. 98, modul pružnosti  $E$  byl získán z vyhodnocení softwarem a  $n$  z předchozí aproximace mocninnou funkcí. Napětí na mezi úměrnosti se z diagramu nesehadno určovalo z důvodu nelinearity v oblasti Hookova zákona.



Obr. 98: Deformační diagram se zobrazením meze úměrnosti  $R_u$  ( $\sigma_u$ ), meze pružnosti  $R_E$  ( $\sigma_E$ ), meze kluzu  $R_y$  ( $\sigma_y$ ), meze pevnosti  $R_m$  ( $\sigma_m$ ); upraveno z [2]

Označení materiálu	software		diagram		výpočet		
	$K$ [MPa]	$n$ [-]	$K$ [MPa]	$n$ [-]	$\sigma_u$ [MPa]	$E$ [MPa]	$K$ [MPa]
AlCu4PbMg	641	0,090	632	0,086	360	72 705	568
Cu-ETP	400	0,030	404	0,031	260	122 640	315
CuSn8	612	0,074	609	0,070	240	98 158	366
CuZn40Pb2	522	0,074	530	0,077	210	71 370	329
S235JRC	650	0,040	667	0,044	475	219 485	622
S355J2	1 052	0,113	1 062	0,117	330	200 215	698
11SMn30	722	0,017	727	0,017	605	273 670	671
E335GC	1 521	0,144	1 492	0,137	420	184 028	966
* data softwaru a diagramu byla získána z tahové zkoušky s použitím průtahoměru							

Tab. 15: Koeficient deformačního zpevnění  $K$  a exponent deformačního zpevnění  $n$  zjištěné softwarem, z diagramu a výpočtem

Hodnoty koeficientu deformačního zpevnění  $K$  a exponentu deformačního zpevnění  $n$  vypočítaného softwarem a odečtené z diagramů pomocí aproximace mocninnou funkcí se téměř shodují, což se očekávalo, nýbrž bylo provedeno z důvodu kontroly. Vymezení oblasti rovnoměrné plastické deformace je poměrně obtížné a vyžaduje jistou dávku zkušeností. Při nepatrné změně intervalu této oblasti se mohou hodnoty skokově měnit.

Hodnoty koeficientu deformačního zpevnění  $K$  získané výpočtem nelze unifikovat za správné či špatné. Zhruba u poloviny zkoušených materiálů se hodnota přibližně shoduje s výsledky předchozích metod, nýbrž u některých materiálů, především u ocelí S355J2 a E335GC je hodnota  $K$  výrazně odlišná.

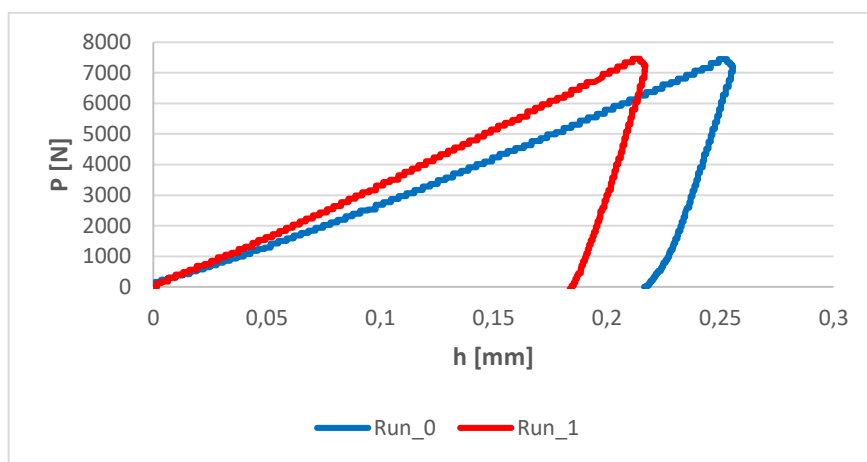
## 7.6 Ověření metodiky určování vlastností

Pro zjištění, zda je metodika softwaru EXPIMERu pro výpočet vlastností materiálu při instrumentované vnikací zkoušce tvrdosti správná, je potřeba výsledky zkontrolovat výpočtem. Pomocí výpočtu byla ověřována hodnota tvrdosti, celková práce indentace, elastická práce indentace a vtiskový modul pružnosti. Nakonec pomocí experimentálních

vzorců byly určeny závislosti indentačního napětí na deformaci, z čehož byly následně zjišťovány koeficienty a exponenty deformačního zpevnění a další možné vlastnosti.

Materiály pro vyhodnocení správnosti výpočtů softwaru byly blíže nespécifikovaná ocel a hliníková slitina AlCu4PbMg. Pro ocel proběhla dvě měření značená jako Run\_0 a Run\_1.

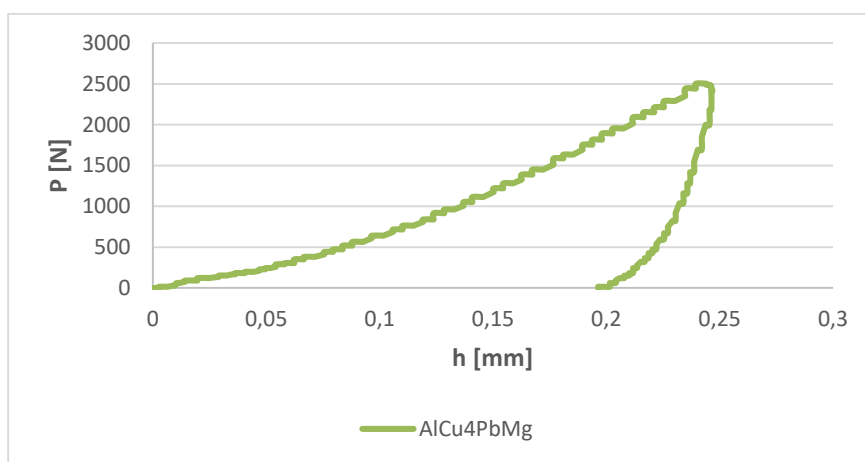
Data získaná z instrumentované vnikací zkoušky pro ocel jsou na Obr. 99 a v Tab. 16. Data pro hliníkovou slitinu AlCu4PbMg jsou na Obr. 100 a v Tab. 17.



Obr. 99: Naměřené indentační křivky oceli

Ocel	$E$ [MPa]	$HBW$ [-]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$W_t$ [mJ]	$W_e$ [mJ]
Run_0	118 079,4	222,2	229,9	622,2	903,7	143,5
Run_1	118 381,2	263,4	230,5	737,6	780,3	125,1

Tab. 16: Hodnoty určené softwarem pro ocel



Obr. 100: Naměřená indentační křivka hliníkové slitiny AlCu4PbMg



Materiál	$E$ [MPa]	$HBW$ [-]	$R_{p0,2}$ [MPa]	$R_m$ [MPa]	$W_t$ [mJ]	$W_e$ [mJ]
AlCu4PbMg	83 820,5	82,7	164,6	231,7	244,1	42,5

Tab. 17: Hodnoty určené softwarem pro hliník AlCu4PbMg

### 7.6.1 Výpočet podle Brinella

Tvrdość podle Brinella je uvedena v normě ČSN EN ISO 6506-1. Tvrdość je určena maximální silou, která působila na sférický indentor  $P_{max}$ , průměrem sférického indentoru  $D$  a středním průměrem zbytkového vtisku  $d$ . Výpočet můžeme usnadnit tak, že převedeme idealizovanou plochu povrchu vtisku na hloubku zbytkového vtisku  $h_r$ .

Vyjádření vzorce pro výpočet tvrdosti podle Brinella:

$$HBW = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot P}{\pi \cdot D^2 \cdot \left(1 - \sqrt{1 - \frac{d^2}{D^2}}\right)} = 0,102 \cdot \frac{P_{max}}{\pi \cdot D \cdot h_r} \quad (45)$$

Konstanta 0,102 je převrácená hodnota čísla 9,80665, což je převodní faktor z jednotky kilopond  $kp$  na newtony  $N$ .

Pro uvedenou indentační křivku Run\_0 byla maximální síla, která působila na indentor, 7443,352 N. Použitý sférický indentor měl průměr 5 mm a hloubka vtisku činila 0,21648 mm. Zde jsou uvedeny přesné hodnoty, avšak pro výpočet jsou dostačující hodnoty zaokrouhlené.

Názorný výpočet tvrdosti podle Brinella:

$$HBW = 0,102 \cdot \frac{P_{max}}{\pi \cdot D \cdot h_r} = 0,102 \cdot \frac{7443}{\pi \cdot 5 \cdot 0,216} = 223,3$$

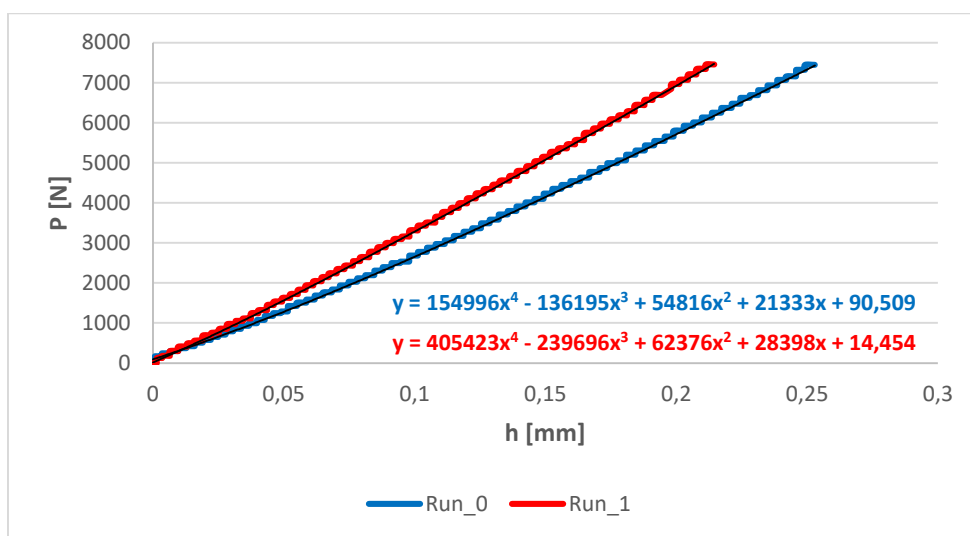
Materiál	$P_{max}$ [N]	$h_r$ [mm]	$HBW$	$HBW_{SW}$
Ocel Run_0	7 443	0,216	223,3	222,2
Ocel Run_1	7 457	0,184	263,8	263,4
AlCu4PbMg	2 502	0,195	83,3	82,7

Tab. 18: Porovnání hodnot tvrdostí vypočítaných podle Brinella a softwarem EXPIMERu

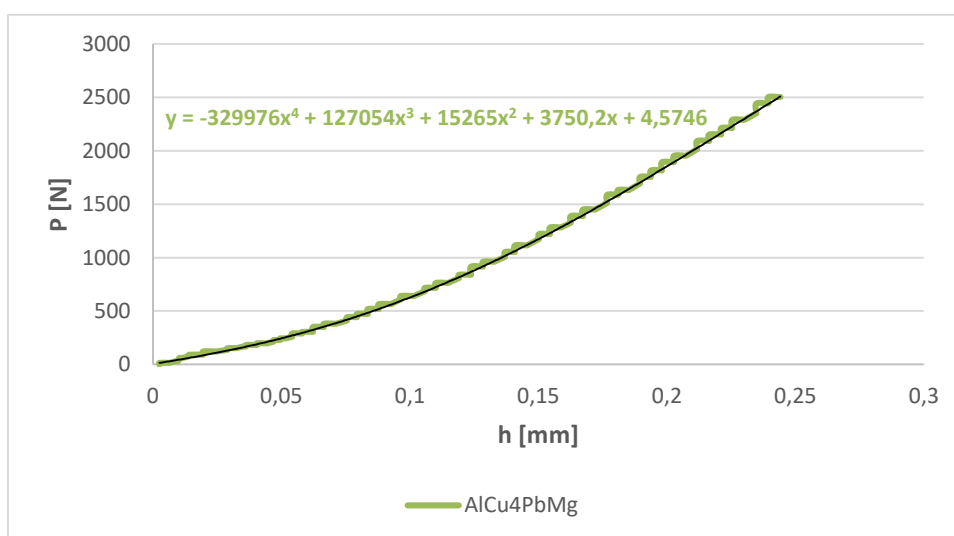
V tabulce vidíme, že se hodnoty vypočtené metodou Brinella příliš neliší od hodnot určených softwarem EXPIMER. Můžeme tedy usoudit, že hodnoty vypočtené softwarem jsou správné a je možno je bezpečně použít při dalších měřeních.

### 7.6.2 Výpočet celkové práce vnikacího procesu

Celková práce vnikacího procesu je dána plochou pod indentační křivkou v části zatěžování. Nejprve musíme aproximovat křivku vhodnou funkcí a poté funkce proložené křivkami zintegrujeme v příslušných mezích. Aproximace křivek jsou zobrazeny v diagramech na Obr. 101 a Obr. 102.



Obr. 101: Aproximace zatěžovacích křivek oceli



Obr. 102: Aproximace zatěžovací křivky hliníkové slitiny AlCu4PbMg

Na příklad výpočet plochy pod zatěžovací křivkou pomocí aproximované funkce pro ocel Run\_0 byl proveden následovně.

$$W_t = \int_{h_{min}}^{h_{max}} f(x)dx = \int_0^{0,253} (15499x^4 - 13619x^3 + 54816x^2 + 21333x + 90,50)dx = 991 \text{ mJ}$$

V Tab. 19 jsou pro srovnání zobrazeny vypočítané hodnoty celkové práce vnikacího procesu a hodnoty uvedené softwarem.

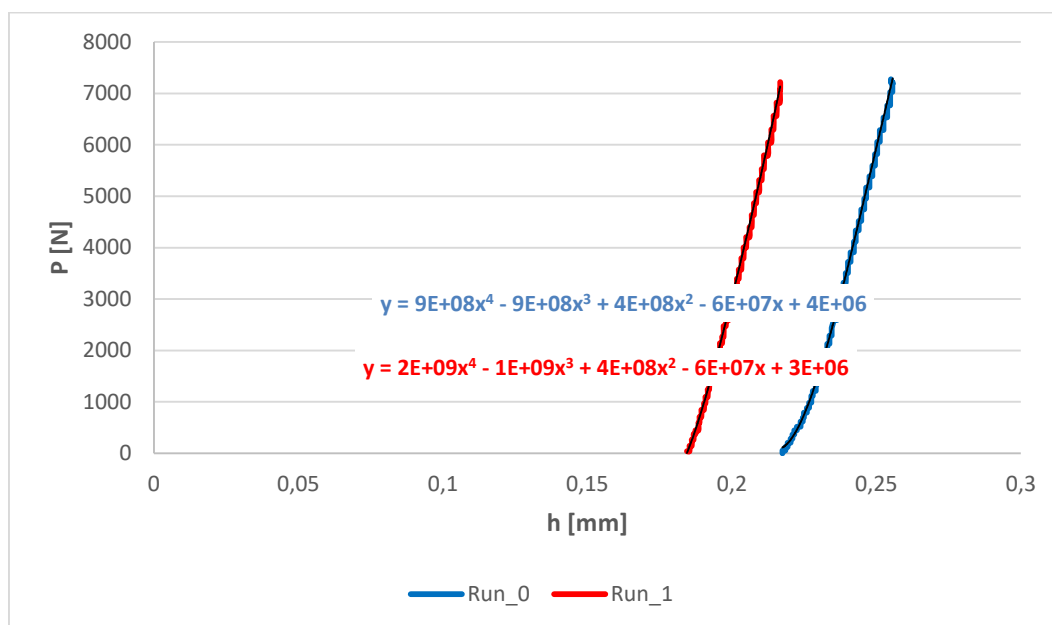
Materiál	$h_{min}$ [mm]	$h_{max}$ [mm]	$W_t$ [mJ]	$W_{t\ SW}$ [mJ]
Ocel Run_0	0	0,253	991	904
Ocel Run_1	0	0,215	853	780
AlCu4PbMg	0	0,244	242	244

Tab. 19: Porovnání hodnot celkové práce vnikacího procesu vypočítaných integrací křivek a vyhodnocených softwarem EXPIMERu

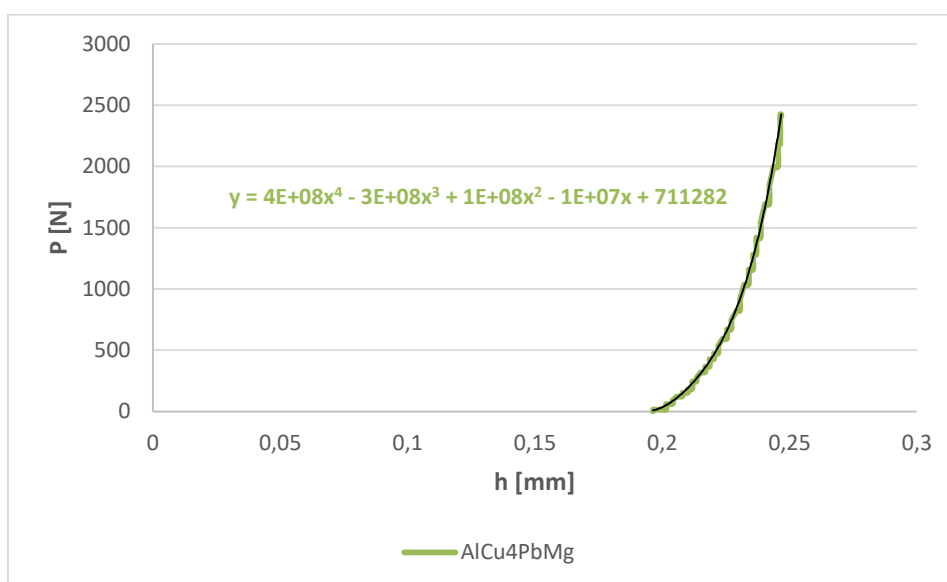
Hodnoty celkové práce vnikacího procesu u hliníkové slitiny se přibližně shodují. Hodnoty celkové práce pro ocel se v tomto případě příliš neshodují jako v případě porovnání hodnot tvrdostí. Nicméně se liší řádově pouze o desítky, což můžeme zanedbat. Software EXPIMERu práci nepočítá souhrnně pod křivkou, nýbrž pouze po jednotlivých krocích. Proto se při porovnání hodnot práce mohou vyskytovat určité rozdíly.

### 7.6.3 Výpočet elastické práce vnikacího procesu

Postup výpočtu je stejný jako v případě výpočtu celkové práce, ale vyhodnocují se křivky odlehčování.



Obr. 103: Aproximace odlehčovacích křivek oceli



Obr. 104 Aproximace odlehčovací křivky hliníkové slitiny AlCu4PbMg

Výpočet ploch pod odlehčovacími křivkami byl proveden obdobně jako při výpočtu zatěžovacích křivek.

Opět je zde uveden příklad výpočtu etastické práce pro ocel Run\_0.

$$W_e = \int_{0,218}^{0,255} (9E + 08x^4 - 9E + 08x^3 + 4E + 08x^2 - 6E + 07x + 4E + 06)dx$$

$$= 114\,721 \text{ mJ}$$

Při výpočtu ploch pod odlehčovacími křivkami se vyskytly problémy s aproximací křivek. Aproximovaná funkce dobře proloží celý průběh odlehčovací křivky, nýbrž členy této funkce nejsou dostatečně přesné pro výpočet zvolené plochy.

Materiál	$h_{min}$ [mm]	$h_{max}$ [mm]	$W_e$ [mJ]	$W_{e\,sw}$ [mJ]
Ocel Run_0	0,218	0,255	114 721	143
Ocel Run_1	0,184	0,217	72 660	125
AlCu4PbMg	0,195	0,247	57 228	42,5

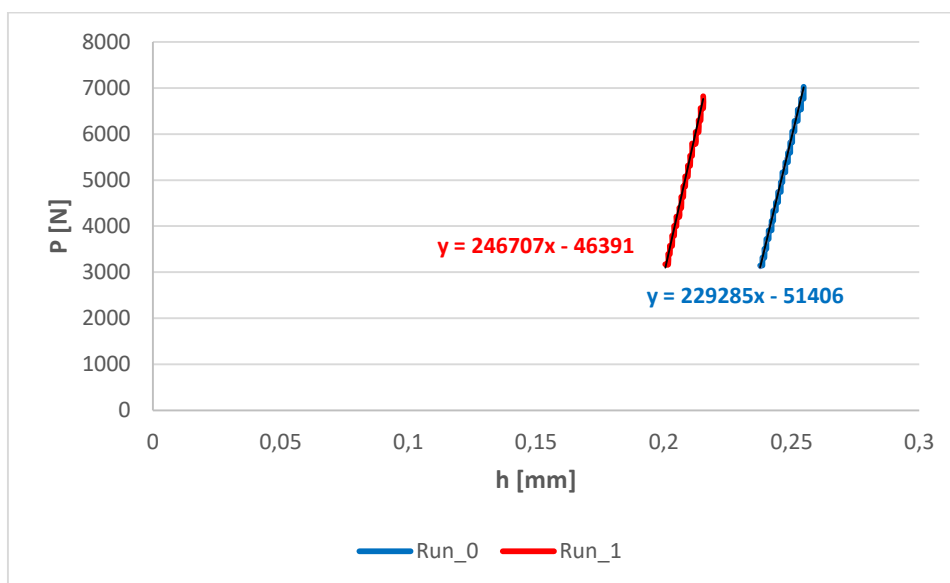
Tab. 20: Porovnání hodnot elastické práce odlehčovacího procesu vypočítaných integrací křivek a vyhodnocených softwarem EXPIMERu

Porovnání hodnot elastické práce je v Tab. 20. Je vidět, že se hodnoty zřetelně liší. Vypočítaná hodnota elastické práce pomocí aproximace výrazně převyšuje hodnotu získanou softwarem.

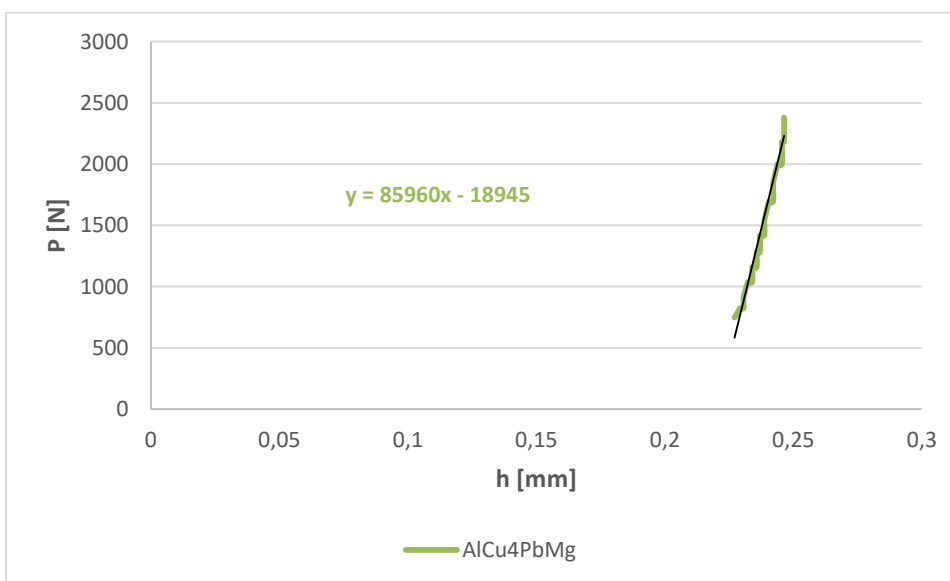
Problematika výpočtu elastické práce je podrobněji řešena dále v kapitole 7.6.6 pro osm základních materiálů, pro které byla provedena i tahová zkouška.

### 7.6.4 Výpočet modulu pružnosti

Pro výpočet modulu pružnosti byl použit počátek odlehčovací křivky. Uvažován byl pouze její lineární úsek. Tato část křivky byla aproximována lineární funkcí.



Obr. 105: Aproximace počátků odlehčovacích křivek oceli



Obr. 106 Aproximace počátku odlehčovací křivky hliníkové slitiny AlCu4PbMg

Z rovnic aproximovaných křivek lze vyčíst směrnici křivky, čímž je určena kontaktní tuhost. Aby bylo možno porovnat hodnoty modulu pružnosti, byly použity přepočty kontaktní tuhosti na redukovaný modul pružnosti a následně modul pružnosti materiálu. Vzorce pro výpočet byly uvedeny v kapitole 4.

První výpočet byl proveden podle rovnice (19), kde se přepočítala kontaktní tuhost na redukovaný modul pružnosti. Výpočet odpovídá normě ČSN EN ISO 14577-1. Za  $S$  byla dosazena hodnota směrnic křivky zjištěná z rovnice aproximované funkce. Kontaktní plocha byla počítána z kontaktního poloměru při maximálním zatížení.

$$E_{red} = \frac{S \cdot \sqrt{\pi}}{2 \cdot \sqrt{A_p}} = \frac{S}{2 \cdot a_c} = \frac{229285}{2 \cdot 1,096} = 104\,601 \text{ MPa}$$

Jestliže je znám redukovaný modul pružnosti, je možno vypočítat modul pružnosti materiálu. K tomuto výpočtu byl použit vzorec (20). Materiálové vlastnosti použitého indentoru jsou známy. Poissonova čísla materiálů zkušebních těles byla také k dispozici.

$$\nu_i = 0,21$$

$$E_i = 640\,000 \text{ MPa}$$

$$\nu_{ocel} = 0,3$$

$$\nu_{AlCu4PbMg} = 0,32$$

Při použití redukovaného modulu pružnosti do vzorců vychází poměrně nízké hodnoty. V článku [29] se předpokládá, že kontaktní tuhost je přímo úměrná redukovanému modulu pružnosti  $E_{red} = S$ . Proto byla do rovnic dosazena hodnota kontaktní tuhosti.

Při znalosti výše uvedených hodnot lze přejít k výpočtu dle rovnice (20).

$$E_{IT\,ISO} = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_{red}} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{S} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} = \frac{1 - 0,3^2}{\frac{1}{229\,285} - \frac{1 - 0,21^2}{640\,000}} = 317\,317 \text{ MPa}$$

Pro srovnání byl použit další vztah pro výpočet modulu pružnosti uvedený v článku [29], který je podstatně jednodušší než předešlý výpočet.

$$E_{IT} = E_{red} \cdot (1 - \nu^2) = S \cdot (1 - \nu^2) = 229\,285 \cdot (1 - 0,3^2) = 224\,503 \text{ MPa}$$

Materiál	$S$ [MPa]	$\nu$ [-]	$a_c$ [mm]	$E_{red}$ [MPa]	$E_{IT\,ISO}$ [MPa]	$E_{IT}$ [MPa]	$E_{IT\,sw}$ [MPa]
Ocel Run_0	229 285	0,3	1,096	104 601	317 317	224 503	221 123
Ocel Run_1	246 707	0,3	1,013	121 770	355 497	230 030	230 960
AlCu4PbMg	85 960	0,32	1,078	39 870	88 523	77 158	83 820

Tab. 21: Porovnání hodnot modulu pružnosti vypočítaných vzorci a vyhodnocených softwarem EXPIMERu

Srovnání všech vypočítaných hodnot a hodnot vypočítaných softwarem EXPIMERu udává Tab. 21. Pro ocel se modulu pružnosti vyhodnoceného softwarem nejvíce blíží hodnota modulu  $E_{IT}$ . Hliníková slitina vykazuje mírný rozdíl mezi hodnotami počítanými a vyhodnocenými softwarem.

Odlíšnosti v případě hliníkové slitiny mohou být způsobeny například vadou v mikrostruktuře, nepředvídatelným jevem při měření apod. Posouzení, která z metod výpočtu je nejpřesnější, není možné vzhledem k malému množství měření.

### 7.6.5 Určení závislosti napětí na deformaci

Závislost napětí na deformaci se určuje z důvodu zjištění dalších materiálových vlastností.

Indentační deformace je nejčastěji definována vztahem

$$\varepsilon_{ind} = 0,2 \cdot \frac{a_c}{R_i} \cdot$$

Dalším vztahem, který je uváděn pro výpočet deformace, je

$$\varepsilon_{ind} = \frac{h_e}{2,4 \cdot a_c} \cdot$$

Tyto vzorce však nejsou vhodné pro výpočet koeficientu a exponentu deformačního zpevnění.

Výpočet napětí se řeší ve všech publikacích většinou stejně. V oblasti platnosti Hookova zákona je napětí rovno součinu modulu pružnosti a indentační deformace. V oblasti za Hookovým zákonem se napětí počítá jako poměr síly a promítnuté kontaktní plochy. Toto napětí je označováno jako střední napětí na kontaktní ploše  $p_m$ . Nazývá se také jako indentační napětí  $\sigma_{ind}$  nebo Meyerova tvrdost. Střední napětí je velmi vysoké a je třeba ho snížit pro správné určení koeficientu deformačního zpevnění.

Nejprve je nutno určit kontaktní poloměr  $a_c$ . Kontaktní poloměr se určuje pomocí kontaktní hloubky  $h_c$ . Podle Xu a Chena se tyto hodnoty vypočítají podle níže uvedených vzorců. Za hloubku vtisku a zatěžující sílu byly dosazeny maximální hodnoty nacházející se na konci zatěžující části indentační křivky. [29]



$$h_c = h - \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{3P}{4E_{red}} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \left( \frac{1}{R_i} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (46)$$

$$h_c = 0,253 - \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{3 \cdot 7443}{4 \cdot 104601} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \left( \frac{1}{2,5} \right)^{\frac{1}{3}} = 0,248 \text{ mm}$$

$$a_c = \sqrt{2 \cdot h_c \cdot R_i - h_c^2} \quad (47)$$

$$a_c = \sqrt{2 \cdot 0,248 \cdot 2,5 - 0,248^2} = 1,087 \text{ mm}$$

Vzorce pro výpočet indentačního napětí a deformace podle Xu a Chena jsou označeny jako rovnice (48). Xu a Chen do svých rovnic zavedli korekční koeficienty  $\alpha$  a  $\beta$ , které vyjadřují pile-up/sink-in chování materiálu. [29]

$$\sigma_{ind} = E_{IT} \cdot \varepsilon_{ind}; \quad \varepsilon_{ind} \leq \frac{\sigma_u}{E_{IT}} \text{ (Hookův zákon)}$$

$$\sigma_{ind} = \frac{1}{\alpha} \cdot \frac{P}{\pi \cdot a_c^2}; \quad \varepsilon_{ind} \geq \frac{\sigma_u}{E_{IT}} \quad (48)$$

$$\varepsilon_{ind} = \frac{\beta}{\sqrt{1 - \left( \frac{a_c}{R_i} \right)^2}} \cdot \frac{a_c}{R_i}$$

Vzhledem k tomu, že určení korekčních koeficientů  $\alpha$  a  $\beta$  je poměrně komplikované, byla za tyto koeficienty dosazena hodnota 1.

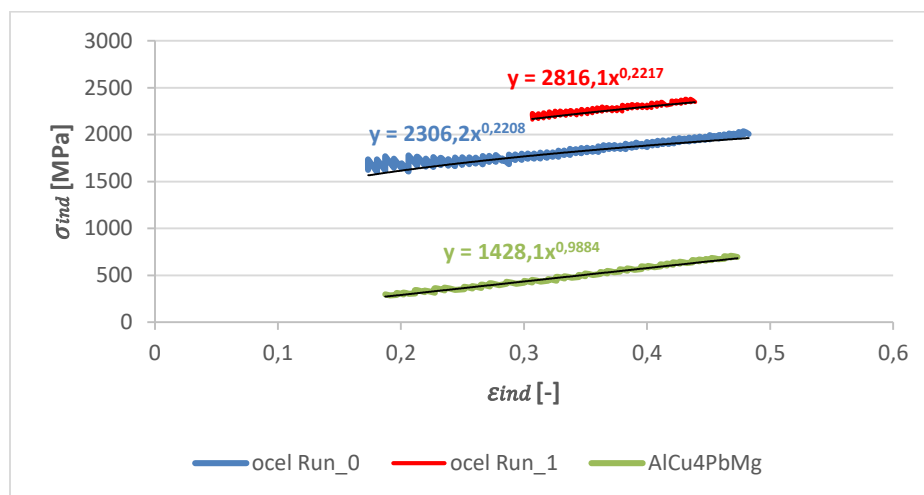
$$\sigma_{ind} = \frac{1}{1} \cdot \frac{7443}{\pi \cdot 1,087^2} = 2\,007 \text{ MPa}$$

$$\varepsilon_{ind} = \frac{1}{\sqrt{1 - \left( \frac{1,087}{2,5} \right)^2}} \cdot \frac{1,087}{2,5} = 0,483$$

Indentační napětí a deformace byly počítány pro část diagramu s plastickou deformací, tedy po ukončení platnosti Hookova zákona. Části indentačních diagramů v souřadnicích  $\sigma_{ind}$  –

$\varepsilon_{ind}$  určené pomocí výše uvedených vzorců jsou zobrazeny na Obr. 107. Pro získání hodnoty koeficientu a exponentu deformačního zpevnění byly křivky indentačních diagramů aproximovány mocninnou funkcí ve tvaru

$$\sigma_{ind} = K \cdot (\varepsilon_{ind})^n .$$



Obr. 107: Části indentačních diagramů vypočtené vzorcí Xu B. a Chena X.

Deformace počítaná podle Xu a Chena vychází příliš vysoká, proto je třeba vyzkoušet jinou metodu výpočtu.

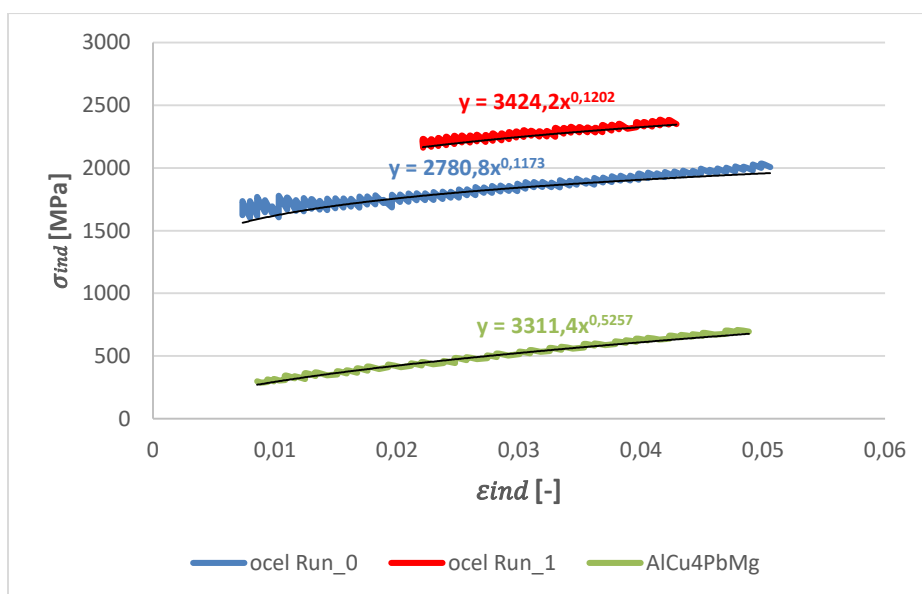
Dalším způsobem výpočtu indentační deformace je výpočet podle vzorce

$$\varepsilon_{ind}^* = 1 - \frac{L_{D_0} - h}{L_{D_0}} \quad (49)$$

$$\varepsilon_{ind}^* = 1 - \frac{5 - 0,25299}{5} = 0,0506$$

Vzorec pro výpočet indentační deformace byl navržen konzultantem této diplomové práce Mgr. Maximem Puchninem. Vzorec je mnohem jednodušší než předchozí, a jeho výsledky by měly být přesnější.

Indentační napětí bylo počítáno stejným způsobem jako v předchozím výpočtu. Výsledky vykreslené do diagramu  $\sigma_{ind} - \varepsilon_{ind}$  jsou zobrazeny na Obr. 108.



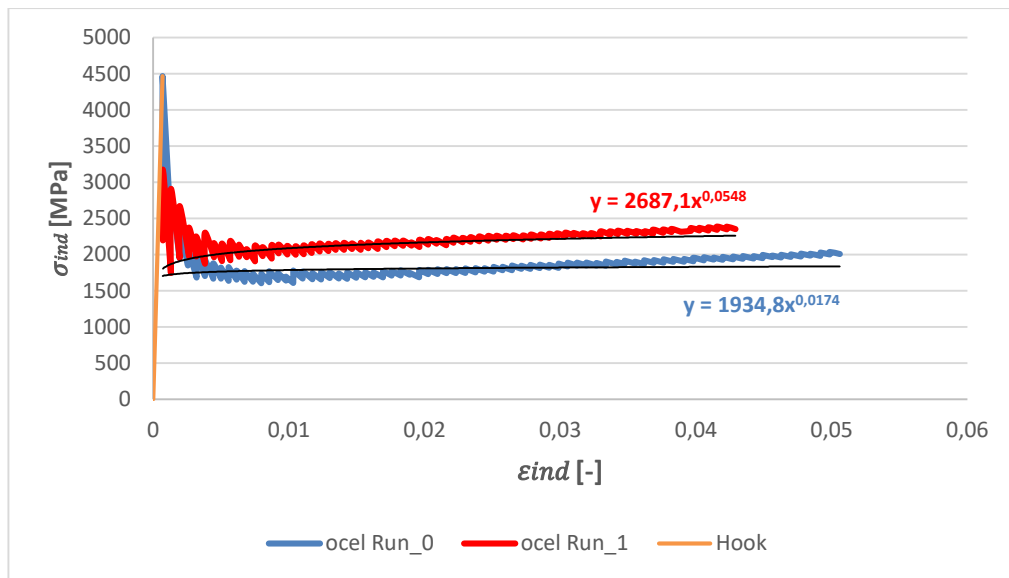
Obr. 108: Části indentačních diagramů (Xu, Chen; Puchnin)

Materiál	$\sigma_{ind}, \varepsilon_{ind}$ (Xu, Chen)		$\sigma_{ind}$ (Xu, Chen), $\varepsilon_{ind}$ (Puchnin)	
	$K$ [MPa]	$n$ [-]	$K$ [MPa]	$n$ [-]
Ocel Run_0	2306	0,221	2781	0,112
Ocel Run_1	2816	0,222	3424	0,120
AlCu4PbMg	1428	0,988	3311	0,526

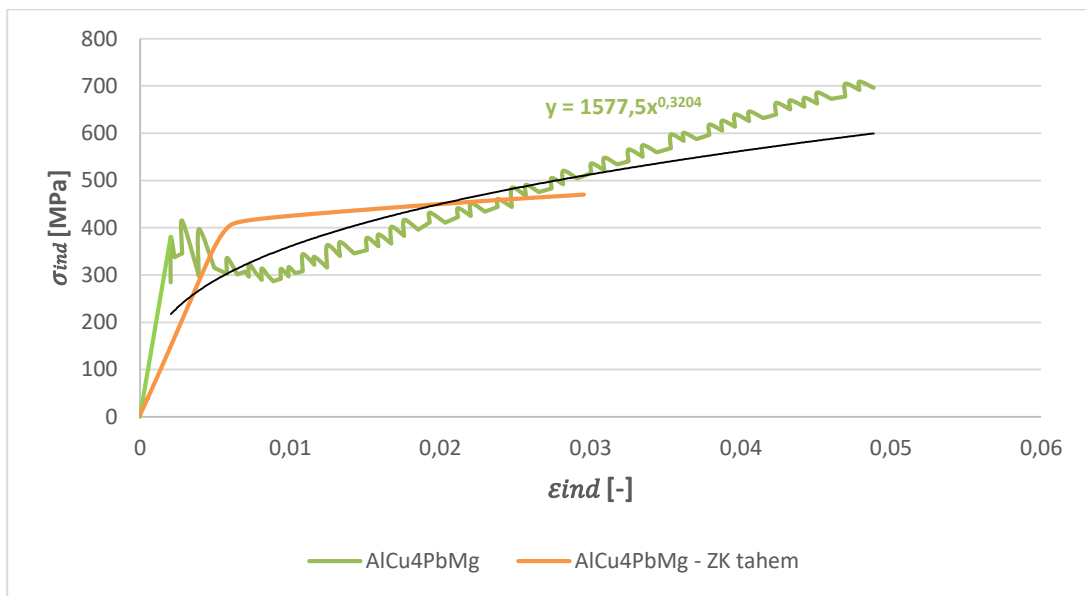
Tab. 22: Výsledky  $K$  a  $n$  z indentačních křivek počítaných různými vzorci

Výpočet podle Xu a Chena dává poměrně vysokou hodnotu exponentu deformačního zpevnění. Druhý způsob výpočtu, tedy  $\sigma_{ind}$  podle Xu a Chen a  $\varepsilon_{ind}$  podle Puchnina, poskytuje spolehlivější výsledky koeficientu a exponentu deformačního zpevnění. Pro hliník však v obou případech vychází hodnoty značně vysoké.

Do indentačního diagramu lze zakomponovat přímkou znázorňující průběh při platnosti Hookova zákona navazující na plastickou deformaci. Na Obr. 109 a 110 jsou celé neupravené indentační diagramy s přidáním úsečky zobrazující Hookův zákon. Místo, kde se protíná úsečka Hookova zákona a křivka aproximace plastické deformace, je mez úměrnosti, kterou lze považovat i za mez kluzu.



Obr. 109: Celé indentační diagramy pro ocel (Xu, Chen; Puchnin)



Obr. 110: Celý indentační diagram (Xu, Chen; Puchnin) a skutečný deformační diagram hliníkové slitiny AlCu4PbMg

Pro srovnání průběhu křivek hliníkové slitiny AlCu4PbMg byla do indentačního diagramu přidána křivka ze skutečného diagramu ze zkoušky tahem. Zkouška tahem nebyla ukončena lomem, proto je tato křivka kratší nežli indentační křivka. Průběhy křivek si však nejsou příliš podobné.

Při výpočtech indentačního napětí a deformace závisí především na tom, jakým způsobem je počítána kontaktní hloubka a kontaktní poloměr. S jiným způsobem řešení výpočtu kontaktního poloměru přišel J. R. Matthews. Matthews zanedbává pile-up/sink-in korekční koeficienty  $\alpha$  a  $\beta$ . Nevýhodou tohoto výpočtu je, že je nutno předem znát exponent deformačního zpevnění  $n$ . [29]

$$h_c = c^2 \cdot h$$

$$c^2 = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{2+n}{2} \right)^{2\left(\frac{1}{n-1}\right)} \quad (50)$$

$$a_c = \sqrt{2 \cdot h_c \cdot R_i - h_c^2}$$

$$\sigma_{ind} = \frac{P}{\pi \cdot a_c^2}; \quad \varepsilon_{ind} \geq \frac{\sigma_u}{E_{IT}}$$

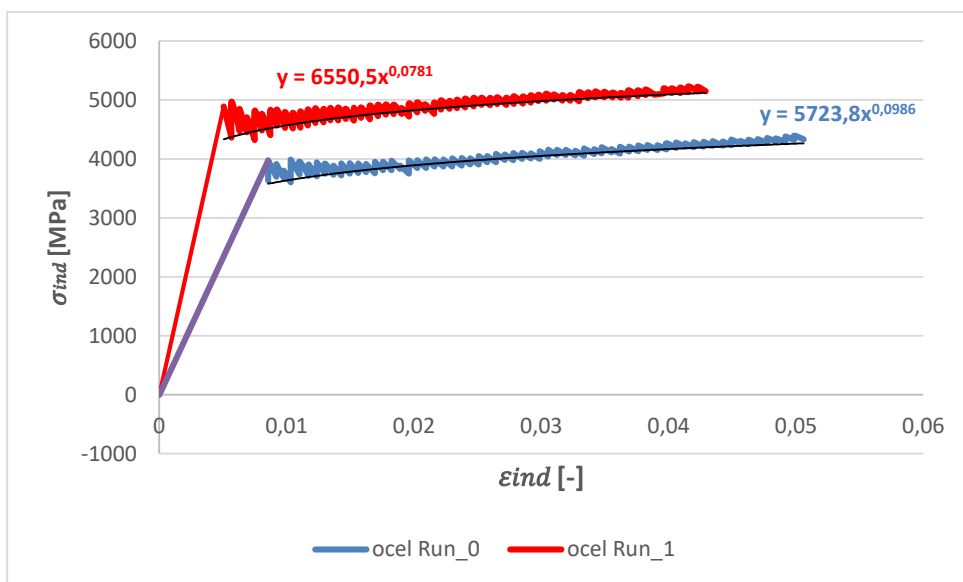
$$c^2 = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{2+0,112}{2} \right)^{2\left(\frac{1}{0,112-1}\right)} = 0,442$$

$$h_c = 0,442 \cdot 0,253 = 0,112 \text{ mm}$$

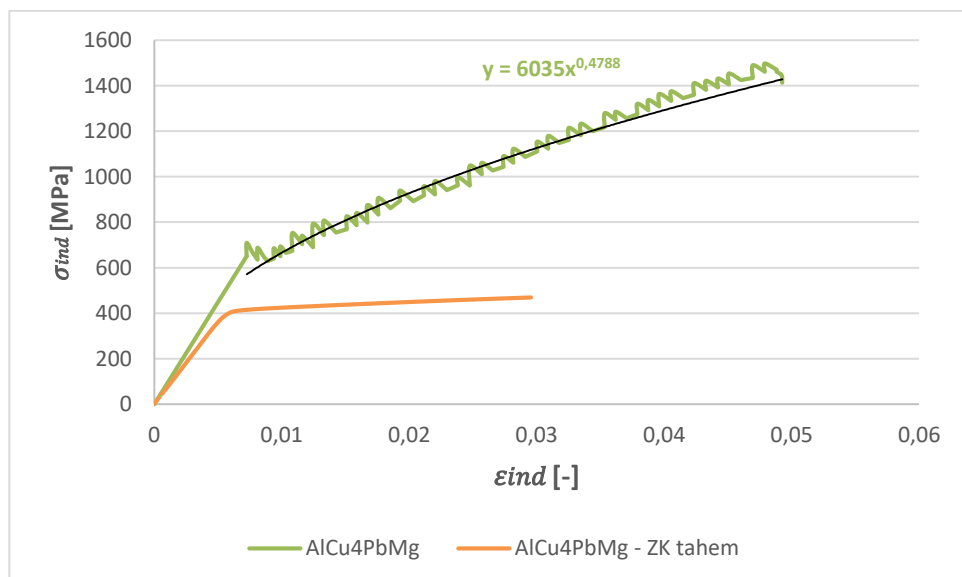
$$a_c = \sqrt{2 \cdot h_c \cdot R_i - h_c^2} = 0,739 \text{ mm}$$

$$\sigma_{ind} = \frac{7443}{\pi \cdot 0,739^2} = 4338 \text{ MPa}$$

Vypočítané hodnoty Matthewsovou metodou jsou zobrazeny v diagramech na Obr. 111 a 112. Části indentačních křivek byly opět aproximovány mocninnou funkcí pro zjištění koeficientu a exponentu deformačního zpevnění. V diagramech je opět znázorněn průběh deformačního diagramu ze zkoušky tahem.



Obr. 111: Celé indentační diagramey pro ocel (Matthews; Puchnin)



Obr. 112: Celý indentační diagram (Matthews; Puchnin) a skutečný deformační diagram hliníkové slitiny AlCu4PbMg

Na Obr. 112 lze opět vidět nesrovnalosti mezi indentační křivkou a skutečným deformačním diagramem. Obě křivky mají rozdílný průběh a sklon přímkové části Hookova zákona.

V Tab. 23 jsou hodnoty koeficientů a exponentů deformačního zpevnění zjištěné z aproximace indentačních křivek na Obr. 111 a 112. Na první pohled je zřejmé, že koeficienty deformačního zpevnění jsou extrémně vysoké. Exponenty deformačního zpevnění jsou nižší než ty, které se počítaly předchozími metodami. Hodnoty je nutno porovnat s výsledky ze zkoušky tahem. Bohužel pro litinu nejsou data ze zkoušky tahem k dispozici.

Materiál	$\sigma_{ind}$ (J. R. Matthews), $\epsilon_{ind}$ (Puchnin)	
	$K$ [MPa]	$n$ [-]
Ocel Run_0	5724	0,099
Ocel Run_1	6550	0,078
AlCu4PbMg	6035	0,479

Tab. 23: Výsledky  $K$  a  $n$  z indentačních křivek počítaných metodou Matthewse

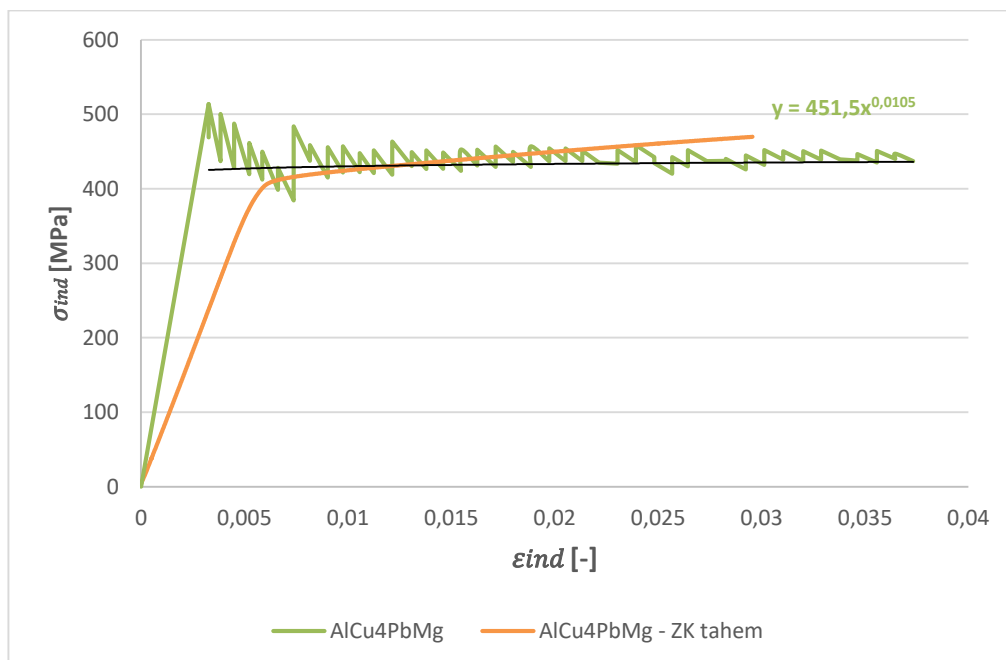
Po ověření vztahů z dostupných prací jsme usoudili, že se výsledky příliš neshodují se skutečnými, tedy s naměřenými tahovou zkouškou. Rozhodli jsme se, že si vzorce upravíme a pokusíme se, aby se výsledky blížili realitě. Provedli jsme znovu instrumentovanou indentační zkoušku na hliníkové slitině, abychom měli čerstvá data.

Do vzorce pro indentační napětí  $\sigma_{ind} = \frac{P}{\pi \cdot a_c^2}$  byla za kontaktní poloměr  $a_c$  dosazena aktuální hodnota pro danou sílu naměřená softwarem a celý vztah byl vydělen 2. Indentační napětí bylo tedy počítáno vztahem

$$\sigma_{ind} = \frac{1}{2} \cdot \frac{P}{\pi \cdot a_c^2} \quad (51)$$

Indentační deformace byla opět počítána podle Puchnina rovnicí (49).

Průběh indentačního diagramu pro hliníkovou slitinu AlCu4PbMg, kde indentační napětí bylo počítáno pomocí rovnice (51) a indentační deformace Puchninovým vztahem, je zobrazen na Obr. 113.



Obr. 113: Celý indentační diagram (rovnice (51); Puchnin) a skutečný deformační diagram hliníkové slitiny AlCu4PbMg

Výsledné hodnoty pro indentační diagram počítané podle rovnic (51) a (49) se velmi blíží skutečnému deformačnímu diagramu. Sklon počáteční fáze je sice odlišný, nýbrž následný průběh křivek je přibližně shodný.

Vzhledem k uspokojivé shodě obou závislostí doporučujeme pro výpočet indentačního napětí a deformace použití vztahů z rovnic (51) a (49).

### 7.6.6 Elastická práce

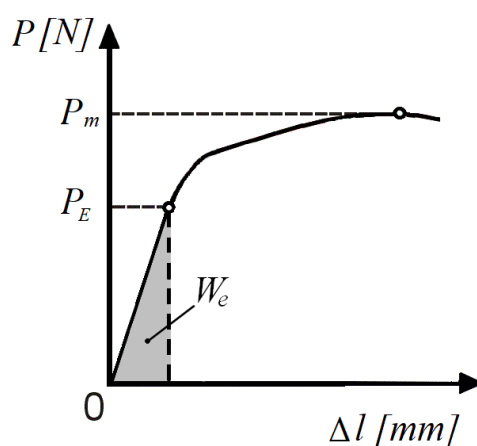
Elastická práce byla počítána jako plocha pod křivkou podle Obr. 114 a Obr. 115.



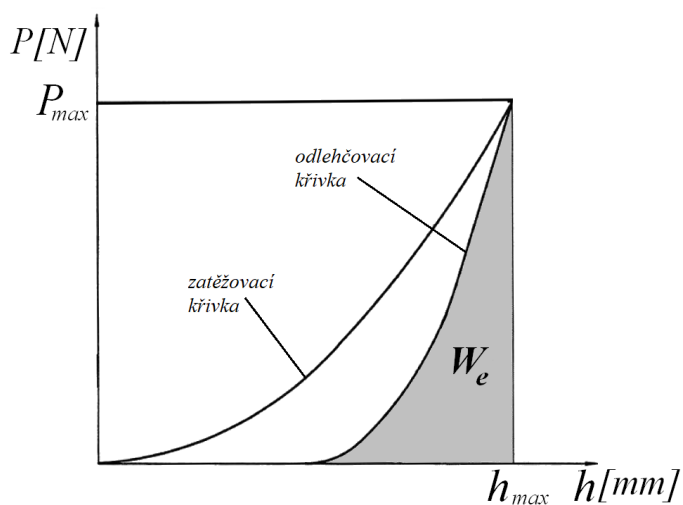
Byla vymezena část křivky na diagramu z tahové zkoušky od počátku zatěžování do síly na mezi pružnosti. Po vymezení křivky na diagramu z tahové zkoušky byla tato část aproximována polynomickou funkcí třetího řádu.

Na indentační křivce byla aproximována odlehčovací část. Pro výpočet elastické práce byly následně aproximované funkce integrovány pro výpočet plochy pod křivkou, což odpovídá vykonané práci.

Instrumentovaná vnikací zkouška byla provedena pro osm základních materiálů, takže bude možné srovnání s deformačními diagramy ze zkoušky tahem.



Obr. 114: Vyznačení elastické práce na diagramu ze zkoušky tahem; upraveno z [32]



Obr. 115: Vyznačení elastické práce v grafu indentační křivky; upraveno z [16]

Materiál	Označení	$W_e$ ze zkoušky tahem [mJ]	$W_e$ z DSI [mJ]
Slitina hliníku	AlCu4PbMg	22 281	<b>656</b>
Slitina hliníku *		19 219	
<b>průměr</b>		<b>20 750</b>	
Měď	Cu-ETP	13 060	<b>4 037</b>
Měď *		17 323	
<b>průměr</b>		<b>15 192</b>	
Bronz	CuSn8	23 086	<b>515</b>
Bronz *		17 545	
<b>průměr</b>		<b>20 316</b>	
Mosaz	CuZn40Pb2	16 751	<b>4 367</b>
Mosaz *		13 305	
<b>průměr</b>		<b>15 028</b>	
Ocel 1	S235JRC	27 692	<b>1 880</b>
Ocel 1 *		25 164	
<b>průměr</b>		<b>26 428</b>	
Ocel 2	S355J2	29 410	<b>15 079</b>
Ocel 2 *		30 663	
<b>průměr</b>		<b>30 037</b>	
Ocel 3	11SMn30	43 080	<b>5 316</b>
Ocel 3 *		36 609	
<b>průměr</b>		<b>39 845</b>	
Ocel 4	E335GC	33 016	<b>12 846</b>
Ocel 4 *		28 105	
<b>průměr</b>		<b>30 561</b>	

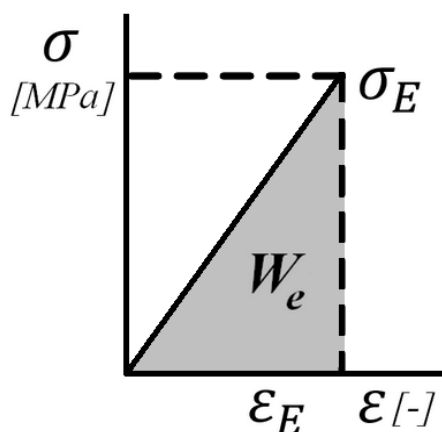
\* měření s průtahoměrem, neukončeno lomem

Tab. 24: Elastická práce ze zkoušky tahem a indentační křivky

Jak je vidět v Tab. 24, hodnoty elastické práce z diagramu tahové zkoušky a indentační křivky se výrazně liší. Tento jev má několik odůvodnění. Zkouška tahem a instrumentovaná vnikací zkouška dosahovaly rozdílných hodnot sil. U zkoušky tahem byla síla větší než u DSI. Pokud bychom dali do poměru jejich síly, výsledek bude stejný nebo podobný jako v případě poměru vypočítaných elastických prací.

Dalším důvodem větších hodnot práce pro zkoušku tahem je ten, že při zkoušce tahem se deformuje velký objem materiálu a proto je velká i elastická energie. Při DSI zkoušce je deformován pouze malý objem materiálu, tudíž je zapotřebí menší energie.

Kvůli výše uvedeným opodstatněným nepřesnostem nelze porovnávat elastickou práci z výsledných diagramů zkoušek. Pro dosažení srovnatelných výsledků doporučujeme výpočet elastické práce jako plochu pod křivkou z diagramu napětí – deformace.



Obr. 116: Elastická práce v diagramu napětí – deformace

Jelikož platí  $\varepsilon = \frac{\sigma}{E} \rightarrow \sigma = E \cdot \varepsilon$ , můžeme plochu pod křivkou na Obr. 116 vyjádřit jako

$$W_e = \int_0^{\varepsilon_E} E \cdot \varepsilon \, d\varepsilon = E \cdot \left| \frac{\varepsilon^2}{2} \right|_0^{\varepsilon_E} = E \cdot \frac{\varepsilon_E^2}{2} = E \cdot \frac{\left(\frac{\sigma_E}{E}\right)^2}{2} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sigma_E^2}{E}. \quad (52)$$

Elastická práce je tedy přímo úměrná čtverci meze pružnosti a nepřímo úměrná modulu pružnosti.

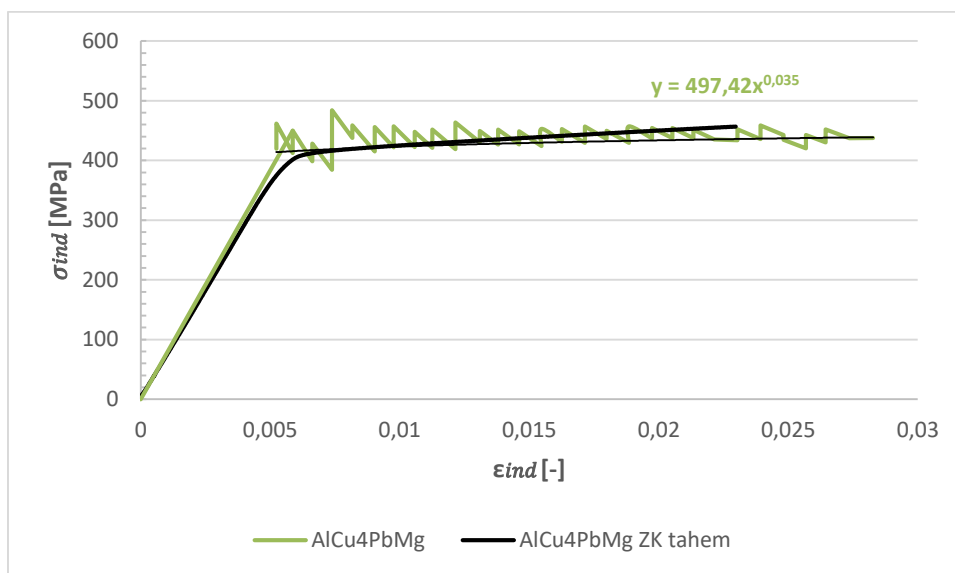
Protože software jak pro instrumentovanou vnikací zkoušku, tak i zkoušku tahem vyhodnocuje mez kluzu, do vzorce byla tedy dosazována místo meze pružnosti mez kluzu. Proto byl vzorec upraven na tvar

$$W_e = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sigma_y^2}{E} \quad (53)$$

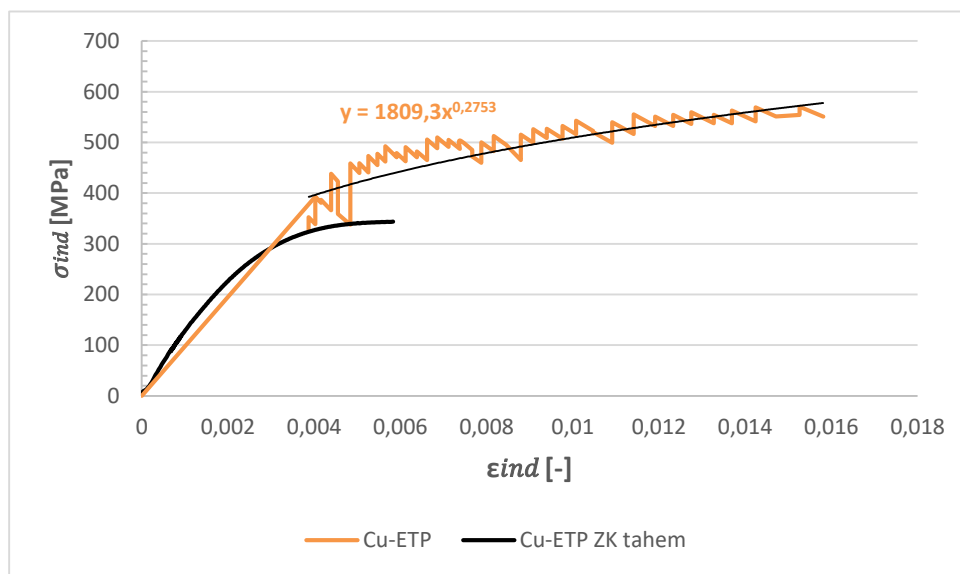
Hodnota meze kluzu pro vzorky zkoušené DSI byla získána z indentačních diagramů počítaných podle rovnic (51), (49). Křivky byly aproximovány mocninnou funkcí a tam, kde křivka aproximace protlnula Hookovu přímkovou oblast, byla odečtena mez kluzu.

Ze zkoušky tahem byla mez kluzu převzata z výsledků softwaru.

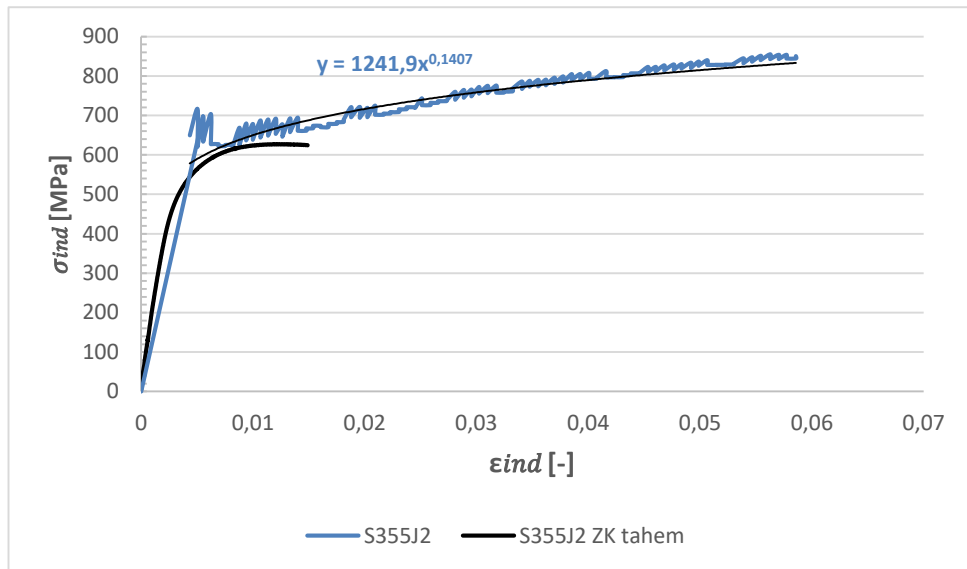
Na Obr. 117 až 120 jsou zobrazeny indentační diagramy vybraných dvou neželezných kovů, hliníkové slitiny AlCu4PbMg a mědi Cu-ETP, a dvou ocelí, S355J2 a E335GC. Indentační diagramy jsou aproximovány mocninnou funkcí. Pro porovnání se v indentačním diagramu nachází skutečný deformační diagram ze zkoušky tahem.



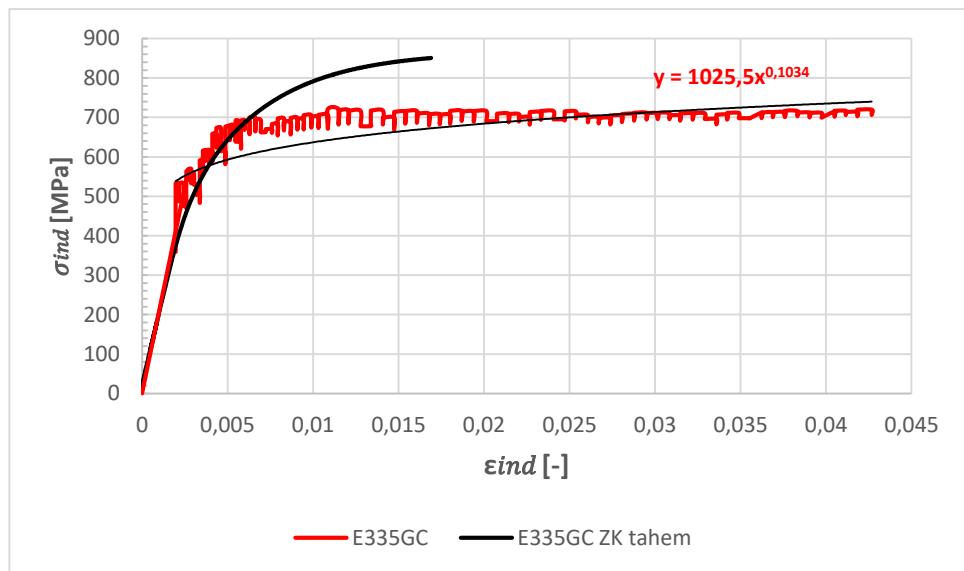
Obr. 117: Indentační a skutečný diagram AlCu4PbMg



Obr. 118: Indentační a skutečný diagram Cu-ETP



Obr. 119: Indentační a skutečný diagram S355J2



Obr. 120: Indentační a skutečný diagram E335GC

Z Obr. 117 až 120 je vidět, že průběh indentační křivky a skutečného deformačního diagramu je velmi podobný. Počáteční přímková část oblasti Hookova zákona má skoro stejný sklon. Rozdílná je plastická část zatěžování. Indentační křivky většinou převyšují deformační diagram. U materiálu E335GC má naopak indentační křivka nižší hodnoty indentačního napětí nežli skutečný deformační diagram.

V Tab. 25 a 26 jsou zaznamenány hodnoty meze kluzu  $\sigma_E$  a modulu pružnosti  $E$  a z nich vypočítaná elastická práce  $W_e$  dle vztahu (53).

Materiál	$\sigma_E$ [MPa]	$E$ [MPa]	$W_e$ [mJ]
AlCu4PbMg	417	83 820	1,04
Cu-ETP	390	110 171	0,69
CuSn8	520	69 152	1,96
CuZn40Pb2	445	59 316	1,67
S235JRC	517	212 302	0,63
S355J2	578	210 034	0,80
11SMn30	718	220 300	1,17
E335GC	555	194 863	0,79

Tab. 25: Hodnoty získané z indentačních diagramů

Materiál	$\sigma_E$ [MPa]	$E$ [MPa]	$W_e$ [mJ]
AlCu4PbMg	418	14 940	5,85
AlCu4PbMg *	414	72 705	1,18
Cu-ETP	347	16 599	3,63
Cu-ETP *	336	122 640	0,46
CuSn8	431	15 029	6,18
CuSn8 *	377	98 158	0,72
CuZn40Pb2	353	13 625	4,57
CuZn40Pb2 *	344	71 370	0,83
S235JRC	512	19 980	6,56
S235JRC *	523	219 485	0,62
S355J2	597	19 769	9,01
S355J2 *	552	200 215	0,76
11SMn30	656	20 240	10,63
11SMn30 *	660	273 670	0,80
E335GC	740	19 143	14,30
E335GC *	661	184 028	1,19
* měření s průtahoměrem			

Tab. 26: Hodnoty získané ze zkoušky tahem

V Tab. 27 jsou uvedeny hodnoty meze kluzu, modulu pružnosti a elastické práce získané pomocí instrumentované vnikací zkoušky a zkoušky tahem s použitím průtahoměru. Byly také vyčísleny odchylky těchto hodnot. Nejvíce lze vyzdvihnout shodu u ocelí S235JRC a S355J2. Z neželezných kovů se hodnoty nejvíce podobají u hliníkové slitiny AlCu4PbMg. Ostatní materiály se mírně liší, odchylky však většinou nejsou extrémní. Pro lepší srovnání by bylo nutno vykonat větší počet měření.

Materiál	$\sigma_E$ [MPa]	$E$ [MPa]	$W_e$ [mJ]
AlCu4PbMg	417	83 820	1,04
AlCu4PbMg *	414	72 705	1,18
<b>odchylka</b>	<b>0,7 %</b>	<b>15,3 %</b>	<b>-11,9 %</b>
Cu-ETP	390	110 171	0,69
Cu-ETP *	336	122 640	0,46
<b>odchylka</b>	<b>16,1 %</b>	<b>-10,2 %</b>	<b>50,0 %</b>
CuSn8	520	69 152	1,96
CuSn8 *	377	98 158	0,72
<b>odchylka</b>	<b>37,9 %</b>	<b>-29,6 %</b>	<b>172,2 %</b>
CuZn40Pb2	445	59 316	1,67
CuZn40Pb2 *	344	71 370	0,83
<b>odchylka</b>	<b>29,4 %</b>	<b>-16,9 %</b>	<b>101,2 %</b>
S235JRC	517	212 302	0,63
S235JRC *	523	219 485	0,62
<b>odchylka</b>	<b>-1,1 %</b>	<b>-3,3 %</b>	<b>1,6 %</b>
S355J2	578	210 034	0,80
S355J2 *	552	200 215	0,76
<b>odchylka</b>	<b>4,7 %</b>	<b>4,9 %</b>	<b>5,3 %</b>
11SMn30	718	220 300	1,17
11SMn30 *	660	273 670	0,80
<b>odchylka</b>	<b>8,8 %</b>	<b>-19,5 %</b>	<b>46,3 %</b>
E335GC	555	194 863	0,79
E335GC *	661	184 028	1,19
<b>odchylka</b>	<b>-16,0 %</b>	<b>5,9 %</b>	<b>-33,6 %</b>
* zkouška tahem s průtahoměrem			

Tab. 27: Srovnání meze kluzu, modulu pružnosti a elastické práce z instrumentované indentace a zkoušky tahem s průtahoměrem

## 8 Závěr

V teoretické části byla podrobně vylíčena historie měření tvrdosti. Zjistili jsme, že si vnikací zkouška poměrně obtížně získala čestné místo mezi dalšími mechanickými zkouškami. V počátcích zkoušce mnoho vědců příliš nevěřilo. Velmi výmluvný je již uvedený citát Hugh O'Neilla: „*V říši tvrdosti praxe předstihla teorii.*“

Následně byl v teoretické části popsán princip instrumentované vnikací zkoušky a některé metody výpočtu. Uvedeno bylo několik faktorů, které instrumentovanou zkoušku ovlivňují. Nakonec byla stručně charakterizována norma této zkoušky ČSN EN ISO 14577.

V úvodní experimentální části jsme si dali za cíl objevit deformovanou oblast pod vtiskem. Nejprve byly vzorky rozříznuty uprostřed vtisku. Následně byla plocha řezu broušena a leštěna, takže deformovaná oblast byla ovlivněna vnějším zásahem. Deformovanou strukturu jsme sice objevili, ale očekávaný charakter deformované zóny nebyl viditelný. Přičemž ani měřením mikrotvrdosti jsme nezjistili žádné výrazné změny hodnot.

Experimentem pro zachování plochy pod vtiskem jsme dosáhli splnění cíle. Plocha nebyla mechanicky ani teplotně ovlivněna, takže pod vtiskem zůstala struktura v její přirozené podobě. Pod mikroskopem jsme tak mohli vidět celou deformovanou oblast, dokonce jsme změřili její rozměry. Snímky takto zřetelně viditelné deformované oblasti pod vtiskem považujeme za úspěch.

Poté byla provedena a vyhodnocena zkouška tahem. Výsledky ze zkoušky tahem byly následně použity především při prověřování elastické práce v průběhu instrumentované vnikací zkoušky.

Určení mechanických vlastností pomocí různých analytických metod bylo počítáno pouze pro blíže nespecifikovanou ocel a hliníkovou slitinu AlCu4PbMg. Ocel nebyla podrobena zkoušce tahem, proto nemohly být výsledky dále porovnány. Nejvíce jsme se zaměřili na indentační diagramy  $\sigma_{ind} - \varepsilon_{ind}$ , které jsme počítali několika různými metodami. Nejvíce se nám osvědčil výpočet pro napětí, který jsme sami navrhli, a deformaci, navržený taktéž M. Puchninem.

Indentační diagramy jsme dále použili při výpočtu elastické práce. Pro stanovení elastické práce jsme nejdříve počítali plochu pod křivkou, což se příliš neosvědčilo. Při použití indentačních křivek jsme pozorovali, že se hodnoty meze kluzu a modulu pružnosti velmi podobají hodnotám zjištěným z tahové zkoušky. Průběh indentační křivky a skutečného deformačního diagramu se velmi podobá, jak je vidět na přiložených grafech. Proto jsme



elastickou práci počítali podle vzorce, jehož hodnoty členů jsme mohli odečíst přímo z indentačních křivek. Odchyly hodnot byly u většiny materiálů poměrně nízké. Mez kluzu se mezi instrumentovanou a tahovou zkouškou lišila v řádu jednotek až desítek. Hodnoty modulu pružnosti se mezi jednotlivými zkouškami odlišovaly o tisíce až desetitisíce, což je u tak vysokých hodnot relativně přijatelné.

Pro další zkoumání této problematiky je zapotřebí provedení většího počtu měření a testování dalších druhů materiálů.

## 9 Citovaná literatura

- [1] MACEK, Karel, ZUNA, Petr a kol. Nauka o materiálu. Praha: ČVUT, 2002. 209 s. ISBN 80-01-02543-8.
- [2] SKÁLOVÁ, Jana, KOVAŘÍK, Rudolf, BENEDIKT, Vladimír. Základní zkoušky kovových materiálů. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2005. 178 s. ISBN 80-7043-417-1.
- [3] PTÁČEK, Luděk a kol. Nauka o materiálu I. Brno: CERM, 2001. 516 s. ISBN 80-7204-193-2.
- [4] Oddělení povrchového inženýrství. Zkoušky tvrdosti. [online]. Západočeská univerzita v Plzni. [cit. 12. 11. 2016]. Dostupné z: [http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrdosti.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrdosti.pdf)
- [5] HUTCHINGS, Ian M. The contributions of David Tabor to the science of indentation hardness [online]. University of Cambridge, 2008. [cit. 5. 2. 2017]. Dostupné z: <http://www.smf.phy.cam.ac.uk/files/HutchingsTabor2009.pdf>
- [6] BUREŠ, Jiří. Brinell – tvrdost podle Brinella [online]. ConVERTER. [cit. 5. 2. 2017]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-brinell.htm>
- [7] M&B Calibr Ivančice. Měření tvrdosti odlitků [online]. [cit. 6. 2. 2017]. Dostupné z: <http://www.mbcaltibr.cz/mereni-tvrdosti-odlitku.html>
- [8] BUREŠ, Jiří. Tvrdost [online]. ConVERTER. [cit. 6. 2. 2017]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/tabulky/tvrdost.htm>
- [9] BUREŠ, Jiří. Zkouška tvrdosti dle Rockwella [online]. ConVERTER. [cit. 6. 2. 2017]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/jednotky/tvrdost-rockwell.htm>
- [10] EMCO-TEST. Rockwell test procedure [online]. [cit. 1. 3. 2017]. Dostupné z: <https://www.emcotest.com/en/the-world-of-hardness-testing/hardness-know-how/theory-of-hardness-testing/rockwell/rockwell-test-procedure/#>
- [11] O'Neill, Hugh. The Hardness of Metals and Its Measurement. Londýn: Chapman and Hall, 1934. 292 s.
- [12] TABOR, David. The Hardness of Metals. Oxford: Clarendon Press, 1951. 175 s.

- [13] Eprehledy.cz. Tvrdost nerostů, tvrdost minerálů, Mohsova stupnice [online]. [cit. 1. 3. 2017]. Dostupné z: <http://eprehledy.cz/tvrdost-nerostu-mohsova-stupnice.php>
- [14] Periodická tabulka. Mohsova stupnice tvrdosti [online]. [cit. 1. 3. 2017]. Dostupné z: <http://www.prvky.com/mohsova-stupnice.html>
- [15] HELEBRANT, František, ZIEGLER, Jiří, MARASOVÁ, Daniela. Technická diagnostika a spolehlivost I. Tribodiagnostika [online]. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava, fakulta strojní, 2000. [cit. 5. 3. 2017]. Dostupné z: [http://www.340.vsb.cz/doc/cms\\_library/skripta-technicka-diagnostika-i-tribo-193.pdf](http://www.340.vsb.cz/doc/cms_library/skripta-technicka-diagnostika-i-tribo-193.pdf)
- [16] DUŠEK, Jiří. Tvrdost, mikrotvrdost, nanotvrdost – čisté kovy měřené metodou DSI [online]. Brno, 2008. Disertační práce. Masarykova univerzita v Brně, přírodovědecká fakulta. Školitel Prof. RNDr. Vladislav Navrátil, CSc. [cit. 5. 3. 2017]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/th/40981/prif\\_d/](https://is.muni.cz/th/40981/prif_d/)
- [17] ZAPLATÍLEK, Ota, SKOČDOPOLE, Jakub. Tenké vrstvy [online]. ČVUT v Praze, fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská. [cit. 5. 3. 2017]. Dostupné z: <http://fyzsem.fjfi.cvut.cz/2012-2013/Zima12/proc/tenkevstvy.pdf> tenké vrstvy
- [18] STRATIL, Pavel. Analysis of instrumented indentation [online]. Brno, 2009 [cit. 10. 3. 2017]. Dostupné z: [http://is.muni.cz/th/53442/prif\\_m/](http://is.muni.cz/th/53442/prif_m/). Diploma thesis. Masaryk University, faculty of Science. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková, Ph.D.
- [19] BIG-ALABO, Akuro, HARRISON, Philip, CARTMELL, P. Matthew. Contact model for elastoplastic analysis of half-space indentation by a spherical impactor. [online]. 2015, 151, 20- 29 [cit. 10. 3. 2017]. DOI:10.1016/j.compstruc.2015.01.005. ISSN 00457949. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0045794915000140>
- [20] TEPLÝ, Stanislav. Stanovení materiálových charakteristik metodou instrumentované indentace. Praha, 2016. Diplomová práce. ČVUT v Praze, fakulta strojní. Vedoucí práce doc. Ing. Jiří Cejp CSc.
- [21] IOST, Alain, BIGOT, Régis. Indentation size effect: Reality or artefact? [online]. Lille, Laboratoire de Metallurgie Physique, 1996. [cit. 12. 6. 2017]. Dostupné z:

[https://www.researchgate.net/publication/225924208\\_Indentation\\_size\\_effect\\_Reality\\_or\\_artefact](https://www.researchgate.net/publication/225924208_Indentation_size_effect_Reality_or_artefact)

- [22] TALJAT, B, PHARR, G. M. Development of pile-up during spherical indentation of elastic–plastic solids. [online]. International Journal of Solids and Structures, 2004. [cit. 12. 6. 2017]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768304000897?via%3Dihub>
- [23] ČSN EN ISO 14577-1 Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část 1: Zkušební metoda. Praha: Český normalizační institut, 2016.
- [24] ČSN EN ISO 14577-2 Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část 2: Ověřování a kalibrace zkušebních strojů. Praha: Český normalizační institut, 2016.
- [25] ČSN EN ISO 14577-3 Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část 3: Kalibrace referenčních destiček. Praha: Český normalizační institut, 2016.
- [26] ČSN EN ISO 14577-4 Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část 4: Zkušební metoda pro kovové a nekovové povlaky. Praha: Český normalizační institut, 2017.
- [27] JAREŠ, Vojtěch. Základní zkoušky kovů a jejich teorie. Praha: Academia, 1966. 210 s.
- [28] Engineers Edge. Poisson's Ratio Metals Materials Chart [online]. [cit. 10. 1. 2017]. Dostupné z: [http://www.engineersedge.com/materials/poissons\\_ratio\\_metals\\_materials\\_chart\\_13160.htm](http://www.engineersedge.com/materials/poissons_ratio_metals_materials_chart_13160.htm)
- [29] XU, Baoxing, CHEN, Xi. Determining engineering stress–strain curve directly from the load–depth curve of spherical indentation test [online]. Journal of Materials Research, 2010. [cit. 12. 1. 2017]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/profile/Baoxing\\_Xu/publication/231753063\\_Determining\\_engineering\\_stress-strain\\_curve\\_directly\\_from\\_the\\_load-depth\\_curve\\_of\\_spherical\\_indentation\\_test/links/0a85e53c74c4a92803000000/Determining-engineering-stress-strain-curve-directly-from-the-load-depth-curve-of-spherical-indentation-test.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Baoxing_Xu/publication/231753063_Determining_engineering_stress-strain_curve_directly_from_the_load-depth_curve_of_spherical_indentation_test/links/0a85e53c74c4a92803000000/Determining-engineering-stress-strain-curve-directly-from-the-load-depth-curve-of-spherical-indentation-test.pdf)

- [30] OLIVER, W. C., PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments [online]. *Journal of Material Research*, Vol. 7, No. 4, 1992, pp. 1564-1583. [cit. 29. 6. 2017]. Dostupné z: [http://web.mit.edu/cortiz/www/3.052/3.052CourseReader/45\\_OliverPharr1992Nanoindentation.pdf](http://web.mit.edu/cortiz/www/3.052/3.052CourseReader/45_OliverPharr1992Nanoindentation.pdf)
- [31] DOERNER, M., NIX, W. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments [online]. *Journal of Materials Research*, Vol. 1, No. 4, 1986, pp. 601-609. [cit. 29. 6. 2017]. doi:10.1557/JMR.1986.0601 Dostupné z: [https://www.researchgate.net/publication/231747752\\_A\\_method\\_for\\_interpreting\\_the\\_data\\_from\\_depth-sensing\\_indentation\\_instruments](https://www.researchgate.net/publication/231747752_A_method_for_interpreting_the_data_from_depth-sensing_indentation_instruments)
- [32] Kurz fyziky. Pevnost a lom látek [online]. Univerzita Karlova, matematicko-fyzikální fakulta, katedra fyziky povrchů a plazmatu. [cit. 3. 7. 2017] Dostupné z: [http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/kurz\\_fyziky\\_pro\\_DS/display.php/kontinuum/2\\_6](http://physics.mff.cuni.cz/kfpp/skripta/kurz_fyziky_pro_DS/display.php/kontinuum/2_6)
- [33] Bihec. Emco-test [online]. [cit. 8. 7. 2017] Dostupné z: <http://www.bihec.cn/goods-13385-EMCO-TEST+M5C+通用型硬度试验机.html>
- [34] Spectrographic. Nikon Eclipse ME600 [online]. [cit. 8. 7. 2017] Dostupné z: <http://www.spectrographic.co.uk/nikon-eclipse-me600-7/>

## 10 Seznam obrázků

Obr. 1: Geometrická podobnost vtisků vytvořených sférickými indentory různých průměrů [12] .....	19
Obr. 2: Výpočet průměrného tlaku mezi sférickým indentorem a povrchem vtisku při zanedbání tření na rozhraní; upraveno z [12] .....	20
Obr. 3: Závislost zatěžovací síly na průměru vtisku vytvořeného sférickým indentorem v logaritmických souřadnicích pro materiály: zpevněná ocel, zpevněná měď, žíhaná měď, zpevněný hliník, žíhaný hliník; upraveno z [12] .....	24
Obr. 4: Porovnání průběhu Brinellovy a Meyerovy tvrdosti; upraveno z [12] .....	26
Obr. 5: Indentační křivka – plastická a elastická část práce vnikacího procesu; .....	28
Obr. 6: Schématický průběh indentační křivky: a) zatěžovací křivka; b) odlehčovací křivka; c) tečna ke křivce b v $P_{max}$ ; upraveno z [16] .....	30
Obr. 7: Schématické znázornění příčného řezu vtisku v případě materiálu „sink-in“: a) indentor; b) povrch plastického vtisku ve zkoumaném povrchu; c) povrch zkušební tělesa při maximální hloubce vtisku a maximálním zkušebním zatížení; upraveno z [16] .....	31
Obr. 8: Schéma indentace sférickým indentorem; upraveno z [18] .....	33
Obr. 9: Indentační křivka při použití sférického indentoru, závislost síly na hloubce indentace; upraveno z [19] .....	33
Obr. 10: Velikost plastické zóny pod vtiskem – dosažení meze kluzu; upraveno z [19] ..	34
Obr. 11: Velikost plastické zóny pod vtiskem – oblast I elasticko-plastické deformace; upraveno z [19] .....	35
Obr. 12: Velikost plastické zóny pod vtiskem – oblast II elasticko-plastické deformace; upraveno z [19] .....	36
Obr. 13: Elastická deformace zobrazující maximální smykové napětí v materiálu pod vtiskem; upraveno z [12] .....	37
Obr. 14: Plastická deformace ideálně plastického materiálu: (a) počátek lokalizace v oblasti Z za podmínky $p_m = 1,1 \sigma_y$ ; (b) pozdější fáze, kdy se celý materiál plasticky deformuje; upraveno z [12] .....	38
Obr. 15: vlevo: Schematické znázornění povrchu vzorku a kuželového indentoru při plném zatížení a odlehčení; vpravo: indentační křivka pro elasticko-plastické zatěžování a elastické odlehčení; upraveno z [16] .....	39
Obr. 16: Schematické znázornění průběhu indentační křivky pro metodu Fielda a Swaina; upraveno z [16] .....	42

Obr. 17: Pile-up a sink-in chování materiálu při použití sférického indentoru; upraveno z [22] .....	45
Obr. 18: Chování materiálu: (a) pile-up; (b) sink-in [12] .....	46
Obr. 19: Metalografická pila MTH MIKRON 3000 .....	50
Obr. 20: vlevo: bruska/leštička LECO GPX 300, vpravo: displej brusky/leštičky s nastavenými podmínkami leštění .....	50
Obr. 21: Světelný metalografický mikroskop Zeiss Neophot 32 .....	51
Obr. 22: Polarizační světelný mikroskop Nikon Eclipse ME600 [34] .....	51
Obr. 23: Řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F .....	52
Obr. 24: vlevo: univerzální trhací stroj INSTRON 5582, vpravo: upnutí průtahoměru .....	53
Obr. 25: vlevo: univerzální tvrdoměr EMCOTEST M4C 075/750 [33]; vpravo: displej EMCOTEST M4C 075/750 .....	54
Obr. 26: Mikrotvrdoměr LECO M-400-G1 .....	55
Obr. 27: Experimentální makrotvrdoměr EXPIMER .....	56
Obr. 28: AlCu4PbMg – podélný řez 1 .....	57
Obr. 29: AlCu4PbMg – podélný řez 2 .....	57
Obr. 30: AlCu4PbMg – příčný řez 1 .....	57
Obr. 31: AlCu4PbMg – příčný řez 2 .....	57
Obr. 32: Cu-ETP – podélný řez 1 .....	58
Obr. 33: Cu-ETP – podélný řez 2 .....	58
Obr. 34: Cu-ETP – příčný řez 1 .....	58
Obr. 35: Cu-ETP – příčný řez 2 .....	58
Obr. 36: CuSn8 – podélný řez 1 .....	59
Obr. 37: CuSn8 – podélný řez 2 .....	59
Obr. 38: CuSn8 – příčný řez 1 .....	59
Obr. 39: CuSn8 – příčný řez 2 .....	59
Obr. 40: CuZn40Pb2 – podélný řez 1 .....	60
Obr. 41: CuZn40Pb2 – podélný řez 2 .....	60
Obr. 42: CuZn40Pb2 – příčný řez 1 .....	60
Obr. 43: CuZn40Pb2 – příčný řez 2 .....	60
Obr. 44: S235JRC – podélný řez 1 .....	61
Obr. 45: S235JRC – podélný řez 2 .....	61
Obr. 46: S235JRC – příčný řez 1 .....	61
Obr. 47: S235JRC – příčný řez 2 .....	61
Obr. 48: S355J2 – podélný řez 1 .....	62

Obr. 49: S355J2 – podélný řez 2.....	62
Obr. 50: S355J2 – příčný řez 1 .....	62
Obr. 51: S355J2 – příčný řez 2 .....	62
Obr. 52: 11SMn30 – podélný řez 1.....	63
Obr. 53: 11SMn30 – podélný řez 2.....	63
Obr. 54: 11SMn30 – příčný řez 1 .....	63
Obr. 55: 11SMn30 – příčný řez 2 .....	63
Obr. 56: E355GC – podélný řez 1 .....	64
Obr. 57: E355GC – podélný řez 2 .....	64
Obr. 58: E355GC – příčný řez 1 .....	64
Obr. 59: E355GC – příčný řez 2 .....	64
Obr. 60: Obdržené vzorky se dvěma vtisky po instrumentované vnikací zkoušce .....	65
Obr. 61: Cu-ETP – cyklické zatěžování – střed vtisku, zvětšení 250x.....	67
Obr. 62: Cu-ETP – cyklické zatěžování – kraj vtisku, zvětšení 2500x .....	67
Obr. 63: CuZn40Pb2 – kraj vtisku, zvětšení 1000x.....	67
Obr. 64: AlCu4PbMg – kraj vtisku, zvětšení 500x.....	67
Obr. 65: Vzorek materiálu Cu-ETP po měření mikrotvrdosti .....	68
Obr. 66: Schéma měření mikrotvrdosti pod vtisky.....	68
Obr. 67: Průběh mikrotvrdosti v závislosti na hloubce kolmo od povrchu – malý vtisk ..	70
Obr. 68: Průběh mikrotvrdosti v závislosti na hloubce kolmo od povrchu – velký vtisk .	70
Obr. 69: Průběh mikrotvrdosti v závislosti na vzdálenosti od osy vtisku v hloubce 1363 $\mu\text{m}$ – malý vtisk .....	72
Obr. 70: Průběh mikrotvrdosti v závislosti na vzdálenosti od osy vtisku v hloubce 1363 $\mu\text{m}$ – velký vtisk .....	72
Obr. 71: Průběh mikrotvrdosti v základním (neovlivněném) materiálu.....	73
Obr. 72: Schéma příčného a podélného řezu válcem [20].....	74
Obr. 73: Materiál po vyjmutí z bakelitu .....	75
Obr. 74: Spleené poloviny v podélném řezu.....	75
Obr. 75: Zalisované vzorky s řezem v podélném řezu .....	76
Obr. 76: Vzorky po indentaci s řezem v podélném řezu .....	76
Obr. 77: Vzorek s vyznačením míst řezu pro zkoušení v příčném řezu .....	77
Obr. 78: Plochy z příčného řezu připravené k zalisování a následnému broušení a leštění .....	77
Obr. 79: Vzorky po spleení v příčném řezu.....	77
Obr. 80: Vzorky zalisované v bakelitu s vyznačením dotyku polovin v příčném směru ..	77



Obr. 81: Vtisk po zatížení 750 kp .....	78
Obr. 82: Vtisk po zatížení 250 kp .....	78
Obr. 83: Vtisk 250 kp – hloubka plastické zóny.....	79
Obr. 84: Vtisk 250 kp – šířka plastické zóny.....	79
Obr. 85: Vtisk 250 kp v polarizačním světle, zvětšení 5x .....	79
Obr. 86 Vtisk 250 kp v polarizačním světle, zvětšení 5x .....	79
Obr. 87: Vtisk 750 kp v polarizačním světle, zvětšení 2,5x .....	79
Obr. 88: Vtisk 750 kp v polarizačním světle, zvětšení 5x .....	79
Obr. 89: Tvar a rozměry zkušebního vzorku na zkoušku tahem [20].....	80
Obr. 90: Vzorky pro zkoušku tahem.....	80
Obr. 91: Schématický deformační diagram: čárkovaně – smluvní diagram, plně – skutečný diagram [1] .....	83
Obr. 92: Smluvní tahový diagram neželezných kovů.....	84
Obr. 93: Smluvní tahový diagram ocelí.....	84
Obr. 94: Smluvní tahový diagram neželezných kovů (měření s průtahoměrem).....	84
Obr. 95: Smluvní tahový diagram ocelí (měření s průtahoměrem) .....	85
Obr. 96: Skutečný tahový diagram neželezných kovů (měření s průtahoměrem).....	85
Obr. 97: Skutečný tahový diagram ocelí (měření s průtahoměrem).....	85
Obr. 98: Deformační diagram se zobrazením meze úměrnosti $R_u$ ( $\sigma_u$ ), meze pružnosti $R_E$ ( $\sigma_E$ ), meze kluzu $R_y$ ( $\sigma_y$ ), meze pevnosti $R_m$ ( $\sigma_m$ ); upraveno z [2] .....	86
Obr. 99: Naměřené indentační křivky litiny COR.....	88
Obr. 100: Naměřená indentační křivka hliníkové slitiny AlCu4PbMg .....	88
Obr. 101: Aproximace zatěžovacích křivek litiny COR.....	90
Obr. 102: Aproximace zatěžovací křivky hliníkové slitiny AlCu4PbMg .....	90
Obr. 103: Aproximace odlehčovacích křivek litiny COR .....	92
Obr. 104 Aproximace odlehčovací křivky hliníkové slitiny AlCu4PbMg.....	92
Obr. 105: Aproximace počátků odlehčovacích křivek litiny COR.....	94
Obr. 106 Aproximace počátku odlehčovací křivky hliníkové slitiny AlCu4PbMg .....	94
Obr. 107: Části indentačních diagramů vypočtené vzorci Xu B. a Chena X. ....	98
Obr. 108: Části indentačních diagramů (Xu, Chen; Puchnin) .....	99
Obr. 109: Celé indentační diagramy pro litinu COR (Xu, Chen; Puchnin).....	100
Obr. 110: Celý indentační diagram (Xu, Chen; Puchnin) a skutečný deformační diagram hliníkové slitiny AlCu4PbMg.....	100
Obr. 111: Celé indentační diagramy pro litinu COR (Matthews; Puchnin) .....	102


Obr. 112: Celý indentační diagram (Matthews; Puchnin) a skutečný deformační diagram hliníkové slitiny AlCu4PbMg.....	102
Obr. 113: Celý indentační diagram (rovnice (51); Puchnin) a skutečný deformační diagram hliníkové slitiny AlCu4PbMg.....	104
Obr. 114: Vyznačení elastické práce na diagramu ze zkoušky tahem; upraveno z [32] .	105
Obr. 115: Vyznačení elastické práce v grafu indentační křivky; upraveno z [16] .....	105
Obr. 116: Elastická práce v diagramu napětí – deformace .....	107
Obr. 117: Indentační a skutečný diagram AlCu4PbMg.....	108
Obr. 118: Indentační a skutečný diagram Cu-ETP .....	108
Obr. 119: Indentační a skutečný diagram S355J2 .....	109
Obr. 120: Indentační a skutečný diagram E335GC .....	109

## 11 Seznam tabulek

Tab. 1: Zkoušky tvrdosti [2] .....	16
Tab. 2: Základní vnikací metody měření tvrdosti [1] .....	17
Tab. 3: Mohsova stupnice tvrdosti [14] .....	18
Tab. 4: Přehled značení tvrdosti podle Rockwella [10].....	22
Tab. 5: Základní materiály použité v experimentální části.....	48
Tab. 6: Základní vlastnosti použitých materiálů.....	49
Tab. 7: Vlastnosti indentoru přístroje EXPIMER.....	56
Tab. 8: Použitá leptadla .....	66
Tab. 9: Mikrotvrdost měřená kolmo od povrchu.....	69
Tab. 10: Mikrotvrdost měřená do strany od osy vtisku v hloubce 1363 $\mu\text{m}$ .....	71
Tab. 11: Mikrotvrdost základního (neovlivněného) materiálu .....	73
Tab. 12: Parametry leštění hliníkové slitiny .....	75
Tab. 13: Rozměry na zkušebních tyčích měřené před a po zkoušce posuvným měřítkem	81
Tab. 14: Základní vlastnosti materiálů zjištěné zkouškou tahem .....	82
Tab. 15: Koeficient deformačního zpevnění K a exponent deformačního zpevnění n zjištěné softwarem, z diagramu a výpočtem .....	87
Tab. 16: Hodnoty určené softwarem pro ocel.....	88
Tab. 17: Hodnoty určené softwarem pro hliník AlCu4PbMg .....	89
Tab. 18: Porovnání hodnot tvrdostí vypočítaných podle Brinella a softwarem EXPIMERu .....	89
Tab. 19: Porovnání hodnot celkové práce vnikacího procesu vypočítaných integrací křivek a vyhodnocených softwarem EXPIMERu.....	91
Tab. 20: Porovnání hodnot elastické práce odlehčovacího procesu vypočítaných integrací křivek a vyhodnocených softwarem EXPIMERu.....	93
Tab. 21: Porovnání hodnot modulu pružnosti vypočítaných vzorci a vyhodnocených softwarem EXPIMERu .....	95
Tab. 22: Výsledky K a n z indentačních křivek počítaných různými vzorci.....	99
Tab. 23: Výsledky K a n z indentačních křivek počítaných metodou Matthewse.....	103
Tab. 24: Elastická práce ze zkoušky tahem a indentační křivky .....	106
Tab. 25: Hodnoty získané z indentačních diagramů.....	110
Tab. 26: Hodnoty získané ze zkoušky tahem .....	110
Tab. 27: Srovnání meze kluzu, modulu pružnosti a elastické práce z instrumentované indentace a zkoušky tahem s průtahoměrem .....	111

# 12 Přílohy

## 12.1 Materiálový list AlCu4PbMg

		42. Pograničníkov street, Krasnojarsk 660311, Russian Federation		Krasnojarsk Metallurgical Plant <b>INSPECTION CERTIFICATE</b> EN 10204 - 3.1		A 0193 6 No 1047/E1736 Date 31.01.14					
<b>CUSTOMER</b> PROFIMET S.R.O., NA SLUCHYCH 271, 15342 VESTEC U PRÁHY, CZECH REPUBLIC		CONTRACT No: CZAS2011 APPENDER No: 18394 ORDER No: 9130Z1481		ORDER No. of the consignee: Mark of manufacturer: 533 912/3		Distribution: 14 Length: 3000 mm					
<b>CONSIGNEE</b> SKLAD PODEBRADY, SLAVERNÍ ULICE 57, 293 01 PODEBRADY, CZECH REPUBLIC		Alloy and Temper: EN AW-2030 T3 Lot No.: E1736 Net Weight: 505 kg 368 lb		Documentation: EN 573-3, EN 754-1, -2, -3 Mechanical Properties: Ultimate strength Yield Strength Elongation Hardness		Date: 31.01.14 Initial requirements: 370 MPa 240 MPa 7 % Test results: 469-470 407-414 10.0-9.8					
<b>CHEMICAL COMPOSITION, %</b>											
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Pb	Bi
Minimal requirements	0.8	0.7	4.5	1.0	1.3	0.10	0.50	0.20	1.5	0.8	0.20
Test results	0.53	0.33	3.57	0.83	0.72	0.018	0.31	0.076	0.91	0.021	0.021
Cast 1-374	0.57	0.36	3.90	0.88	0.74	0.021	0.35	0.078	0.92	0.020	0.020
It is hereby certified that the above material is manufactured in compliance with the specified marks the stipulated requirements. The wood used in packaging and release is processed thermally, peeled, free of pests and worn by ISPM 15. It is confirmed by the marking of the wood's parts.											
										Quality Control Department Quality Control Inspector @Bolekhova V.P.	

## 12.2 Materiálový list CuSn8

### KOVHUTĚ ROKYCANY, a. s. INSPEKČNÍ CERTIFIKÁT 3.1 PODLE EN 10204:2004

**Dodavatel:** KOVHUTĚ ROKYCANY, a. s.  
Zeyerova 285  
337 01 Rokycany

**Odběratel:** Feron, a.s.  
Havlíčková čp. 1043/11  
111 82 Praha 1

**Zakázka:** 31240544  
**Výrobek:** tyč CuSn8 pr.14

**Č. objednávky:** 553509/G ze dne 5.9.2014  
**Množství:** 462,00 *12*  
**Datum:** 08.10.2014

**Dodací podmínky a rozměrová specifikace:**

**Norma:** EN 12 163

**Číslo atestu:** 22942

**KORO proces:** 13.13002487.1

**Naměřené hodnoty:**

Prvek	Sn (%)	Pb (%)	P (%)	Fe (%)	Ni (%)	Zn (%)	Tvrlost HBW
Od	7,5	0	0,01	0	0	0	120
Do	8,5	0,02	0,4	0,1	0,2	0,2	170
<b>Měřeno</b>	<b>8,01</b>	<b>0,015</b>	<b>0,3</b>	<b>0,014</b>	<b>0,001</b>	<b>0,071</b>	<b>169</b>
Prvek							
Od							
Do							
<b>Měřeno</b>							
Prvek							
Od							
Do							
<b>Měřeno</b>							

**Poznámky:**  
Tavba 48248

KOVHUTĚ ROKYCANY, a.s.  
IČO: 49195719, DIČ: CZ49195719  
-6-

Razítko a podpis

Telefon +420 371 763 111, Fax +420 371 723 359, email: kovohute@koro.cz

## 12.3 Materiálový list CuZn40Pb2

RUSSIA, Kamensk-Uralsky Non-Ferrous Metal Working Plant, str. Lermontov, 40												
1519161/4												
СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПРИЕМКЕ		EN 10204-3.1	INSPECTION CERTIFICATE									
Лист Sheet	1	Листов Sheets	1	№ No	12							
				Дата date	08.01.14							
Контракт № Contract No		13021 от 02.07.2013		Грузополучатель адрес, страна Consignee address, country								
Приложение № Appendix No		Profimet.s.r.o., Jesenicka 525, Dolni Jirany - 252 44 Czech Republic										
Наименование, Description	Марка Grade	Стандарт Standard	Размер Size, mm		Точность Precision	Состояние State						
			диаметр	длина								
Пруток латунный	CW617N (CuZn40Pb2)	DIN EN 12164	Кр. 14	3000		R 430						
Партия Lot №	Вес weight, kg											
	нетто, net											
Зц												
Зц												
Итого	492											
Химический состав			Chemical properties, %			Стандарт Standard						
						EN 12164						
Основные компоненты Content of main components, %			Примеск Impurities, %									
№ пар- тин по НД	Cu	Pb	Zn	Al	Fe	Ni	Sn	Bi	P	S	Si	Sb
	57,0-59,0	1,6-2,2	ост	0,05	0,3	0,3	0,3	Прочие вместе 0,2				
Зц 850	58,34	1,76	ост	0,019	0,30	0,22	0,24	0,002	0,005	0,002	0,043	0,005
Зц 460	58,09	1,71	ост	0,011	0,27	0,19	0,21	0,001	0,005	0,002	0,015	0,006
Механические свойства			Mechanical properties			Стандарт Standard	EN 12164 T.T. 2-523-13					
по НД	Временное сопротивление разрыву, не менее МПа Temporal rupture strength, min Mpa		Относительное удлинение, не менее % Relativity lengthening, min		Предел текучести, МПа не ме- нее/ Yield point, min Mpa							
	не менее 430		не менее 10		не менее 220							
Зц	530		18,0		380							
Зц	470		19,0		300							

Уровень радиации металла не превышает естественного уровня.



Radioactivity of the metal doesn't exceed naturally permissible level of radiation.

## 12.4 Materiálový list S235JRC

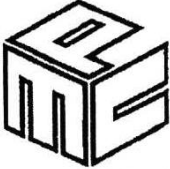
22. 01. 2014 07:22:33  
B-2013 / 2630

FERONA A.S. MALOPRODEJNA P 7  
PROFIMARKET  
U PERGAMENKY 11  
PRAHA 7  
170 00

Tuto kopii dokumentu kontroly vystavila Ferona, a.s. k zakázce č. 648228, s jednoznačným údajem pro přiřazení č. 63596 na množství 314 KG. Postupy v QMS zaručují spojitost mezi originálem dokumentu a dodaným výrobkem.

 <p>STALMA Co. 20 822 Lublin, ul. Pulawska 38, e-mail: office@stalma.com.pl</p>		<p><b>INSPECTION CERTIFICATE</b></p> <p>No. <b>14675/3</b></p> 										
<p><input checked="" type="checkbox"/> 3.1 EN 10204 <input type="checkbox"/> 2.2 EN 10204</p>												
<p>Customer <b>FERONA a.s.</b> <b>111 82 PRAHA 1, Havlickova 1043/11, Czech Republic</b></p>		<p>Order No. / Confirmation No. <b>523930/P</b></p>										
<p>Delivery address <b>Ferona a.s.</b> <b>Sklad 11</b> <b>108-33 Praha, Polygraficka 3/262, Czech Republic</b></p>		<p>Weight [kg] <b>3062</b></p>										
Product / Specifications	Dimensions	Quality / Finished condition	Prod. batch No.									
Cold drawn bar, rd EN-10025 EN-10277; EN-10278	rd 14.00 h9 3000+500	S235JRC+C	W/3405									
CEV: 0.29												
<b>I. CHEMICAL COMPOSITION</b>												
Charge No.	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al	Pb	N <sub>2</sub>
X63596	0.13	0.60	0.22	0.035	0.029	0.18	0.09	0.24	0.03	.009		0.009
<b>II. MECHANICAL TESTS</b>												
Charge No.	R <sub>m</sub> /R <sub>eH</sub> <sup>*</sup> [Mpa]	R <sub>e</sub> [Mpa]	A5 <sup>*</sup> [%]	Hardness [HB]	Other tests <sup>*</sup>							
X63596	590	640	10.4	185								
* Test is carried out under the agreement made when placing the order												
<b>III. CHARACTERISTICS AND PARAMETERS AGREED WHEN PLACING THE ORDER</b>												
<p>Surface: class 1, Straightness: EN 10278 Other tests: Radioisotopic activity max 100Bq/kg</p>												
QUALITY CONTROL		DECLARATION OF CONFORMITY										
Lublin	Date	<p>STALMA Co. declares that the product satisfies requirements of documents to in this Certificate.</p>										
	2013.06.24											
Rafał Dobosz												
Issued by	Approved by											

## 12.5 Materiálový list S355J2

 <b>MPC METAL</b> Sp. z o.o. Adres: 20-474 Lublin ul. Smoluchowskiego 7 www.mpcmetal.pl tel: 81 744 66 11 fax: 81 749 89 20 e-mail: office@mpcmetal.pl	<b>INSPECTION CERTIFICATE</b>  <b>No. 02686/4</b>

<input checked="" type="checkbox"/> 3.1 EN 10204 <input type="checkbox"/> 2.2 EN 10204	Customer <b>Ferona a.s.</b>  <b>108 33 Praha, Polygraficka 3/262</b>	Order No. / Confirmation No. <b>558314/P</b>
---	--	---

Delivery address <b>Ferona a.s.</b>  <b>108 33 Praha, Polygraficka 3/262</b>	Weight [kg] <b>3034</b>
--	----------------------------

Product / Specifications	Dimensions	Quality / Finished condition	Prod. batch No.
Cold drawn bar, rd  EN-10277; EN-10278	rd 14.00 h9 3000+100	S355J2+C	W/ 1108/5

### I. CHEMICAL COMPOSITION

Charge No.	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al	Pb		N <sub>2</sub>
413242	0,19	1,4	,240	0,007	0,007			0,04		,033			

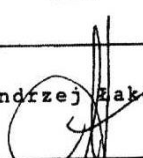
### II. MECHANICAL TESTS

Charge No.	R <sub>m</sub> /R <sub>eH</sub> * [Mpa]	R <sub>m</sub> [Mpa]	A5* [%]	Hardness [HB]	Other tests*
413242	650	725	13,6		

\* test is carried out under the agreement made when placing the order

### III. CHARACTERISTICS AND PARAMETERS AGREED WHEN PLACING THE ORDER

Surface: class 1, Straightness: Other tests:
--

QUALITY CONTROL		DECLARATION OF CONFORMITY
Lublin	Date	MPC Metal Ltd declares that the product satisfies requirements of documents to in this Certificate.
	2014.11.26	
Andzej Zakomic  Issued by	Approved by	



## 12.6 Materiálový list 11SMn30

A04 Značka výrobce / Manufacturer's logo



**TRINECKÉ ŽELEZÁRNY**  
**MORAVIA STEEL**

A02 Druh dokumentu / Type of inspection document <b>Inspekční certifikát 3.1 - Inspection certificate 3.1, EN 10204:2004</b>																			
A01/A05 Výrobní závod / Manufacturer <b>TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s.,</b> Průmyslová 1000, Staré Město, 739 61 Třinec, Czech republic VF - Tažárna oceli, Továrna 1688, 686 02 Staré Město, Czech republic							Stránka / Page 1/1			A03 Číslo dokumentu / Document No. <b>2014/11/003961-STO</b>									
A07 Číslo objednávky / Purchaser's order No. 555811/P				A06 Příjemce / Consignee Feron, a.s. Centrální likvid. fakt. VO,útv. 312 Polygrafická 3/262 108 33 Praha 10 - Malešice Česká republika															
A10 Číslo kontraktu / Contract No. 0041323703																			
A08 Číslo zakázky / Manufacturer's order No. 9910071307/000010																			
B01, B09-B11 Popis výrobku / Rozměry / Tolerance Product description / Dimensions / Tolerance				B02, B04 Označení oceli / Stav dodaný Steel designation / Deliv. state		B03 Materiálová norma Classification standard		B03 Rozměrová norma Dimensional standard											
Tyč tažená kruhová(h9) Cold-drawn round steel bar(h9) 14 mm 3,000 m +100 -0				11SMN30+C		EN 10277-3		EN 10278											
A11 Dopr. prostředek č. Waggon No.		A13 / A12 Avizo / Ložný list č. Delivery note / Loading list No.			B07 Tavba Heat No.	B08 Kruhy / Kusy Coils / Pieces	B08 Svazky Crbd	B13 Hmotnost (kg) Weight (kgs)											
4Z07021 1Z97890		14/11/001817 5914004312			T19656	0	1	1004											
B07, B14, C70 Tavba / Rok výroby / Způsob výroby Heat No. / Year of production Steelmaking process		C71-C92 <b>Chemické složení-Chemical composition [%]</b>																	
T19656/2014 BO-ZPO2 BOF-cc billets		<table border="1"> <thead> <tr> <th>C</th> <th>Mn</th> <th>Si</th> <th>P</th> <th>S</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.11</td> <td>1.19</td> <td>0.02</td> <td>0.049</td> <td>0.280</td> </tr> </tbody> </table>								C	Mn	Si	P	S	0.11	1.19	0.02	0.049	0.280
C	Mn	Si	P	S															
0.11	1.19	0.02	0.049	0.280															
<b>Mechanické hodnoty-Mechanical values</b>																			
B07 Tavba Heat No.	B05 Stav zkoušení Test state	C11 Mez kluzu Yield point Rp0.2 [MPa]	C12 Mez pevnosti Tensile strength Rm [MPa]	C13 Táhnost Elongation A5 [%]	C14 Kontrakce Contraction Z [%]	B05 Stav zkoušení Test state	C03 Zkušební teplota Test temperature	C40, C42 Zkouška rázem v ohybu Energy of impact KV [J] / KCV [J/cm2]											
T19656	+C	540	583	9															
B07 Tavba Heat No.	D53 100% kontrola totožnosti Sparking test 100%																		
T19656	provedena/O.K.																		
D05 Dodržena radioizotopická aktivita tavebního vzorku - max. 100 Bq/kg. Radio - isotopic activity was controlled in ladle sample, it was no higher than 100 Bq/kg.																			
Z01 Dodaný materiál odpovídá předpisu objednávky. Products conform with the prescription of order.																			
Z03 Tento dokument byl elektronicky podepsán v souladu se zákonem č. 227/2000 Sb. This document was electronically signed according to Law No. 227/2000 Coll undersigned.																			
Z02 Potvrdil - Expert: : Stonáček Karel, referent TJut, nezávislý oprávněný zástupce Officer of Quality Inspection of Realising and Attesting, independent authorized agent																			
Staré Město: 12.11.2014																			

## 12.7 Materiálový list E335GC

A04 Značka výrobce / Manufacturer's logo



**TŘINECKÉ ŽELEZÁŘNY**  
**MORAVIA STEEL**

A02 Druh dokumentu / Type of inspection document								
<b>Inspekční certifikát 3.1 - Inspection certificate 3.1, EN 10204:2004</b>								
A01/A05 Výrobní závod / Manufacturer						Stránka / Page		
TŘINECKÉ ŽELEZÁŘNY, a.s., Průmyslová 1000, Staré Město, 739 61 Třinec, Czech republic VF - Tažirna oceli, Tovární 1688, 686 02 Staré Město, Czech republic						1 / 1		
A07 Číslo objednávky / Purchaser's order No.						A03 Číslo dokumentu / Document No.		
555834/P						2014/11/003967-STO		
A10 Číslo kontraktu / Contract No.				A06 Příjemce / Consignee				
0041323706				Feron, a.s.				
A08 Číslo zakázky / Manufacturer's order No.				Centrální likvid. fakt. VO,útv. 312				
9910071329/000010				Polygrafická 3/262				
				108 33 Praha 10 - Malešice				
				Česká republika				
B01, B09-B11 Popis výrobku / Rozměry / Tolerance Product description / Dimensions / Tolerance			B02, B04 Označení oceli / Stav dodaný Steel designation / Deliv. state		B03 Materiálová norma Classification standard		B03 Rozměrová norma Dimensional standard	
Tyč tažená kruhová(h9) Cold-drawn round steel bar (h9) 14 mm  3,000 m +100 -0			E335GC+C		EN 10277-2		EN 10278	
A11 Dopr. prostředek č. Waggon No.		A13 / A12 Avizo / Ložný list č. Delivery note / Loading list No.		B07 Tavba Heat No.	B08 Kruhy / Kusy Coils / Pieces	B08 Svazky Crbd	B13 Hmotnost (kg) Weight (kgs)	
4Z07021 1297890		14/11/001817 5914004312		T59629	0	2	2020	
B07, B14, C70 Tavba / Rok výroby / Způsob výroby Heat No. / Year of production		C71-C92						
Steelmaking process		Chemické složení-Chemical composition [%]						
T59629/2013		C Mn Si P S N						
BO-ZPO2		0.48 0.74 0.28 0.018 0.005 0.0037						
BOF-cc billets								
Mechanické hodnoty-Mechanical values								
B07 Tavba Heat No.	B05 Stav zkoušení Test state	C11 Mez kluzu Yield point Rp0.2 [MPa]	C12 Mez pevnosti Tensile strength Rm [MPa]	C13 Táznost Elongation A5 [%]	C14 Kontrakce Contraction Z [%]	B05 Stav zkoušení Test state	C03 Zkušební teplota Test temperature	C40, C42 Zkouška rázem v ohybu Energy of Impact KV [J] / KCV [J/cm2]
T59629	+c	652	767	10				
B07 Tavba Heat No.	D53 100% kontrola totožnosti Sparking test 100%							
T59629	provedena/O.K.							
D05 Dodržená radioizotopická aktivita tavebního vzorku - max. 100 Bq/kg. Radio - isotopic activity was controlled in ladle sample, it was no higher than 100 Bq/kg.								
Z01 Dodaný materiál odpovídá předpisu objednávky. Products conform with the prescription of order.								
Z03 Tento dokument byl elektronicky podepsán v souladu se zákonem č. 227/2000 Sb. This document was electronically according to Law No. 227/2000Coll undersigned.								
Z02 Potvrdil - Expert: : Stonáček Karel,				referent T.Jut, nezávislý oprávněný zástupce Officer of Quality Inspection of Realising and Attesting, independent authorized agent				
Staré Město: 12.11.2014								