



ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní

Ústav materiálového inženýrství

**Stanovení materiálových charakteristik metodou
instrumentované indentace**

**Determination of material properties by
instrumented indentation**

Diplomová práce

Autor:

Bc. Stanislav Teplý

Studijní obor:

Výrobní a materiálové inženýrství

Vedoucí diplomové práce:

Doc. Ing. Jiří Cejp, CSc.

Konzultant diplomové práce:

Mgr. Maxim Puchnin



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

pro:	Bc. Stanislava T E P L É H O
program:	Strojní inženýrství
obor:	Výrobní a materiálové inženýrství
název česky:	Stanovení materiálových charakteristik metodou instrumentované indentace.
název anglicky:	Determination of material properties by instrumented indentation

Zásady pro vypracování:

Cíl:

Stanovení pevnostních a plastických charakteristik vybraných konstrukčních materiálů z výsledku instrumentované indentační zkoušky. Určit korelaci mezi těmito hodnotami a hodnotami zjištěnými ze standardní zkoušky tahem.

Postup:

1. Studijní a rešeršní činnost zaměřená na instrumentované indentační metody tvrdosti.
2. Sestavení experimentálního programu a rozsahu zkoušek.
3. Příprava zkušebních vzorků, seznámení se zkušebním zařízením na ÚMI.
4. Vlastní experimentální program - mikrostrukturní analýza, instrumentovaná vnikací zkouška, zkouška tahem.
5. Zhodnocení naměřených hodnot, diskuse a závěry.

Rozsah průvodní zprávy: 40 - 60 stran

Rozsah grafických prací: dle potřeby

SEZNAM DOPORUČENÉ LITERATURY:

[1] JOHNSON, K.,L. :The correlation of indentation experiments. J. Mech. Phys. Solids, Vol.18, Issue 2, 1970, Pages 115-126

[2] WEIA, Y. - HUTCHINSON,J.,W. : Hardness trends in micron scale indentation, J.Mech. Phys. Solids, Vol.51,2003, Pages 2037-2056

Vedoucí diplomové práce: Doc. Ing. Jiří Cejp, CSc.

Konzultant diplomové práce: Mgr. Maxim Puchnin

Datum zadání diplomové práce: 25.dubna 2016


Datum odevzdání diplomové práce: 29.července 2016

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

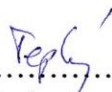
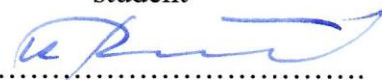
Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

25-04-2016

Zadání diplomové práce převzal dne:


.....
Prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
vedoucí ústavu




.....
student

.....
Prof. Ing. Michael VALÁŠEK, DrSc.
děkan fakulty

V Praze dne 18. dubna 2016

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením Doc. Ing. Jiřího Cejpa, CSc., a že jsem použil literaturu uvedenou v seznamu citované literatury.

V Praze dne 29. 7. 2016

Stanislav Teplý
Bc. Stanislav Teplý

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu diplomové práce Doc. Ing. Jiřímu Cejpovi, CSc. a konzultantovi diplomové práce, Mgr. Maximovi Puchninovi, za cenné rady a připomínky při provádění experimentů a ochotu konzultovat řešenou problematiku.

Mé další poděkování patří Ing. Eleně Čižmárové, Ph.D. a Pavlovi Sachrovi, za rady a pomoc při měření mikroindentace. Také velmi děkuji Ing. Františkovi Tatíčkoví, Ph.D. a Ing. Tomášovi Pačákovi z ústavu strojírenské technologie za rady, pomoc při provádění zkoušky tahem a ochotu konzultovat danou problematiku.

Také děkuji svým blízkým za podporu a trpělivost při vypracovávání diplomové práce.

Anotační list

Jméno autora:	Bc. Stanislav TEPLÝ
Název DP:	Stanovení materiálových charakteristik metodou instrumentované indentace
Název anglicky:	Determination of material properties by instrumented indentation
Akademický rok:	2015 / 2016
Obor studia:	Výrobní a materiálové inženýrství
Ústav:	Ústav materiálového inženýrství
Vedoucí DP:	Doc. Ing. Jiří Cejp, CSc.
Konzultant DP:	Mgr. Maxim Puchnin
Bibliografické údaje:	počet stran: 103 počet obrázků: 96 počet tabulek: 26 počet rovnic: 44
Klíčová slova:	instrumentovaná vnikací zkouška, sférická indentace, závislost napětí – deformace, tvrdost, kontaktní chování, mechanické vlastnosti, exponent deformačního zpevnění
Keywords:	instrumented indentation testing, spherical indentation, stress - strain curve, hardness, contact behaviour, mechanical properties, strain hardening exponent

Anotace

Tato diplomová práce v teoretické části popisuje historii, různé přístupy a problematiku analýzy naměřené indentační křivky instrumentovanou indentační zkouškou. V praktické části jsou prověřeny některé postupy zjišťování vlastností z naměřených dat instrumentovanou indentační zkouškou sférickým indentorem v měřítku makro. Ty jsou následně porovnány s výsledky ze zkoušky tahem a výsledky indentační zkoušky v měřítku mikro s indentorem typu Berkovich. Z porovnání vyplynulo, že lze z indentační křivky spolehlivě zjistit modul pružnosti, vtiskovou tvrdost, tvrdost podle Brinella, pružnou a plastickou práci vnikacího procesu, závislost napětí na deformaci odpovídající té ze zkoušky tahem a následně i koeficient a exponent deformačního zpevnění a mez kluzu.

Abstract

This diploma thesis describes history, basic approaches and the difficulties of analysis of indentation curve. In experimental section are approaches, listed in theoretical part, applied to measured indentation curve obtained by instrumented indentation using spherical indenter in macro scale. The results of material properties are then compared with the results obtained by tensile test and instrumented indentation using Berkovich indenter in micro scale. From the comparison it is obvious that it is possible to determine following properties from indentation curve: modulus of elasticity, indentation hardness, Brinell hardness, elastic and plastic work of indentation process, stress – strain curve corresponding to that obtained by tensile test, and from this curve the coefficient and strain hardening exponent and yield stress.

Obsah

1	Úvod	13
2	Historie měření tvrdosti	14
2.1	Vývoj metod měření tvrdosti	14
2.2	Moderní přístupy k měření tvrdosti	16
2.3	Podstata tvrdosti a tuhosti	16
3	Instrumentovaná indentace	17
3.1	Normy instrumentovaných vnikacích zkoušek	18
3.2	Základní typy indenterů	18
3.3	První analýzy naměřených dat	19
3.4	Model válcového indentoru	19
3.5	Kuželový indenter	20
3.6	Indentory tvaru jehlanu	22
3.7	Metoda Olivera a Pharra - multibodová	22
3.8	Metoda Fielda a Swaina - dvoubodová	23
3.9	Sférický indenter	24
3.9.1	Obecný popis zatěžovací křivky	24
3.9.2	Zjišťování vlastností materiálu	28
4	Faktory ovlivňující indentační měření	32
4.1	Velikostní faktor	32
4.2	Indentace nakloněné roviny	32
4.3	Teplotní rozdíly	32
4.4	Kalibrace zařízení	33
4.5	Pile-up a sink-in chování materiálů	33
4.6	Drsnost povrchu	35
5	Experimentální část	36
5.1	Příprava vzorků	37
5.1.1	Vzorky pro zkoušku tahem	37
5.1.2	Vzorky pro vnikací zkoušky	38
5.2	Použitá zařízení	40
5.2.1	Mikrostruktura	40
5.2.2	Chemické složení	40
5.2.3	Zkouška tahem	41
5.2.4	Mikroindentace	41
5.2.5	Experimentální makrotvrdoměr EXPIMER	42
5.3	Chemické složení materiálů a mikrostruktura	43
5.3.1	Chemické složení materiálů	43

5.3.2	Mikrostruktura materiálů	47
5.4	Ověření metodiky určování vlastností	53
5.4.1	Ověření výpočtu Brinellovy tvrdosti	55
5.4.2	Ověření výpočtu celkové práce vnikacího procesu.....	55
5.4.3	Ověření výpočtu pružné práce vnikacího procesu.....	57
5.4.4	Ověření určení modulu pružnosti	59
5.4.5	Určení závislosti napětí na deformaci.....	61
5.5	Naměřené a vypočtené hodnoty.....	65
5.5.1	Zkouška tahem	65
5.5.2	Mikroindentace.....	69
5.5.3	Makroindentace.....	73
5.6	Porovnání výsledků a zhodnocení.....	81
5.6.1	Vtisková tvrdost	81
5.6.2	Modul pružnosti.....	81
5.6.3	Pružná část práce indentace	82
5.6.4	Závislosti napětí – deformace	83
5.6.5	Koeficient a exponent deformačního zpevnění.....	85
5.6.6	Mez kluzu	86
6	Závěr.....	87
7	Citovaná literatura	89
8	Seznam obrázků	93
9	Seznam tabulek.....	96
10	Přílohy.....	97
10.1	Materiálový list S235JRC	97
10.2	Materiálový list S355J2.....	98
10.3	Materiálový list 11SMn30	99
10.4	Materiálový list E335GC	100
10.5	Materiálový list AlCu4PbMg.....	101
10.6	Materiálový list CuSn8.....	102
10.7	Materiálový list CuZn40Pb2	103

Seznam použitých značek a symbolů

symbol	jednotky	význam symbolu
A	[mm ²]	kontaktní plocha
a	[mm]	poloměr válcového indentoru
$A_{11,3}$	[%]	tažnost dlouhé poměrové tyče
a_c	[mm]	kontaktní poloměr
a_{c0}	[mm]	kontaktní poloměr v rovině původního povrchu
A_p	[mm ²]	promítnutá kontaktní plocha
a_p	[mm]	kontaktní poloměr na počátku plastické fáze zatěžování
c^2	[-]	konstanta popisující pile-up/sink-in
C_{IT}	[%]	vtiskové tečení
d	[mm]	průměr zbytkového vtisku (v rovině povrchu)
D, R_i	[mm]	průměr, poloměr indentoru
d_0	[mm]	počáteční průměr vzorku
E	[N mm ⁻²]	modul pružnosti
E_i	[N mm ⁻²]	modul pružnosti indentoru
E_{IT}	[N mm ⁻²]	vtiskový modul
$\dot{\epsilon}_{Lc}$	[s ⁻¹]	deformační rychlost odhadnutá ze zkoušené délky
E_{red}	[N mm ⁻²]	redukováný modul pružnosti
FEM	-	metoda konečných prvků, finite element method
h	[mm]	hloubka indentace
H	[N mm ⁻²]	tvrdost vzorku
HBW	[-]	tvrdost podle Brinella
h_c	[mm]	kontaktní hloubka indentace
h_e	[mm]	elastická hloubka indentace
h_{ev}	[mm]	hloubka odpružení vrcholu vtisku
h_{evp}	[mm]	hloubka odpružení vrcholu vtisku pro válcový indentor
h_{evS}	[mm]	hloubka zbytkového odpružení vrcholu vtisku z bodu S
H_i	[N mm ⁻²]	tvrdost indentoru
H_{IT}	[N mm ⁻²]	vtisková tvrdost
HM	[N mm ⁻²]	tvrdost podle Meyera
h_{max}	[mm]	maximální hloubka indentace
h_p	[mm]	hloubka na počátku plastické fáze zatěžování
h_r	[mm]	hloubka zbytkového vtisku
H_{red}	[N mm ⁻²]	redukováná 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
h_y	[mm]	hloubka na mezi kluzu
ISE	-	velikostní faktor, indentation size effect
K	[N mm ⁻²]	koeficient deformačního zpevnění
K_h	[N mm ^{-3/2}]	Hertzova kontaktní tuhost
K_I	[N mm ⁻¹]	lineární tuhost v oblasti II elasticko-plastického zatěžování
K_p	[N mm ⁻¹]	lineární tuhost v plastické fázi zatěžování
K_u	[N mm ^{-3/2}]	nelineární tuhost v průběhu odlehčování
L_{01}	[mm]	počáteční měřená délka krátké tyče
L_{02}	[mm]	počáteční měřená délka dlouhé tyče
L_c	[mm]	zkoušená délka
L_{Do}	[mm]	průměr sférického indentoru pro výpočet deformace
L_e	[mm]	počáteční měřená délka průtahoměru
L_t	[mm]	celková délka zkušebního tělesa
m	[-]	konstanta charakterizující tvar indentoru
n	[-]	exponent deformačního zpevnění
P	[N]	síla
P_e	[N]	síla v elastické fázi zatěžování
P_{hp}	[N]	síla na počátku plastické fáze zatěžování
P_{ep}^I, P_{ep}^{II}	[N]	síla v oblasti I, II při elasticko-plastickém zatěžování
p_m	[N mm ⁻²]	střední napětí mezi indentorem a materiálem
P_{max}	[N]	maximální síla
P_p	[N]	síla v plastické fázi zatěžování
P_S	[N]	síla v bodě S
P_u	[N]	síla při odlehčování
P_y	[N]	síla na mezi kluzu
R	[N mm ⁻²]	smluvní napětí
R_d	[mm]	deformovaný efektivní poloměr
R_{IT}	[%]	vtisková relaxace
R_m	[N mm ⁻²]	smluvní napětí na mezi pevnosti
$R_{p0,2}$	[N mm ⁻²]	smluvní napětí na mezi kluzu
R_r	[mm]	poloměr zbytkového vtisku (kolmo k rovině povrchu)
R_{red}	[mm]	redukovaný poloměr
S	[N mm ⁻²]	kontaktní tuhost
s	[mm]	hloubka charakterizující pile-up, sink-in
S_0	[mm ²]	počáteční průřezová plocha zkoušené délky
S_A	[mm ²]	aktuální průřezová plocha zkoušené délky

v_c	[mm s ⁻¹]	rychlost posuvu příčnicku
W_e	[mJ]	pružná zpětná deformační práce vnikacího procesu
W_p	[mJ]	plastická deformační práce vnikacího procesu
W_t	[mJ]	celková mechanická práce vnikacího procesu
x, y, z	[-]	osy souřadného systému
α	[-]	materiálová konstanta
α'	[°]	kombinovaný úhel
α_i	[°]	poloviční vrcholový úhel modelového kužele
α_r	[°]	úhel zbytkového vtisku
β	[-]	korekční faktor skutečného tvaru indentoru
β	[°]	úhel mezi rovinou původního povrchu a tečnou k indentoru v místě kontaktu s materiálem
ΔL_e	[mm]	prodloužení měřené průtahoměrem
ε	[-]	poměrná deformace
ε_i	[-]	konstanta pro tvar indentoru
ε_{ind}	[-]	indentační deformace
η_{IT}	[%]	vztah W_e/W_t , pružná část práce vnikacího procesu
μ	[-]	součinitel tření
ν	[-]	Poissonovo číslo vzorku
ν_i	[-]	Poissonovo číslo indentoru
σ	[N mm ⁻²]	skutečné napětí
σ_{ind}	[N mm ⁻²]	indentační napětí
σ_{sm}	[-]	směrodatná odchylka
σ_u	[N mm ⁻²]	napětí na mezi úměrnosti
σ_y	[N mm ⁻²]	napětí na mezi kluzu
φ	[-]	skutečná deformace
φ_i	[°]	úhel charakteristický pro tvar indentoru

1 Úvod

Měření mechanických vlastností materiálů je velmi důležité pro různá průmyslová odvětví a vědecko-výzkumnou práci. Tahová zkouška, která se běžně pro tyto účely používá, je relativně časově náročná a drahá. S vývojem nových materiálů ale vzrůstají časové nároky na přípravu vzorků. Zároveň je to zkouška destruktivní, přičemž se pro některé tvarově složitě součásti nemusí podařit standardizovaný vzorek pro tuto zkoušku vyrobit. Ve výsledku je diagram používaný pro stanovení základních mechanických vlastností materiálů: smluvní meze kluzu, $R_{p0,2}$, a modulu pružnosti, E .

Časové a finanční nároky na zjišťování či ověřování mechanických vlastností materiálu tak vede k potřebě nové rychlejší metody. Zkoušky měření tvrdosti patří v tomto ohledu k perspektivním zkouškám.

Zkoušky tvrdosti jsou založené na principu vtlačování indentoru do povrchu materiálu a sledování jeho odezvy. V technické praxi se také využívají některé závislosti tvrdosti materiálu s mechanickými vlastnostmi.

Rozvoj tohoto typu měření podporují i mnohé výhody, kterými tento systém vyniká. Je to nedestruktivní zkouška s minimálními časovými a finančními nároky, není potřeba výroby vzorků a nevzniká tak odpad, lze kontrolovat mechanické vlastnosti materiálu v průběhu výroby a na tvarově velmi složitých součástech a například možnost zakomponovat a automatizovat měřicí systém ve výrobě.

Cílem této diplomové práce je stanovit základní mechanické vlastnosti osmi základních materiálů z výsledků instrumentované indentační zkoušky a určit korelaci mezi výsledky této zkoušky a výsledky ze zkoušky tahem. Dalším cílem je porovnání některých vlastností materiálů získaných řešenou indentační zkouškou v měřítku makro s výsledky vlastností materiálů získaných prověřeným systémem indentační zkouškou v měřítku mikro.

2 Historie měření tvrdosti

2.1 Vývoj metod měření tvrdosti

Možná již v pravěku si lidé všimli toho, že do některých kamenů lze dělat vrypy snáze a do jiných hůře. To stejné platí i o nástrojích, kterými vrypy dělali. Samotné myšlení o tomto chování materiálů pokládá základy měření a hodnocení tvrdosti materiálů. První zaznamenaný přístup k hodnocení tvrdosti materiálů pochází již z roku 300 př. n. l. Theofrastos, Aristotelův žák, zkoumal chování minerálů při zahřívání a při vrypu. Všimá si také magnetismu, zbarvení drahých kamenů a mnoha dalších vlastností [1], [2].

Kolem roku 1000 n. l. se zabýval perský myslitel Al-Biruni, který ve svém díle popisuje stovky experimentů na různých materiálech a k mnoha minerálům také uvádí některé vlastnosti, jako barva, vůně, tvrdost, hmotnost a měrná hmotnost.

V 17. století objevil Ch. Huygens, že tvrdost je vlastnost anizotropní. Na přelomu 17. a 18. století byla založena první vtisková metoda vědcem R. A. F. de Réarmurem, který pomocí průniku hran dvou trojbokých hranolů vyjadřoval tvrdost materiálu. Jeden z prvních přístrojů na měření pevnosti materiálů zkonstruoval nizozemský vědec Pieter van Musschenbroek na počátku 18. století [2].

Při porovnávání poškození materiálu při vrypu se přiřazovala hodnota tvrdosti podle stupnice. Tento přístup byl použit i Friedrichem Mohsem, který v roce 1812 sestavil Mohsovu stupnici (vyšší číslo tvrdosti znamená větší tvrdost) [3]. V tabulce číslo 1 je Mohsova stupnice tvrdosti vybraných materiálů, navíc je uvedena tvrdost měřená moderní vnikací zkouškou.

Tabulka 1: Mohsova stupnice [1].

Tvrdost podle				
Č.	Mohse	Materiál	Chemický vzorec	Tvrdost [GPa]
1	1	Mastek	$Mg_2Si_4O_{10} \cdot Mg(OH)_2$	0,02 - 0,10
2	2	Sádrovec	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	0,3 - 0,8
3		Chlorid sodný	NaCl	0,3 - 0,9
4	3	Vápenec	$CaCO_3$	0,6 - 1,0
5		Galenit	PbS	1,1 - 1,5
6	4	Fluorit	CaF_2	1,6 - 2,6
7	5	Apatit	$Ca_5(PO_4)_3(Cl,F,OH)$	2,5 - 5,4
8		Scheelit	$CaWO_4$	5,5 - 7,0
9	6	Živec	$KAlSi_3O_8$	4,5 - 7,1
10		Magnetit	Fe_3O_4	6,0 - 8,5
11	7	Křemen	$\alpha-SiO_2$	10,0 - 12,5
12	8	Topaz	$Al_2Fe(OH)_4SiO_4$	14,0 - 18,0
13		Karbid wolframu	WC	17,5 - 18,5
14	9	Korund	$\alpha-Al_2O_3$	20 - 24
15		Karbid titanu	TiC	30 - 34
16		Bor	B	34 - 36
17		Karbid křemíku	SiC	38 - 41
18		Karbid boru	$B_{12}C_3-B_{13}C_2$	40 - 48
19		Kubický nitrid boru	$\beta-BN$	70 - 80
20		Umělý diamant	C	80 - 90
21	10	Přírodní diamant	C	90 - 100

Dalším vývojem vrypových metod je přístroj zvaný sklerometr. Pomocí závaží se měnila síla na diamantový hrot, který zanechával rýhu o určité velikosti v měřeném materiálu. Podle velikosti této síly lze materiály, oproti předchozím zkouškám, přesněji roztrždit. Do vývoje sklerometru se zapojili především T. J. Seebeck, A. Martens a T. Turner.

Český fyzik Čeněk Strouhal s Američanem C. Barusem zkoumali pomocí elektrického odporu materiálu závislost tvrdosti na teplotě [2].

Ke konci 19. století již takové hodnocení tvrdosti nebylo dost přesné, proto byly navrženy nové metody měření tvrdosti, které rozliší i velmi podobné materiály (různé typy ocelí atp.). Zároveň je nutné, aby byla tvrdost měřena pokaždé stejnou silou, aby se mohly materiály mezi sebou porovnávat. Proto v roce 1900 představil Švéd Johan August Brinell na světové výstavě v Paříži svůj tvrdoměr. Ta je založena na principu vtlačování kuličky z tvrdokovu určitou silou do povrchu testovaného materiálu. Tvrdost se pak určí jako zatěžující síla dělená povrchem vtisku [1], [4]. V roce 1907 ještě Ludwik modifikoval Brinellovu zkoušku tím, že tvrdokovovou kuličku nahradil kuželem z kalené oceli kvůli závislosti Brinellovy zkoušky na velikosti zatížení. Při použití kuželového indentoru se nemění poměr tangenciálního a normálového napětí a proto je vyhodnocená tvrdost na zatížení nezávislá, přesto se však tato metoda dodnes nepoužívá [5]. Eugene Meyer v roce 1908 navrhl, že by se tvrdost u Brinellovy zkoušky měla počítat jako zatěžující síla dělená promítnutou plochou vtisku [4], [6].

V roce 1914 byla představena Rockwellova zkouška na principu Ludwikovy modifikace Brinellovy zkoušky. Rozdílné však bylo použití kuželového indentoru z diamantu a podstatně menších zatěžujících sil. Rockwellova tvrdost je reprezentována hloubkou vtisku způsobené daným zatížením. V roce 1924 popsali Smith a Sandland vnikací zkoušku na principu vtlačování diamantového indentoru s tvarem čtyřbokého jehlanu, známou podle firmy Vickers, jež vyráběla tvrdoměry pro tuto metodu. Vrcholový úhel indentoru byl volen tak, aby bylo co nejmenší tření a zároveň aby hodnoty tvrdosti vycházely podobně, jako z Brinellovy zkoušky. Tvrdost podle metody Vickers je definována jako zatěžující síla dělená povrchem vtisku.

Ve dvacátých letech byla také vytvořena dynamická metoda vědcem A. F. Shorem. Tzv. odrazová tvrdost spočívá v pádu tělíska z určité výšky na podložku o známých vlastnostech. Dnes se používá především při výrobě kuliček do kuličkových ložisek, kdy se správně vyrobená kulička dostatečně odrazí a přeskóčí přes překážku. Kulička s nižší mezí kluzu, než je požadovaná, se plasticky deformuje a překážku nepřekoná.

V roce 1939 byla vypracována nová metoda vědci F. Knoopem, C. G. Petersem, W. Emersonem, na bázi metody Vickers. Rozdíl je ve tvaru indentoru, který je u této metody též diamantový, ale tvaru protáhlého kosočtverce. Měří se pouze delší úhlopříčka. Tvrdost zjištěná touto metodou je definována jako zatěžující síla dělená promítnutou plochou vtisku při maximálním zatížení [1], [2], [4], [5], [6].

V roce 1950 byla představena další metoda na bázi metody Vickers, Berkovichova zkouška. Opět jde o diamantový indentor, avšak v tomto případě je tvaru trojbokého jehlanu. Tato metoda se používá především pro velmi tvrdé materiály [5].

Největší nevýhodou těchto metod je fakt, že není možné porovnávat hodnoty tvrdosti získané různými metodami. Proto se v dnešní době některé metody nepoužívají, uchytily se pouze ty metody, které se využívaly v těžkém průmyslu [1].

2.2 Moderní přístupy k měření tvrdosti

V druhé polovině 20. století chtěli vědci vytvořit metodu měření mechanických vlastností materiálů použitelnou v makro, mikro i nano měřítku. Proto se vědci museli více zajímat o to, co se v materiálu při vnikání indentoru opravdu děje. Za základní kámen takové metody byla vybrána Hertzova kontaktní mechanika. Ta je známá již od roku 1882. Hertz byl první, kdo vytvořil model závislosti aplikované síly na změně vzdálenosti a to u pružného kontaktu dvou povrchů.

V roce 1965 se podařilo Sneddonovi, pomocí modelu kontaktu mezi tuhým indentorem daného tvaru a homogenní izotropní deskou, určit vztah mezi elastickou tuhostí desky a plochou dotyku indentoru s deskou. O 5 let později položili Bulychev a Alekin základy metodě zvané instrumentovaná indentace provedením analýzy kuželového a kulového indentoru. Jenže prozatím nebyla objasněna souvislost naměřené závislosti síly na hloubce a ploše kontaktu indentoru s měřeným materiálem. To se změnilo roku 1986, kdy Doerner a Nix použili pružné vtlačování plochého válcového indentoru, kde předpokládali model lineárního odlehčování [1].

Rok 1992 znamenal pro instrumentovanou indentaci velké změny. Oliver a Pharr předložili teorii o platnosti instrumentované indentace pro všechny rotační indentory paraboloidního tvaru a navíc zjistili, že závislost síly na hloubce při odlehčování není lineární. Metodika je dále vylepšována (např. zavedení korekčního koeficientu pro indentaci rotačních tvarů, dalšího korekčního koeficientu pro neideální tvar indentoru, nebo pro chování materiálu podle pile-up nebo sink-in modelu), ale samotný princip metody doposud nebyl překonán.

Při analýze elastického odlehčování však bylo zapomínáno na křivku zatěžování, která zahrnuje plastickou deformaci materiálu. Následovalo množství teorií o křivce zatěžování a nejvíce uznávanou je teorie Fielda a Swaina, která využívá jinou teorii o rozšíření Hertzova přístupu i na plastickou deformaci, a je založena na částečném odlehčení vzorku.

Výhodou instrumentované indentace je získávání informací již během zkoušky a navíc získaných informací je mnohem více, než jen zbytková velikost vtisku po měření konvenční metodou [1].

2.3 Podstata tvrdosti a tuhosti

Tvrdot i tuhost materiálu souvisí s vazbami mezi atomy. Podle Šimůnka [7] souvisí tuhost materiálu s vazbami orientovanými rovnoběžně s aplikovanou silou. Tuhost popisuje, jak moc může být materiál stlačen, aby se po uvolnění zatěžující síly vrátil do původního tvaru. Naopak tvrdost materiálu je jeho odpor proti přemístění jednotlivých atomů (odpor proti změně tvaru), souvisí především s vazbami orientovanými kolmo ke směru zatěžující síly.

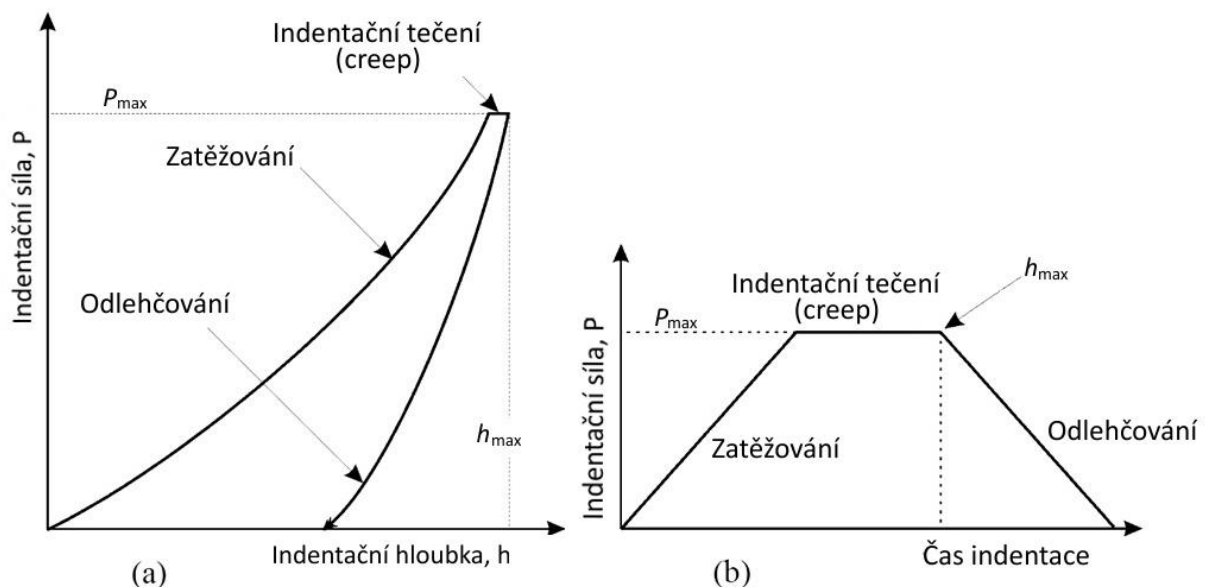
Šimůnek také vytvořil matematický model, pomocí kterého lze spočítat tvrdost materiálů, dokonce i těch, které ještě nikdy nebyly vyrobeny. Počítá se příspěvek od jednotlivých typů vazeb, mající různou váhu podle jejich orientace.

Nedávno byl vytvořen materiál složený z vrstev (transition-metal diborid, OsB_2), který má ve směru kolmém na vrstvy tvrdost podobnou diamantu (dokáže jej poškrábat), ale v druhém směru má tvrdost zhruba poloviční, lze tedy říci, že vykazuje výraznou anizotropii tvrdosti. Zásadní jsou pro tento materiál vazby bor – bor [7].

3 Instrumentovaná indentace

Tato metoda zkoušení materiálů má zkratku DSI (Depth Sensing Indentation), ale v literatuře se můžeme setkat také se zkratkou IIT (Instrumented Indentation Testing). Řadí se mezi nedestruktivní metody zkoušení materiálů. Princip této metody je v podstatě stejný, jako u konvenčních metod měření tvrdosti. Rozdíl je však ve vyhodnocování a řízeném odlehčováním indentoru. U konvenčních metod je nutné měřit určité rozměry reziduálního vtisku, což u této metody úplně odpadá. Již v průběhu zkoušky se snímá poloha indentoru a zároveň síla, která na něj působí. Příklad naměřených dat z jedné zkoušky je znázorněn na obrázku 1 (a). Je ale také daleko složitější měřicí zařízení a přítomnost výpočetní techniky značně usnadňuje vyhodnocení zkoušky.

Zatížení indentoru se postupně zvyšuje a po dosažení maximální síly je síla určitou dobu konstantní, a poté se řízeně indentor odlehčuje. Tento průběh je znázorněn na obrázku 1 (b). Někdy může být v zatěžovací fázi i několik částečných odlehčení, nebo může mít zatěžující síla oscilační charakter [1], [8].



Obrázek 1: Typická závislost indentační síly na hloubce (a), závislost indentační síly na čase (b) přizpůsobeno z [8].

Původně byla tato metoda vytvořena pro určení tvrdosti a modulu pružnosti v tahu materiálů z naměřených dat. Dnes se touto metodou měří vlastnosti materiálů a tenkých vrstev o tloušťce pouhých několika nanometrů, ale lze použít pro stanovení dalších vlastností uvedených v části 3.9.2.

Také byla vyvinuta pro indentor tvaru třístranného jehlanu (Berkovich), ale zjistilo se, že lze použít i další indentory. Při zatěžování se předpokládá elasticko plastická deformace a při odlehčování pouze elastické deformace. Ve skutečnosti je při odlehčování i tzv. reverzní plasticita, která je ale podle FEM simulací většinou zanedbatelná [9].

Z naměřených dat jsou nejpodstatnějšími údaji maximální síla, P_{max} , maximální hloubka, h_{max} , sklon odlehčovací křivky v místě maximální síly, S , (též kontaktní tuhost) a hloubka po úplném odlehčení (zbytkového vtisku), h_r .

3.1 Normy instrumentovaných vnikacích zkoušek

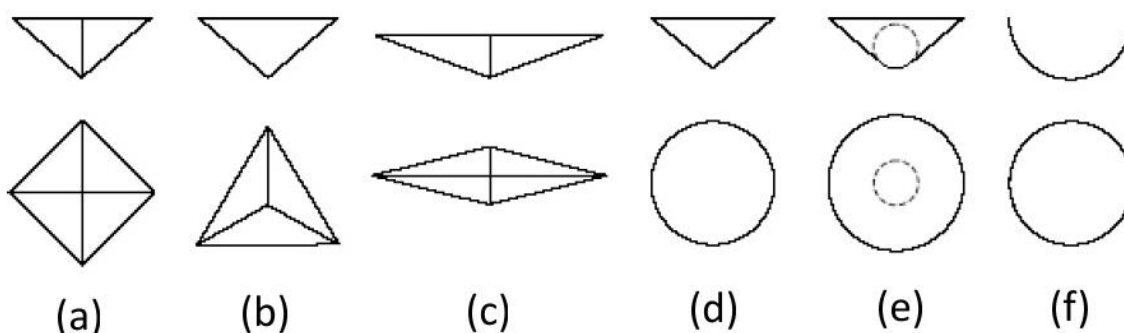
Instrumentovaná vnikací zkouška je řízena normou ČSN EN ISO 14577. Ta má 4 části, z nichž ta první definuje zkušební metodu, druhá část definuje ověřování a kalibraci zkušebních strojů, třetí část definuje kalibraci referenčních destiček a poslední, čtvrtá, část definuje zkušební metodu pro kovové a nekovové povlaky.

V této normě jsou definovaná 3 základní měřítka indentačních zkoušek, jsou to makro, mikro a nano. Makroindentací rozumíme použití zatížení od 2 do 30 000 N. Mikroindentace využívá zatížení menší, než 2 N při hloubkách indentace nad 200 nm a při nanoindentaci jsou dosahovány hloubky pod 200 nm.

3.2 Základní typy indentorů

Indentory se dají rozdělit podle materiálu, ze kterého jsou vyrobeny, a podle tvaru. Z hlediska materiálu jsou indentory většinou diamantové. Ten má modul pružnosti, E_i , přibližně 1140 kNmm^{-2} a Poissonovo číslo, ν_i , 0,07. Jen pro měření za vysokých teplot (nad $1000 \text{ }^\circ\text{C}$) se používá jiný materiál (nitrid křemíku, karbid křemíku nebo nitrid boru) [1]. Pro větší indentory hlavně ve tvaru kuličky, se používá karbid wolframu, jehož vlastnosti se liší podle konkrétního složení, především podle obsahu kobaltu. Malé kuličky (do průměru 0,5 mm) bývají pouze zaobleným koncem indentoru a vyrábějí se ze safíru (oxid hlinitý).

Z hlediska geometrie ovlivňuje indentor tvar napětového pole kolem indentoru a tím způsob deformace materiálu pod indentorem. Jejich použití se volí podle měřeného materiálu a podle zjišťovaných vlastností materiálu.



Obrázek 2: Základní typy indentorů používaných v měření tvrdosti a dalších vlastností materiálu [1].

Základní tvary indentorů jsou znázorněny na obrázku číslo 2. Prvním typem **(a)** je pravidelný čtyřboký jehlan (metoda Vickers), jehož protilehlé stěny svírají úhel 136° a protilehlé hrany 148° . Poloměr zaoblení špičky indentoru je obvykle 600 nm. To je dáno tím, že se při broušení indentoru nesetkají plochy v jediném bodě. Tento indentor je vhodný pro měření mikrotvrdosti.

Druhý typ indentoru je pravidelný trojboký jehlan (Berkovich) **(b)**. Tento indentor je ostřejší oproti indentoru typu Vickers a má dvě modifikace, je originální varianta a modifikovaná. Originální varianta má stejný poměr plochy povrchu k hloubce, jako indentor Vickers a modifikovaná varianta má stejný poměr projekční plochy k hloubce, jako indentor Vickers. Tyto dva indentory jsou definovány úhlem, který svírá každá z ploch s osou indentoru. Originální varianta má tento úhel $65,0333^\circ$ a modifikovaná varianta $65,27^\circ$. Poloměr zaoblení špičky je 50 až 100 nm a používáním se zvětšuje na 200 nm. V praxi se používá především modifikovaný indentor, jelikož se tvrdost stanovuje z projekční plochy

indentace. Používá se ke stanovení vlastností povlaků metodou nanoindentace při velmi nízkém zatížení.

Třetí typ indentoru (Knoop) je nepravidelný čtyřboký jehlan (**c**). Poměr jeho úhlopříček je 1:7,11. Úhel protilehlých stěn je 172,5 ° respektive 130 °. Je vhodný pro měření velmi tvrdých materiálů, jelikož je zbytkový vtisk větší a lze jej snáze měřit, dále pak zjišťování anizotropie materiálu. Další dva indentory na obrázku číslo 2 jsou indentory používané Rockwellovou metodou měření tvrdosti, tedy kužel (**d**) a zaoblený kužel (**e**). Ty mají výhodu osové symetrie.

Poslední typ na obrázku číslo 2 je sférický indenter (**f**). Mohou to být přímo kuličky o průměru až 10 mm, nebo více zaoblené kužele (poloměr do 0,5 mm), které se při malých hloubkách indentace chovají jako sférický indenter. Větší indentory používané Brinellovou metodou měření tvrdosti nelze použít pro velmi pevné materiály.

Další typ indentoru je tzv. „cube corner indenter“. Tvarově odpovídá rohu krychle. Je to jeden z nejostřejších indentorů se zaoblením špičky jen přibližně 30 nm. Používá se především pro analýzu lomového chování mikro a nanokompozitů, popř. zjišťování vlastností velmi tenkých povlaků (i méně, než 20 nm), neboť je nutné vytvořit plastickou deformaci při velmi malém zatížení [1], [10].

3.3 První analýzy naměřených dat

Sneddon na počátku šedesátých let minulého století odvodil vztah (1) mezi hloubkou a působící silou z Hertzových rovnic. Předpokladem tedy byla při odlehčování čistě elastická deformace.

$$P = \alpha (h - h_r)^m \quad (1)$$

V této rovnici P značí sílu, α je materiálová konstanta, m je konstanta charakterizující tvar indentoru (válec $m = 1$, rotační paraboloid $m = 1,5$, kužel $m = 2$) a h je hloubka. Druhým základním vzorcem (2) byl popis sklonu odlehčovací křivky:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2\sqrt{A}}{\sqrt{\pi}} E_{red}, \quad (2)$$

kde A je kontaktní plocha a E_{red} je kombinovaný modul pružnosti [1], [9], [11], [12].

3.4 Model válcového indentoru

Jelikož byl největší problém v určení aktuální kontaktní plochy, nešlo přesně určit modul pružnosti. Doerner a Nix se však vydali trochu jinou cestou.

Doernerův a Nixův model je založen na úvaze, že když se při odlehčování příliš nemění kontaktní plocha, lze takový případ modelovat jako indentaci plochým válcovým indentorem. Při zatěžování indentoru by pak měl materiál pod indentorem prodělávat pouze plastickou deformaci a materiál v jeho okolí pak čistě elastickou deformaci. Jelikož se v takovém případě nemění plocha kontaktu, mohli s ní jednoduše propojit sílu.

$$P = 2 a h E_{red} \quad (3)$$

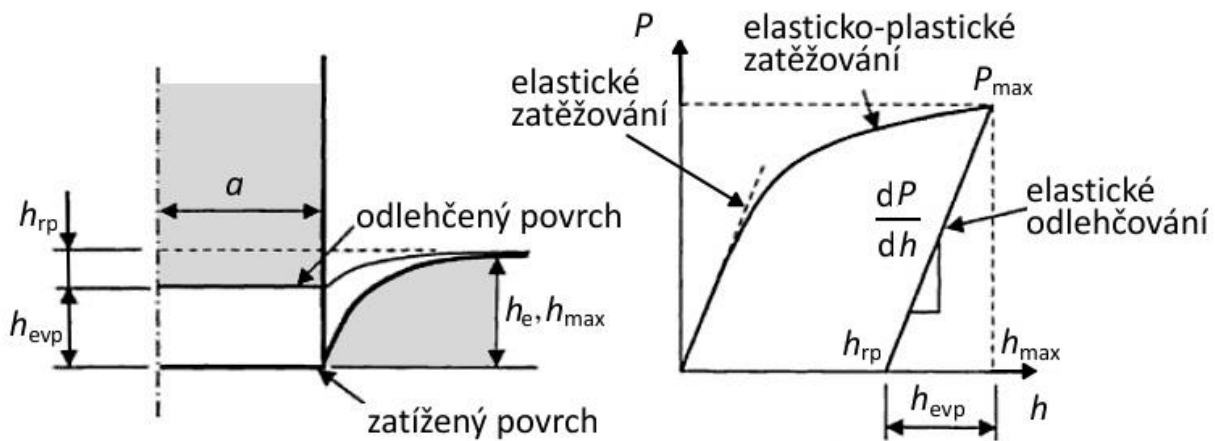
V této rovnici je a je poloměr válcového indentoru a E_{red} je kombinovaný modul pružnosti daný vzorcem:

$$\frac{1}{E_{red}} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (4)$$

kde E a ν značí modul pružnosti, respektive Poissonovo číslo zkoušeného materiálu a index i značí materiál indentoru. Úpravou a derivací vztahu (3) dostáváme vztah pro výpočet kontaktní tuhosti z křivky odlehčování.

$$S = \frac{dP}{dh} = 2 E_{\text{red}} a \quad (5)$$

Na obrázku 3 (a) je znázorněn povrch zkoušeného materiálu v průběhu zkoušení pomocí válcového indentoru. Čárkovaně je znázorněn povrch vzorku před zkouškou, dále plně zatížený povrch vzorku při maximální síle, P_{max} , a hloubce, h_{max} , ale také povrch vzorku po odlehčení. Hloubka h_{rp} je hloubka vtisku po odlehčení válcového indentoru, h_{evp} je hloubka elastického vrácení materiálu při odlehčování válcového indentoru. Hloubka h_e je vzdálenost kraje kontaktu od původního povrchu, která je u válcového indentoru rovna hloubce indentace. Na obrázku 3 (b) je znázorněna závislost síly na hloubce indentace. Zpočátku je kontakt čistě elastický, dále přechází do elasticko - plastické deformace. Odlehčování se předpokládá pouze elastické.



Obrázek 3 (a), (b): Model indentace válcovým indentorem (a), naměřená závislost síly na hloubce indentace (b), přizpůsobeno z [1].

3.5 Kuželový indentor

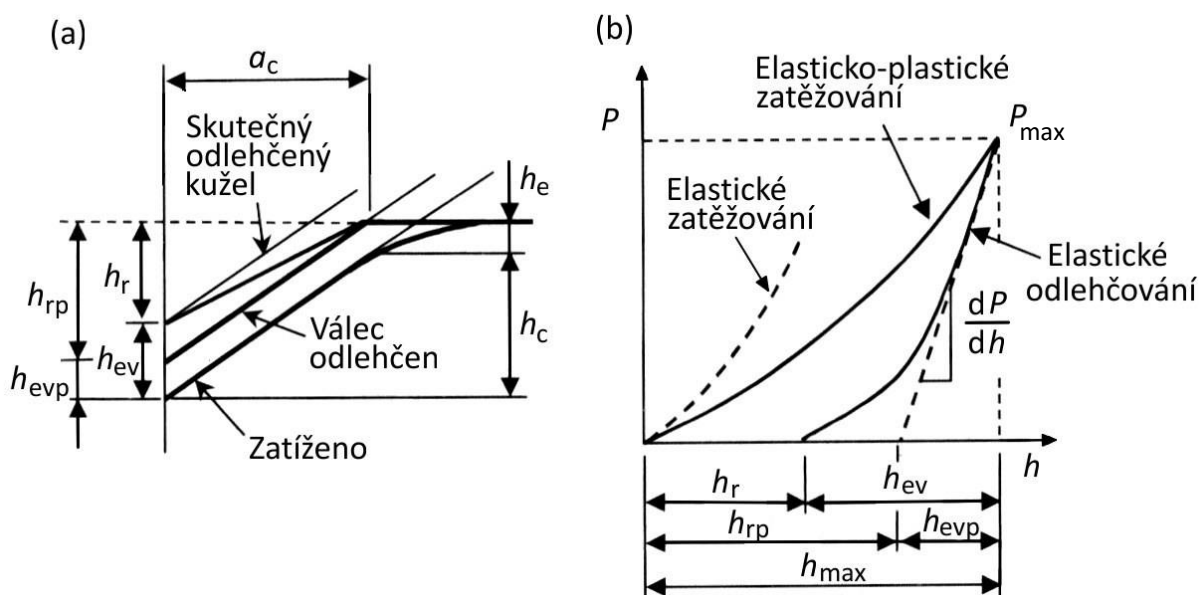
Model válcového indentoru Doerner s Nixem rozšířili na další indentory. U kuželového indentoru, podobně jako u modelu s válcovým indentorem, předpokládali nulovou změnu poloměru kontaktu při odlehčování (křivka odlehčování by měla být lineární). Při měření kuželovým i Berkovichovým indentorem však zjistili, že je křivka odlehčování lineární pouze v první třetině.

Při indentaci kuželovým indentorem dochází stejně jako u předchozího případu zpočátku k elastické deformaci materiálu, při dalším zatěžování přechází v elasticko – plastickou deformaci materiálu. V počátku odlehčování se předpokládá také pouze elastická deformace. Tedy že se při odlehčování nemění kontaktní poloměr. Proto mohli Doerner s Nixem využít vzorce původně určené pro model válcového indentoru [11].

Na obrázcích 4, (a), (b) jsou znázorněny jednotlivé fáze indentace pomocí kuželového indentoru (a), a naměřená závislost síly na hloubce indentace (b). Na obrázku 4 (a) je znázorněno, že ve stavu plně zatíženém je kontaktní hloubka kužele s materiálem, h_c , a vzdálenost prvního kontaktu indentoru s materiálem od volného povrchu vzorku je označena h_e . Pro celkovou hloubku indentace pak platí: $h_{\text{max}} = h_c + h_e$. Při elastickém odlehčování se

hloubka h_e snižuje až k nule, přičemž se kontaktní hloubka h_c nemění. Celková aktuální hloubka indentace se snižuje o stejnou hodnotu, označenou h_{evp} . Tento stav je shodný s případem úplně odlehčeného válcového indentoru. Hloubka h_{rp} tedy označuje hloubku zbytkového vtisku po indentaci válcovým indentorem. Jenže v případě kuželového indentoru dochází ještě k dodatečné elastické deformaci a ve stavu plně odlehčeném označuje hloubka h_{ev} hloubku odpružení vrcholu vtisku a hloubka h_r označuje hloubku zbytkového vtisku po indentaci kuželovým indentorem. Vzdálenost a_c označuje vzdálenost prvního kontaktu indentoru s materiálem od osy kužele, tedy tzv. kontaktní poloměr.

Na obrázku 4 (b) je výsledná závislost síly na hloubce indentace kuželovým indentorem se znázorněním jednotlivých hloubek indentace. Dále je zde porovnána skutečná zatěžovací křivka s křivkou čistě elastického zatěžování. U kuželového indentoru již při téměř od začátku zkoušky vzniká určitý podíl plastické deformace, proto se skutečná zatěžovací křivka rychle odchýlí od křivky čistě elastického zatěžování, oproti zatěžovací křivce v případě válcového indentoru.



Obrázek 4 (a), (b): Jednotlivé fáze indentace kuželovým indentorem (a) a naměřená závislost síly na hloubce indentace (b), přizpůsobeno z [11].

Vlastnosti materiálu se pak počítají pomocí modifikovaného vzorce (5), když Doerner s Nixem [12] vyjádřili a_c ze vzorce pro plochu válcového indentoru $A_p = \pi a^2$:

$$S = \frac{dP}{dh} = 2 E_{red} \frac{\sqrt{A_p}}{\sqrt{\pi}}, \quad (6)$$

Závislost kontaktní plochy na hloubce, např. pro indenter používaný metodou Vickers je $A_p = 24,5 * h_c^2$. Hloubku h_c lze odečíst z naměřené závislosti síly na hloubce indentace, proložením lineární části odlehčovací křivky přímkou z jejího průsečíku s osou x [11].

Tvrdość materiálu se počítá např. u metody Vickers vydělením maximální síly projekční plochou kontaktu. Modul pružnosti se zjišťuje pomocí vzorce (6) a vzorce na výpočet kombinovaného modulu pružnosti (4) se znalostí vlastností indentoru a Poissonova čísla zkoušeného materiálu.

3.6 Indentory tvaru jehlanu

Oliver a Pharr [13] udělali průlom v analýze odlehčovací křivky, když využili vzorec (1) publikovaný Sneddonem. Při analýze však uvažovali indenter typu Berkovich, ale také uvedli, že tato metoda lze použít i pro další indentory. Field a Swain později přímo aplikovali Hertzovy rovnice elastického kontaktu na naměřené hodnoty [11].

Principem této metody je převod tvaru jehlanu na tvar kuželového indentoru. Ekvivalentní vrcholový úhel kužele je vypočítán z rovnosti projekčních ploch obou uvažovaných indenterů. Například pro indenter typu Berkovich dostaneme závislost:

$$\operatorname{tg} \alpha_i = \left(\frac{3\sqrt{3} \operatorname{tg}^2 \varphi}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (7)$$

kde α_i je poloviční vrcholový úhel modelového kužele a φ je úhel daný tvarem indentoru (pro typ Berkovich je $\varphi = 65,27^\circ$) [11], [14]. Za předpokladu čistě elastické deformace při odlehčování je závislost síly v závislosti na aktuální hloubce indentace dána vztahem

$$P = \frac{2}{\pi} E_{\text{red}} h_{\text{ev}}^2 \operatorname{tg} \alpha'. \quad (8)$$

V tomto vzorci je $\alpha' = 90^\circ - \alpha_r - \alpha_i$ kombinovaný úhel, kde α_r je úhel zbytkového vtisku. Protože jsou hodnoty kombinovaného úhlu poměrně velké, lze zanedbat radiální přemístění materiálu, který je dán vzdáleností od osy kužele. Z analýzy těchto posuvů lze odvodit vztah pro vzdálenost prvního kontaktu indentoru se zkoušeným materiálem od volného povrchu materiálu, h_e , a elastickým odlehčením vrcholu kuželového vtisku, h_{ev} [11], [15].

$$h_e = \left(\frac{\pi - 2}{\pi} \right) h_{\text{ev}}. \quad (9)$$

3.7 Metoda Olivera a Pharra - multibodová

Tato metoda je založena na určení sklonu tečny ke křivce odlehčení vedené z bodu počátku odlehčování. Průsečík této tečny s osou x pak určuje hloubku h_c . Derivací a opětovným dosazením rovnice (8) podle [11] se získá vztah:

$$P = \frac{1}{2} \frac{dP}{dh} h_{\text{ev}}. \quad (10)$$

Následným vložением rovnice (9) do rovnice (10) je získán vztah pro hloubku h_e :

$$h_e = \left[\frac{2(\pi - 2)}{\pi} \right] \frac{P_{\text{max}}}{\frac{dP}{dh}}. \quad (11)$$

Číselná hodnota v hranaté závorce v této rovnici charakterizuje geometrii indentoru a označuje se ε_i . Dosazením rovnice (11) do rovnice $h_{\text{max}} = h_c + h_e$, získáme vztah pro kontaktní hloubku:

$$h_c = h_{\text{max}} - \varepsilon_i \frac{P_{\text{max}}}{\frac{dP}{dh}}. \quad (12)$$

Konstanta ε_i je podle Olivera a Pharra [9] pro kuželový indenter $\varepsilon_i = 0,75$. Kombinovaný modul pružnosti je vyjádřen podle [11] následujícím vztahem.

$$E_{\text{red}} = \frac{dP}{dh} \frac{1}{2 a_c} = \frac{1}{2} \frac{dP}{dh} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_p}} \quad (13)$$

Na výsledek má však vliv i skutečný tvar indentoru. King zakomponoval korekční faktor do výpočtů pro indentor typu Berkovich ($\beta = 1,034$) tak, že se naměřená kontaktní tuhost vynásobí převrácenou hodnotou korekčního faktoru [11], [15].

$$\frac{dP}{dh} = \frac{1}{\beta} \left(\frac{dP}{dh} \right)_{\text{změřeno}} \quad (14)$$

3.8 Metoda Fielda a Swaina - dvoubodová

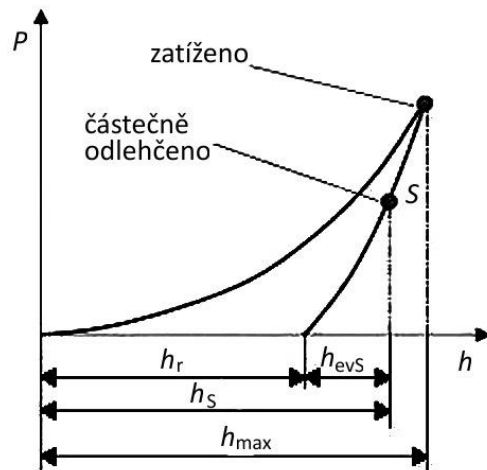
Field a Swain určili kontaktní hloubku, h_c , pomocí dvou bodů z odlehčovací křivky. Z rovnice (9) lze vyjádřit kontaktní hloubku při znalosti $h_{\text{ev}} = h_{\text{max}} - h_r$ a $h_{\text{max}} = h_c + h_e$, jako:

$$h_c = \frac{2}{\pi} h_{\text{max}} + \left(\frac{\pi - 2}{\pi} \right) h_r \quad (15)$$

Pro určení zbytkové hloubky vtisku je nutné určit obecnou elastickou hloubku, kterou musí indentor při odlehčování urazit. Tu lze podle [11] vyjádřit:

$$h_{\text{ev}} = P_{\text{max}}^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\pi}{2 E_{\text{red}} \text{tg } \alpha'} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (16)$$

Na obrázku číslo 5 je znázorněna podstata této metody. Pokud bychom uvažovali pozastavení odlehčování v bodě S , lze stejně jako pro počátek odlehčování stanovit zbytkovou hloubku vtisku (resp. elastickou hloubku, která zbývá indentoru urazit do místa s nulovou silou). V místě S působí na indentor síla P_S a zbytková elastická hloubka je $h_{\text{ev}S}$. Z poměru těchto zbytkových elastických hloubek se určí konečná hloubka zbytkového vtisku. Výpočet je prováděn podle rovnice (17). Takto vypočítaná hloubka zbytkového vtisku se dosadí do vzorce (15) a vypočítá se kontaktní hloubka, h_c , a následně i projekční plocha a také tvrdost. Nakonec se určí z rovnice (13) i kombinovaný modul pružnosti, ze kterého již samotný modul pružnosti zkoušeného materiálu pomocí vzorce (4) [11].



Obrázek 5: Příklad naměřené závislosti $P - h$ se znázorněním principu metody Fielda a Swaina. Přizpůsobeno z [11].

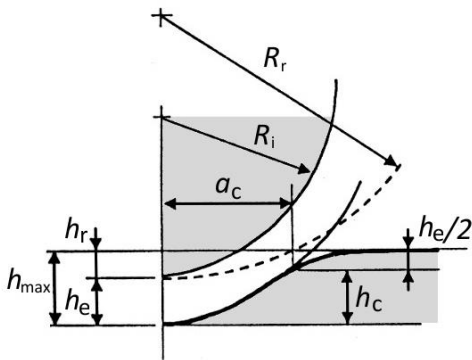
$$h_r = \frac{\left(\frac{P_{\text{max}}}{P_S} \right)^{\frac{1}{2}} h_S - h_{\text{max}}}{\left(\frac{P_{\text{max}}}{P_S} \right)^{\frac{1}{2}} - 1} \quad (17)$$

3.9 Sfěrický indentor

Nevýhodou předchozích metod je, že již téměř od začátku indentace dochází v oblasti hran indentorů k plastické deformaci. Tím se značně zvyšuje složitost procesu. Při použití sférického indentoru se analyzuje i zatěžovací křivka, z níž lze získat spoustu dalších vlastností materiálu.

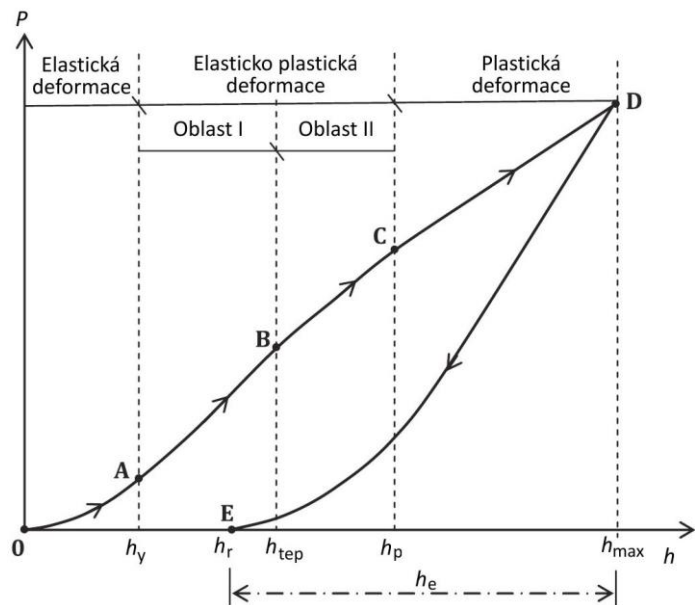
Schéma indentace sférickým indentorem je znázorněno na obrázku číslo 6. R_i v něm značí poloměr indentoru a R_r značí poloměr zbytkového vtisku.

Celkově lze zatěžovací křivku rozdělit na 3 fáze, v první fázi dochází k elastické deformaci, v druhé fázi se začíná projevovat i plastická deformace, tato fáze se nazývá elasticko-plastická, a ve třetí fázi je již deformace čistě plastická [16]. Tyto fáze jsou vyobrazeny na obrázku číslo 7.



Obrázek 6: Schéma indentace sférickým indentorem, přizpůsobeno z [1].

Obrázek 7: Závislost síly na hloubce indentace při použití sférického indentoru (vpravo).
Přizpůsobeno z [16].



3.9.1 Obecný popis zatěžovací křivky

V této kapitole je popsána zatěžovací křivka podle Big-Alaba, Harrisona a Cartmella [16], kteří modifikovali předchozí matematické popisy zatěžovací křivky tak, že problematickou elasticko-plastickou fázi rozdělili na dvě oblasti a každou z nich popsali zvlášť. Navíc je oproti modelu vytvořenému Brakem [17] mnohem jednodušší na výpočet, ale z experimentů vyplynulo, že není tak přesný.

Zatěžování začíná **elastickou deformací** materiálu (oblast 0-A na obrázku č. 7). Popis této oblasti je založen na Hertzově kontaktní mechanice. Závislost síly na hloubce není lineární, především v důsledku zvětšování kontaktní plochy sférického indentoru s materiálem.

$$P_e = K_h h^{\frac{3}{2}}, \quad 0 \leq h \leq h_y \quad (18)$$

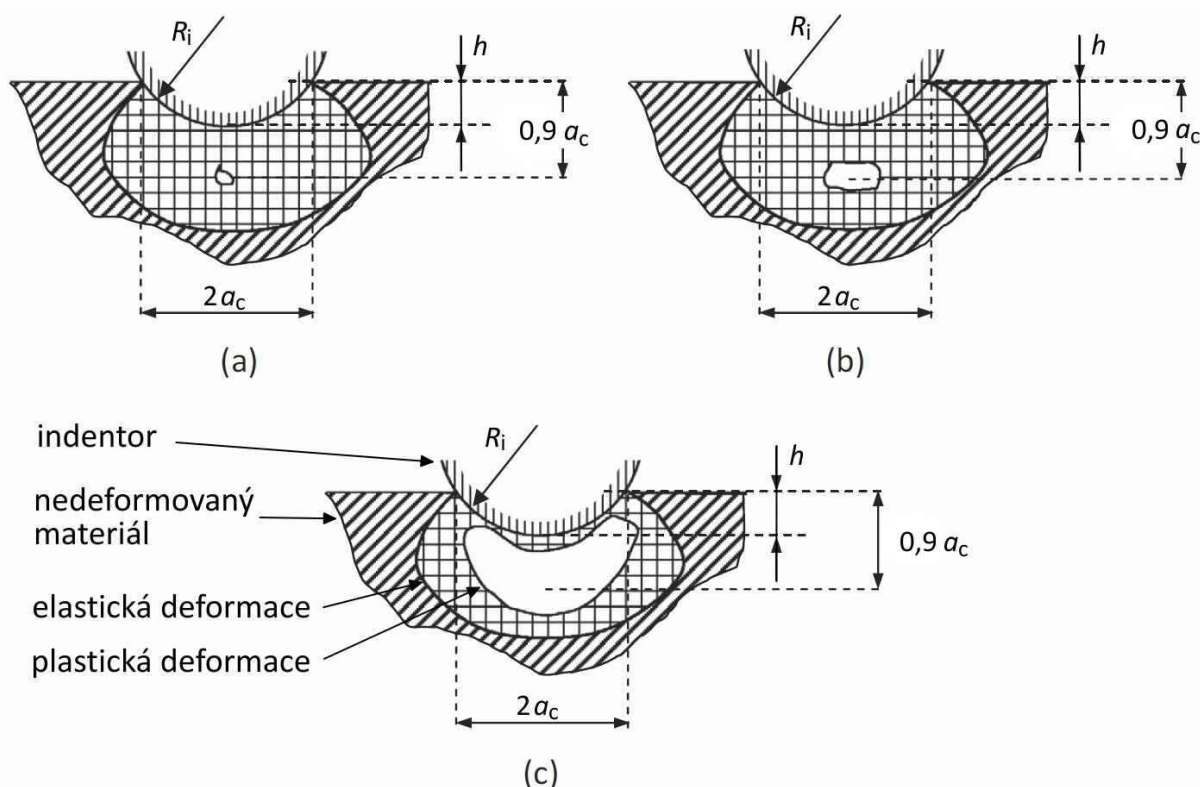
Kde P_e je síla ve fázi elastické deformace, K_h je tzv. Hertzova kontaktní tuhost, která se počítá pomocí následujícího vzorce:

$$K_h = \frac{4}{3} E_{red} R_{red}^{\frac{1}{2}} \quad (19)$$

Ve vzorci (19) je R_{red} redukovaný poloměr daný vzorcem (20):

$$\frac{1}{R_{\text{red}}} = \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_r} . \quad (20)$$

Tato fáze zatěžování končí na mezi kluzu (bod A, v hloubce h_y), která je definovaná středním napětím mezi kontaktními plochami indentoru a zkoušeného materiálu, jako hodnota $1,1 \sigma_y$, kde σ_y je smluvní napětí na mezi kluzu materiálu. Při tomto zatížení se ve zkoušeném materiálu začíná vytvářet plasticky deformovaná zóna. Tato fáze je znázorněna na obrázku 8 (a).



Obrázek 8: Rozvoj velikosti plastické zóny ve vzorku v průběhu indentace (a) na mezi kluzu, (b) v první oblasti elasticko-plastické deformace, (c) v druhé oblasti elasticko-plastické deformace. Přizpůsobeno z [16].

Fáze, při které dochází pouze k **plastické deformaci**, nastává v okamžiku, kdy se indentor dotkne plasticky deformovaného materiálu, resp. oblast plasticky deformovaného materiálu se rozšíří až na povrch zkoušeného materiálu. Její počátek je definován středním napětím na kontaktní ploše hodnotou $2,8 \sigma_y$. V této fázi roste zatěžovací síla lineárně s rostoucí hloubkou indentace (C-D na obrázku 7). Lze popsat vztahem (21).

$$P_p = K_p(h - h_r) + P_{h_p}, \quad h_p \leq h \leq h_{\text{max}} \quad (21)$$

P_p je síla v plastické fázi zatěžování, P_{h_p} je síla na počátku fáze čistě plastické deformace a K_p je lineární tuhost v průběhu plastické fáze zatěžování. Lineární tuhost lze spočítat podle $K_p = 5,6 \pi R_{\text{red}} \sigma_y$, nicméně bylo zjištěno, že výsledné síly se neshodují s experimentálními daty. Příčinou je předpoklad indentace absolutně tuhým indentorem, což neodpovídá skutečnosti. Proto byl zaveden korekční faktor určený z poměru $\frac{H_{\text{red}}}{2,8 \sigma_y}$, kde H_{red} je redukovaná tvrdost určená vztahem $\frac{1}{H_{\text{red}}} = \frac{1}{H_i} + \frac{2}{H}$, kde H_i je tvrdost indentoru a H je tvrdost

zkoušeného materiálu. Hodnota korekčního faktoru se podle různých výzkumů liší, ale bere se střední hodnota 0,821. Pro výpočet konstanty K_p se tedy získá podle:

$$K_p = 4,6 \pi R_{red} \sigma_y \quad (22)$$

Výpočet síly na počátku fáze plastické deformace P_{h_p} se provádí podle vzorce:

$$P_{h_p} = \pi 2,8 \sigma_y a_p^2 = \pi 2,8 \sigma_y R_{red} (2h_p - h_y). \quad (23)$$

Kde a_p je kontaktní poloměr na počátku fáze plastické deformace. Poslední neznámou hodnotou je hloubka, ve které fáze plastické deformace začíná, h_p . Většinou se stanovuje poměr $\frac{h_p}{h_y}$, který je podle [17] roven 82,5. Nejnovější přístup pro popis této části zatěžovací křivky ale využívá závislosti (24).

$$h_p = 82,5 h_y = \frac{56,18 \pi^2 R_{red} \sigma_y^2}{E_{red}^2} \quad (24)$$

Elasticko-plastická fáze zatěžování je z hlediska průběhu rozdělena na dvě části. Oblast I (A-B, viz obrázek 7) má nelineární průběh a je schematicky znázorněna na obrázku 8 (b). Druhou částí je oblast II, která má naopak lineární charakter závislosti síly na hloubce indentace (oblast B-C na obrázku 7). Schematicky je znázorněna na obrázku 8 (c).

Oblast I začíná v okamžiku dosažení meze kluzu a končí v hloubce h_{tep} , při které je stále plasticky deformovaná zóna dost daleko od kontaktní plochy s indentorem a je úplně obklopena elasticky deformovaným materiálem. Podíl plasticky deformovaného materiálu je v této fázi menší, než podíl elasticky deformovaného materiálu. Pomocí výpočetní analýzy a experimentů se došlo k závěru, že je tento přechod v místě, kde je střední napětí na kontaktní ploše rovno $1,95 \sigma_y$, tedy přesně uprostřed mezi mezí kluzu a mezí, při které je kontakt již čistě plastický ($2,8 \sigma_y$). Tento závěr je však potřeba dále experimentálně prověřit. Tato fáze zatěžování je v současnosti popsána modifikovanou Hertzovou rovnicí pro elastický kontakt, která zahrnuje vliv malé plasticky deformované zóny.

$$P_{ep}^I = K_h (h - h_y)^{\frac{3}{2}} + K_h h_y^{\frac{3}{2}}, \quad h_y \leq h \leq h_{tep} \quad (25)$$

Kde P_{ep}^I je síla v elasticko-plastické fázi zatěžování v oblasti I. konstanta K_h je určena stejně, jako při čistě elastickém kontaktu podle vzorce (19). Hloubka označená h_{tep} (z anglického transition elastic-plastic) je tedy hloubka, která rozděluje oblast I a II ve fázi elasticko-plastické fázi zatěžování. Výpočet h_y vychází z rovnosti elastické síly, P_e , na mezí kluzu a síly vycházející ze středního napětí na kontaktní ploše.

$$h_y = \frac{0,681 \pi^2 R_{red} \sigma_y^2}{E_{red}^2} \quad (26)$$

Oblast II je charakteristická pro lineární závislost zatěžovací síly na hloubce indentace. Počátek je v hloubce h_{tep} , kde končí oblast I. Oblast II končí v okamžiku, kdy plasticky deformovaná oblast materiálu dojde až na rozhraní kontaktu s indentorem, v hloubce h_p . Podíl plasticky deformovaného materiálu je srovnatelný, někdy i větší oproti podílu elasticky deformovaného materiálu. Průběh síly v oblasti II elasticko-plastické fáze zatěžování P_{ep}^{II} lze popsat na základě spojitosti funkce podle vzorce (27).

$$P_{ep}^{II} = K_1(h - h_{tep}) + K_h \left[(h_{tep} - h_y)^{\frac{3}{2}} + h_y^{\frac{3}{2}} \right], \quad (27)$$

$$h_{tep} \leq h \leq h_p$$

V tomto vzorci je K_1 lineární tuhost v oblasti II elasticko - plastického zatěžování. Pro výpočet sil z rovnice (27) je nutno určit konstanty h_{tep} a K_1 . Lineární tuhost v této oblasti, K_1 , vychází z toho, že je sklon lineární části elasticko-plastické fáze (oblasti II) roven sklonu nelineární části elasticko-plastické fáze (oblasti I) v bodě h_{tep} . Z této okrajové podmínky se získá rovnice (28).

$$K_1 = 1,5 K_h (h_{tep} - h_y)^{\frac{1}{2}} \quad (28)$$

Druhá okrajová podmínka je dána rovností elasticko-plastické síly v oblasti II, P_{ep}^{II} , a síly na počátku fáze plastického zatěžování, P_{hp} . Tato podmínka je vyjádřena rovnicí (29).

$$K_1(h_p - h_{tep}) + K_h \left[(h_{tep} - h_y)^{\frac{3}{2}} + h_y^{\frac{3}{2}} \right] = P_{hp} \quad (29)$$

Substitucí a úpravami rovnic (28) a (29) dojdeme k rovnici ve tvaru:

$$h_{tep}^3 - \Lambda_1 h_{tep}^2 + \Lambda_2 h_{tep} - \Lambda_3 = 0 \quad (30)$$

V této rovnici je $\Lambda_1 = 6 h_p - 3 h_y$; $\Lambda_2 = 9 h_p^2 - 6 h_y h_p$; $\Lambda_3 = 4 h_y^3 - 12 h_y^2 h_p + 9 h_y h_p^2 + \left(\frac{2Z}{K_h}\right)^2$, kde $Z = P_{hp} - K_h h_y^{3/2}$. Nejprve se vypočítají kořeny rovnice (30) a ten kořen, který je v rozsahu $h_y < h_{tep} < h_p$, je hodnotou h_{tep} . Tato hodnota se následně dosadí do vzorce (28) čímž získáme lineární tuhost v této oblasti zatěžování, K_1 .

Hloubka h_{tep} vychází prakticky stejně, jako v modelu [17], ale v tomto modelu následuje ještě druhá část elasticko-plastické fáze zatěžování, zatímco v modelu [17] určuje tato hodnota počátek čistě plastické deformace. V obou modelech vychází tato hloubka $13,93 h_y$ (resp. $P_{tep} = 47,5 P_y$, kde P_y je síla na mezi kluzu). Přechod nelineární závislosti síly na hloubce indentace na lineární, v oblasti elasticko-plastické fáze, byl popsán již v dřívějších modelech, např. [18]. Oba tyto modely se shodují v tom, že k přechodu dochází při $1,95 \sigma_y$.

Poslední etapou celého zkušebního cyklu je **odlehčování**. Tato křivka (D-E na obrázku 7) má nelineární průběh a lze ji popsat vzorcem (31).

$$P_u = K_u(h - h_r)^2, \quad h_r \leq h \leq h_{max} \quad (31)$$

Kde P_u je síla při odlehčování, K_u je nelineární tuhost v průběhu odlehčování. Jelikož je tento model [16] navržen i pro případ nárazu kuličky o vysoké rychlosti na povrch materiálu, umožňuje určit i zbytkovou, nevratnou hloubku vtisku, h_r . Pro případ nárazu kuličky na povrch materiálu je však nutné počítat s dynamickou silou kuličky, která určuje maximální sílu indentace, jejíž výpočet je také v článku [16]. Výpočet nelineární tuhosti při odlehčování, K_u , se provádí podle vzorce (32).

$$K_u = \frac{4}{3} E_{red} R_d^{1/2} \quad (32)$$

Kde R_d je deformovaný efektivní poloměr. Hloubku zbytkového vtisku je možné určit pomocí vzorce (33).

$$h_r = h_{\max} - \left(\frac{3 P_{\max}}{4 E_{\text{red}} R_d^{1/2}} \right)^{2/3} \quad (33)$$

Deformovaný efektivní poloměr, R_d , se určí v závislosti na tom, zda odlehčování začíná v elastické, elasticko-plastické, popř. plastické fázi zatěžování. Pokud započne odlehčování ve fázi elastické deformace, je hloubka zbytkového vtisku nulová a $R_d = R_{\text{red}}$. Při odlehčování z elasticko-plastické fáze zatěžování, maximálně však z hloubky h_p , je deformovaný efektivní poloměr $R_d \approx R_{\text{red}}$. Při odlehčování z většího zatížení, tedy z fáze plastické deformace se určí jako $R_d \approx R_{\text{red}} + \frac{h_{\max}}{2}$.

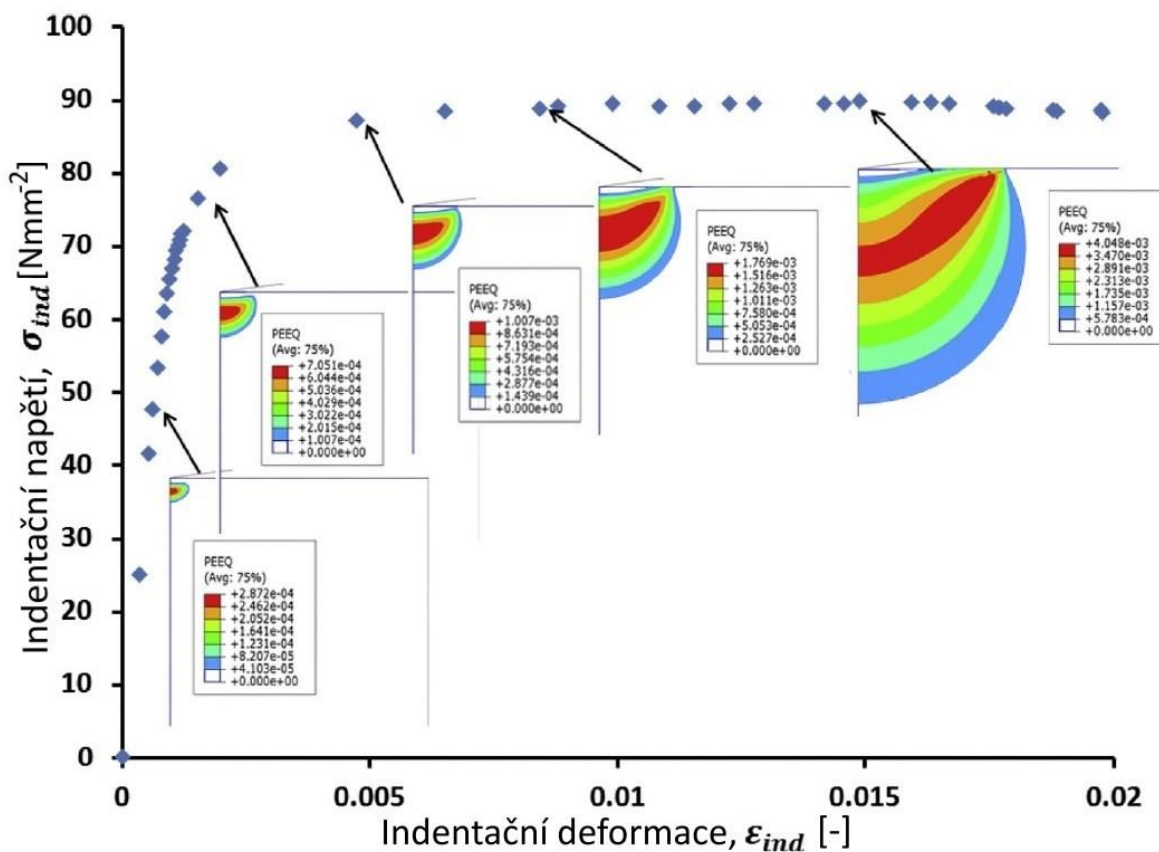
3.9.2 Zjišťování vlastností materiálu

Základní vlastností určovanou pomocí indentační zkoušky je tvrdost materiálu. Ta se určuje v závislosti na tvaru použitého indentoru z maximální síly, která na indentor působila a kontaktní nebo promítnuté plochy zbytkového vtisku. Tato definice určuje tzv. vtiskovou tvrdost, H_{IT} . Je možné určit i další tvrdosti, a to především jako poměr maximální síly a kontaktní plochy dané velikostí zbytkového vtisku, např. podle Brinella, HBW. Dále například tvrdost určenou jako poměr maximální síly a maximální kontaktní plochy při indentaci, nebo tzv. plastickou tvrdost, která lze určit v každém bodě zatěžovací křivky jako poměr aktuální síly působící na indentor a plochy dané kontaktní hloubkou indentoru. Ještě je možné určit tzv. diferenciální tvrdost, která je počítána jako poměr přírůstku síly a přírůstku kontaktní plochy [1].

Druhou základní vlastností je modul pružnosti. Převrácená hodnota modulu pružnosti se nazývá poddajnost. Tyto hodnoty se určují pomocí kontaktní tuhosti, tedy pomocí počátku odlehčovací křivky. Sklon této části křivky je právě kontaktní tuhost. Na základě tohoto parametru lze za podmínky konstantní tvrdosti a modulu pružnosti s hloubkou určit tvrdost zkoušeného materiálu s velkou drsností povrchu, nebo při výraznějším pile - up či sink - in chování materiálu (viz kapitola 4.5). Závislost tvrdosti pro takové materiály je prezentována vzorcem (34), ve kterém je $\beta \sim 1,05$ korekční faktor [1], [9], [19].

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi H}{(2 \beta E)^2} \quad (34)$$

Závislost síly na hloubce získaná pomocí sférické indentace se dále převádí na závislost napětí na deformaci. Obecně se vychází ze závislosti síly na deformaci u tahové zkoušky, kdy je závislost napětí na deformaci v oblasti Hookova zákona lineární a napětí se pak počítá jako $\sigma = E\varepsilon$, kde ε je poměrná deformace. Nad mezí kluzu je závislost napětí na deformaci $\sigma = K\varepsilon^n$, kde K a n je koeficient, resp. exponent deformačního zpevnění. Příklad takto určené závislosti, včetně naznačeného rozložení elastické a plastické deformace (PEEQ) pro materiál s exponentem deformačního zpevnění $n = 0$, je na obrázku číslo 9.



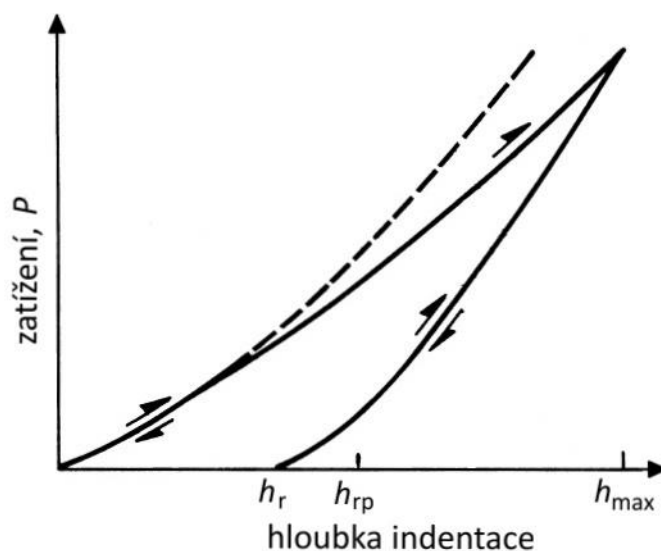
Obrázek 9: Závislost napětí na deformaci určené instrumentovanou indentační zkouškou, přizpůsobeno z [20].

Největším problémem je však určení napětí a deformace. Jeden z přístupů je podle Herberta a kolektivu [21], kde určují napětí jako třetinu středního napětí na promítnuté kontaktní ploše indentoru se vzorkem. Deformaci počítají jako pětinu kontaktního poloměru dělenou poloměrem sférického indentoru. Jejich experiment byl však proveden s indenty, jejichž špička byla zaoblena na poloměr od 60 do 150 μm . Další přístup k určení závislosti napětí na deformaci prezentovali Yetna N'Jock a kolektiv [22]. Výsledkem jejich práce je výpočet napětí a deformace v závislosti na exponentu deformačního zpevnění, což je vhodné k eliminaci vlivu pile-up/sink-in chování materiálu. Jeden z mnoha dalších přístupů k vytvoření závislosti napětí na deformaci prezentovali ve svém článku Patel a Kalidindi [20]. Také oni řešili indentaci sférickým indentorem v měřítku nano. Napětí určují stejným způsobem, jako většina modelů, do meze kluzu je to součin efektivního modulu pružnosti s deformací a nad mezí kluzu střední napětí mezi indentorem a materiálem. Deformaci určili jako poměr hloubky indentace a přibližně 2,4 násobku kontaktního poloměru. Následně určovali měřítko těchto napětí k napětím určeným zkouškou tlakem.

Jen velmi málo výzkumných týmů se zabývá instrumentovanou indentací v měřítku makro. Přímým převodem naměřené křivky (závislosti síly na hloubce) na závislost smluvního napětí na deformaci se zabývali Xu a Chen [23]. Experimentálně porovnali výsledky makroindentace kuličkou o poloměru 0,788 mm s výsledky nanoindentace se zaobleným indentorem o poloměru 20 μm a nakonec i s tahovou zkouškou.

Pomocí závislosti napětí na deformaci pak lze určit další vlastnosti materiálů, podobně jako při zkoušce tahem. Jimi jsou především mez kluzu a koeficient a exponent deformačního zpevnění. Určení meze kluzu je složité a mnozí autoři ji určují iteračními numerickými

metodami, jejichž postup většinou nezveřejňují. Jednu zajímavou metodu, založenou na jiném principu, uvedl Yan, Sun a Hodgson [24]. Do materiálu vtlačovali indentor se zaoblenou špičkou o poloměru 500 μm , a zatěžovací křivku porovnávali s křivkou určenou pomocí Hertzovy rovnice čistě elastického kontaktu (viz obrázek 10). Místo, kde se skutečná křivka začne odchylovat od křivky elastického kontaktu je mez kluzu měřeného materiálu. Jenže se tato síla, resp. hloubka z grafu špatně odečítá, a tak vytvořili metodu, jak snáze odečíst hloubku na mezi kluzu. Tu pak přes vzorec přepočítají na hodnotu meze kluzu. Touto metodou dosáhli přesnosti 14 % určení meze kluzu. Tento princip je zajímavý, avšak je nutné použít malý poloměr zaoblění špičky indentoru a malé zatížení.



Obrázek 10: Naměřená indentační křivka v porovnání s křivkou elastického kontaktu podle Hertze. Přizpůsobeno z [25].

Mez kluzu lze přibližně stanovit i násobením Brinellovy či Meyerovy tvrdosti. Některé články uvádějí i souvislost s dalšími tvrdostmi, např. Rockwellovou tvrdostí. I mez pevnosti materiálu, R_m , lze orientačně stanovit násobením konstantou [26], [27], [28]. Autoři Šerban a kolektiv [29] počítají mez kluzu pomocí nanotvrdosti, provedené pomocí indentoru typu Berkovich a pomocí poměru hloubky zbytkového vtisku a maximální dosažené hloubky. Orientační převod běžných tvrdostí na pevnost je dokonce normalizován a to podle normy ČSN EN ISO 18265. Příklad přepočtu tvrdosti podle Brinella na pevnost je uveden v tabulce číslo 2.

Tabulka 2: Přepočet tvrdosti podle Brinella na mez pevnosti pro různé materiály [3].

oceli v žíhaném stavu	$R_m = 3,6 \text{ HBW}$
oceli v zušlechtěném stavu	$R_m = 3,4 \text{ HBW}$
litina	$R_m = 1,0 \text{ HBW}$
měď tažená	$R_m = 4,0 \text{ HBW}$
měď žíhaná	$R_m = 5,5 \text{ HBW}$
mosaz	$R_m = 4,0 \text{ HBW}$
válcovaný bronz	$R_m = 3,2 \text{ HBW}$
hliníková slitina	$R_m = 3,5 \text{ HBW}$
hořčíkové slitiny	$R_m = 4,3 \text{ HBW}$

Únavovou pevnost materiálů se snaží korelovat autoři Li, Wang a kolektiv [30]. Ve své práci uvádějí výpočty únavové pevnosti v závislosti na mezi pevnosti a na mezi kluzu, popř. na různých tvrdostech pro různé materiály. Experimentem zjistili, že je únavová pevnost i pro tvářené hořčikové slitiny lineární v závislosti na mezi pevnosti a tvrdosti, stejně jako u ocelí, slitin mědi, hliníku a titanu.

Z měření je možné vyjádřit také elastickou (W_e), plastickou (W_p) a celkovou práci (W_t) vykonanou při deformaci materiálu. Velikost elastické energie charakterizuje možnost vazeb mezi atomy se deformovat. Počítá se jako plocha pod křivkou odlehčování. Celková práce vynaložená na indentační proces se počítá jako plocha pod křivkou zatěžování. Plastická práce udává množství práce potřebné k vytvoření zbytkového vtisku o konkrétní velikosti do konkrétního materiálu. Plastická práce se počítá jako rozdíl mezi celkovou a elastickou prací. Dále je možné určit poměr plastické práce a celkové práce, která je podle některých článků spojena s poměrem tvrdosti k redukovanému modulu pružnosti, nicméně by plastická práce měla být relativně velká, aby nedošlo k podhodnocení, nebo přecenění vlastností materiálu [1]. Poměr elastické práce k celkové práci vnikacího procesu se označuje η_{IT} [31].

U některých materiálů dochází při výdrži na maximálním zatížení ke zvyšování hloubky indentace, tedy k plastické deformaci vlivem tečení materiálu pod velkým napětím, což se nazývá vtiskové tečení (značí se C_{IT} podle anglického creep). Ekvivalentní k indentačnímu tečení může být indentační vtisková relaxace materiálu, která je charakterizována jako pokles síly při výdrži na maximálním zatížení (značí se R_{IT} podle anglického relaxation). Tyto dvě charakteristiky mohou být zaměněny za vliv teplotního spádu mezi indentorem a zkoušeným materiálem (viz kapitola 4.3). Při takovém chování materiálu je obtížné správně určit tvrdost materiálu, proto se někdy zavádí tvrdost určená jako funkce rychlosti deformace [1], [31].

4 Faktory ovlivňující indentační měření

Stejně, jako každou jinou metodu měření, i instrumentovanou indentaci ovlivňují různé faktory, které zvyšují nejistotu měření a zhoršují jeho opakovatelnost. Těmi základními faktory je např. teplota okolí při měření, metoda přípravy vzorků a zbytková napětí v povrchu vzorků nebo třeba vlhkost při měření polymerních materiálů.

Tyto faktory lze rozdělit do dvou základních skupin. Do první skupiny patří vlastnosti měřicího přístroje (tuhost, skutečný tvar indentoru apod.). Do druhé skupiny patří vlastnosti zkoušeného materiálu (zpevnění materiálu, zbytková napětí, drsnost povrchu atd.). Do další skupiny by se daly zařadit faktory způsobené náhodnými vlivy (vměstky, vada ve struktuře apod.) nebo nejistoty způsobené malým počtem měření.

4.1 Velikostní faktor

Měřením tvrdosti jednoho konkrétního materiálu můžeme získat různé tvrdosti. Může to být způsobeno buď měřením v různých směrech, tedy anizotropií materiálu. Za předpokladu měření v jediném směru, mohou být příčinou rozdílů strukturní nehomogenity, nerovnoměrná velikost zrn, ale důležitým faktorem je zde i velikost použité síly. Tento efekt je známý jako velikostní faktor nebo také ISE (z anglického indentation size effect). V některých případech jsou různé výsledky při použití různých zatížení způsobeny přítomností oxidické vrstvy na povrchu vzorku, dále deformačně zpevněnou vrstvou, která se stejně jako oxidická vrstva projeví především při použití menších zatížení. Velmi důležitý parametr je také skutečný tvar indentoru, který není dokonalý. Při nízkých zatíženích je nutné přesně změřit skutečnou promítnutou kontaktní plochu pro získání správné tvrdosti. Toto také zmiňuje norma ČSN EN ISO 14577-1.

Když se předchozí vlivy co možná nejvíce potlačí, mohou být příčinou různých výsledků při indentaci různá zbytková napětí v povrchu vzorku, vznik a pohyb dislokací v různě velké plastické zóně, ale také je důležitý předpoklad kontaktu bez tření.

Dislokace při indentaci vznikají z hlediska geometrie indentoru (tzv. geometricky vynucené dislokace) a z hlediska statistického (statisticky nakupené dislokace). Hustota dislokací v oblasti pod indentorem roste s hloubkou indentace. Největší význam má ISE při hloubce indentace menší, než 100 nm, ale pozorovatelný je tento jev až do hloubky indentace 500 nm [1], [11].

4.2 Indentace nakloněné roviny

Indentace povrchu skloněného pod určitým úhlem může také vyvolat nepřesnosti. Toto je velký problém při určování povrchové tvrdosti součástí s rotačním tvarem. Chyby mohou vznikat kvůli tomu, že se skutečná kontaktní plocha liší, oproti předpokládané kontaktní ploše. Navíc při indentaci vzniká jiný tvar napěťového a deformačního pole, ale také síly kolmé k povrchu vzorku, což může způsobit různé efekty v naměřených datech [1].

4.3 Teplotní rozdíly

Pokud má zkoušený vzorek jinou teplotu, než je teplota zařízení, bude docházet vlivem tepelné roztažnosti k rozměrovým změnám vzorku, resp. indentoru, a tudíž k nesprávnému záznamu indentační hloubky. Tomuto efektu se lze vyhnout tím, že se nechají vzorky po určitou dobu u indentačního zařízení. Druhou možností, jak se tomu vyhnout je, že se na počátku měření po určitou dobu udržuje konstantní síla. Pak lze naměřená data matematicky

korigovat. Při indentaci za vysokých teplot (stovky °C) může být vliv rozdílu teplot mnohem významnější faktor [1].

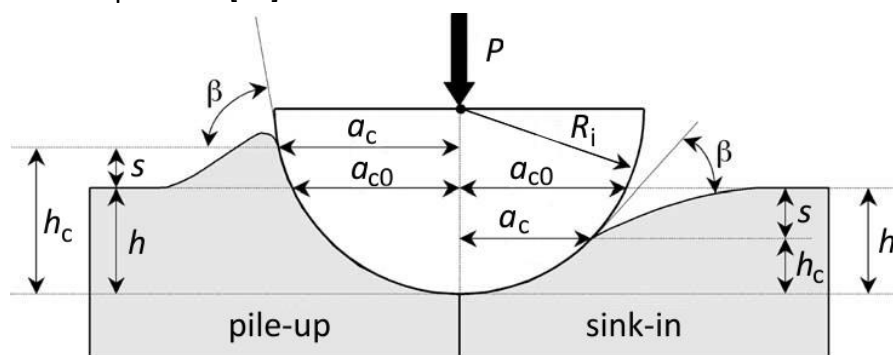
4.4 Kalibrace zařízení

Kalibrace zařízení je nutná pro získání správných naměřených hodnot. Musí být zjištěna tuhost rámu měřicího zařízení, musí být známy nedokonalosti indentoru z hlediska tvaru a jeho vlastností a také musí být zařízení schopno správně zachytit počátek měření (zatěžování). Také musí být spolehlivě kalibrován siloměr a hloubkoměr.

Skutečný tvar indentoru má vliv především při malých indentačních hloubkách, jelikož jde většinou o nedokonalosti na špičce indentoru. Tuto kalibraci již dělá přímo výrobce měřicího zařízení a výsledky uvádí v tzv. certifikátu indentoru. Indentor by se při nanoindentaci měl před každým měřením očistit, což se u diamantových indentoru provádí opláchnutím v alkoholu a jemným zatlačením do polykarbonátu (PC) nebo polymethylmethakrylátu (PMMA) [1].

4.5 Pile-up a sink-in chování materiálů

Pro přesné měření vlastností materiálu je nutné správně určit kontaktní poloměr a_c . Při zanedbání tohoto faktoru, může být kontaktní plocha a následně i vlastnosti materiálu špatně vyhodnoceny s chybou až 60 %. U kuželového a jehlanových indentorů nezávisí toto chování materiálu na hloubce indentace. Při indentaci sférickým indentorem však na hloubce závisí, kvůli přechodu z čistě elastického zatěžování do plastického zatěžování. Na obrázku 11 je znázorněn případ indentace sférickým indentorem o poloměru R_i , silou P , do hloubky h . Levá strana obrázku zobrazuje pile-up chování (zvedání) a pravá strana sink-in chování (pokles) materiálu. Vznikem některého z těchto jevů dochází ke změně skutečné kontaktní hloubky, h_c , a tedy kontaktní plochy. Zároveň lze definovat kontaktní poloměr, a_c , a povrchový kontaktní poloměr, a_{c0} , (bez vlivu pile-up nebo sink-in). Popis tohoto jevu se provádí pomocí hloubky (výšky) označené s , jehož hodnota je kladná pro pile-up a záporná pro sink-in chování. Dále je označen úhel β , jehož velikost je spojena s mírou plastické deformace. Je to úhel mezi tečnou k indentoru v bodě prvního kontaktu s materiálem a rovinou původního povrchu [32].



Obrázek 11: Pile-up a sink-in chování materiálů při použití sférického indentoru, přizpůsobeno z [32].

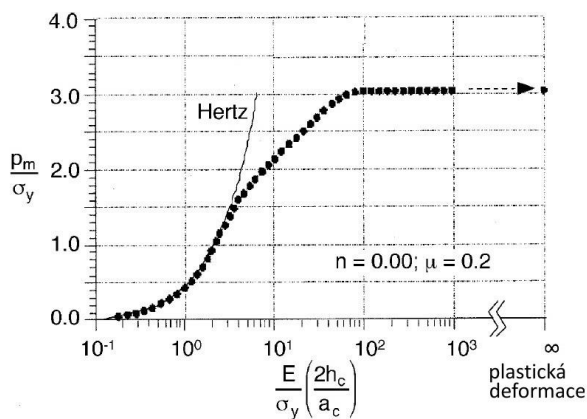
Johnson zjistil, že závislost $E/\sigma_y \operatorname{tg} \beta$ na p_m/σ_y lze charakterizovat tři fáze zatěžování (obdobně, jako v popisu zatěžovací křivky v kap. 3.9.1). Jako první je nelineární závislost, která charakterizuje elastické zatěžování při malých zatíženích a hloubkách. Druhou fází je vznik plastické deformace pod povrchem a lineární závislost p_m/σ_y na $\log(E/\sigma_y \operatorname{tg} \beta)$. Třetí

fází je převažující plastická deformace, ve které je poměr p_m/σ_y konstantní a blíží k hodnotě 3. Tyto závislosti jsou na obrázku 12, ale místo parametru $E/\sigma_y \text{tg } \beta$ je ekvivalentní parametr $\frac{E}{\sigma_y} \frac{2h_c}{a_c}$.

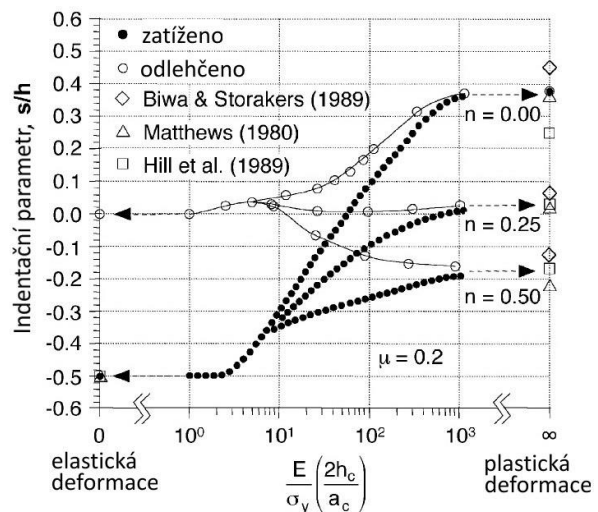
V čistě elastické fázi klesá místo prvního kontaktu indentoru s materiálem pod původní povrch (sink-in), kde je hodnota kontaktní hloubky rovna polovině měřené hloubky indentace. V případě velkých hloubek indentace závisí chování materiálu pile-up nebo sink-in na deformačním zpevnění materiálů. To jestli dochází k poklesu, nebo vyvýšení okolního materiálu se zjišťuje výpočtem poměru S/h , který závisí na exponentu deformačního zpevnění podle vzorce (35) prezentovaným Matthewsem.

$$\frac{s}{h} = \frac{1}{2} \left(\frac{2+n}{2} \right)^{2(1-n)/n} - 1 \quad (35)$$

Při elasticko-plastické fázi zatěžování se však toto chování materiálu mění i v závislosti na poměru E/σ_y , h/R , ale také na třecích vlastnostech povrchu (μ – součinitel tření) [32]. Přechod indentačního parametru S/h v závislosti na $\frac{E}{\sigma_y} \frac{2h_c}{a_c}$ je na obrázku 13. Jsou tam také zobrazeny hodnoty pro zatížený i odlehčený materiál. Jelikož je přechod přes elasticko-plastickou zónu deformace složitý a závisí na mnoha parametrech, není stále vytvořen použitelný vztah pro určení pile-up nebo sink-in pro různé materiály a zatížení.



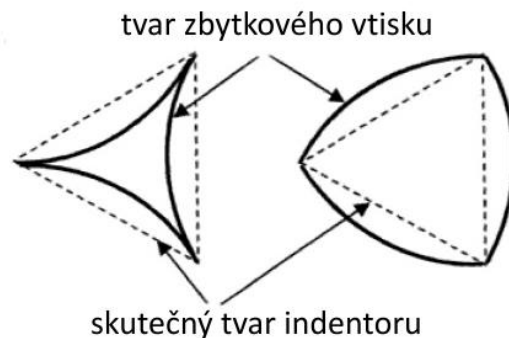
Obrázek 12: Rozdělení zatěžovací křivky na elastickou, elasticko-plastickou a plastickou oblast. Přízůsobeno z [32].



Obrázek 13: Přechod z elastického sink-in do plastického pile-up v závislosti na exponentu deformačního zpevnění. Zobrazeny jsou hodnoty pro zatížení i odlehčení zkoušeného materiálu a hodnoty určené jinými výzkumnými týmy, přízůsobeno z [32].

Kvůli složitosti určování skutečné kontaktní plochy navrhli Cheng a Cheng využít vzorec (35) a se současným využitím závislosti poměru plastické práce k celkové práci a poměru tvrdosti k modulu pružnosti v tahu, lze určit kontaktní plochu ze zjištěné tvrdosti ($H = P/A$) [1], [9].

Zbytkový vtisk při použití sférického indentoru příliš nezmění svůj tvar, což je charakteristické při použití indentorů tvaru jehlanu. Jako příklad je na obrázku číslo 14 znázorněn tvar zbytkového vtisku po měření indentorem typu Berkovich. Samotná deformace zbytkového vtisku může mít více příčin, např. nerovnosti na povrchu nebo zbytková napětí v povrchu vzorku.



4.6 Drsnost povrchu

Nerovnosti na povrchu měřeného materiálu mohou značně ovlivnit výsledky měření. Pokud jsou nerovnosti mnohem menší, nebo naopak mnohem větší, než velikost kontaktu indentoru s materiálem, pak nemají příliš velký vliv na výsledky.

Drsnost povrchu se ovlivňuje především přípravou vzorků. Při použití vyšších zatížení a větších kontaktních ploch indentoru s materiálem obvykle stačí broušený povrch, s klesajícím zatížením musí být i nižší drsnost povrchu, u nanoindentace se provádí leštění včetně odstranění tepelně a deformačně ovlivněné vrstvy leptáním.

Drsnost povrchu způsobuje zvětšení kontaktní plochy. Tím se snižuje hloubka indentace a následně klesá modul pružnosti a roste tvrdost materiálu [1].

Obrázek 14: Porovnání tvaru indentoru s tvarem zbytkového vtisku při pile-up (vlevo) a sink-in (vpravo) chování materiálu při indentaci indentorem typu Berkovich. Přizpůsobeno z [1].

Závěr literární rešerše

Instrumentované vnikací zkoušky jsou moderní metody určování vlastností materiálů. Největší vývoj probíhá v oblasti mikro a nanoindentace, nicméně i makroindentace si zaslouží velkou pozornost. Oproti měřítkům mikro a nanoindentace navíc odpadá nutnost zdlouhavé přípravy zkoušených povrchů, nutnost znalosti skutečného tvaru indentoru a nutnost mít laboratoř, která nebude příliš ovlivněna otřesy, kvůli velmi vysoké přesnosti měření.

Mezi výhody lze zařadit možnost zjištění základních mechanických vlastností, jako je například mez kluzu, mez pevnosti, modul pružnosti, deformační chování materiálů, nedestruktivní metodou. Nedestruktivní metody jsou v dnešní době žádoucí, neboť takovou zkouškou nevzniká odpad a není potřeba další čas na výrobu vzorků.

Nevýhody instrumentovaných vnikacích zkoušek se odvíjejí od jejího měřítka. Pro nanoindentaci jsou vyvinuty postupy pro korekci nejrůznějších vlivů, pro makroindentaci však takové modely prozatím nejsou vytvořeny.

V této diplomové práci jsou v experimentální části řešeny možnosti analýzy naměřených dat a vyhodnocení základních vlastností zkoušených materiálů.

5 Experimentální část

Experimentální část této diplomové práce se zabývá analýzou naměřených dat instrumentovanou vnikací zkouškou v měřítku makro. Naměřená data jsou zkoumána na základě teoretické části této práce. Jsou zjišťovány především základní vlastnosti materiálů, a to pružná a plastická práce vnikacího procesu, mez kluzu, koeficient a exponent deformačního zpevnění, dále vtiskový modul pružnosti, tvrdost podle Brinella a vtisková tvrdost.

Tyto vlastnosti jsou zjišťovány u osmi základních materiálů, pomocí instrumentované vnikací zkoušky sférickým indentorem. Získané vlastnosti jsou ověřovány dalšími zkouškami vlastností materiálů, a to měřením instrumentovanou vnikací zkouškou v měřítku mikro s indentorem typu Berkovich a provedením tahové zkoušky.

Materiály použité v experimentální části jsou čtyři slitiny neželezných kovů a čtyři oceli. Jejich značení je uvedeno v tabulce číslo 3.

Tabulka 3: Materiály použité v experimentální části práce.

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

Základní vlastnosti použitých materiálů zjištěných z materiálových listů výrobce (viz příloha 10.1 – 10.7), příp. Poissonovo číslo [33], jsou uvedeny v tabulce číslo 4.

Tabulka 4: Základní vlastnosti použitých materiálů.

Materiál	Modul pružnosti E [Nmm ⁻²]	Mez pevnosti R_m [Nmm ⁻²]	Mez kluzu $R_{p0,2}$ [Nmm ⁻²]	Tvrdost HBW [-]	Poissonovo číslo ν [-]
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	0,3
S355J2	210 000	725	650	-	0,3
11SMn30	210 000	583	540	177	0,3
E335GC	210 000	767	652	-	0,3

5.1 Příprava vzorků

Pro výrobu vzorků byly použity polotovary ve tvaru tyčí kruhového průřezu o průměru 14 mm a pro některé vzorky 16 mm (20 mm u tyče z hliníkové slitiny) o délce 2 m.

Nejprve byly použité materiály detailně charakterizovány zjištěním chemického složení a mikrostruktury. Za tímto účelem byly z tyčí o průměru 14 mm vyrobeny vzorky s podélným a příčným řezem, zalisované do lisovací hmoty. Ty byly leštěné a leptané. Na nich byly dále zjišťovány rozdíly vlastností v podélném a příčném řezu pomocí mikroindentace. Druhá sada stejných vzorků byla jen broušená a byla využita ke stanovení vlastností materiálů v podélném a příčném řezu makroindentací.

Také bylo provedeno ověření metodiky zjišťování vlastností materiálů z měření experimentálním makrotvrdoměrem EXPIMER. Za tímto účelem byl vyroben jeden vzorek od každého materiálu z větších tyčí.

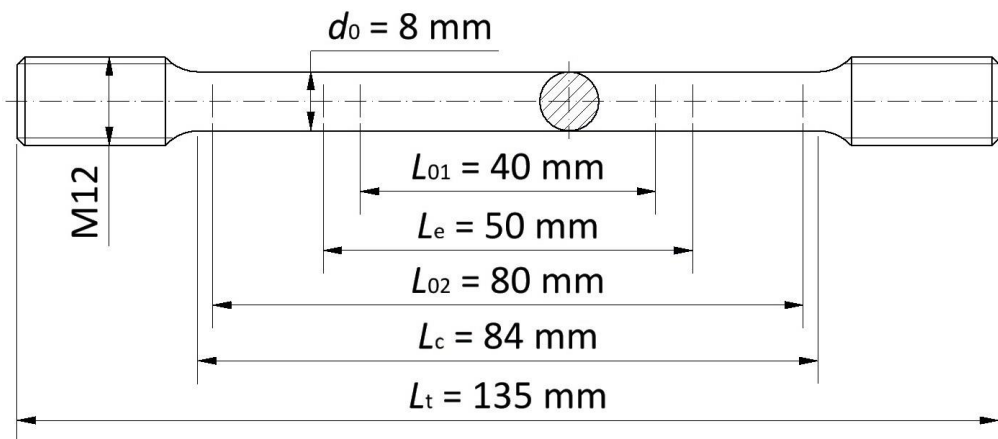
Zjištění základních mechanických vlastností bylo provedeno pomocí zkoušky tahem. Za tím účelem byly vyrobeny 2 vzorky od každého materiálu z tyčí o průměru 14 mm. Pro přehlednost jsou tyto informace uvedeny v tabulce číslo 5.

Tabulka 5: Tabulka vyrobených vzorků a jejich účel a stav.

Polotovaz	Řez	Zkouška vlastností	Stav vzorků
Ø14 mm	-	zkouška tahem	obrobené
	podélný + příčný	mikrostruktura, chemické složení, mikroindentace	zalisované, leštěné, leptané
		makroindentace	zalisované, broušené
Ø16 (20) mm	příčný	ověření metodiky	broušené

5.1.1 Vzorky pro zkoušku tahem

Vzorky pro zkoušku tahem byly vyrobeny obráběním v počtu 2 kusy od každého materiálu, ve shodě s normou ČSN EN ISO 6892-1. Náčrsek vzorků s okótovanými základními rozměry je na obrázku číslo 15. Zkušební tělesa měly 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 $d_0 = 8 \text{ mm}$. Vzorky byly upnuty do závitových čelistí se závitem M12. Připravené vzorky jsou na obrázku číslo 16.



Obrázek 15: Tvar a rozměry zkušební vzorku na zkoušku tahem.



Obrázek 16: Připravené vzorky na zkoušku tahem.

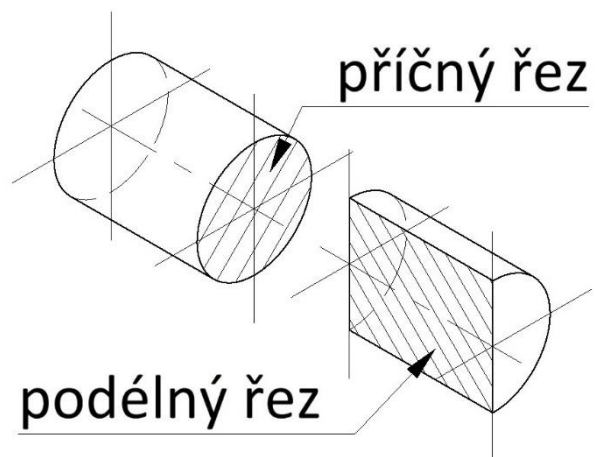
5.1.2 Vzorky pro vnikací zkoušky

Všechny vzorky pro vnikací zkoušky byly nejprve nařezány metalografickou pilou LECO MSX255. Dále byly zbaveny otřepů na brusce MTH Kompakt 1031. Vzorky pro měření vlastností v příčném a podélném směru byly dále zalisovány na lisu LECO PR-4X do lisovací hmoty. Poté byly vzorky broušeny, pro mikrostrukturu a mikroindentaci dále leštěny na leštičce LECO GPX300 a leptány leptadly uvedenými v tabulce číslo 6. Vzorky z větších tyčí byly po řezání pilou rovnou broušeny a vyrovnány tak, aby byly obě strany vzorku rovnoběžné.

Příčným řezem je myšlen řez kolmo k ose tyče a podélným řezem je myšlen řez rovnoběžně s osou tyče, viz obrázek číslo 17. Na obrázku číslo 18 jsou vzorky pro ověření metodiky zjišťování vlastností a na obrázku číslo 19 jsou zalisované vzorky s příčným a podélným řezem.

Tabulka 6: Leptadla použitá pro zviditelnění mikrostruktury pro použité materiály.

Materiál	Leptadlo
AlCu4PbMg	Keller
Cu-ETP	Chlorid železitý
CuSn8	Chlorid železitý
CuZn40Pb2	Chlorid železitý
S235JRC	Nital 4%
S355J2	Nital 4%
11SMn30	Nital 4%
E335GC	Nital 4%



Obrázek 17: Znáznornění příčného a podélného řezu tyčí kruhového průřezu.



Obrázek 18: Broušené vzorky z větších tyčí určené pro ověření metodiky stanovení vlastností.



Obrázek 19: Broušené vzorky s příčným a podélným směrem zalisované do lisovací hmoty.

5.2 Použitá zařízení

5.2.1 Mikrostruktura

Pro zobrazení struktury materiálů byl použit metalografický mikroskop Zeiss Neophot 32 vybavený CCD kamerou (obrázek 20). Tento mikroskop umožňuje zvětšení od 25× do 1000×, při použití imerzních objektivů až 1200×. Umožňuje metody pozorování ve světlém poli, tmavém poli a pomocí polarizovaného světla. Dále lze využít software NIS Elements Advanced Research pro vyhodnocení struktur.



Obrázek 20: Světelný mikroskop Zeiss Neophot 32.

5.2.2 Chemické složení

Chemické složení materiálů bylo určeno metodou EDS. Bylo využito řádkovacího elektronového mikroskopu JEOL JSM 7600F s Schottkyho termoemisní katodou. Disponuje vysokým rozlišením až 1,2 nm. Je vybaven mnoha detektory, mezi nimiž je i EDS systém (energiově disperzní X-ray detektor Oxford X-Max 50 mm² spojený s analyzátozem INCA 250) použitý pro určení chemického složení materiálů. Tento mikroskop je na obrázku číslo 21.



Obrázek 21: Elektronový mikroskop JEOL JSM 7600F.

5.2.3 Zkouška tahem

Měření proběhlo na ústavu strojírenské technologie na univerzálním trhacím stroji LabTest 5.100 SP1, který disponuje softwarem LabTest Test&Motion. Dokáže vyvinout maximální sílu 100 kN, rozlišení polohy příčnicku je $1\ \mu\text{m}$ a přesnost řízení jeho polohy je 0,5%. Je vybaven snímačem síly KAF 100 kN, extenzometrem MSQ-R1 měřícím změnu průměru vzorku (kontrakci) a laserovým průtahoměrem LE-05 měřícím změnu délky definované oblasti vzorku. Ten je schopný měřit v rozsahu 8-127 mm, má rozlišení $1\ \mu\text{m}$ a nelinearita měření je $\pm 0,01\ \text{mm}$. Vzorek upnutý v závitových čelistech s nasazeným extenzometrem MSQ-R1 je na obrázku 22 a celé uspořádání experimentu je na obrázku číslo 23.



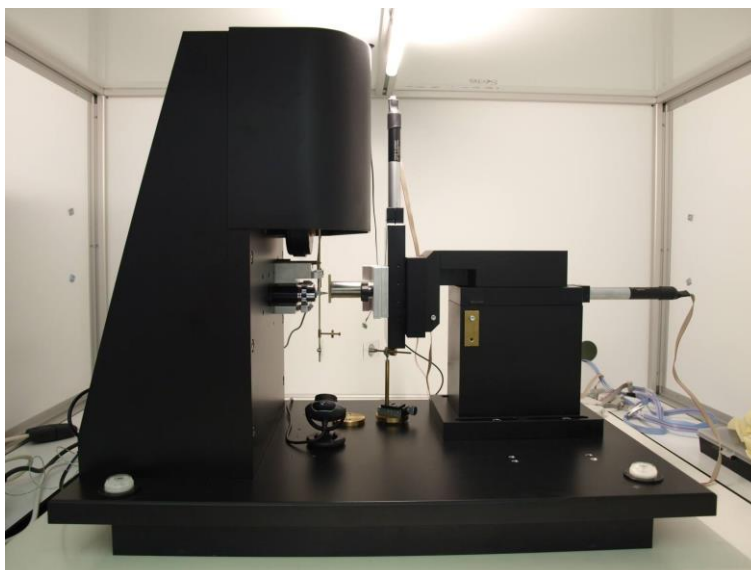
Obrázek 22: Vzorek se značkami upnutý v závitových čelistech s nasazeným extenzometrem MSQ-R1.



Obrázek 23: Univerzální trhací stroj LabTest 5.100 SP1.

5.2.4 Mikroindentace

Pro měření rozdílů vlastností materiálů v podélném a příčném směru byl použit instrumentovaný nanotvrdoměr NanoTest s indentorem typu Berkovich. Rozsah zatěžovacích sil je 1-500 mN a indentačních hloubek $0,5\ \text{nm}$ - $12\ \mu\text{m}$. Rozlišení zatěžující síly je 30 nN. Nanotvrdoměr Nanotest je na obrázku číslo 24.



Obrázek 24: Nanotvrdosměr NanoTest.

5.2.5 Experimentální makrotvrdosměr EXPIMER

Přístroj nazvaný EXPIMER (viz obrázek 25) je vyvinutý na ústavu materiálového inženýrství. Je to plně automatizované a multifunkční zařízení pro zjišťování vlastností materiálů (tvrdost podle Brinella, mez kluzu, modul pružnosti, exponent, n , a koeficient, K , deformačního zpevnění). Měření probíhá na principu instrumentované vnikací zkoušky sférickým indentorem. Jeho vlastnosti jsou uvedené v tabulce číslo 7. Velkou výhodou tohoto systému je, že prováděné zkoušky jsou nedestruktivní. Díky tomu je možné sledovat změnu vlastností materiálu například v průběhu výroby. Ve výrobě se využívají zkoušky vlastností, např. měření tvrdosti, měření nárazové práce a provádění zkoušky tahem. Někdy ale tyto zkoušky nelze použít kvůli tvaru součásti, ze které nelze vyrobit vzorky, nebo kvůli časovému limitu apod. Z tohoto hlediska je zařízení EXPIMER velmi zajímavé. Může také značně usnadnit práci při záměně materiálu.

Součástí tohoto zařízení je speciální software. Ten umožňuje detailní nastavení zkoušky, např. použité zatížení, rychlost zatěžování, dobu výdrže, rychlost odlehčování, počet cyklů atd. Software také zpracovává naměřené hodnoty a umožňuje následné vygenerování protokolu o zkoušce, či export naměřených dat do Excelu.

Tabulka 7: Vlastnosti použitého indentoru přístroje EXPIMER.

Poloměr indentoru R_i	2,5 mm
Chemické složení	94 % WC, 6 % Co
Tvrdost	1800 HV10
Měrná hmotnost	14,947 g cm ⁻³
Poissonovo číslo, ν_i	0,21
Modul pružnosti, E_i	640 000 Nmm ⁻²
Mez pevnosti v tahu	1 700 Nmm ⁻²
Mez pevnosti v tlaku	5 700 Nmm ⁻²

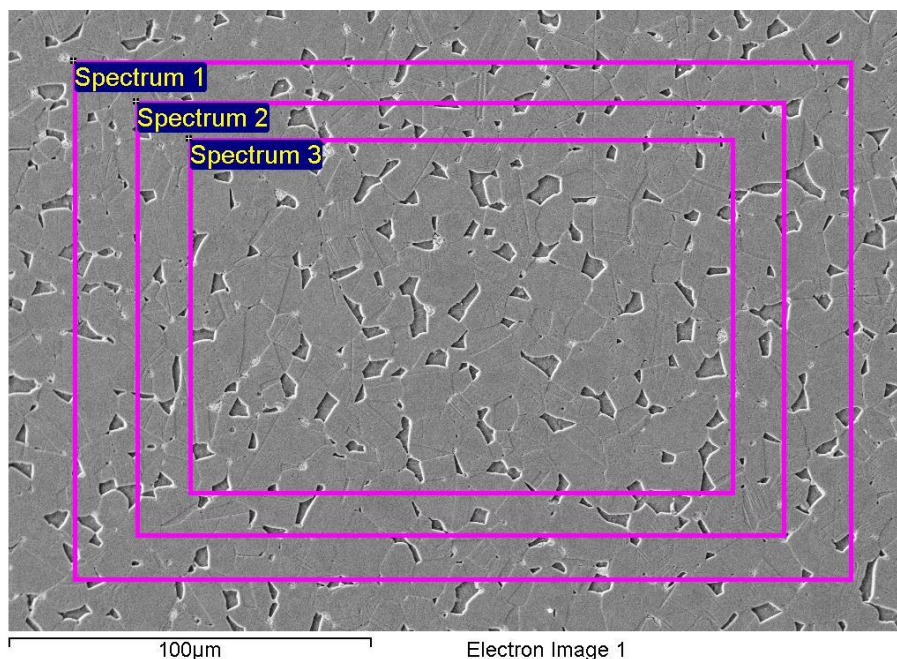


Obrázek 25: Experimentální přístroj EXPIMER.

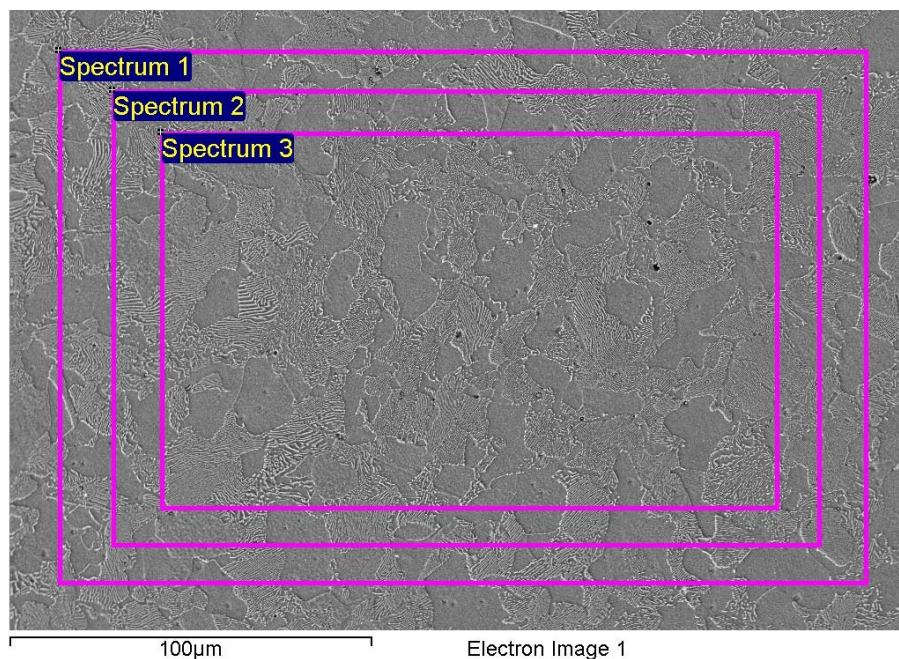
5.3 Chemické složení materiálů a mikrostruktura

5.3.1 Chemické složení materiálů

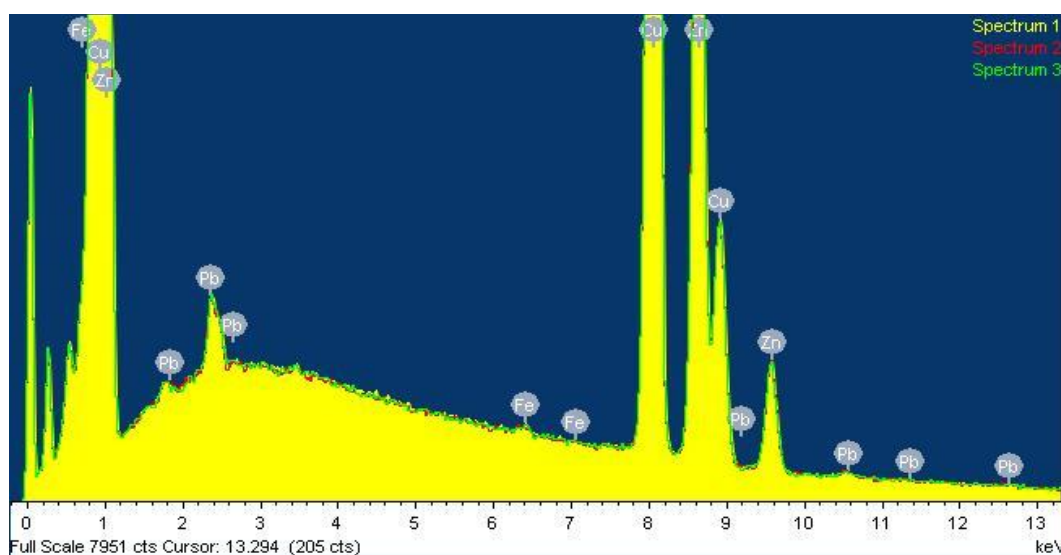
Materiál byl dodán s atestem výrobce, viz příloha (10.1 – 10.7). Ověření chemického složení použitých materiálů bylo provedeno měřením metodou EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) pomocí elektronového mikroskopu JEOL JSM 7600F popsaného v kapitole 5.2.2. Měření chemického složení bylo provedeno pouze v příčném řezu na leptaných vzorcích. Bylo použito zvětšení 500× s urychlovacím napětím elektronů 15 kV. Plošná analýza byla provedena 3×, způsobem, který je pro CuZn40Pb2 znázorněno na obrázku číslo 26 a pro ocel E335GC na obrázku číslo 27. Získaná spektra vybuzeného záření při měření CuZn40Pb2 jsou na obrázku číslo 28.



Obrázek 26: Snímek CuZn40Pb2 z elektronového mikroskopu a oblasti, ve kterých bylo zjišťováno chemické složení.



Obrázek 27: Snímek oceli E335GC z elektronového mikroskopu a oblasti, ve kterých bylo zjišťováno chemické složení.



Obrázek 28: Naměřená spektra záření, ze kterého bylo zjištěno chemické složení CuZn40Pb2.

V tabulce číslo 8 jsou naměřené hodnoty chemického složení pro CuZn40Pb2. Získané složení ze tří měření byly průměrovány a byla počítána standardní odchylka, σ_{sm} , výsledků každého prvku.

Tabulka 8: Naměřené chemické složení pro CuZn40Pb2.

prvek	Cu [hm. %]	Zn [hm. %]	Pb [hm. %]	Fe [hm. %]
Spectrum 1	60,81	37,55	1,53	0,11
Spectrum 2	60,91	37,50	1,50	0,09
Spectrum 3	60,73	37,67	1,46	0,14
průměr	60,82	37,57	1,50	0,11
σ_{sm}	0,09	0,09	0,04	0,03

V tabulce číslo 9 je uvedeno chemické složení neželezných kovů, zjištěné z materiálových listů, viz příloha 10.1 – 10.7, a změřené stejným způsobem, jak to bylo popsáno pro případ CuZn40Pb2. V tabulce 10 je obdobně chemické složení ocelí. Protože je chemické složení zjišťováno z jedné velmi malé plochy na vzorku, je toto měření pouze orientační. Dále nejsou uváděny obsahy uhlíku, neboť je jeho měření zatíženo chybou.

Tabulka 9: Porovnání chemického složení neželezných kovů, určeného z materiálových listů a měřením metodou EDS.

prvek	AlCu4PbMg		Cu-ETP		CuSn8		CuZn40Pb2	
	mat. list	změřené	mat. list	změřené	mat. list	změřené	mat. list	změřené
Cu [hm. %]	3,9	5,10	min.99,9	98,78	zbytek	91,42	58,34	60,82
Pb [hm. %]	0,92	0,39	max.0,05	0,07	0,015	0,03	1,76	1,5
Sn [hm. %]	-	-	-	-	8,01	8,20	0,24	-
P [hm. %]	-	-	-	-	0,3	0,37	0,005	-
O [hm. %]	-	-	max.0,06	1,17	-	-	-	-
Al [hm. %]	zbytek	91,88	-	-	-	-	0,019	-
Mg [hm. %]	0,74	0,63	-	-	-	-	-	-
Zn [hm. %]	0,35	0,59	-	-	0,071	-	zbytek	37,57
Mn [hm. %]	0,68	0,57	-	-	-	-	-	-
Fe [hm. %]	0,36	0,29	-	-	0,014	-	0,3	0,11
Si [hm. %]	0,57	0,46	-	-	-	-	0,043	-
Cr [hm. %]	0,021	0,03	-	-	-	-	-	-
Ti [hm. %]	0,076	0,06	-	-	-	-	-	-
Bi [hm. %]	0,02	-	-	-	-	-	0,002	-
Ni [hm. %]	-	-	-	-	0,001	-	0,22	-
S [hm. %]	-	-	-	-	-	-	0,002	-
Sb [hm. %]	-	-	-	-	-	-	0,005	-

Ze zjištěného chemického složení neželezných kovů je vidět, že poměrně dobře odpovídá údajům v materiálových listech. U materiálu AlCu4PbMg je trochu méně olova, než by podle materiálového listu mělo být a u materiálu Cu-ETP bylo naměřeno velké množství kyslíku, pravděpodobně kvůli jeho přítomnosti na povrchu kvůli leptání vzorku.

Tabulka 10: Porovnání chemického složení ocelí, určeného z materiálových listů a měřením metodou EDS.

prvek	S235JRC		S355J2		11SMn30		E335GC	
	mat. list	změřené	mat. list	změřené	mat. list	změřené	mat. list	změřené
Fe [hm. %]	zbytek	99,34	zbytek	96,82	zbytek	96,02	zbytek	97,48
C [hm. %]	0,13	-	0,19	-	0,11	-	0,48	-
Mn [hm. %]	0,6	0,47	1,4	1,33	1,19	1,50	0,74	0,83
Cu [hm. %]	0,24	-	0,04	0,97	-	1,35	-	1,04
Si [hm. %]	0,22	0,12	0,24	-	0,02	0,32	0,28	0,34
P [hm. %]	0,035	0,04	0,007	0,04	0,049	0,07	0,018	0,05
S [hm. %]	0,029	0,03	0,007	0,02	0,28	0,59	0,005	0,06
N [hm. %]	0,009	-	-	-	-	-	0,0037	-
Cr [hm. %]	0,18	-	-	-	-	-	-	0,21
Al [hm. %]	0,009	-	0,033	-	-	-	-	-
Ni [hm. %]	0,09	-	-	-	-	-	-	-
Mo [hm. %]	0,03	-	-	-	-	-	-	-

U ocelí se chemické složení také velmi dobře shoduje s údaji v materiálových listech. U oceli 11SMn30 byl zjištěn určitý podíl mědi a o málo více síry, než uvádí materiálový list. U oceli E335GC byly zjištěné další prvky (Cu, Cr). Analýzou naměřených dat bylo zjištěno, že se tyto prvky v materiálu opravdu vyskytovaly a jejich výsledky nebyly příliš závislé na vyhodnocení obsahu uhlíku a kyslíku.

5.3.2 Mikrostruktura materiálů

Pro zobrazení mikrostruktury bylo využito mikroskopu Zeiss Neophot 32 popsaného v kapitole 5.2.1. U každého materiálu byly vytvořeny dva obrázky z příčného i podélného řezu a to v přehledovém měřítku (zvětšení 100×) a v detailu (zvětšení 500×). Leptání materiálu bylo provedeno podle tabulky číslo 6.

Na obrázcích 29 – 32 jsou mikrostruktury AlCu4PbMg. Na obrázku číslo 29 je podélný řez v přehledovém měřítku. Je patrná jemná řádkovitost intermediárních fází. Tmavé fáze jsou pravděpodobně fáze tvořené olovem. Na obrázku číslo 30 je detail této struktury. V příčném řezu (obrázek číslo 31 a detail na obrázku 32) je struktura rovnoměrná.



Obrázek 29: AlCu4PbMg, podélný řez.



Obrázek 30: AlCu4PbMg, podélný řez 2.

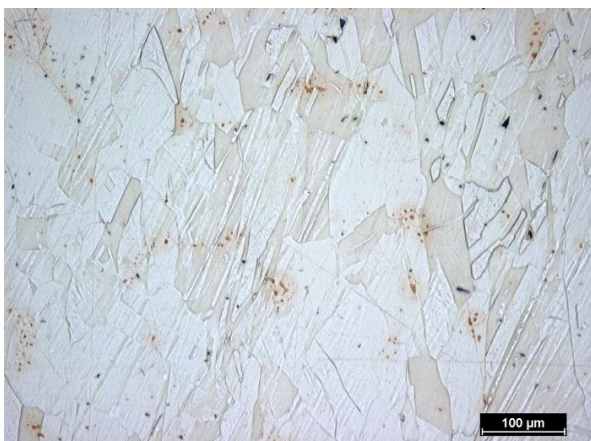


Obrázek 31: AlCu4PbMg, příčný řez.

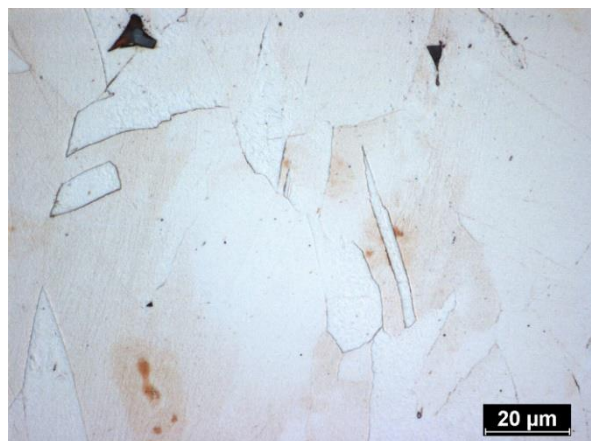


Obrázek 32: AlCu4PbMg, příčný řez 2.

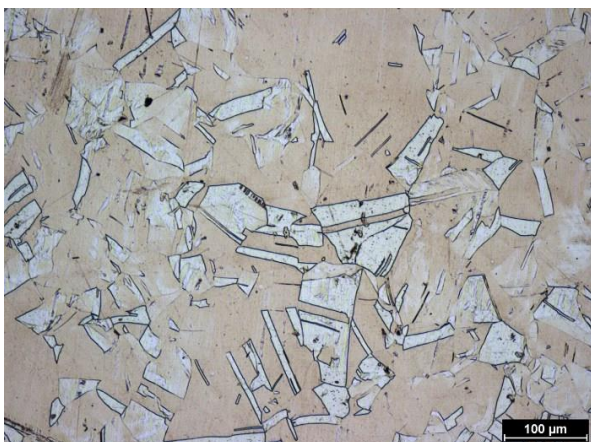
Na obrázcích 33 – 36 jsou mikrostruktury Cu-ETP. Na obrázku číslo 33 je podélný řez v přehledovém měřítku. Není patrná řádkovitost, zrna jsou ale relativně velká. Na obrázku číslo 34 je detail této struktury. Tmavé fáze jsou pravděpodobně fáze Cu₂O. V příčném řezu (obrázek číslo 35 a detail na obrázku 36) je struktura nepatrně jemnější. Ve struktuře jsou přítomny dvojčatové deformační pásy. Jsou patrná dvě různá zbarvení zrn, což je způsobeno leptáním.



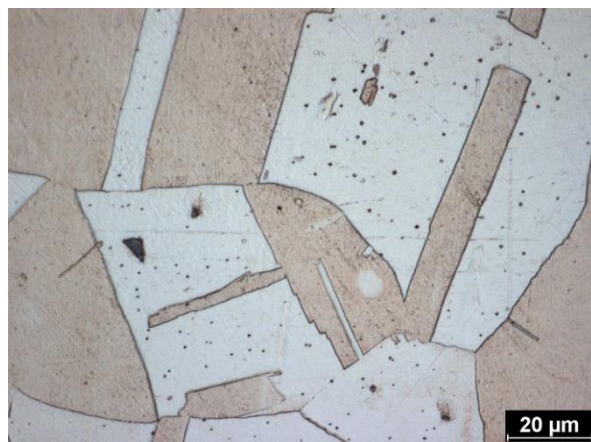
Obrázek 33: Cu-ETP, podélný řez.



Obrázek 34: Cu-ETP, podélný řez 2.



Obrázek 35: Cu-ETP, příčný řez.



Obrázek 36: Cu-ETP, příčný řez 2.

Na obrázcích 37 – 40 jsou mikrostruktury CuSn8. Na obrázku číslo 37 je podélný řez v přehledovém měřítku. Není patrná řádkovitost, struktura je homogenní a zrna jsou relativně velká. Na obrázku číslo 38 je detail této struktury. Tmavé fáze obsahující fosfor. V příčném řezu (obrázek číslo 39 a detail na obrázku 40) je struktura jemnější a je více patrná dvojčatová struktura. Stejně jako u Cu-ETP jsou patrná různá zbarvení zrn, což je také s největší pravděpodobností způsobeno leptáním.



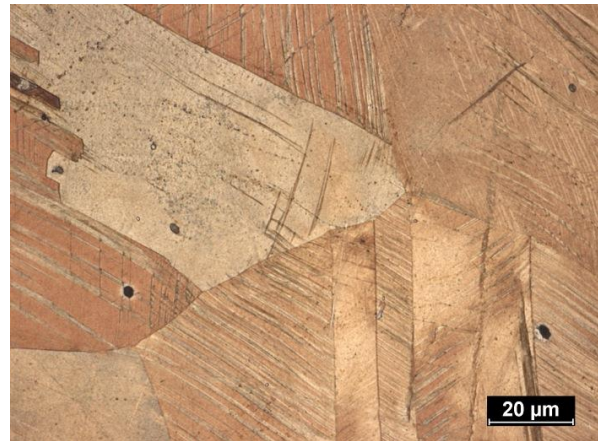
Obrázek 37: CuSn8, podélný řez.



Obrázek 38: CuSn8, podélný řez 2.

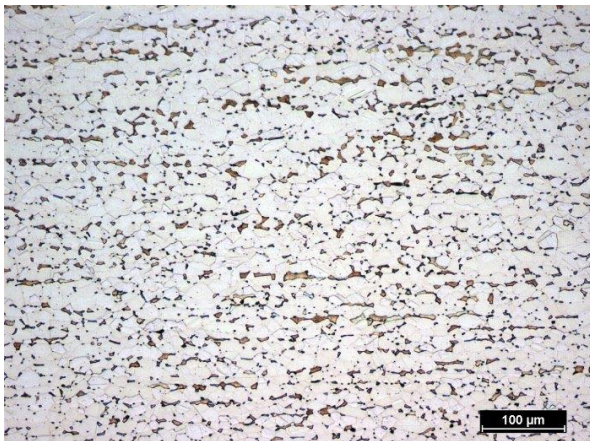


Obrázek 39: CuSn8, příčný řez.

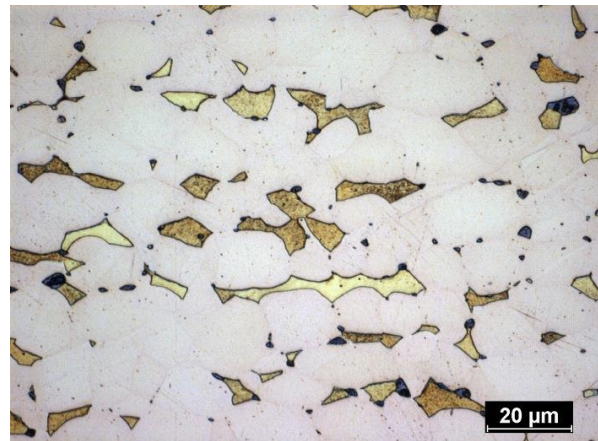


Obrázek 40: CuSn8, příčný řez 2.

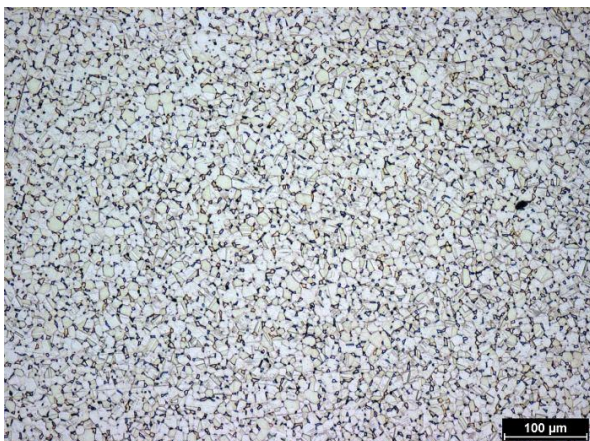
Na obrázcích 41 – 44 jsou mikrostruktury CuZn40Pb2. Na obrázku číslo 41 je podélný řez v přehledovém měřítku. Struktura je dvoufázová ($\alpha + \beta'$) a je patrná jemná řádkovitost fáze β' . Na obrázku číslo 42 je detail této struktury. Tmavé fáze jsou nejspíše fáze olova. V příčném řezu (obrázek číslo 43 a detail na obrázku 44) je struktura rovnoměrnější a jemnější.



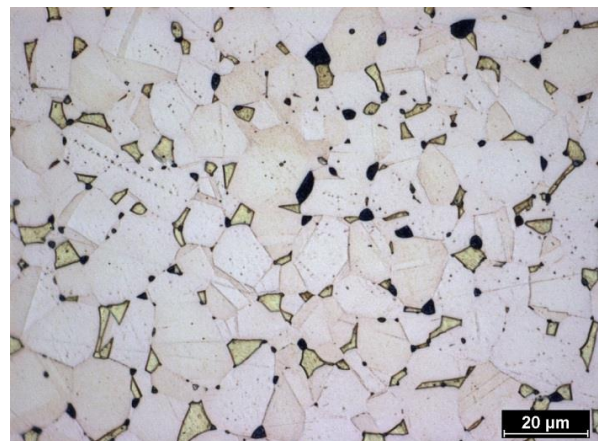
Obrázek 41: CuZn40Pb2, podélný řez.



Obrázek 42: CuZn40Pb2, podélný řez 2.

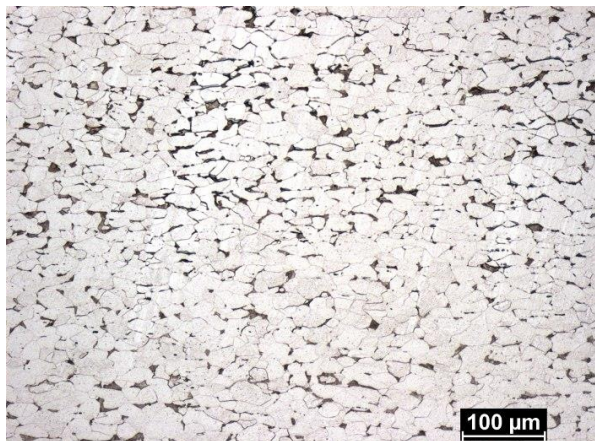


Obrázek 43: CuZn40Pb2, příčný řez.

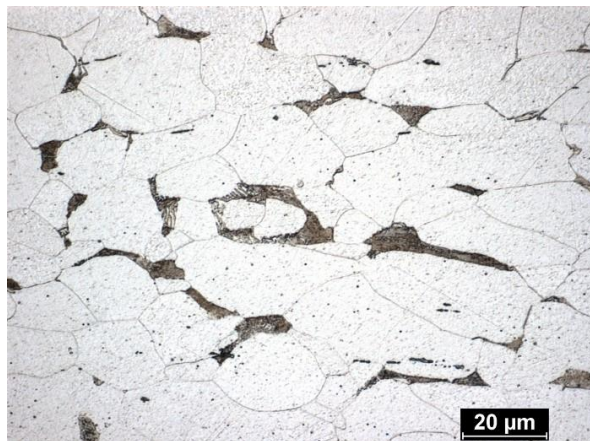


Obrázek 44: CuZn40Pb2, příčný řez 2.

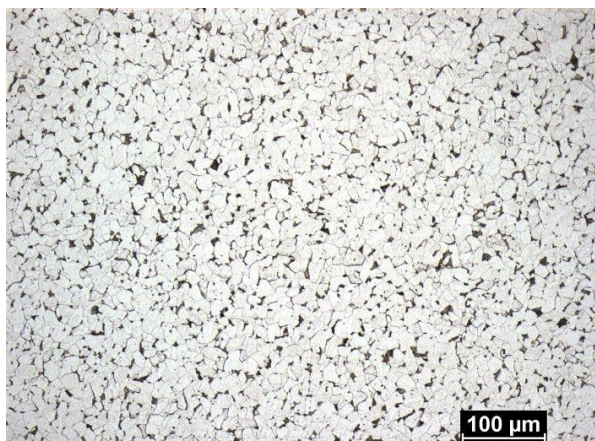
Na obrázcích 45 – 48 jsou mikrostruktury oceli S235JRC. Struktura této oceli je feriticko – perlitická. Na obrázku číslo 45 je podélný řez v přehledovém měřítku. Není patrná řádkovitost, ale je vidět nerovnoměrné rozložení perlitu. Na obrázku číslo 46 je detail této struktury. Malé množství perlitu značí malé množství uhlíku v této oceli. V příčném řezu (obrázek číslo 47 a detail na obrázku 48) je struktura podobná, opět nevykazuje řádkovitost, nicméně zrna jsou v tomto řezu menší.



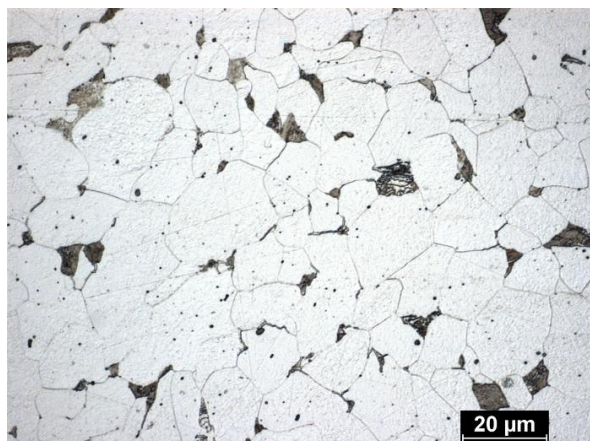
Obrázek 45: S235JRC, podélný řez.



Obrázek 46: S235JRC, podélný řez 2.

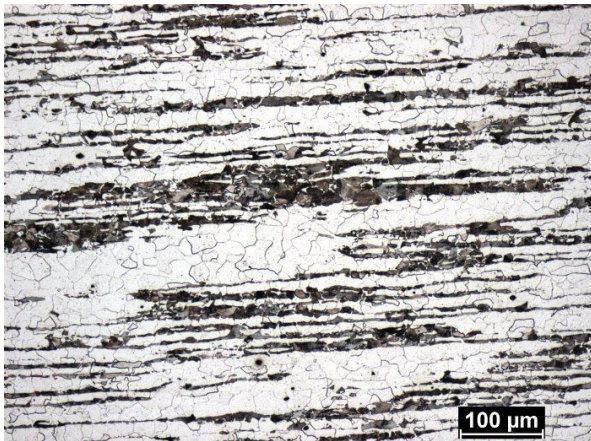


Obrázek 47: S235JRC, příčný řez.

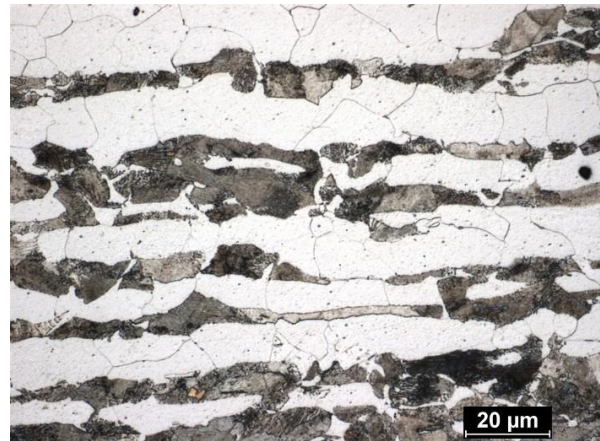


Obrázek 48: S235JRC, příčný řez 2.

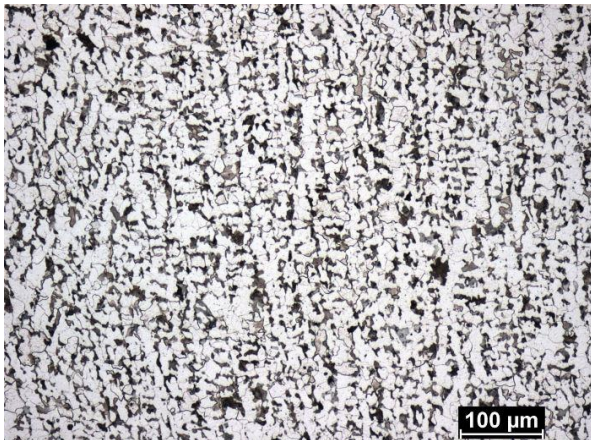
Na obrázcích 49 – 52 jsou mikrostruktury oceli S355J2. Struktura této oceli je také feriticko – perlitická. Na obrázku číslo 49 je podélný řez v přehledovém měřítku. Je patrná pásmovitost perlitu. Na obrázku číslo 50 je detail této struktury. V příčném řezu (obrázek číslo 51 a detail na obrázku 52) je struktura rovnoměrná. Zrna jsou v tomto řezu mnohem menší.



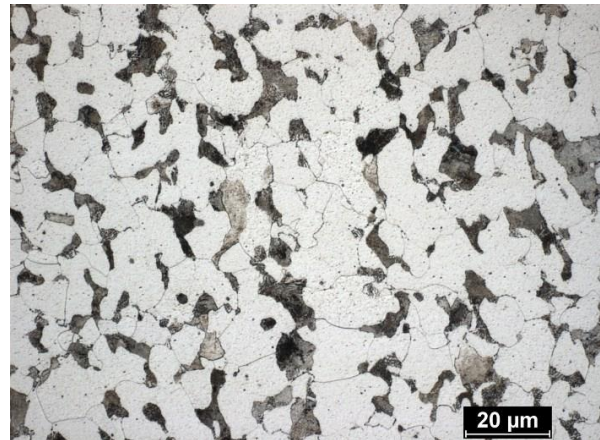
Obrázek 49: S355J2, podélný řez.



Obrázek 50: S355J2, podélný řez 2.

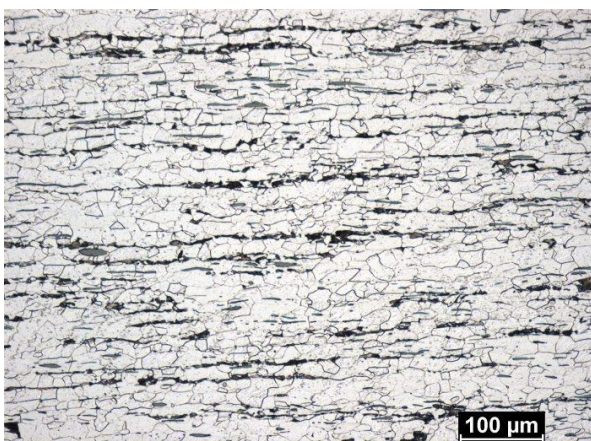


Obrázek 51: S355J2, příčný řez.

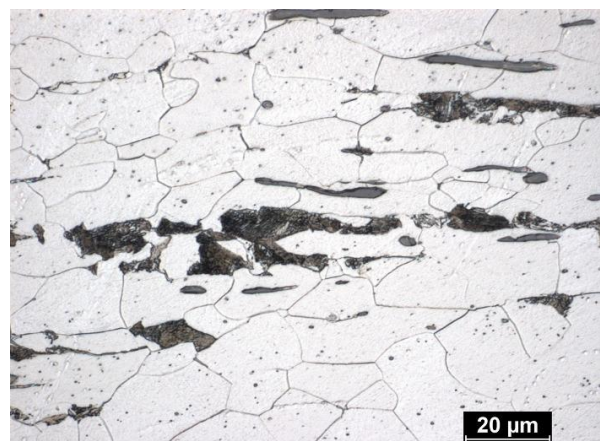


Obrázek 52: S355J2, příčný řez 2.

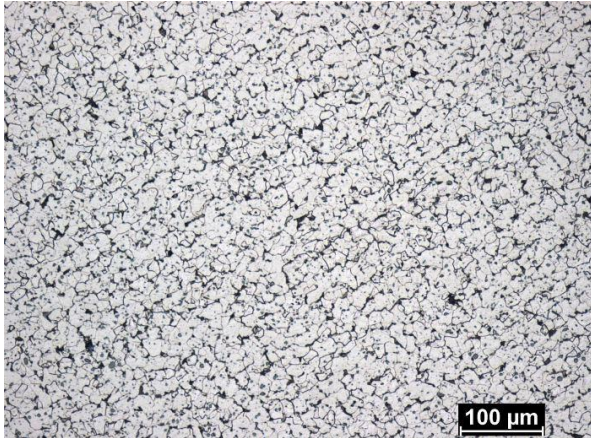
Na obrázcích 53 – 56 jsou mikrostruktury oceli 11SMn30. Struktura této oceli je také feriticko – perlitická. Na obrázku číslo 53 je podélný řez v přehledovém měřítku. Je patrná jemná řádkovitost perlitu. Na obrázku číslo 54 je detail této struktury. V příčném řezu (obrázek číslo 55 a detail na obrázku 56) je struktura podobná, ale nevykazuje řádkovitost.



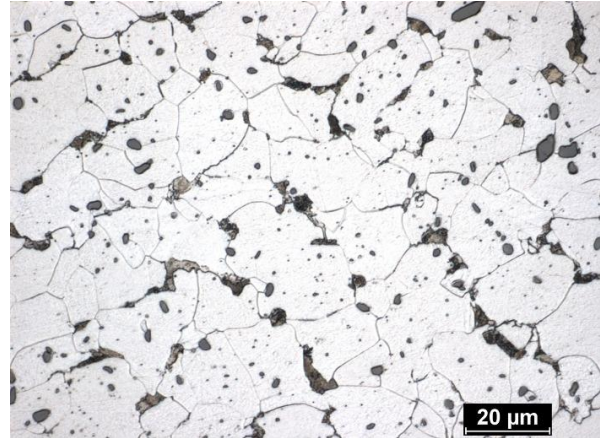
Obrázek 53: 11SMn30, podélný řez.



Obrázek 54: 11SMn30, podélný řez 2.

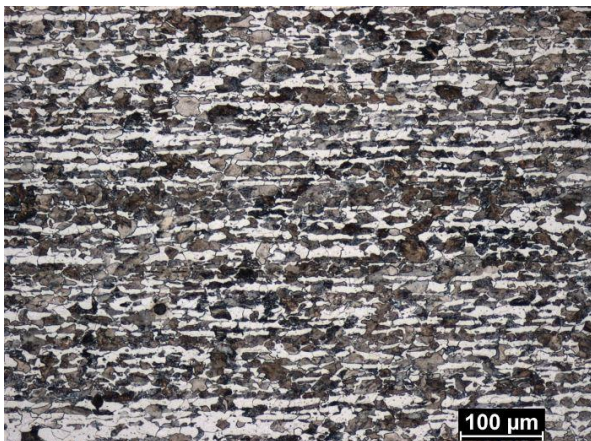


Obrázek 55: 11SMn30, příčný řez.

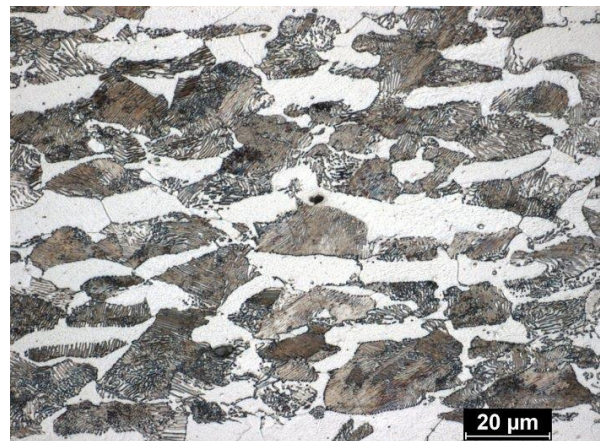


Obrázek 56: 11SMn30, příčný řez 2.

Na obrázcích 57 – 60 jsou mikrostruktury oceli E335GC. Její struktura je perliticko – feritická. Na obrázku číslo 57 je podélný řez v přehledovém měřítku. Je patrná jemná feritická řádkovitost. Na obrázku číslo 58 je detail této struktury. V příčném řezu (obrázek číslo 59 a detail na obrázku 60) struktura nevykazuje řádkovitost. Zrna jsou v tomto řezu menší. Velké množství perlitu značí mnohem větší obsah uhlíku v oceli oproti všem předchozím ocelím.



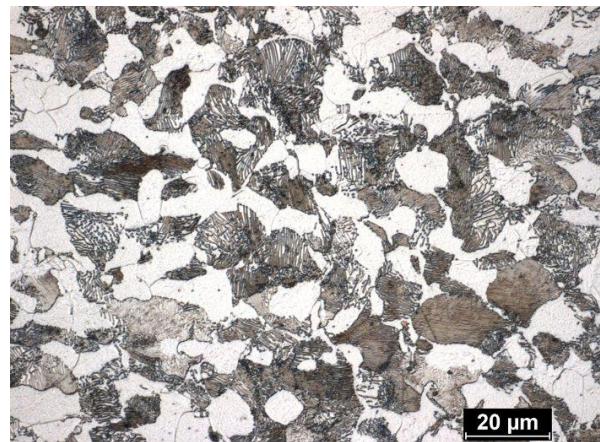
Obrázek 57: E335GC, podélný řez.



Obrázek 58: E335GC, podélný řez 2.



Obrázek 59: E335GC, příčný řez.



Obrázek 60: E335GC, příčný řez 2.

5.4 Ověření metodiky určování vlastností

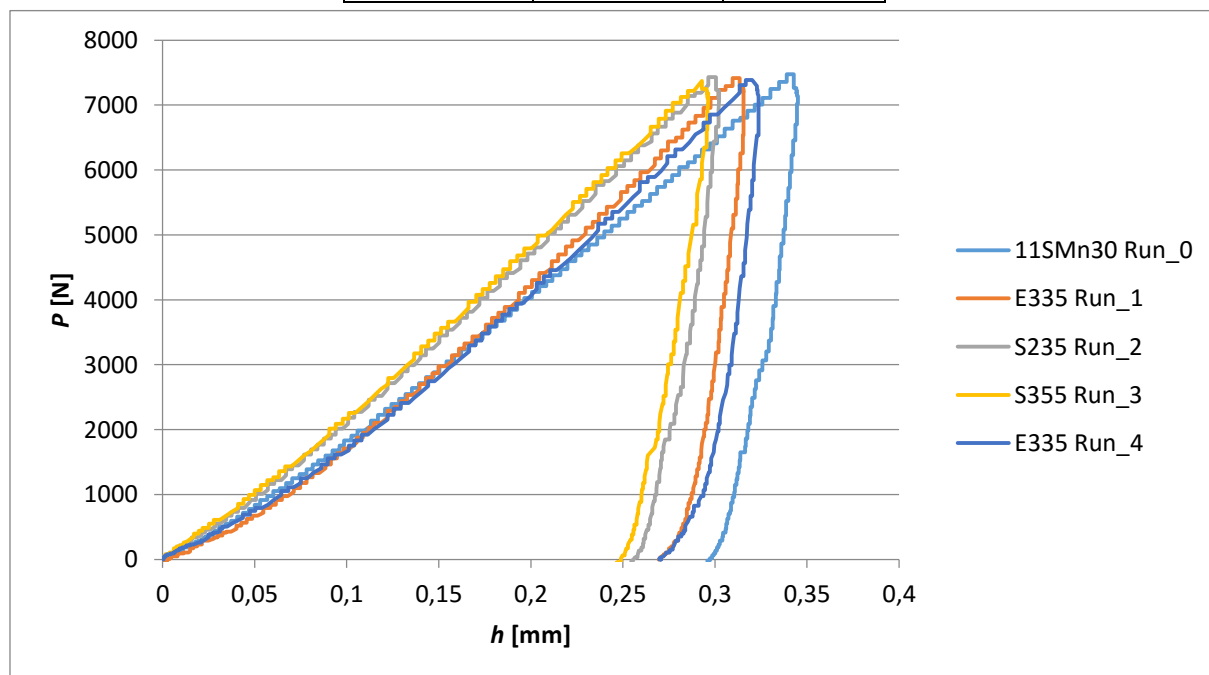
Před měřením experimentálním zařízením je nutné ověřit, jestli je metodika určování vlastností materiálu správná. Ověřován byl výpočet tvrdosti, celkové práce indentace, výpočet elastické práce indentace a určování vtiskového modulu pružnosti. Dále byly určeny závislosti napětí na deformaci podle různých modelů, ale také s využitím experimentálního vzorce, pomocí kterých byly zjišťovány koeficienty a exponenty deformačního zpevnění a možnosti určování dalších vlastností.

Proběhlo tedy měření každého materiálu. Naměřené indentační křivky jsou na obrázku číslo 61 (pro oceli) a 62 (pro neželezné kovy). Hodnoty určené softwarem jsou v tabulce číslo 12 (pro oceli) a 13 (pro slitiny neželezných kovů).

Maximální zatížení bylo voleno podle tvrdosti použitých materiálů podle normy ČSN EN ISO 6506-1 [34], pro sférický indentor o průměru 5 mm. Zvolená zatížení jsou uvedena v tabulce číslo 11.

Tabulka 11: Volba zatížení podle normy ČSN EN ISO 6506-1.

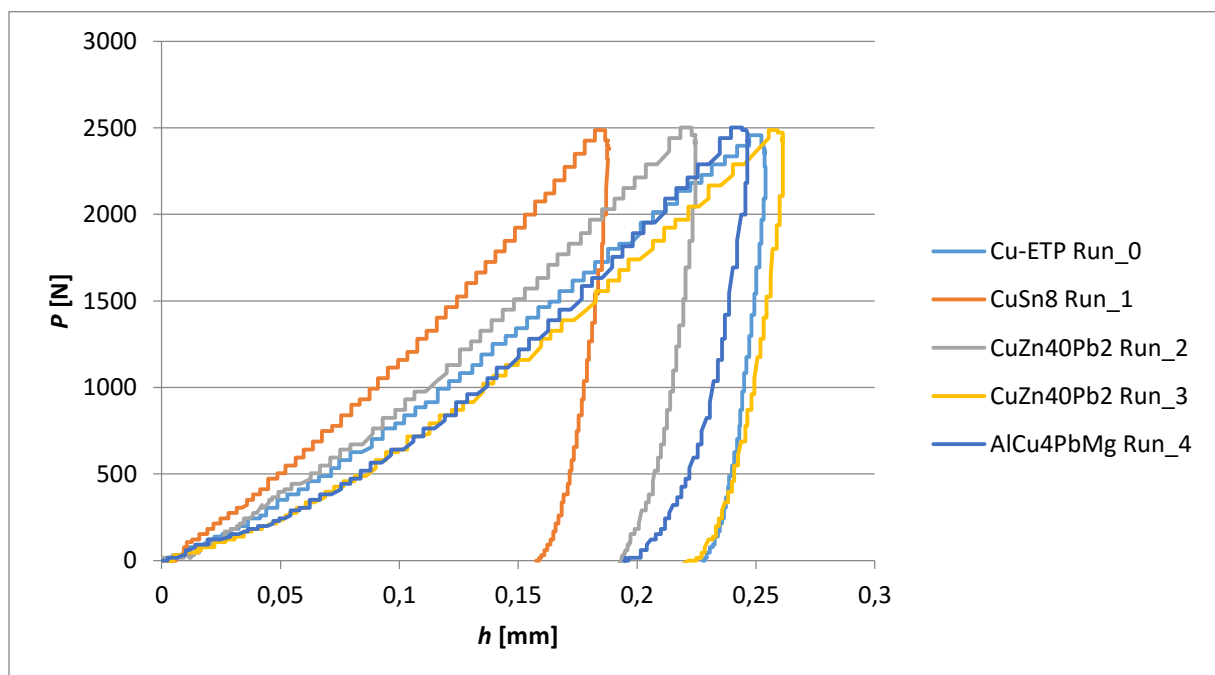
Materiál	Index zatížení k průměru $0,102 \cdot P/D^2$	Zatížení P [N]
AlCu4PbMg	10	2452
Cu-ETP	10	2452
CuSn8	10	2452
CuZn40Pb2	10	2452
S235JRC	30	7355
S355J2	30	7355
11SMn30	30	7355
E335GC	30	7355



Obrázek 61: Naměřené indentační křivky pro oceli.

Tabulka 12: Naměřené vlastnosti jednotlivých ocelí pro ověření metodiky.

Materiál	Run	E_{IT} [Nmm ⁻²]	HBW	W_t [mJ]	W_e [mJ]
11SMn30	0	220300	164	1199	148
E335	1	101365	178	1025	131
S235	2	212302	189	1045	159
S355	3	210034	192	1013	172
E335	4	194863	177	1065	138



Obrázek 62: Naměřené indentační křivky pro neželezné kovy.

Tabulka 13: Naměřené vlastnosti jednotlivých neželezných kovů pro ověření metodiky.

Materiál	Run	E_{IT} [Nmm ⁻²]	HBW	W_t [mJ]	W_e [mJ]
Cu-ETP	0	110171	69,8	283	24,0
CuSn8	1	69152	102	209	33,9
CuZn40Pb2	2	29656	84,0	243	31,7
CuZn40Pb2	3	59316	73,4	266	35,8
AlCu4PbMg	4	83820	82,7	244	42,5

5.4.1 Ověření výpočtu Brinellovy tvrdosti

Tvrdość podle Brinella se podle normy ČSN EN ISO 6506-1 určuje pomocí maximální síly, která na sférický indentor působila, P_{\max} , průměru sférického indentoru, D , a středního průměru zbytkového vtisku, d . Výpočet lze zjednodušit převodem idealizované plochy povrchu vtisku na hloubku zbytkového vtisku, h_r , viz vzorec číslo 36.

$$HBW = 0,102 * \frac{2 P}{\pi D^2 \left(1 - \sqrt{1 - \frac{d^2}{D^2}}\right)} = 0,102 * \frac{P_{\max}}{\pi D h_r} \quad (36)$$

Kde konstanta $0,102 \approx \frac{1}{9,806\ 65}$, ve které je 9,806 65 převodní faktor kgf na N. V tabulce číslo 14 jsou uvedeny naměřené hodnoty použité pro výpočet tvrdosti podle Brinella a vypočtené hodnoty určené z těchto hodnot a v posledním sloupci tvrdost podle Brinella určenou softwarem EXPIMERu. Výpočet probíhal následovně.

$$HBW_{AlCu4PbMg} = 0,102 * \frac{2502}{\pi * 5 * 0,195} = 83,4$$

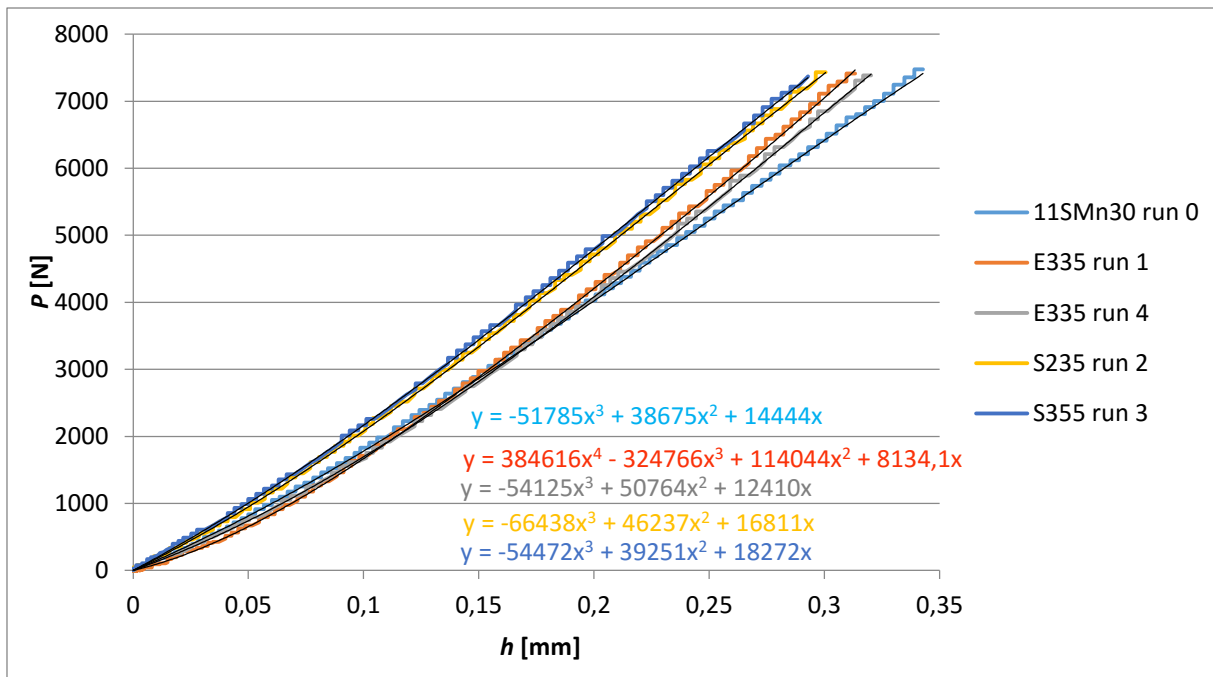
Tabulka 14: Tabulka naměřených hodnot použitých pro výpočet tvrdosti podle Brinella a porovnání s Brinellovou tvrdostí vypočítanou softwarem EXPIMERu.

	P_{\max} [N]	h_r [mm]	HBW	HBW _{sw}
AlCu4PbMg	2502	0,195	83,4	82,7
Cu-ETP	2457	0,228	70,1	69,8
CuSn8	2487	0,158	102	102
CuZn40Pb2 run_2	2502	0,193	84,0	84,0
CuZn40Pb2 run_3	2487	0,222	72,8	73,4
S235JRC	7431	0,257	188	189
S335J2	7370	0,249	192	192
11SMn30	7477	0,297	163	164
E335GC run_1	7416	0,269	179	178
E335GC run_4	7385	0,270	178	177

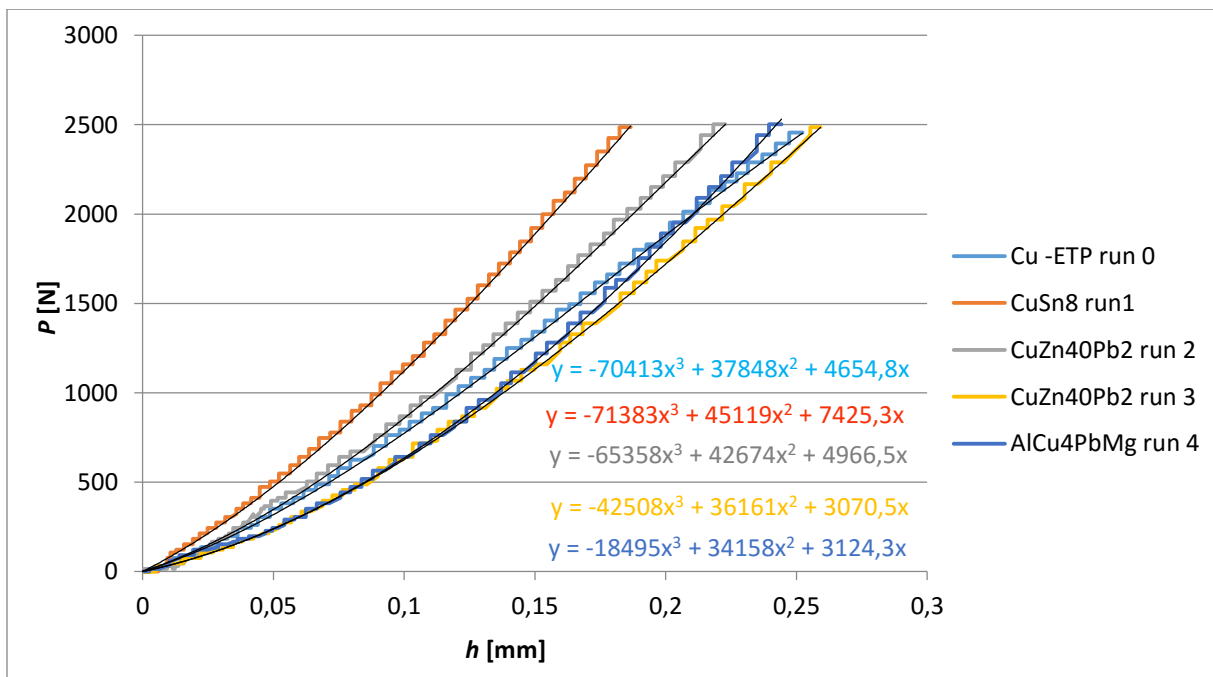
Z výsledků je zřejmé, že hodnoty tvrdosti podle Brinella určené softwarem EXPIMERu jsou korektní. Lze je proto při dalších měřeních považovat za správné.

5.4.2 Ověření výpočtu celkové práce vnikacího procesu

Celková práce vnikacího procesu je počítána jako plocha pod křivkou zatěžování. Jako první krok pro výpočet celkové práce je nutné aproximovat naměřenou křivku zatěžování vhodnou funkcí a v druhém kroku tuto funkci zintegrovat v příslušných mezích. Zatěžovací křivky byly proloženy funkcemi zobrazenými na obrázku 63 pro oceli a 64 pro neželezné kovy.



Obrázek 63: Aproximace zatěžovacích křivek pro oceli.



Obrázek 64: Aproximace zatěžovacích křivek pro neželezné kovy.

Výpočet plochy pod křivkou byl proveden například pro ocel 11SMn30 následovně.

$$W_t = \int_0^{h_{\max}} f(x) dx = \int_0^{0,343} -51\,785 x^3 + 38\,675 x^2 + 14\,444 x dx = 1190 \text{ mJ}$$

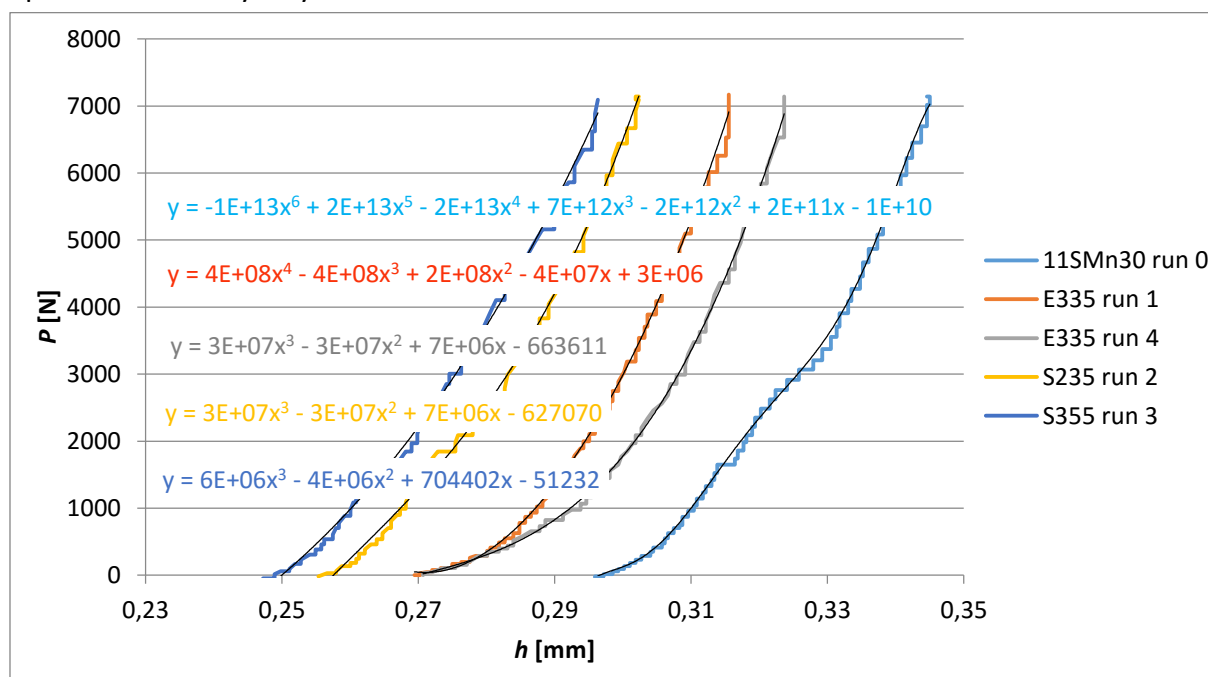
Pro tento i všechny další materiály je v tabulce číslo 15 uveden rozsah naměřených hloubek indentace v průběhu zatěžování (dolní a horní mez pro integraci). V dalším sloupci jsou uvedeny takto vypočítané hodnoty celkové práce vnikacího procesu a v posledním sloupci jsou uvedeny hodnoty určené pomocí softwaru EXPIMERu. Na základě těchto výsledků lze konstatovat, že je metoda určování celkové mechanické práce vnikacího procesu správná.

Tabulka 15: Tabulka naměřených hloubek při zatěžování (dolní a horní mez pro integraci) výsledky výpočtů celkové mechanické práce vnikacího procesu.

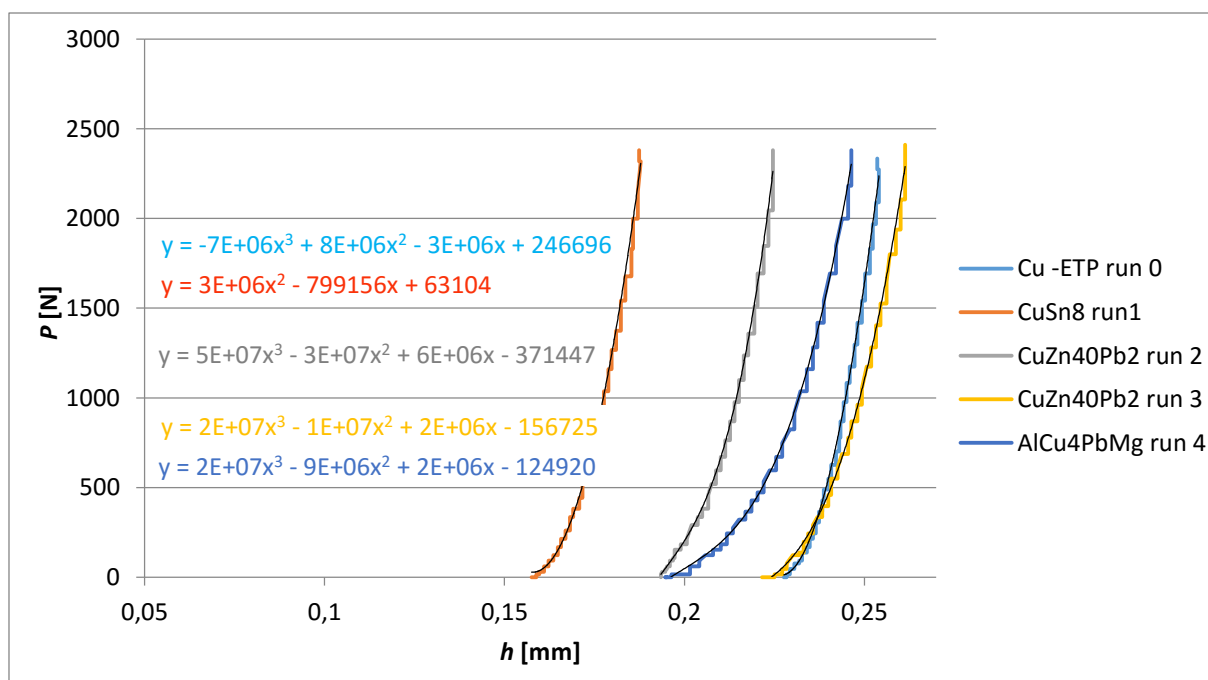
číslo měření	materiál	h_0 [mm]	h_{max} [mm]	W_t [mJ]	$W_{t,sw}$ [mJ]
run 0	11SMn30	0	0,343	1190	1199
run 1	E335	0	0,313	1019	1025
run 2	S235	0	0,301	1043	1045
run 3	S355	0	0,293	1012	1013
run 4	E335	0	0,320	1050	1065
run 0	Cu-ETP	0	0,252	280	283
run 1	CuSn8	0	0,187	205	209
run 2	CuZn40Pb2	0	0,223	241	243
run 3	CuZn40Pb2	0	0,259	265	266
run 4	AlCu4PbMg	0	0,244	243	244

5.4.3 Ověření výpočtu pružné práce vnikacího procesu

Z křivky odlehčování lze vyhodnotit pružnou zpětnou deformační práci vnikacího procesu. Postup je identický, jako v případě celkové mechanické práce vnikacího procesu. Na obrázcích číslo 65 a 66 jsou křivky odlehčování pro oceli, resp. neželezné kovy a jejich aproximační křivky a výsledné rovnice.



Obrázek 65: Aproximace křivek odlehčování a jejich rovnice pro oceli.



Obrázek 66: Aproximace křivek odlehčování a jejich rovnice pro neželezné kovy.

V případě křivek odlehčení se vyskytl problém přesnosti aproximace. Křivky sice aproximují naměřená data dobře, nicméně výsledné rovnice se členy typu $1 \cdot 10^{13}$ nejsou dostatečně přesné k tomu, aby bylo možné tímto způsobem vypočítat plochu pod danou křivkou. Výpočet by byl proveden stejným způsobem jako v bodě 5.4.2, jen s tím rozdílem, že by meze byly od hloubky zbytkového vtisku do maximální hloubky vnikacího procesu.

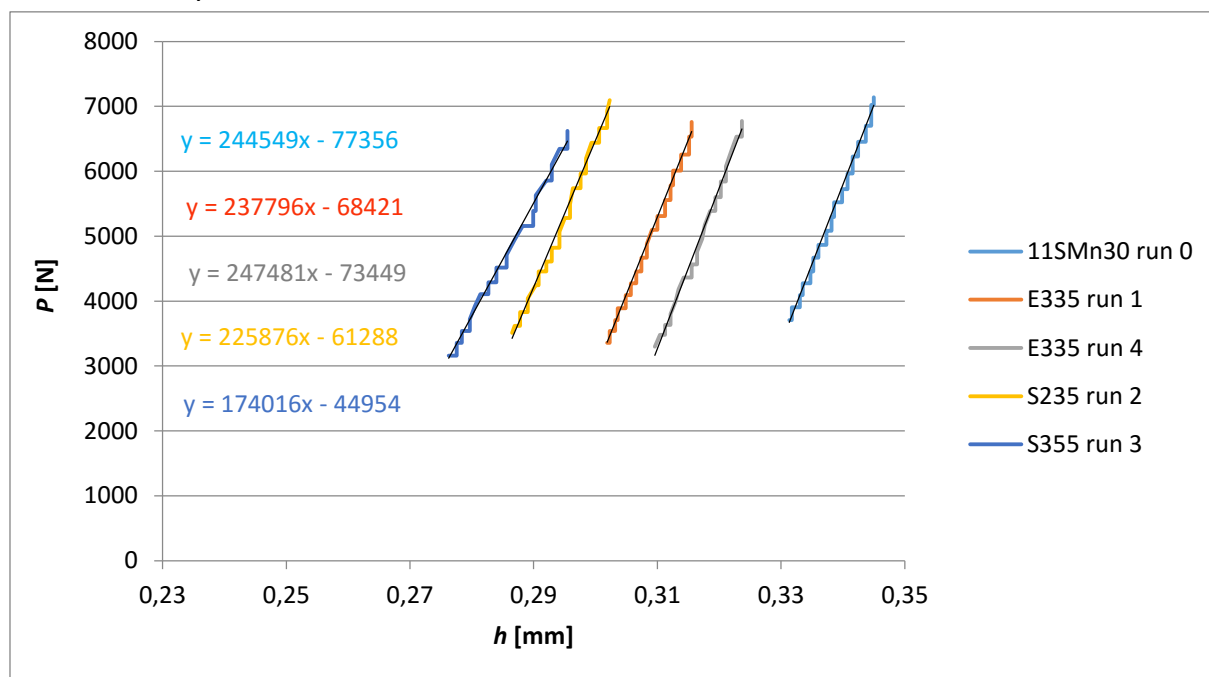
V tabulce číslo 16 jsou uvedeny hodnoty hloubek zbytkového vtisku a maximálních hloubek pro všechny měřené materiály. V dalším sloupci jsou uvedeny výsledky ze tří pokusů o výpočet pružné deformační práce vnikacího procesu. V posledním sloupci jsou výsledky určené pomocí softwaru EXPIMERu. Tyto hodnoty jsou počítané jinou metodou a vypadají spolehlivě.

Tabulka 16: Tabulka naměřených hloubek při odlehčování a výsledky výpočtů pružné zpětné deformační práce vnikacího procesu.

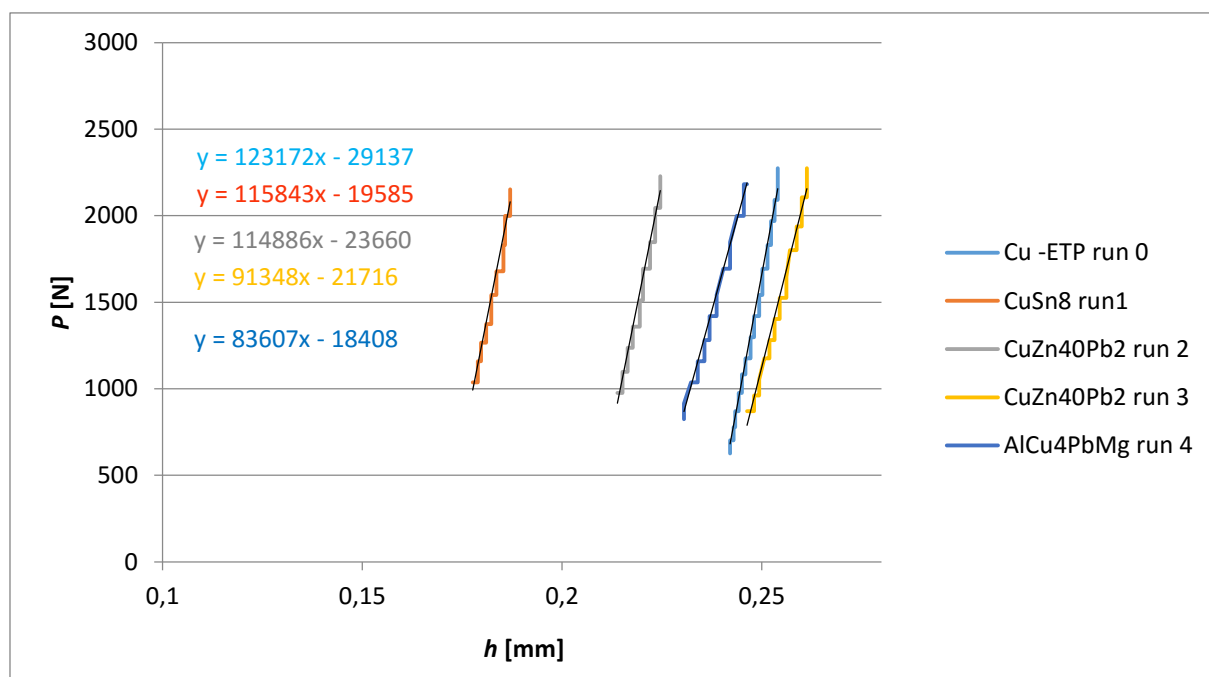
číslo měření	materiál	h_r [mm]	h_{max} [mm]	W_e [mJ]	$W_{e, SW}$ [mJ]
run 0	11SMn30	0,297	0,345	-3,2E+09	148
run 1	E335	0,269	0,316	-	131
run 2	S235	0,257	0,302	-	159
run 3	S355	0,249	0,296	-1646	172
run 4	E335	0,271	0,324	-	138
run 0	Cu-ETP	0,231	0,254	-	24,0
run 1	CuSn8	0,158	0,187	437	33,9
run 2	CuZn40Pb2	0,195	0,225	-	31,7
run 3	CuZn40Pb2	0,225	0,261	-	35,8
run 4	AlCu4PbMg	0,195	0,246	-	42,5

5.4.4 Ověření určení modulu pružnosti

Vtiskový modul je dalším ze základních zjišťovaných vlastností. Aproximované naměřené hodnoty počátků křivek odlehčování jsou znázorněny na obrázcích 67 pro oceli a 68 pro neželezné kovy.



Obrázek 67: Aproximované počátky odlehčovacích křivek při měření ocelí.



Obrázek 68: Aproximované počátky odlehčovacích křivek při měření neželezných kovů.

Z rovnic získaných pomocí aproximace počátků odlehčovacích křivek zjistíme jejich sklon a tedy kontaktní tuhost. Byly vyzkoušeny různé přepočty kontaktní tuhost na redukovaný modul pružnosti a následně na modul pružnosti vzorku. Zde jsou však uvedené jen ty nejpodstatnější.

Vzorci (2) resp. (13), uvedené v teoretické části, nedávají v případě sférické makroindentace reálné výsledky. Tyto vzorce odpovídají výpočtu podle normy ČSN EN ISO 14577-1. V prvním kroku se provádí přepočítání kontaktní tuhosti na redukovaný modul pružnosti podle vzorce:

$$E_{\text{red}} = \frac{S \sqrt{\pi}}{2 \sqrt{A_p}} = \frac{S}{2 a_c}$$

Za S byla dosazena směrnice přímky určena aproximací, neboli zjištěná kontaktní tuhost (viz obrázky 67 a 68) a promítnutá kontaktní plocha byla počítána z kontaktního poloměru při maximálním zatížení. Výsledky tohoto výpočtu jsou včetně vstupních hodnot uvedeny v tabulce číslo 17, ve sloupci označeném $E_{\text{red,ISO}}$. Druhý krok výpočtu podle normy se provádí pomocí vzorce (4). Hodnoty se tímto výpočtem příliš nezmění a tak lze konstatovat, že tyto hodnoty jsou velmi nízké a zcela jistě neodpovídají skutečnosti, a proto nelze tento výpočet využít u této metody měření.

Pokud řekneme, že pro výpočet platí $S = E_{\text{red}}$ a pokusíme se vypočítat hodnotu modulu pružnosti pouze podle druhého kroku normativního výpočtu, za použití vlastností indentoru uvedených v tabulce 7, vypadá výpočet pro ocel 11SMn30 takto:

$$E_{\text{IT ISO}} = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_{\text{red}}} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} = \frac{1 - 0,3^2}{\frac{1}{244\,549} - \frac{1 - 0,21^2}{640\,000}} = 352\,871 \text{ N mm}^{-2}$$

Výsledky pro všechny zkoušené materiály jsou uvedeny v tabulce 17 ve sloupci $E_{\text{IT ISO}}$. Hodnoty, které vyšly, jsou naopak příliš vysoké, proto nelze modul pružnosti počítat podle normy ČSN EN ISO 14577-1. Nakonec byl vyzkoušen ještě další výpočet uvedený v článku [23], kde se taktéž předpokládá, že zjištěná kontaktní tuhost je přímo redukovaný modul pružnosti, $S = E_{\text{red}}$. Výpočet je jednodušší, než v předchozích případech a pro ocel 11SMn30 vypadá takto:

$$E_{\text{IT}} = E_{\text{red}} (1 - \nu^2) = 244\,549 (1 - 0,3^2) = 222\,540 \text{ N mm}^{-2}$$

Výsledky z tohoto výpočtu modulu pružnosti jsou uvedeny v tabulce číslo 17, ve sloupci s hodnotami E_{IT} , tučným písmem. Celkové jsou tyto hodnoty mnohem lepší a také vypadají reálně. Jen některé hodnoty by měly být lepší, např. u oceli S355, u mosazi jsou značně rozdílné. Nicméně to může být způsobeno nepředvídatelným jevem, vadou v mikrostruktuře apod., neboť počet měření byl nízký. V posledním sloupci tabulky 17 jsou uvedeny hodnoty určené z počátku křivky zatěžování softwarem EXPIMERu.

Z porovnání výpočtu z křivky odlehčování a počátku křivky zatěžování (poslední dva sloupce tabulky 17) vyplývá, že polovina hodnot vychází přibližně stejně a v ostatních případech jsou většinou lepší hodnoty z odlehčovací křivky.

Tabulka 17: Tabulka vstupních a vypočtených hodnot modulu pružnosti.

číslo měření	materiál	S [N mm ⁻²]	ν [-]	a_c [mm]	$E_{red\ ISO}$ [N mm ⁻²]	$E_{IT\ ISO}$ [N mm ⁻²]	E_{IT} [N mm ⁻²]	$E_{IT,sw}$ [N mm ⁻²]
run 0	11SMn30	244 549	0,3	1,211	100 970	352 871	222 540	220 300
run 1	E335	237 796	0,3	1,156	102 853	337 760	216 394	101 365
run 2	S235	225 876	0,3	1,129	100 034	312 209	205 547	212 302
run 3	S355	174 016	0,3	1,102	78 955	215 354	158 355	210 034
run 4	E335	247 481	0,3	1,171	105 707	359 583	225 208	194 863
run 0	Cu-ETP	123 172	0,33	1,047	58 821	150 940	109 759	110 171
run 1	CuSn8	115 843	0,34	0,888	65 227	140 080	102 452	69 152
run 2	CuZn40Pb2	114 886	0,33	0,978	58 735	138 683	102 375	29 656
run 3	CuZn40Pb2	91 348	0,33	1,051	43 458	105 780	81 400	59 316
run 4	AlCu4PbMg	83 607	0,32	1,014	41 226	95 537	75 046	83 820

5.4.5 Určení závislosti napětí na deformaci

Pro určení dalších vlastností materiálu z indentačního měření je nutné určit závislost napětí na deformaci. Právě tato oblast indentačního měření je intenzivně zkoumána mnoha výzkumnými týmy po celém světě.

Indentační deformace, ε_{ind} , je obvykle definována jako $0,2 \frac{a_c}{R_i}$. Dále jsou používány výpočty např. $\varepsilon_{ind} = \frac{h_e}{2,4 a_c}$ [35]. Tyto konkrétní vzorce však nejsou vhodné pro určování koeficientu a exponentu deformačního zpevnění. Napětí se prakticky ve všech člancích řeší stejně. V oblasti Hookeova zákona je napětí vždy rovno součinu modulu pružnosti a indentační deformace. V oblasti za Hookeovým zákonem je to poměr síly a promítnuté kontaktní plochy. Toto střední napětí na kontaktní ploše, p_m , někdy též indentační napětí, σ_{ind} , nebo Meyerova tvrdost, HM, je však velmi vysoké a je potřeba jej nějakým způsobem snížit, kvůli správnému zjištění koeficientu deformačního zpevnění.

Vždy je ale potřeba nejprve určit kontaktní poloměr, což se provádí pomocí kontaktní hloubky. Tyto parametry se počítají například podle Xu a Chena [23] podle vzorců (37).

$$h_c = h - \frac{1}{2} \left(\frac{3P}{4E_{red}} \right)^{\frac{2}{3}} \left(\frac{1}{R_i} \right)^{\frac{1}{3}} \quad [\text{mm}] \quad (37)$$

$$a_c = \sqrt{2 h_c R_i - h_c^2} \quad [\text{mm}]$$

Napětí a deformaci určují ze vzorců (38), ve kterých je σ_u mez úměrnosti. Za pomoci koeficientů α a β , které nejprve volí rovny jedné, tím určí indentační napětí a deformaci a poté pomocí odhadu hodnot E , σ_y a n vypočítají hodnoty koeficientů α a β , pomocí kterých napětí a deformaci sníží. Zakomponováním těchto hodnot do výpočtu je určitým způsobem eliminován efekt pile-up, resp. sink-in chování materiálu. Pro druhý výpočet napětí byl místo odhadu exponentu deformačního zpevnění doplněn exponent zjištěný prvním výpočtem.

$$\sigma_{ind} = E_{IT} * \varepsilon_{ind} \quad [\text{Nmm}^{-2}]; \quad \varepsilon_{ind} \leq \sigma_u / E_{IT}$$

$$\sigma_{ind} = \frac{1}{\alpha} \frac{P}{\pi a_c^2} \quad [\text{Nmm}^{-2}]; \quad \varepsilon_{ind} \geq \sigma_u / E_{IT}$$

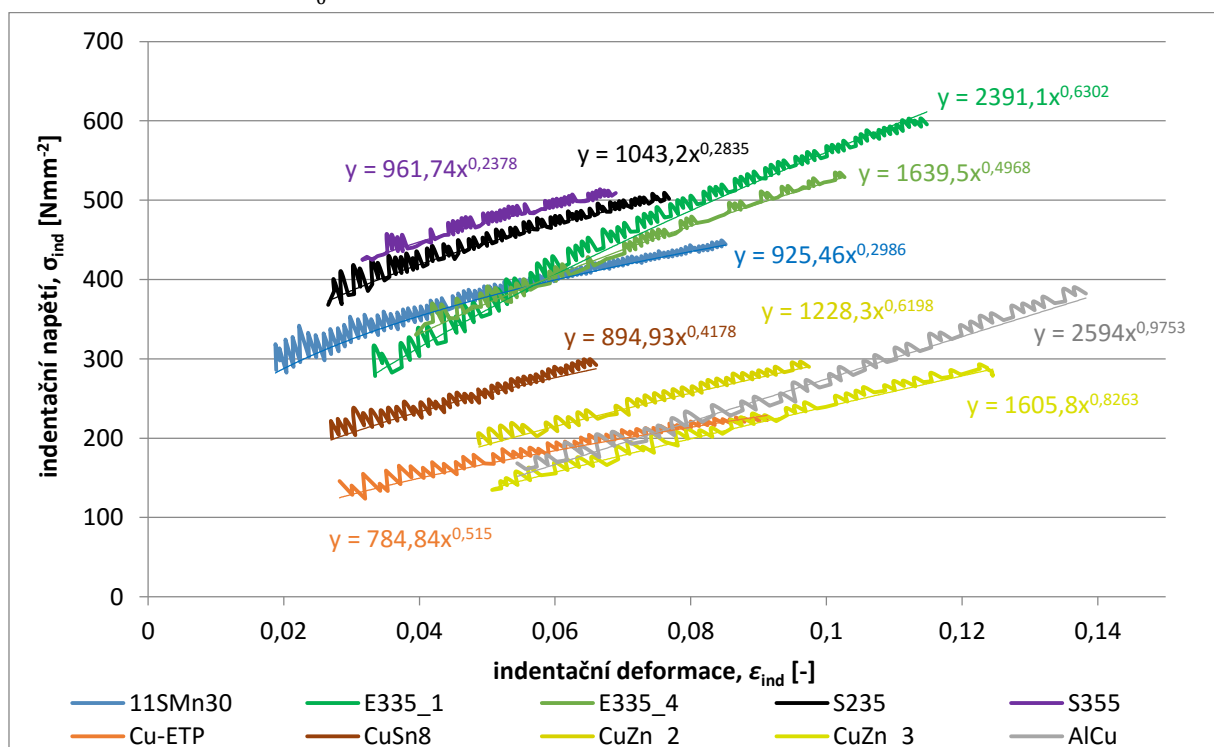
$$\varepsilon_{ind} = \frac{\beta}{\sqrt{1 - \left(\frac{a_c}{R_i} \right)^2}} \frac{a_c}{R_i} \quad [-] \quad (38)$$

Pomocí těchto vzorců byl proveden výpočet a byly získány části diagramů znázorněných na obrázku číslo 69. Znázorněny jsou napětí a deformace pouze za Hookeovým zákonem. Hodnoty koeficientu a exponentu deformačního zpevnění byly získány pomocí mocninné funkce v Excelu tak, jak je znázorněno na obrázku. Mocninná funkce je ve tvaru $\sigma_{ind} = K (\varepsilon_{ind})^n$. Výsledné hodnoty jsou uvedeny v tabulce číslo 18.

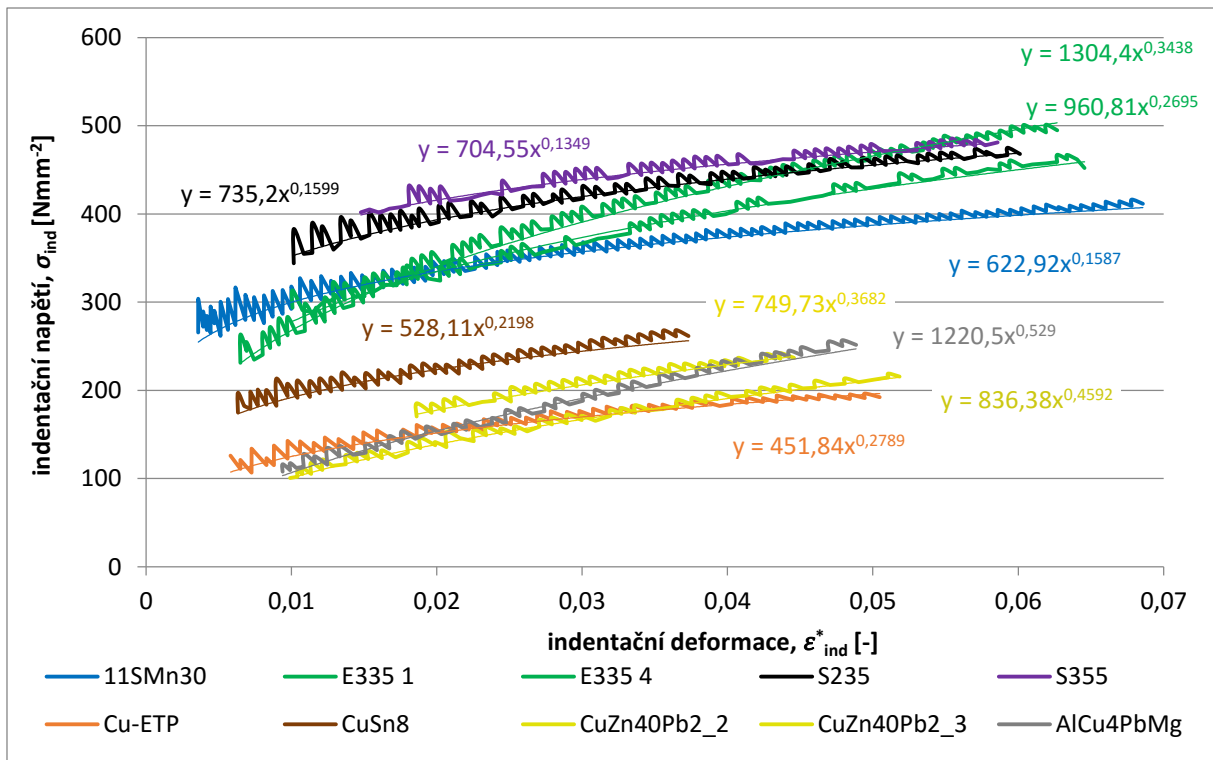
Další výpočet byl proveden se stejným napětím, určeným vzorcem (38), a deformace byla počítána pomocí vzorce (39), který vymyslel konzultant diplomové práce Mgr. Puchnin. Výsledek tohoto výpočtu je na obrázku 70 včetně aproximací mocninnou funkcí a výsledné hodnoty koeficientu a exponentu deformačního zpevnění jsou uvedeny v posledních dvou sloupcích tabulky číslo 18.

$$\varepsilon_{ind}^* = 1 - \frac{L_{D_0} - h}{L_{D_0}} [-] \quad (39)$$

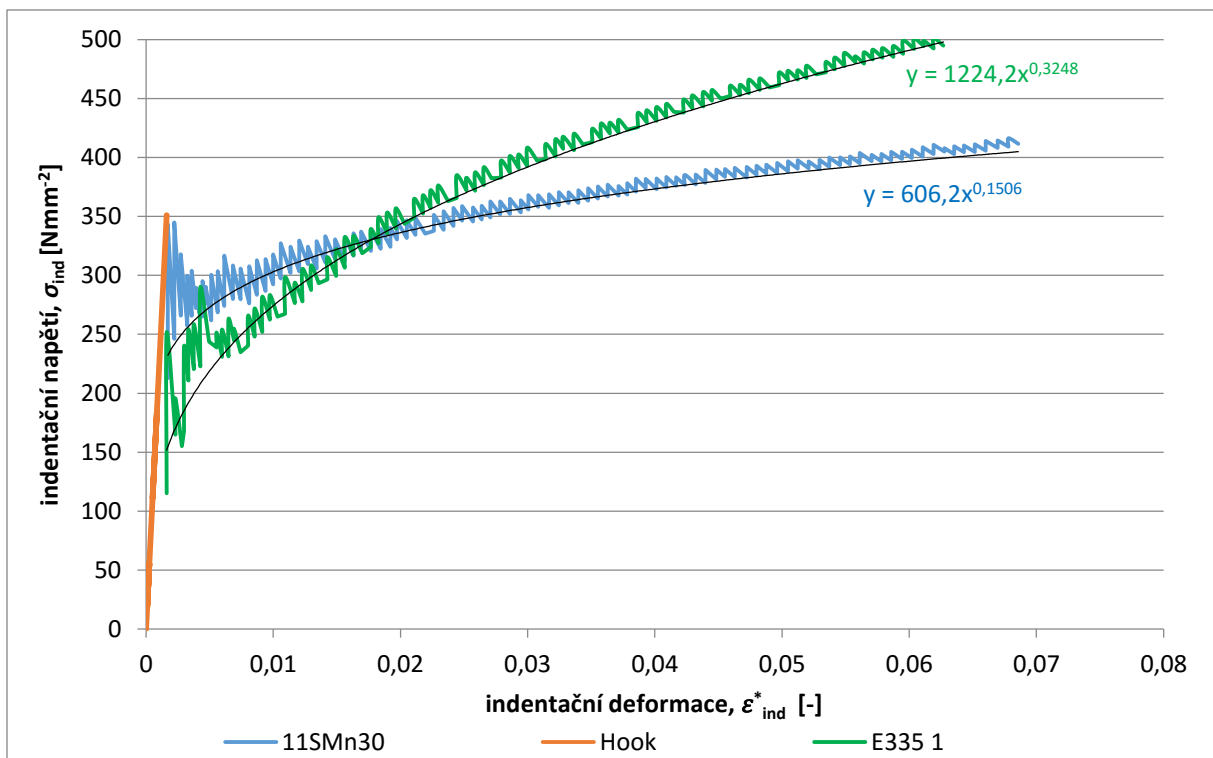
Ve vzorci (39) je L_{D_0} průměr sférického indentoru a h je aktuální měřená hloubka.



Obrázek 69: Části indentačních diagramů (σ_{ind} - ε_{ind}) určené ze vzorců (38).



Obrázek 70: Části indentačních diagramů ($\sigma_{ind}-\varepsilon_{ind}^*$), s napětím určeným podle Xu a Chena a deformací vypočtenou pomocí vzorce (39).



Obrázek 71: Celé indentační diagramy ($\sigma_{ind}-\varepsilon_{ind}^*$) pro oceli 11SMn30 a E335GC.

Na obrázku číslo 71 je celý indentační diagram oceli 11SMn30 a oceli E335GC. Oranžově je znázorněna část Hookeova zákona, na kterou navazuje plastická deformace, jejíž hodnoty jsou neupravené, a proto jsou trochu kostrbaté. Průsečík těchto částí značí mez úměrnosti. Teoreticky lze z diagramu odečíst i mez kluzu, kterou ale někteří autoři článků, např. [36],

považují za zmíněnou mez úměrnosti. Z příkladu těchto dvou ocelí je vidět, jak odlišně se obě oceli chovají.

Tabulka 18: Výsledky K a n z indentace podle různých výpočtů.

materiál	Obrázek č. 69		Obrázek č. 70	
	K [N mm ⁻²]	n [-]	K [N mm ⁻²]	n [-]
AlCu4PbMg	2594	0,975	1221	0,529
Cu-ETP	784	0,515	452	0,279
CuSn8	895	0,418	528	0,220
CuZn40Pb2	1606	0,826	750	0,368
	1228	0,620	836	0,459
S235JRC	1043	0,284	735	0,160
S355	962	0,238	705	0,135
11SMn30	925	0,299	623	0,159
E335	2391	0,630	1304	0,344
	1640	0,497	961	0,270

Podle tabulky číslo 18 lze konstatovat, že výpočet podle Xu a Chena se na určování koeficientu a exponentu deformačního zpevnění příliš nehodí, avšak za pomoci jejich výpočtu napětí a vzorce (39), byly určeny zajímavé hodnoty K a n . U slitiny hliníku však zjištěné hodnoty nejsou moc reálné. Hodnoty zjištěné tímto způsobem by bylo dobré ověřit zkouškou tahem.

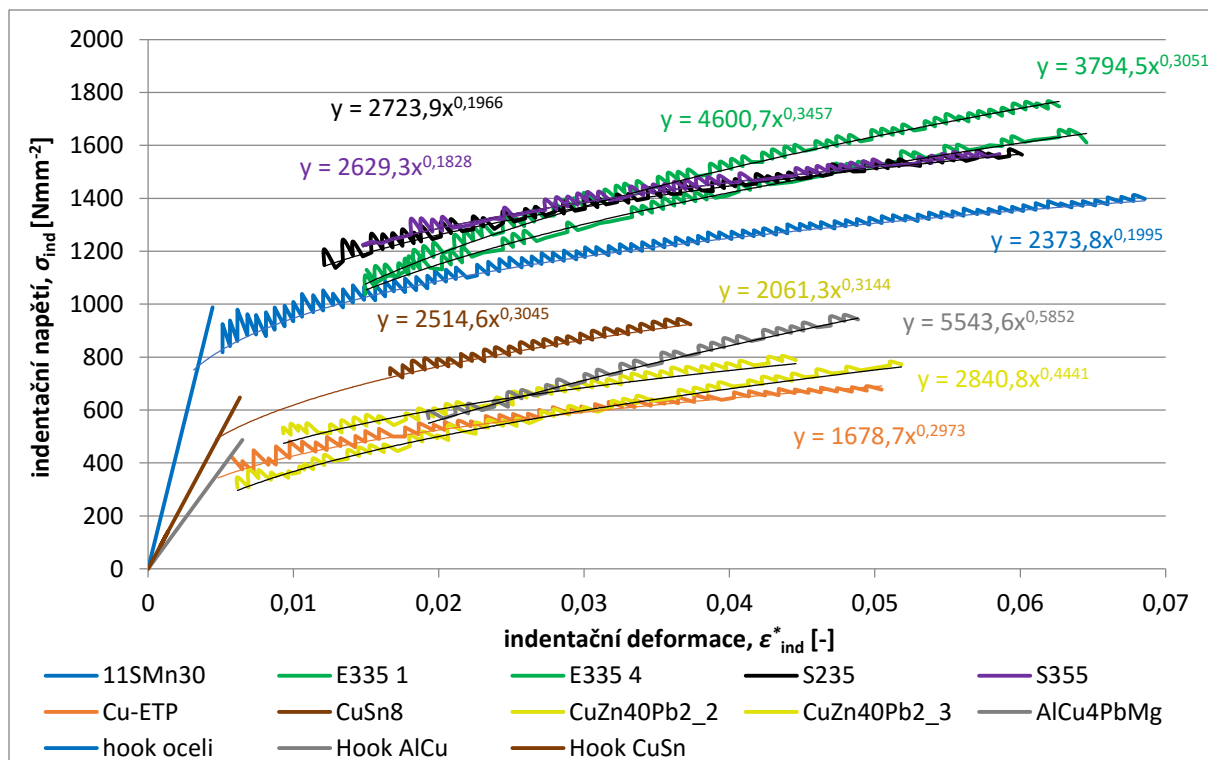
Zatímco autoři předchozího modelu pro výpočet napětí zakomponovali korekci pro pile-up/sink-in chování do konstant α a β , vytvořil Matthews již výpočet kontaktní hloubky v závislosti na exponentu deformačního zpevnění, který toto chování materiálů ovlivňuje nejvíce. Kontaktní hloubku a kontaktní poloměr vyjádřil vzorci (40), uvedené v článku [23].

$$\begin{aligned}
 h_c &= h c^2 [\text{mm}] \\
 c^2 &= \frac{1}{2} \left(\frac{2+n}{2} \right)^2 \left(\frac{1}{n} - 1 \right) [-] \\
 a_c &= \sqrt{2 h_c R_i - h_c^2} [\text{mm}]
 \end{aligned} \tag{40}$$

Indentační napětí se počítá stejným způsobem jako v předchozích případech, jen bez konstanty α , podle vzorců (41). Odpovídá tedy již zmíněné Meyerově tvrdosti. Deformace byla počítána pomocí vzorce (39), jako v předchozím případě. Výsledný diagram včetně aproximací mocninnou funkcí je znázorněn na obrázku číslo 72.

$$\begin{aligned}
 \sigma_{\text{ind}} &= E_{\text{IT}} * \varepsilon_{\text{ind}} [\text{Nmm}^{-2}]; \quad \varepsilon_{\text{ind}} \leq \sigma_u / E_{\text{IT}} \\
 \sigma_{\text{ind}} &= \frac{P}{\pi a_c^2} [\text{Nmm}^{-2}]; \quad \varepsilon_{\text{ind}} \geq \sigma_u / E_{\text{IT}}
 \end{aligned} \tag{41}$$

Jelikož napětí závisí na kontaktní ploše, bylo nutné také předpokládat exponent deformačního zpevnění. Poté bylo provedeno vždy několik iterací, kam byl jako vstup pro výpočet kontaktní plochy dosazován výsledek z předchozí aproximace vypočtených dat mocninnou funkcí.



Obrázek 72: Výpočet napětí podle vzorců (41) a deformace podle (39).

Z obrázku číslo 72 je zřejmé, že koeficienty deformačního zpevnění jsou vysoké, hodnoty exponentu deformačního zpevnění jsou také zajímavé. Získané napětí je potřeba dále korelovat s napětími ze zkoušky tahem, čímž se změní i hodnota koeficientu deformačního zpevnění. Tato metoda je velmi zajímavá kvůli jiným výsledkům korekce pile-up/sink-in chování materiálů. Zjištěné hodnoty je potřeba ověřit zkouškou tahem.

5.5 Naměřené a vypočtené hodnoty

5.5.1 Zkouška tahem

Zkouška tahem byla provedena na ústavu strojírenské technologie na trhacím stroji popsaném v kapitole 5.2.3.

Měření a následné vyhodnocení bylo provedeno v souladu s normou ČSN EN ISO 6892-1 [37]. Vzorky byly poměrové dlouhé tyče kruhového průřezu, popsané více v kapitole 5.1.1. Zkušební metodou byla zvolena metoda A, tedy zkušební rychlost vycházející z řízení deformační rychlosti, a to ze zkoušené délky, $L_c = 84 \text{ mm}$. Deformační rychlost byla řízena konstantní rychlostí posuvu příčnicku $v_c = 2 \text{ mm/min}$. Deformační rychlost pak odpovídá hodnotě $\dot{\epsilon}_{L_c} = 0,00039 \text{ s}^{-1}$.

Na ústavu strojírenské technologie bylo dále provedeno pomocí laserového průtahoměru, který měřil deformaci střední části tyče o délce 50 mm. Na vzorcích byly ještě označeny délky 40 a 80 mm pro zjištění dalších tažností (krátké a dlouhé poměrové zkušební tyče).

Výsledky z měření byly určeny pomocí softwaru, ze kterého byl následně vygenerován protokol o zkoušce každého vzorku. Tyto hodnoty byly také kontrolovány a případně opraveny ručně, pomocí programu Microsoft Excel.

Byly zkoušeny dva vzorky od každého materiálu. Vždy byl jeden z nich na obou koncích označen čárkou (v tabulce označené lomítkem) pro konkrétní identifikaci vzorků. Výsledky vlastností materiálů, modulu pružnosti, E , meze kluzu, $R_{p0,2}$, meze pevnosti, R_m , a tažnosti dlouhé poměrové tyče, $A_{11,3}$, jsou uvedeny v tabulce číslo 19. Ze dvou naměřených hodnot byla vypočtena průměrná hodnota.

Tabulka 19: Tabulka základních naměřených vlastností použitých materiálů.

Materiál	Označení	E [Nmm ⁻²]	$R_{p0,2}$ [Nmm ⁻²]	R_m [Nmm ⁻²]	$A_{11,3}$ [%]
Slitina hliníku	AlCu4PbMg	72 743	419	489	10,6
Slitina hliníku /		73 086	426	487	8,2
průměr		72 915	423	488	9,4
Měď	Cu-ETP	109 415	340	345	8,5
Měď /		127 901	345	347	7,6*
průměr		118 568	342	346	8,5
Bronz	CuSn8	102 136	399	520	32,3
Bronz /		118 887	394	518	35,1
průměr		110 511	397	519	33,7
Mosaz	CuZn40Pb2	70 631	356	423	15,6
Mosaz /		65 078	322	421	18,3
průměr		67 855	339	422	16,9
Ocel 1	S235JRC	224 542	528	555	9,5
Ocel 1 /		198 955	528	553	7,3
průměr		211 749	528	554	8,4
Ocel 2	S355J2	207 764	584	644	8,0
Ocel 2 /		196 420	572	636	7,6
průměr		202 092	578	640	7,8
Ocel 3	11SMn30	197 870	664	667	5,5
Ocel 3 /		201 734	659	661	3,4
průměr		199 802	661	664	4,4
Ocel 4	E335GC	201 013	659	850	3,6
Ocel 4 /		239 596	675	853	4,3
průměr		-	667	851	3,9

* zkouška neskončila lomem

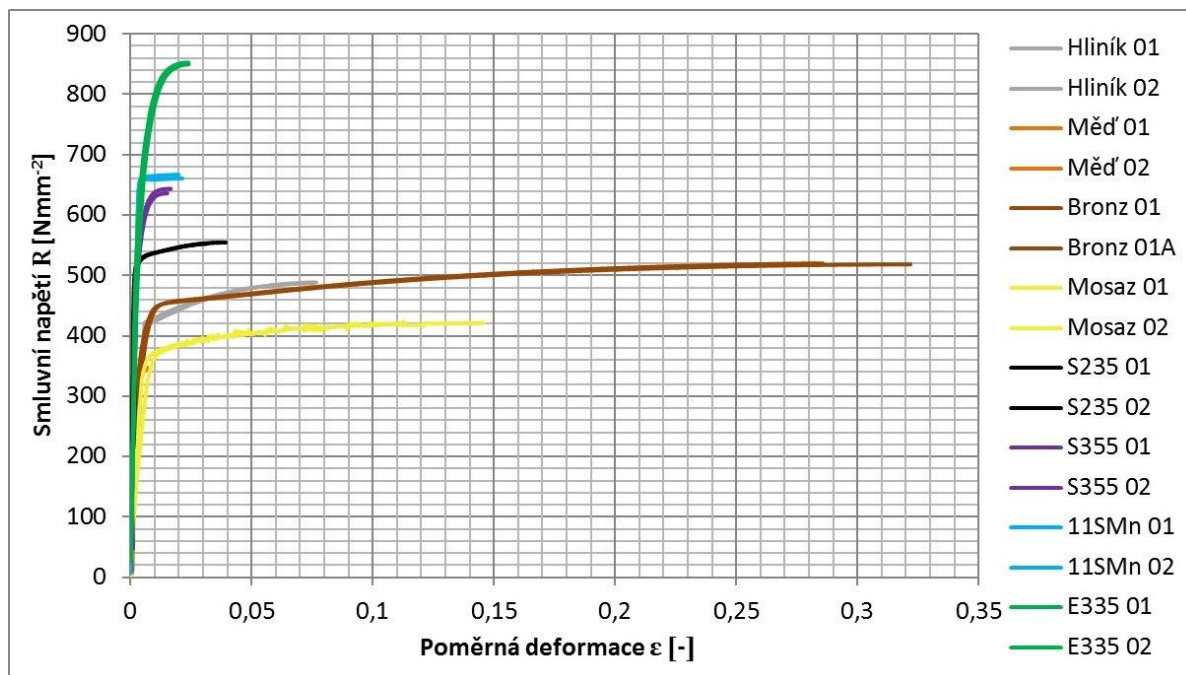
Na obrázku číslo 73 je smluvní diagram všech měřených materiálů a na obrázku číslo 74 je skutečný diagram všech měřených materiálů. Naměřená data v těchto diagramech končí na mezi pevnosti.

Smluvní tahový diagram (smluvní napětí, R , poměrná deformace, ε) byl vypočítán podle vzorců (42), ve kterém je S_0 počáteční průřezová plocha zkoušené délky a ΔL_e je prodloužení měřené průtahoměrem.

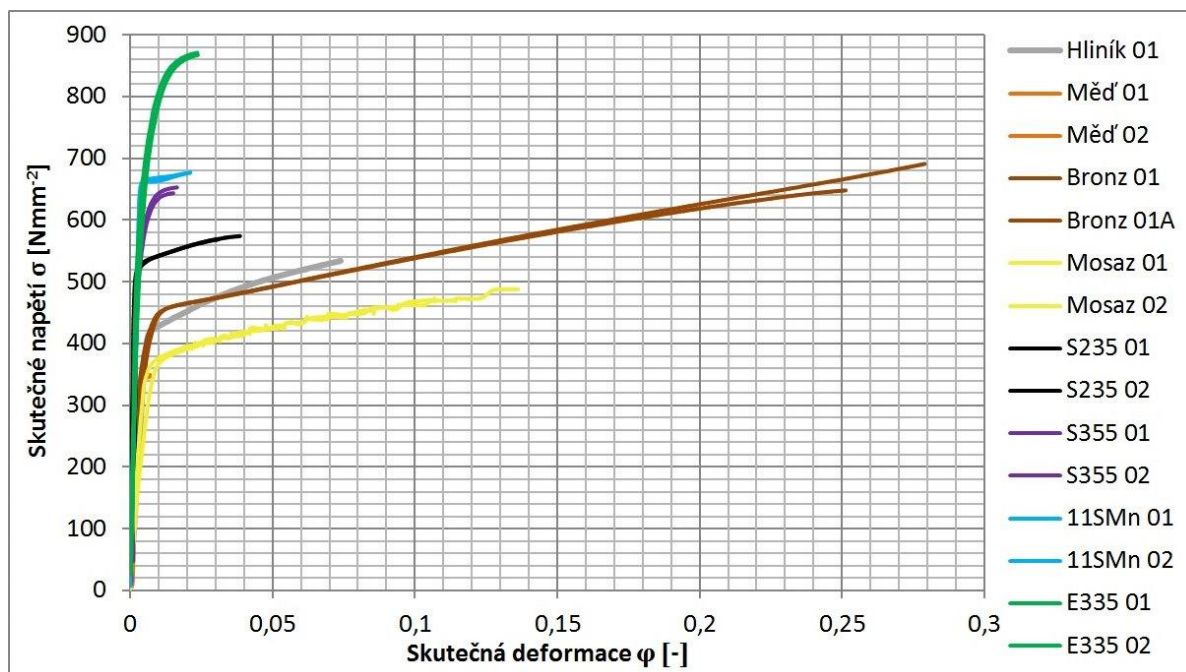
$$R = \frac{P}{S_0} [\text{Nmm}^{-2}], \quad \varepsilon = \frac{\Delta L_e}{L_e} [-] \quad (42)$$

Skutečný diagram (skutečné napětí, σ , skutečná deformace, φ) byl vypočítán podle vzorců (43), kde S_A je aktuální průřezová plocha zkoušené délky.

$$\sigma = \frac{P}{S_A} [\text{Nmm}^{-2}], \quad \varphi = \ln(1 + \varepsilon) [-] \quad (43)$$



Obrázek 73: Smluvní tahový diagram měřených materiálů.



Obrázek 74: Skutečný tahový diagram měřených materiálů.

Ze skutečného diagramu byly dále zjišťovány hodnoty koeficientu a exponentu deformačního zpevnění, K a n , proložením jeho části mocninnou funkcí pomocí Excelu. Mnohé materiály bohužel nemají příliš vzdálenou mez kluzu od meze pevnosti.

Dále byly zjišťovány koeficienty deformačního zpevnění, K , vypočtené pomocí vzorce (44) [32], kde σ_u je mez úměrnosti odečtená z diagramu a hodnoty E a n jsou hodnoty též určené zkouškou tahem, resp. z předchozí aproximace dat mocninnou funkcí.

$$K = \sigma_u \left(\frac{E}{\sigma_u} \right)^n \quad [\text{Nmm}^{-2}] \quad (44)$$

Výsledky z aproximace dat mocninnou funkcí a vstupní hodnoty pro výpočet vzorce (44) jsou uvedeny v tabulce číslo 20.

Tabulka 20: Hodnoty K a n odečtené z diagramu a vypočtené ze vzorce (44).

materiál	diagram		výpočet		
	K [Nmm ⁻²]	n [-]	σ_u [Nmm ⁻²]	E [Nmm ⁻²]	K [Nmm ⁻²]
AlCu4PbMg	714	0,117	376	72 915	746
Cu-ETP	406	0,030	240	109 415	292
	435	0,046	240	103 806	299
CuSn8	848	0,197	315	102 136	1011
	830	0,189	290	118 887	1189
CuZn40Pb2	643	0,138	300	70 631	584
	591	0,099	320	65 078	600
S235JRC	651	0,039	490	198 955	658
	647	0,037	500	224 542	670
S355J2	983	0,101	500	207 764	580
	936	0,088	460	196 420	548
11SMn30	760	0,025	620	197 870	699
	803	0,037	630	201 734	755
E335GC	1732	0,185	500	201 013	665
	1570	0,157	510	239 596	660

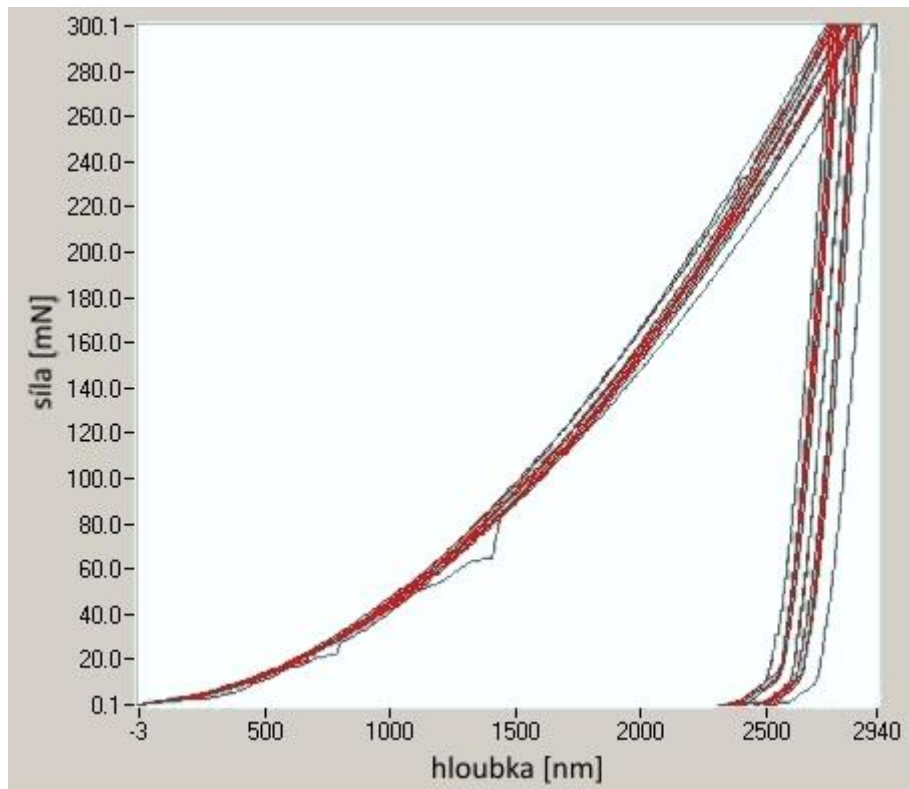
Hodnoty koeficientu deformačního zpevnění se v mnoha případech shodují, více rozdílné jsou jen u obou hodnot oceli S355J2 a u obou hodnot oceli E335GC. Je nutné zmínit, že se napětí na mezi úměrnosti odečítalo velmi obtížně, jelikož jsou v diagramu v oblasti Hookeova zákona nelinearity způsobené nízkou přesností laserového průtahoměru.

Zjištěné hodnoty ze zkoušky tahem jsou považovány za skutečné vlastnosti zkoušených materiálů (mimo některých hodnot K a n). S těmito hodnotami a diagramy jsou v kapitole 5.6 porovnávány hodnoty a diagramy zjištěné instrumentovanou vnikací zkouškou.

5.5.2 Mikroindentace

Vnikací zkouška v měřítku mikro byla provedena kvůli zjištění anizotropie vlastností v příčném a podélném směru. Experiment byl proveden v souladu s normou ČSN EN ISO 14577-1 [31]. Bylo využito měřicího zařízení NanoTest popsaného v kapitole 5.2.4, s indentorem typu Berkovich. Maximální síla byla zvolena 300 mN pro všechny materiály. Rychlost zatěžování a odlehčování byla zvolena 0,625 mN/s. Výdrž na maximálním zatížení byla 10 s.

Každý materiál byl měřen 10× v příčném a 10× v podélném řezu (příklad naměřených hodnot je na obrázku číslo 75), vždy na jedné přímce. Jednotlivé vpichy byly od sebe vzdálené 30 μm. Z naměřených dat byly vypočteny průměrné hodnoty a jejich směrodatné odchylky. Dále byly vypočteny průměrné hodnoty zjišťovaných vlastností z obou řezů a směrodatná odchylka těchto hodnot. Mezi zjišťované vlastnosti mikroindentací patří vtisková tvrdost, H_{IT} , vtiskový modul, E_{IT} , elastická práce vnikacího procesu, W_e , a její podíl z celkové práce, η_{IT} , a nakonec plastická část práce vnikacího procesu, W_p , a její podíl z celkové práce, $100 - \eta_{IT}$. Všechny tyto vlastnosti s jejich směrodatnými odchylkami, σ_{sm} , jsou uvedeny v tabulkách číslo 21 a 22.



Obrázek 75: Naměřené indentační křivky CuZn40Pb2 v příčném řezu mikroindentací.

Tabulka 21: Vtisková tvrdost, redukovaný a vtiskový modul pružnosti měřených materiálů určené pomocí mikroindentace.

materiál	směr měření	H_{IT}		E_{red}		E_{IT}	
		[kNmm ⁻²]	σ_{sm} [kNmm ⁻²]	[kNmm ⁻²]	σ_{sm} [kNmm ⁻²]	[kNmm ⁻²]	σ_{sm} [kNmm ⁻²]
AlCu4PbMg	podélný	2,01	0,04	114,6	1,8	102,8	1,6
	příčný	1,96	0,05	101,0	1,7	90,7	1,5
	průměr	1,98	0,05	107,8	7,0	96,8	6,3
Cu-ETP	podélný	1,90	0,04	164,2	8,4	146,3	7,5
	příčný	1,94	0,11	180,5	8,1	160,9	7,2
	průměr	1,92	0,09	172,4	11,6	153,6	10,3
CuSn8	podélný	2,95	0,22	153,7	3,1	135,9	2,7
	příčný	2,64	0,27	163,0	2,4	144,2	2,1
	průměr	2,80	0,29	158,3	5,4	140,0	4,8
CuZn40Pb2	podélný	2,20	0,07	128,3	6,3	114,3	5,7
	příčný	2,10	0,07	128,1	4,6	114,2	4,1
	průměr	2,15	0,09	128,2	5,5	114,3	4,9
S235JRC	podélný	3,38	0,13	244,2	7,8	223,7	7,1
	příčný	3,21	0,07	253,0	14,1	223,2	13,0
	průměr	3,29	0,13	248,6	12,2	223,4	11,2
S355J2	podélný	3,30	0,23	241,9	10,7	221,6	9,8
	příčný	3,20	0,26	223,6	8,8	204,8	8,1
	průměr	3,25	0,25	232,7	13,4	213,2	12,3
11SMn30	podélný	3,51	0,28	236,4	11,0	209,1	9,8
	příčný	3,71	0,13	259,8	8,7	229,8	7,7
	průměr	3,61	0,24	248,1	15,3	219,4	13,6
E335GC	podélný	4,24	0,40	234,3	14,7	214,7	13,4
	příčný	4,13	0,17	233,3	12,1	213,7	11,1
	průměr	4,19	0,32	233,8	13,5	214,2	12,4

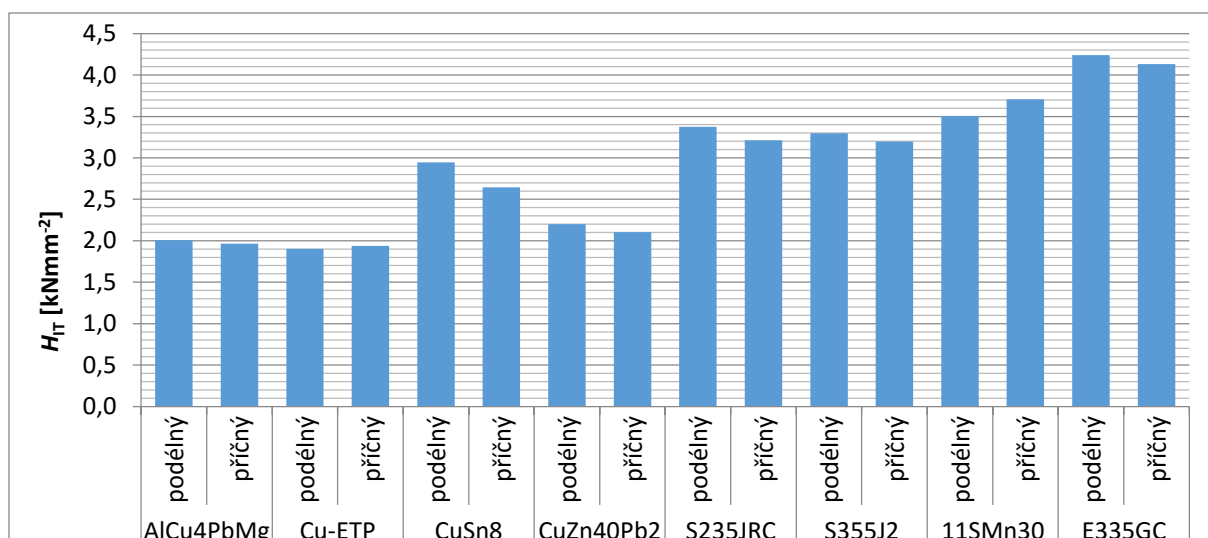
Vtisková tvrdost se v podélném a příčném řezu výrazněji liší jen u CuSn8 a u ocelí S235JRC a 11SMn30. Naopak téměř shodné jsou u AlCu4PbMg, Cu-ETP a u oceli E335GC. U ostatních materiálů jsou relativně málo rozdílné. Naměřené hodnoty vtiskové tvrdosti jsou znázorněny na obrázku 76. Chyba měření je nejvyšší u bronzu, CuSn8, přibližně 10 %, nepatrně nižší je u oceli E335GC. Nejlepší výsledky jsou u slitiny hliníku AlCu4PbMg, a to s chybou přibližně 2 %.

Vtiskový modul je počítán z redukovaného modulu pružnosti podle normy ČSN EN ISO 14577-1, ze vzorce (4), také uvedeného v kapitole 5.4.4. U CuZn40Pb2, S235JRC a E335GC je téměř shodný v obou směrech měření. U ostatních materiálů se liší přibližně o 7-10 %. Naměřené hodnoty vtiskového modulu jsou porovnány na obrázku 77. Chyby měření vtiskového modulu se pohybují kolem 5 %, nejnižší je opět u slitiny hliníku, přibližně 1,5 %.

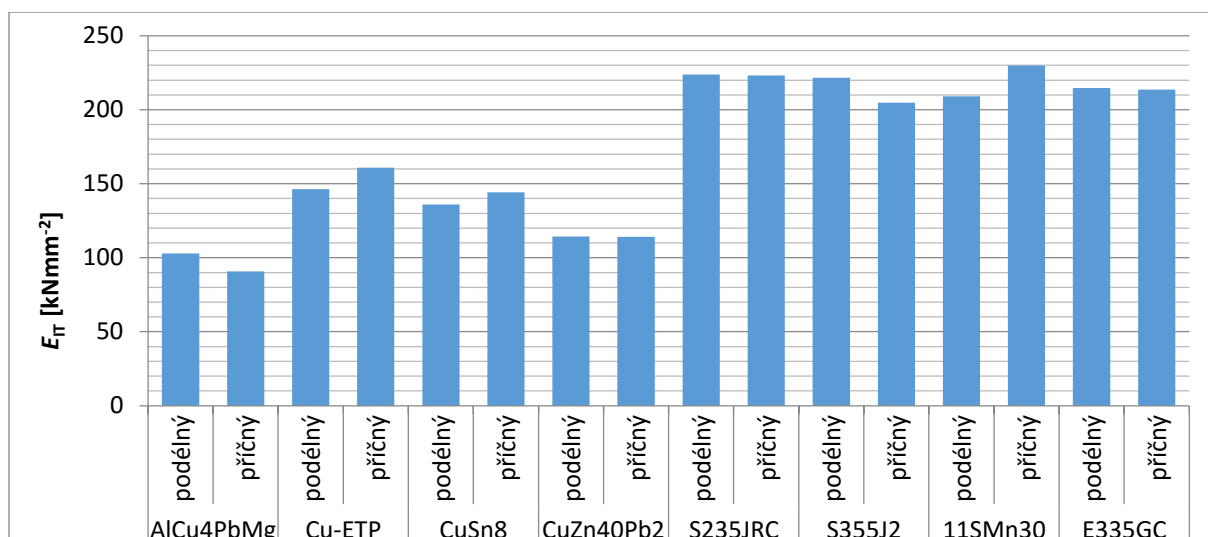
Tabulka 22: Elastická, plastická práce vnikacího procesu a jejich podíl z celkové práce vnikacího procesu měřených materiálů určené pomocí mikroindentace.

materiál	směr měření	W_e [nJ]	σ_{sm} [nJ]	η_{IT} [%]	W_p [nJ]	σ_{sm} [nJ]	$100 - \eta_{IT}$ [%]
AlCu4PbMg	podélný	33,6	0,8	11,0	272,5	6,5	89,0
	příčný	36,8	0,9	11,6	280,2	5,5	88,4
	průměr	35,2	1,8	11,3	276,3	7,1	88,7
Cu-ETP	podélný	25,2	2,2	7,8	296,4	7,2	92,2
	příčný	22,1	0,9	6,9	296,1	10,3	93,1
	průměr	23,6	2,3	7,4	296,3	9,0	92,6
CuSn8	podélný	32,1	1,1	12,6	222,1	10,9	87,4
	příčný	28,6	1,5	10,6	240,1	16,8	89,4
	průměr	30,3	2,2	11,6	231,1	16,8	88,4
CuZn40Pb2	podélný	33,3	2,0	11,4	260,3	7,0	88,6
	příčný	32,1	1,3	10,7	267,0	8,8	89,3
	průměr	32,7	1,8	11,0	263,7	8,6	89,0
S235JRC	podélný	21,6	0,3	8,9	220,1	9,8	91,1
	příčný	20,1	1,5	8,3	223,2	6,0	91,7
	průměr	20,9	1,3	8,6	221,6	8,3	91,4
S355J2	podélný	21,5	1,9	8,9	221,0	10,3	91,1
	příčný	23,1	1,5	9,6	216,2	11,8	90,4
	průměr	22,3	1,9	9,3	218,6	11,4	90,7
11SMn30	podélný	22,2	1,0	9,7	206,3	7,2	90,3
	příčný	21,2	1,0	9,6	200,5	6,0	90,4
	průměr	21,7	1,1	9,6	203,4	7,2	90,4
E335GC	podélný	25,5	2,4	12,1	186,1	12,7	87,9
	příčný	25,3	1,4	11,8	188,2	6,8	88,2
	průměr	25,4	2,0	12,0	187,1	10,4	88,0

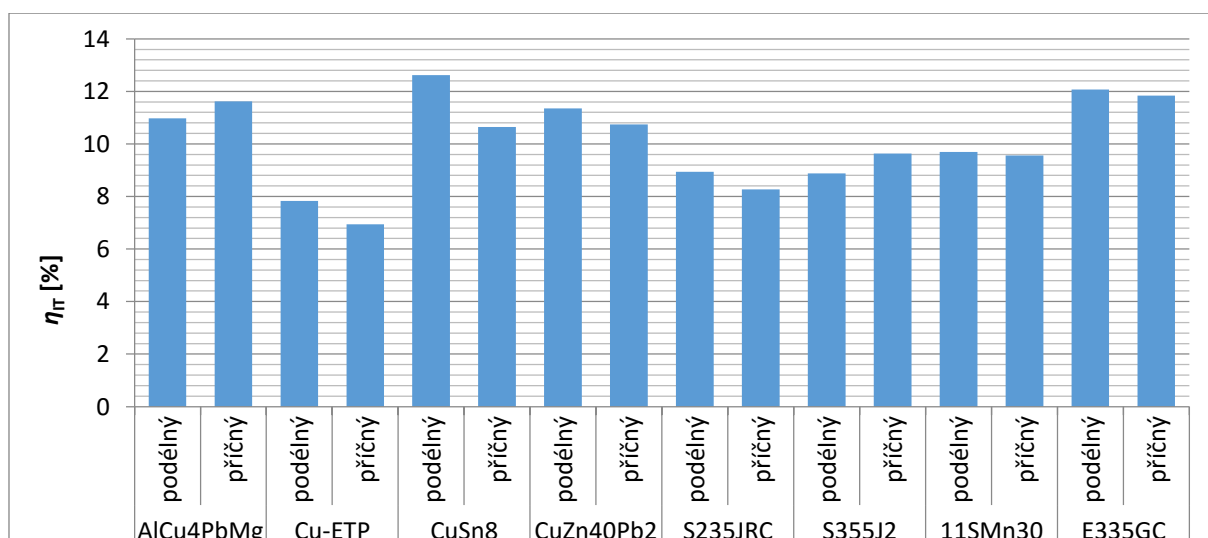
Pružná zpětná deformační práce vnikacího procesu je určena s přesností kolem 5 %, ale maximální chyba měření je 10 %. Elastická část práce vnikacího procesu je 8-12 %, u mědi klesá až k 7 %. Tento podíl práce je porovnán na obrázku 78 pro oba řezy všech měřených materiálů. Plastická část práce je zbytek vykonané práce. Plastická deformační práce je určena s přesností od 2 do 7 %.



Obrázek 76: Hodnoty vtiskové tvrdosti zjištěné mikroindentací.



Obrázek 77: Hodnoty vtiskového modulu zjištěné mikroindentací.

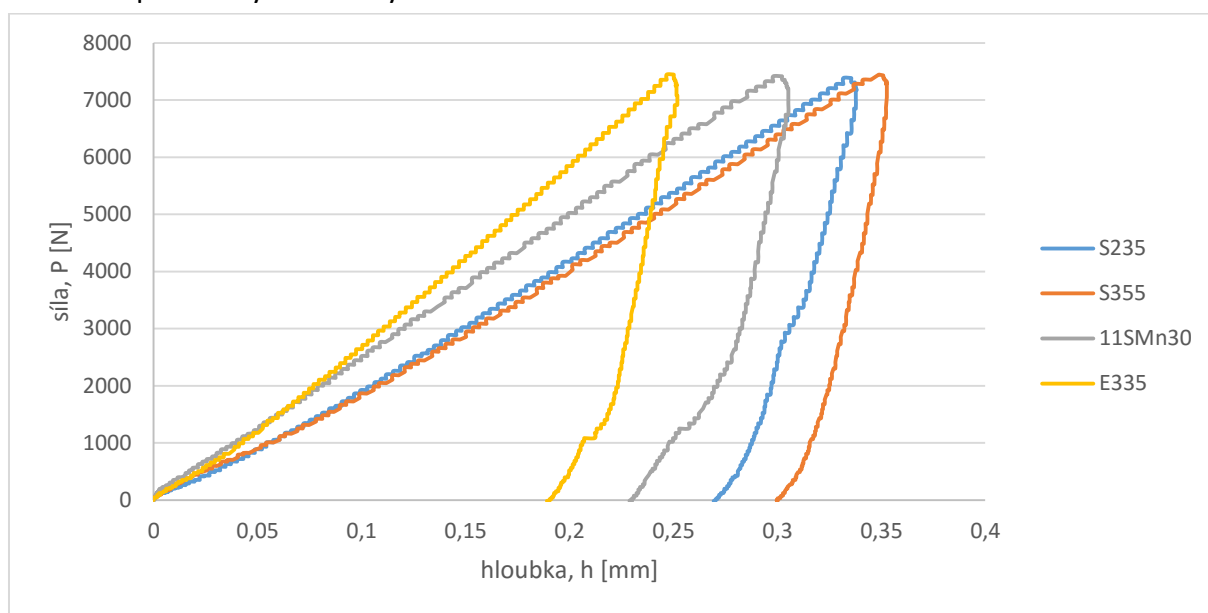


Obrázek 78: Hodnoty pružné části práce vnikacího procesu zjištěné mikroindentací.

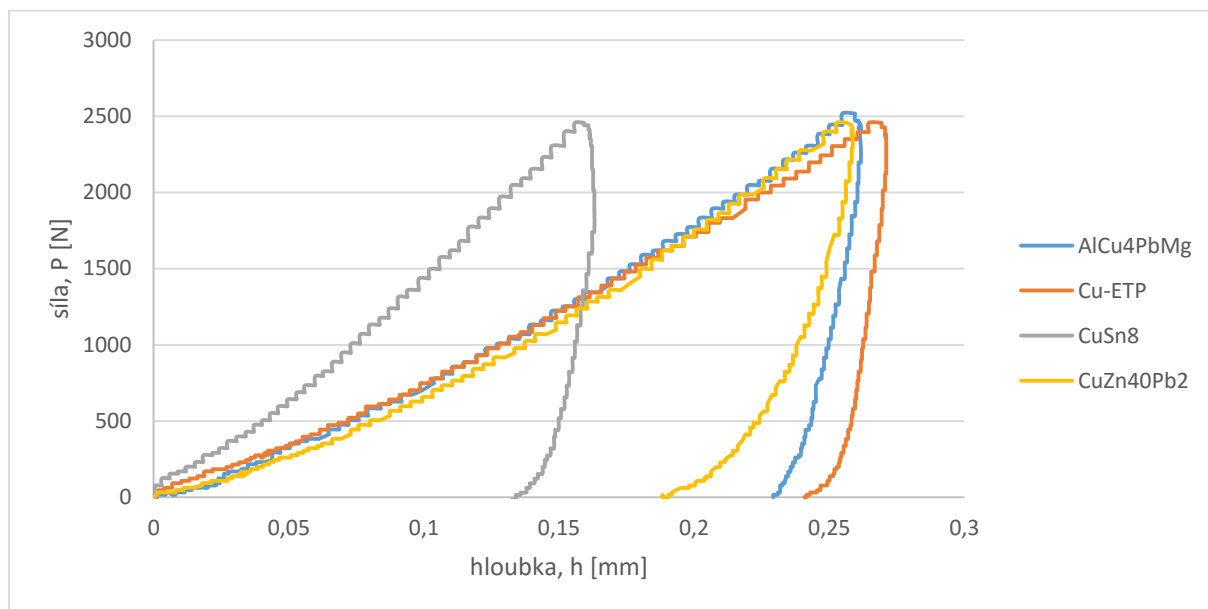
5.5.3 Makroindentace

Experiment byl proveden sférickým indentorem o průměru 5 mm, stejně, jako při ověřování metodiky (kap. 5.4). Stejně tak bylo voleno maximální zkušební zatížení, viz tabulka číslo 11.

Tato zkouška byla provedena na již zalisovaných a broušených vzorcích popsaných v kapitole 5.1.2. Byly měřeny oba směry, podélný i příčný. Každý směr byl měřen u ocelí 2× a u slitin neželezných kovů 3×. Příklad naměřených indentačních křivek pro oceli je na obrázku číslo 79 a pro slitiny neželezných kovů na obrázku 80.



Obrázek 79: Příklady naměřených indentačních křivek pro oceli.



Obrázek 80: Příklady naměřených indentačních křivek pro slitiny neželezných kovů.

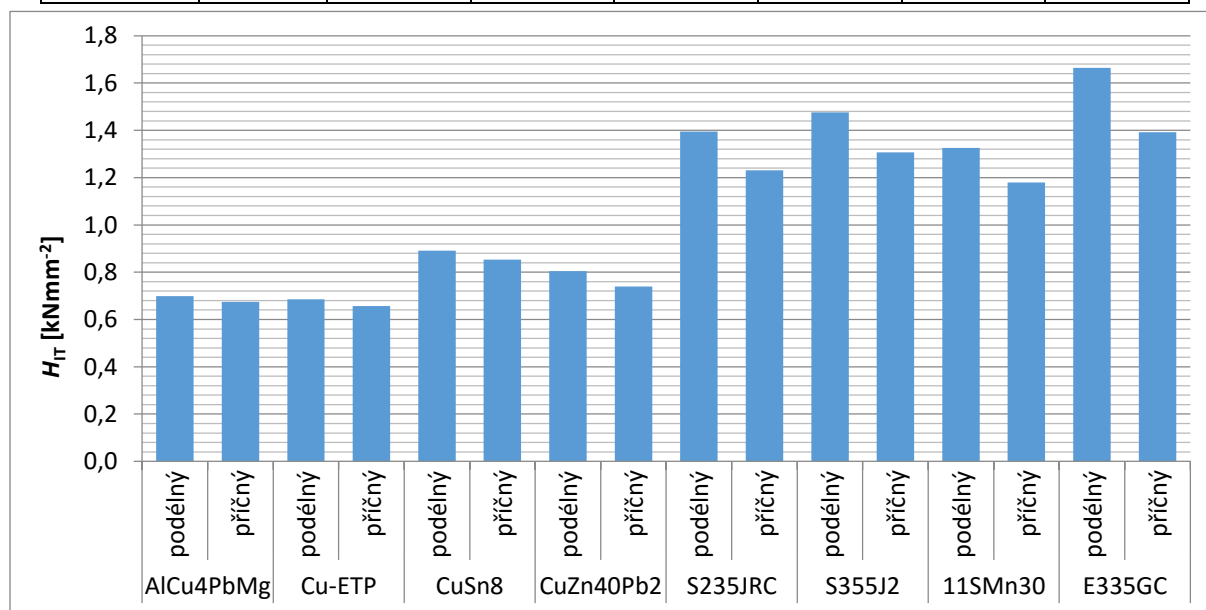
Z naměřených indentačních křivek lze konstatovat, že má každý materiál v rámci oceli, nebo v rámci slitin neželezných kovů různou tvrdost podle hloubky zbytkového vtisku. V tabulce číslo 23 jsou uvedeny výsledky tvrdosti podle Brinella, počítané podle vzorce (36) a směrodatné odchylky výsledků. V dalších sloupcích jsou uvedeny hodnoty vtiskové tvrdosti,

což je v tomto typu měření maximální Meyerova tvrdost, počítaná z maximální síly při indentaci a kontaktního poloměru při této síle. Ve vedlejším sloupci jsou také jejich směrodatné odchylky. Hodnoty vtiskové tvrdosti všech materiálů jsou přehledně porovnány na obrázku číslo 81. V posledních dvou sloupcích jsou uvedeny hodnoty vtiskového modulu pružnosti, který byl určován nejprve z počátku zatěžovací křivky a dále i z počátku křivky odlehčování, stejně, jako v kapitole 5.4.4. Jejich hodnoty jsou přehledně porovnány na obrázku číslo 82.

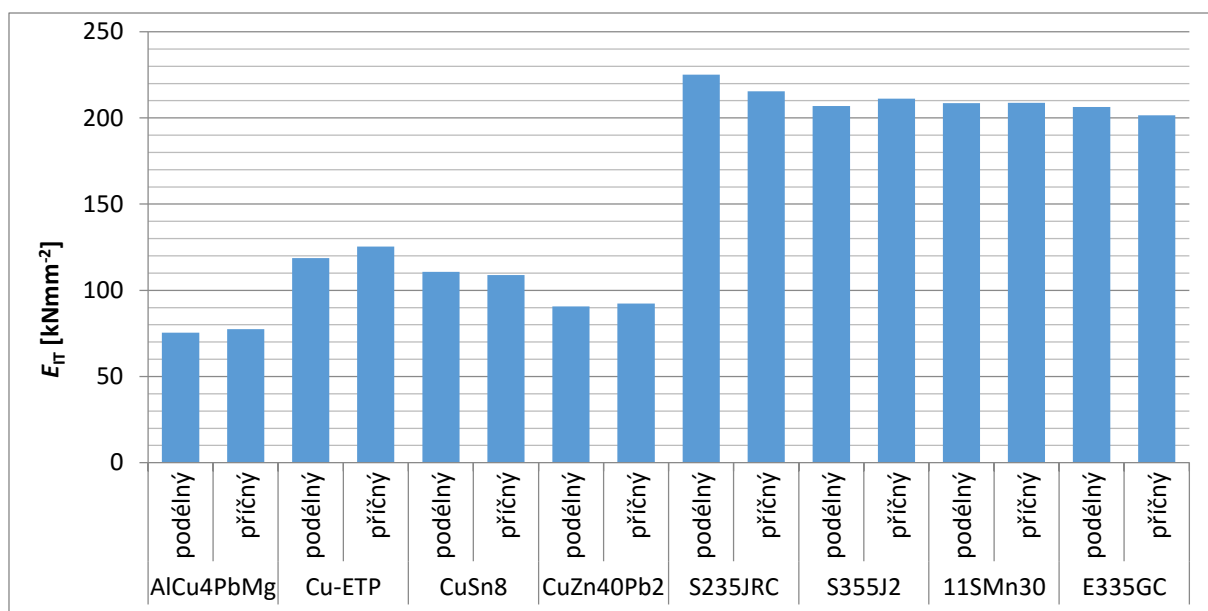
U některých měření nejsou uvedeny směrodatné odchylky, neboť nízký počet měření a náhodné vlivy při měření neumožnily určení její hodnoty.

Tabulka 23: Vtisková tvrdost a vtiskový modul pružnosti určený makroindentací.

materiál	směr	HBW [-]	σ_{sm} [-]	H_{IT} [kN mm ⁻²]	σ_{sm} [-]	E_{IT} [kN mm ⁻²]	σ_{sm} [-]
AlCu4PbMg	podélný	66,4	0,1	0,70	0,005	75,37	-
	příčný	71,1	0,2	0,67	0,02	77,52	-
Cu-ETP	podélný	70,8	5,3	0,69	0,006	118,6	-
	příčný	71,5	4,8	0,66	0,05	125,4	11
CuSn8	podélný	120	0,0	0,89	0,008	110,7	2,3
	příčný	95,2	7,8	0,85	0,003	108,9	0,0
CuZn40Pb2	podélný	78,0	9,1	0,80	0,05	90,71	0,6
	příčný	72,7	5,3	0,74	0,06	92,42	-
S235JRC	podélný	165	3,5	1,40	0,09	225,1	-
	příčný	165	9,3	1,23	0,07	215,5	4,2
S355J2	podélný	172	4,5	1,48	0,03	208,1	2,9
	příčný	161	-	1,31	0,007	211,2	-
11SMn30	podélný	209	-	1,33	0,18	208,7	6,2
	příčný	214	-	1,18	0,09	208,8	1,3
E335GC	podélný	250	4,5	1,66	0,09	206,4	3,6
	příčný	197	6,0	1,39	0,18	201,6	8,9



Obrázek 81: Hodnoty vtiskové tvrdosti určené makroindentací.



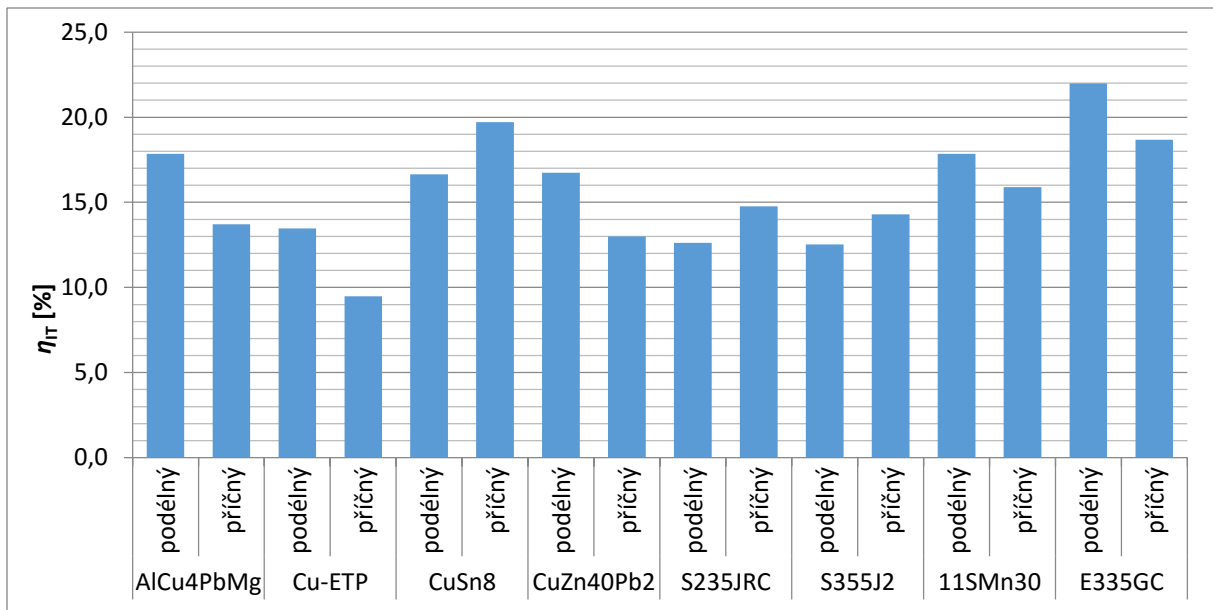
Obrázek 82: Hodnoty vtiskového modulu pružnosti určené makroindentací.

V tabulce číslo 24 jsou uvedeny hodnoty pružné a plastické práce a podíl pružné práce vnikacího procesu, včetně jejich směrodatných odchylek. Mnohé směrodatné odchylky převyšují 10 % nominální hodnoty, nejhůře vychází pružná práce u mosazi, kde se směrodatná odchylka blíží 34 %. Tyto nepřesnosti jsou způsobeny především nízkým počtem měření, stejně jako hodnoty, u kterých směrodatná odchylka není uvedena vůbec.

Tabulka 24: Pružná a plastická deformační práce vnikacího procesu a podíl pružné práce vnikacího procesu.

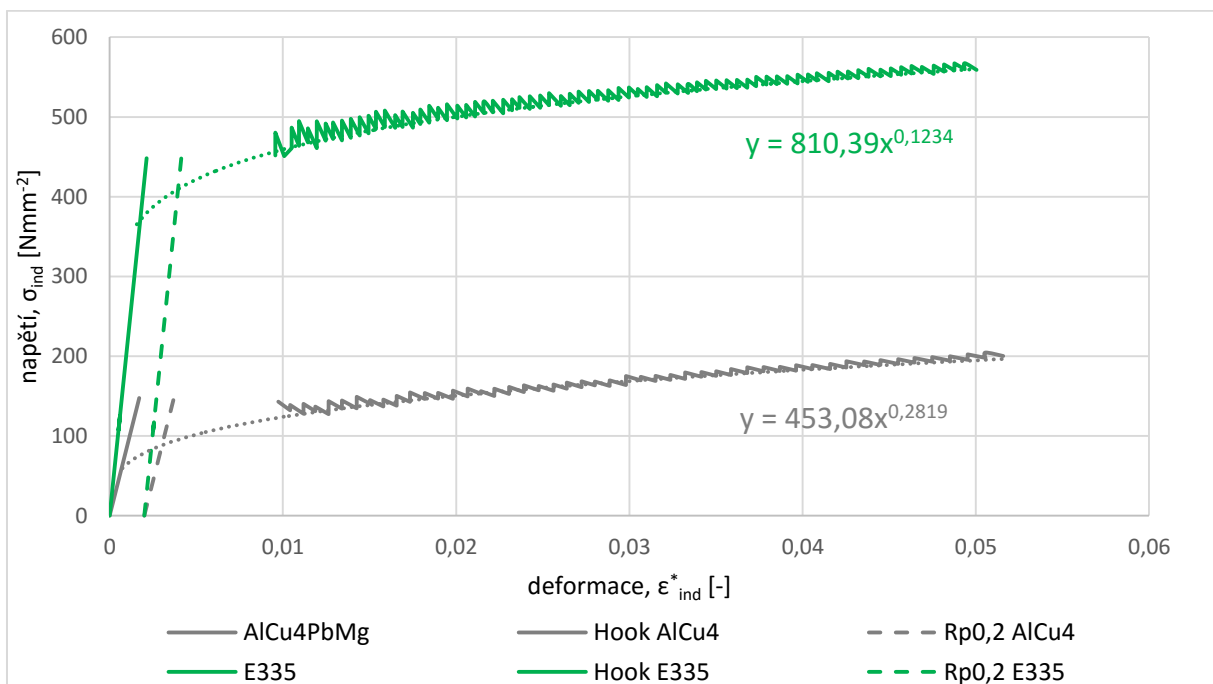
materiál	směr	W_e [mJ]	σ_{sm} [-]	W_p [mJ]	σ_{sm} [-]	η_{IT} [%]	σ_{sm} [-]
AlCu4PbMg	podélný	50,6	0,7	233,1	2,9	17,8	0,4
	příčný	39,0	1,0	245,9	3,1	13,7	0,4
Cu-ETP	podélný	36,9	1,9	236,9	1,9	13,5	0,7
	příčný	26,6	1,1	255,7	15,4	9,5	0,8
CuSn8	podélný	30,4	4,7	152,4	4,7	16,6	2,6
	příčný	43,9	1,6	178,7	1,7	19,7	0,7
CuZn40Pb2	podélný	43,1	12,4	212,3	9,1	16,7	4,2
	příčný	33,2	11,2	217,2	7,6	13,0	3,6
S235JRC	podélný	148,9	20,9	1028,3	2,8	12,6	1,6
	příčný	189,2	29,4	1103,4	98,6	14,8	2,9
S355J2	podélný	137,3	1,8	962,3	63,6	12,5	0,9
	příčný	178,7	-	1071,9	-	14,3	-
11SMn30	podélný	203,5	-	936,7	-	17,9	-
	příčný	205,9	11,3	1101,5	103,5	15,9	2,0
E335GC	podélný	204,8	22,8	723,8	21,3	22,0	1,4
	příčný	208,8	11,6	911,9	80,3	18,7	0,5

Na obrázku číslo 85 jsou přehledně porovnány části elastické práce pro jednotlivé materiály a směry měření. Z grafu je zřejmé, že se tato vlastnost materiálů značně mění se směrem měření.



Obrázek 83: Hodnoty pružné části práce vnikacího procesu určené makroindentací.

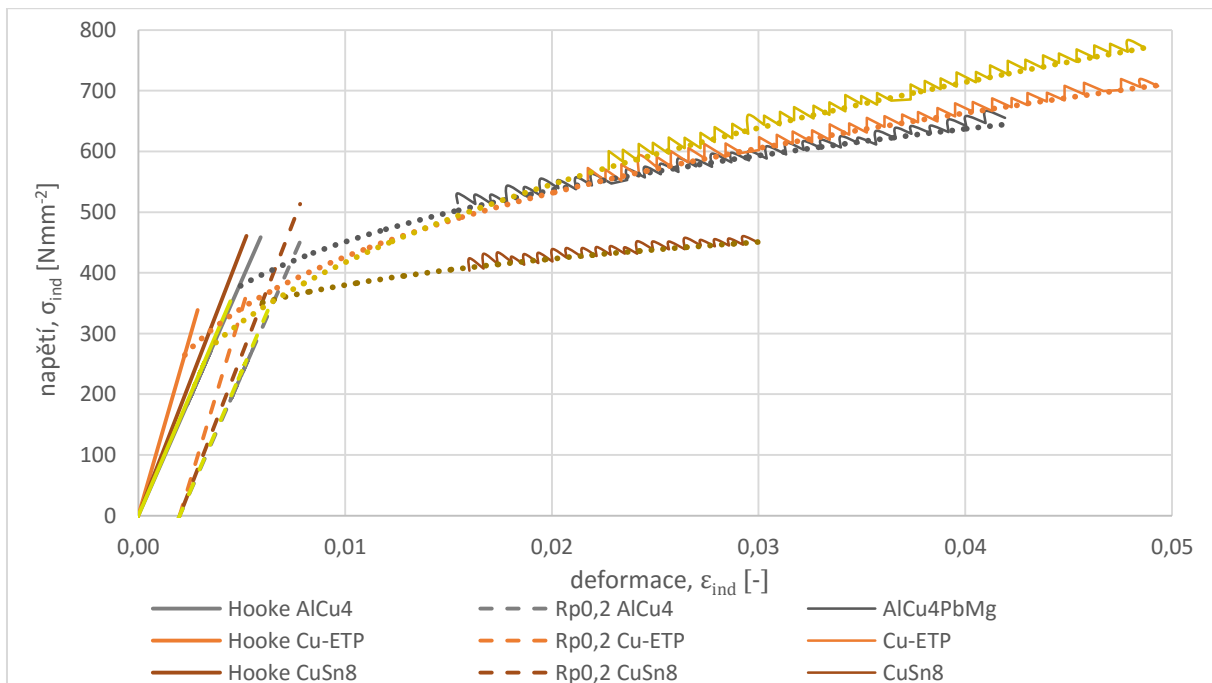
Závislost napětí na deformaci byla určována dvěma způsoby, jejichž cílem bylo zjištění koeficientu a exponentu deformačního zpevnění a meze kluzu. Deformace probíhala vždy podle vzorce (39), jen výpočet napětí se lišil. Nejprve bylo napětí počítáno podle modelu Xu a Chena [23] (metoda 1), jejichž postup výpočtu napětí je popsán v kapitole 5.4.5. Závislosti, které vyšly, jsou pro slitinu AlCu4PbMg a ocel E335GC na obrázku číslo 84. Závislosti byly v oblasti za mezí kluzu proloženy mocninnou funkcí, pomocí které byly odečítány koeficienty a exponenty deformačního zpevnění. Všechny odečtené hodnoty K a n jsou uvedeny v tabulce číslo 25. Pokud bychom z těchto diagramů chtěli určit mez kluzu, lze konstatovat, že její hodnoty jsou relativně nízké.



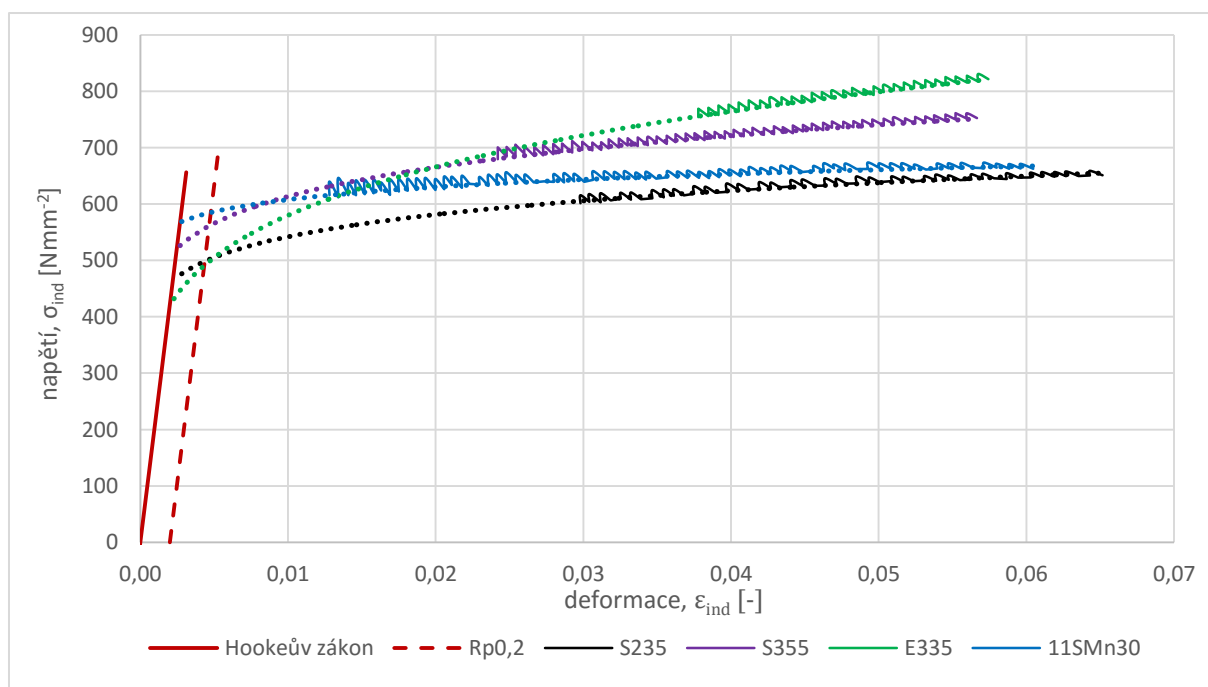
Obrázek 84: Příklad závislosti napětí na deformaci, určených z indentačních dat pomocí modelu Xu a Chena z makroindentace.

Druhou metodou určení závislosti napětí na deformaci je výpočet uvedený též v kapitole 5.4.5. Deformace byla počítána stejným způsobem, podle vzorce (39) a napětí bylo počítáno pomocí vzorců (40) a (41), jen s tím rozdílem, že u všech ocelí a u bronzu bylo napětí počítáno jako $\frac{1}{2}$ napětí uvedeného ve vzorci (41) (metoda 2). Tato korelace výsledků byla zjištěna při porovnání diagramů z tahové zkoušky a z makroindentace. U ostatních neželezných kovů tato korelace nebyla provedena, kvůli vysokým výsledným exponentům deformačního zpevnění. Některá z měření naznačují nižší hodnoty exponentu deformačního zpevnění, přičemž by při správném určení n pravděpodobně vyšla stejná korelace i pro ostatní kovy.

Jako příklad výsledků jsou na obrázku číslo 85 uvedeny závislosti napětí na deformaci pro slitiny neželezných kovů a na obrázku číslo 86 jsou stejné závislosti pro oceli. Ze získaných hodnot koeficientů deformačního zpevnění uvedených v tabulce číslo 25, lze říci, že jsou reálné, jen u nekorelovaných kovů jsou vysoké. Co se týče získaných exponentů deformačního zpevnění, u ocelí a u bronzu vyšly zajímavé hodnoty, u nekorelovaných kovů jsou velmi vysoké v porovnání se zkouškou tahem.



Obrázek 85: Závislosti napětí na deformaci, určených z indentačních dat měřených makroindentací pro slitiny neželezných kovů.



Obrázek 86: Závislosti napětí na deformaci, určených z indentačních dat měřených makroindentací pro oceli.

Z diagramu těchto ocelí lze také odečíst také mez kluzu. Na obrázcích číslo 85 a 86 jsou za tímto účelem vyneseny oblasti Hookeova zákona a rovnoběžky posunutá o deformaci 0,2 %, čárkovaně. Je to období určení smluvní meze kluzu u zkoušky tahem. Mez kluzu byla také pro srovnání odečtena z první metody výpočtu. Všechny výsledky jsou pak zapsány v tabulce číslo 25. Výsledky jsou zajímavé, ale opět je potřeba nekorelované kovy brát s velkou rezervou, neboť nebyly provedeny korelace a hodnoty n jsou velmi vysoké.

Tabulka 25: Hodnoty K , n a $R_{p0,2}$ zjištěné makroindentací pomocí různých modelů.

materiál	směr	metoda 1			metoda 2		
		K [Nmm ⁻²]	n [-]	$R_{p0,2}$ [Nmm ⁻²]	K [Nmm ⁻²]	n [-]	$R_{p0,2}$ [Nmm ⁻²]
AlCu4PbMg	podélný	356	0,210	100	1507	0,273	390
	příčný	486	0,283	97	1670	0,284	420
Cu-ETP	podélný	333	0,165	130	1291	0,208	320
	příčný	316	0,201	95	1025	0,133	340
CuSn8	podélný	558	0,165	230	974	0,195	390
	příčný	417	0,139	180	778	0,188	300
CuZn40Pb2	podélný	723	0,385	78	2681	0,396	350
	příčný	376	0,162	147	1398	0,201	500
S235JRC	podélný	650	0,162	260	862	0,100	540
	příčný	495	0,103	270	741	0,071	540
S355J2	podélný	603	0,102	350	1051	0,117	560
	příčný	459	0,049	340	865	0,104	490
11SMn30	podélný	579	0,012	430	772	0,052	580
	příčný	404	0,010	380	714	0,069	520
E335GC	podélný	629	0,061	455	1070	0,105	670
	příčný	504	0,033	310	1452	0,200	500

Z porovnání dvou provedených metod vyplývá, že obě metody jsou zajímavé z hlediska určení koeficientu, ale exponent deformačního zpevnění u některých slitin neželezných kovů vychází velmi vysoký. Výsledky je nutné porovnat s hodnotami určenými zkouškou tahem, viz kapitola 5.6.5. Co se týče hodnot meze kluzu, z metody 1 nejsou výsledky příliš zajímavé, ale výsledky metody 2 jsou mnohem lepší. Porovnání získaných hodnot meze kluzu s hodnotami určenými zkouškou tahem je v kapitole 5.6.6.

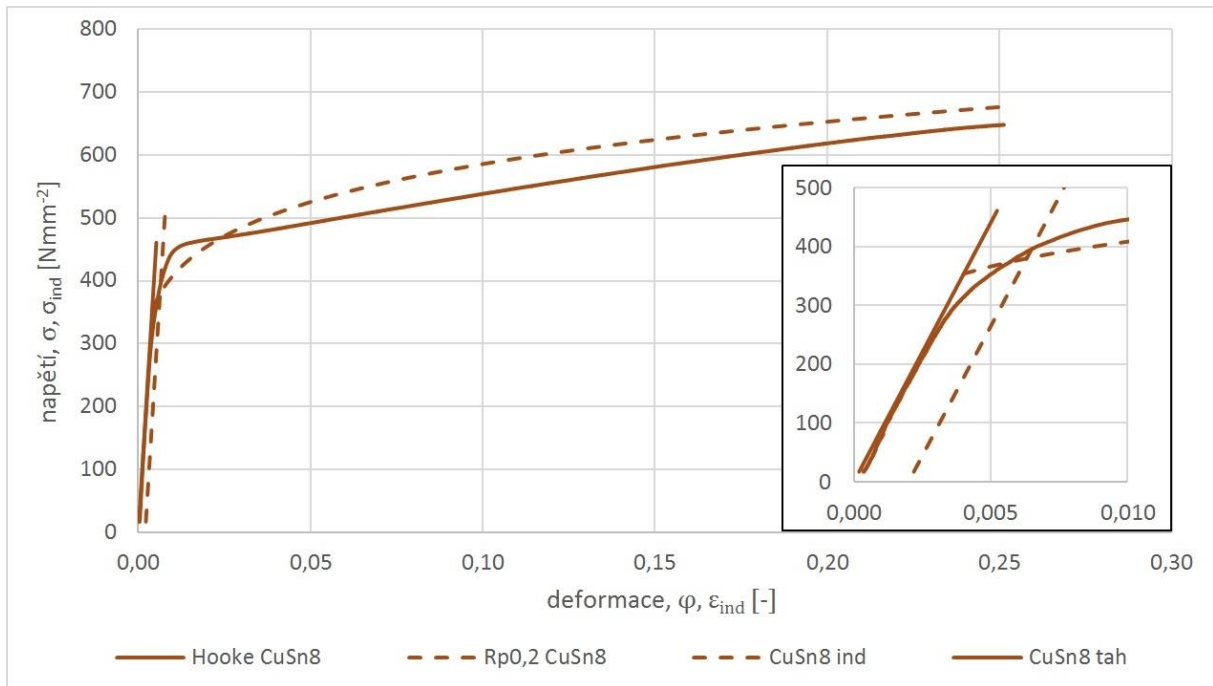
Jelikož zatím nejsou přesně stanoveny modely kontaktu při makroindentaci a veškeré výpočty probíhají podle modelu určeného pro nanoindentaci, mohou vzniknout velké nepřesnosti.

Tabulka 26: Skutečné deformace na mezi kluzu a na mezi pevnosti ze zkoušky tahem.

materiál	$\varphi_{R_{p0,2}}$ [-]	φ_{R_m} [-]
AlCu4PbMg	0,0094	0,0739
Cu-ETP	0,0052	0,0070
CuSn8	0,0060	0,2652
CuZn40Pb2	0,0067	0,1216
S235JRC	0,0046	0,0349
S355J2	0,0048	0,0158
11SMn30	0,0078	0,0204
E335GC	0,0052	0,0237

Pro porovnání závislosti napětí na deformaci s diagramem získaným zkouškou tahem je diagram určený makroindentací prodloužen, resp. zkrácen podle deformace na mezi pevnosti ze zkoušky tahem. Odečtené průměrné skutečné deformace na mezi pevnosti jsou uvedeny v tabulce číslo 26.

Pro příklad je také na obrázku číslo 87 porovnání tahového diagramu ukončeného na mezi pevnosti a diagramu určeného indentačním měřením pro CuSn8 s detailem oblasti meze kluzu. Z tohoto porovnání lze vidět, že je indentační měření velmi blízko mezi kluzu a exponent deformačního zpevnění též téměř odpovídá. Další takováto porovnání jsou v kapitole 5.6.4 na obrázcích číslo 92 a 93.

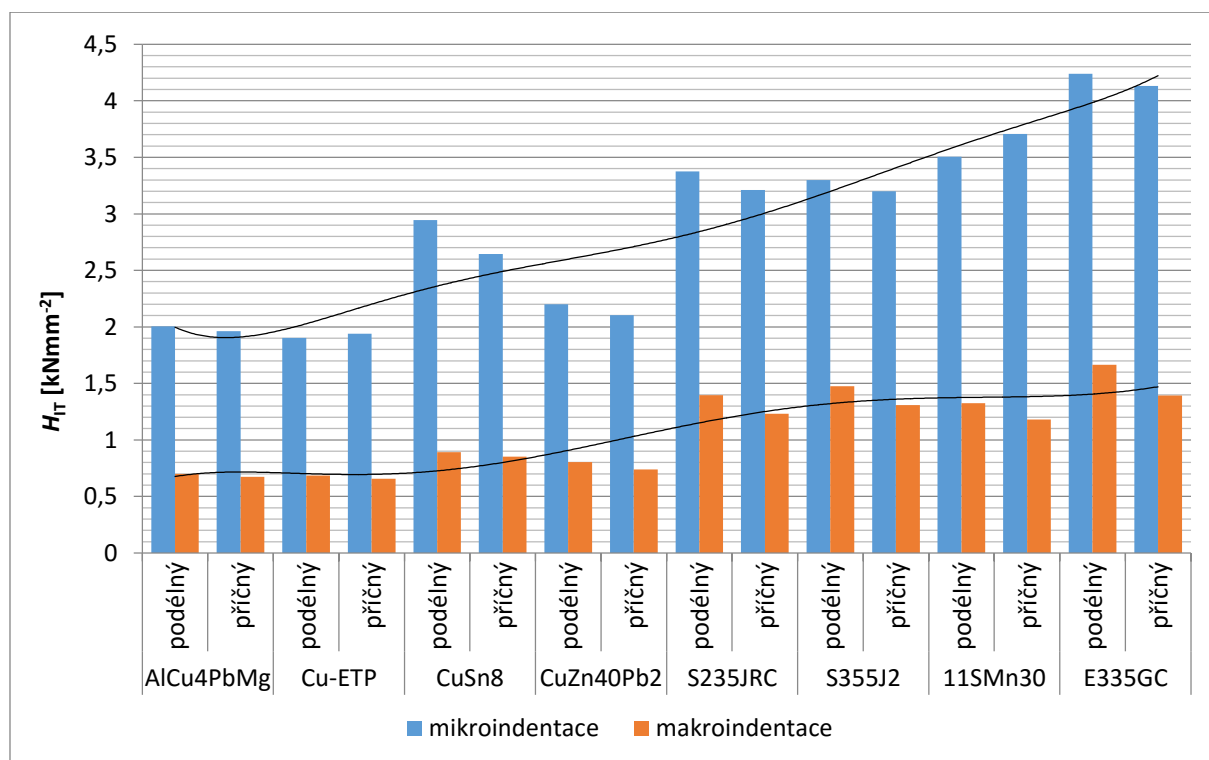


Obrázek 87: Porovnání tahového diagramu s diagramem určeným makroindentací pro CuSn8 s detailem oblasti meze kluzu.

5.6 Porovnání výsledků a zhodnocení

5.6.1 Vtisková tvrdost

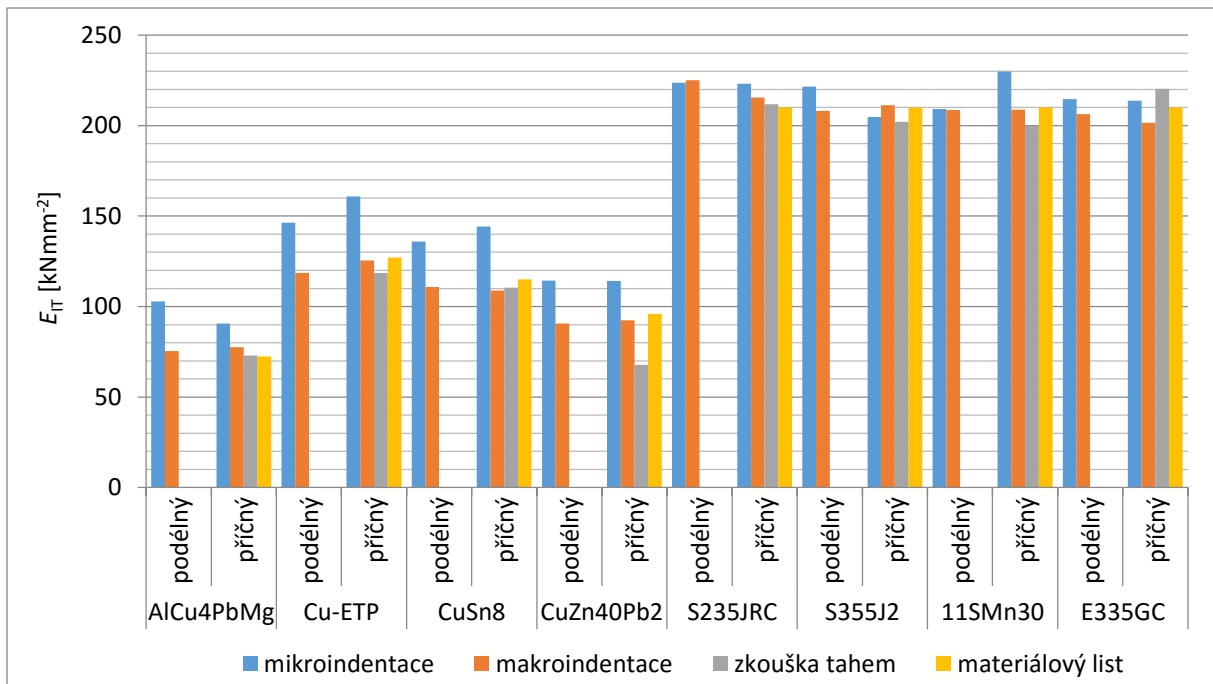
Mikroindentace byla provedena právě kvůli tomuto porovnání s makroindentací. Z obrázku číslo 88 je patrné, že je vtisková tvrdost při mikroindentaci mnohem vyšší, než při makroindentaci. Příčinou tohoto rozdílu je především tvar indentoru a použité zatěžovací síly. Sférický indentor neproniká do materiálu tak snadno, jako indentor typu Berkovich. Je to dáno především napěťovým polem kolem indentoru a faktem, že se kolem ostrých hran indentoru typu Berkovich plasticky deformuje zkoušený materiál. Nicméně to nejdůležitější v tomto porovnání je, že průběh vtiskové tvrdosti, měřené na různých materiálech, má stejný trend u obou metod měření.



Obrázek 88: Porovnání vtiskové tvrdosti určené mikro a makroindentací.

5.6.2 Modul pružnosti

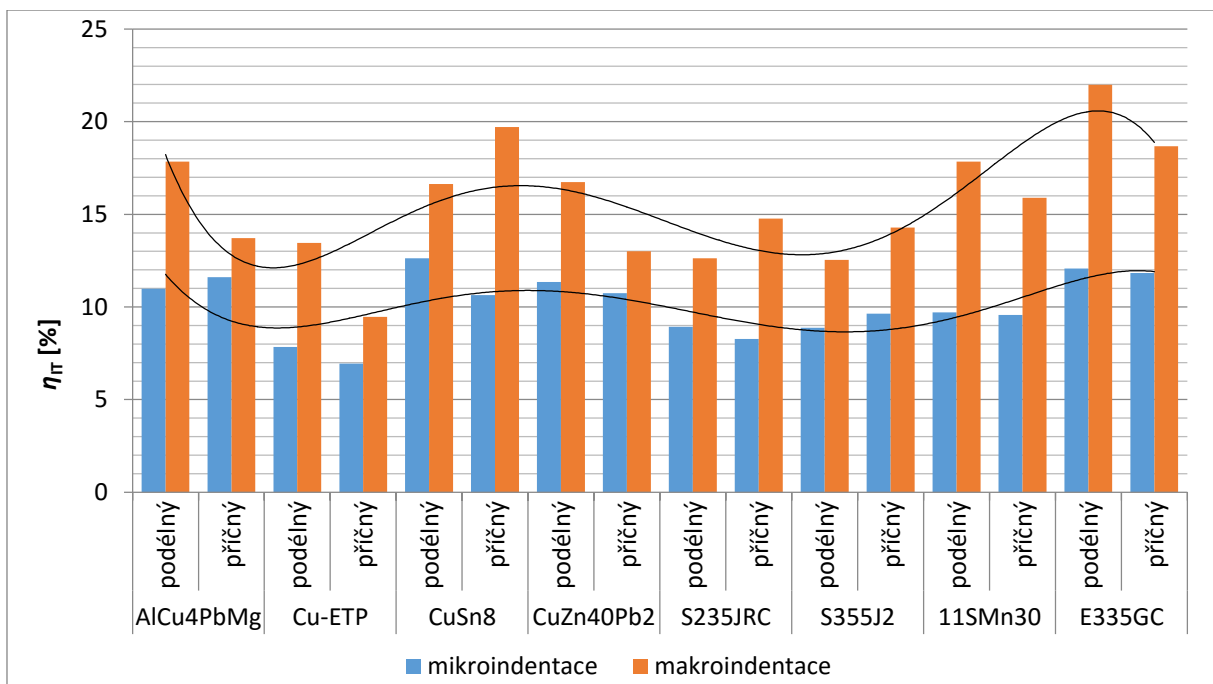
Na obrázku číslo 89 jsou porovnány výsledky vtiskového modulu pružnosti určení mikroindentací a makroindentace s výsledky modulu pružnosti určeného tahovou zkouškou. Také jsou zaneseny hodnoty z materiálových listů. Z výsledků lze konstatovat, že u slitin neželezných kovů mikroindentace přeceňuje vtiskový modul pružnosti. Makroindentace s tahovou zkouškou dávají přibližně stejné výsledky, jen u CuZn40Pb2 je poněkud výraznější odchylka. Její hodnota pravděpodobně není tahovou zkouškou správně určena kvůli přesnosti měření laserovým průtahoměrem.



Obrázek 89: Porovnání vtiskových modulů určených mikroindentací, makroindentací a tahovou zkouškou.

5.6.3 Pružná část práce indentace

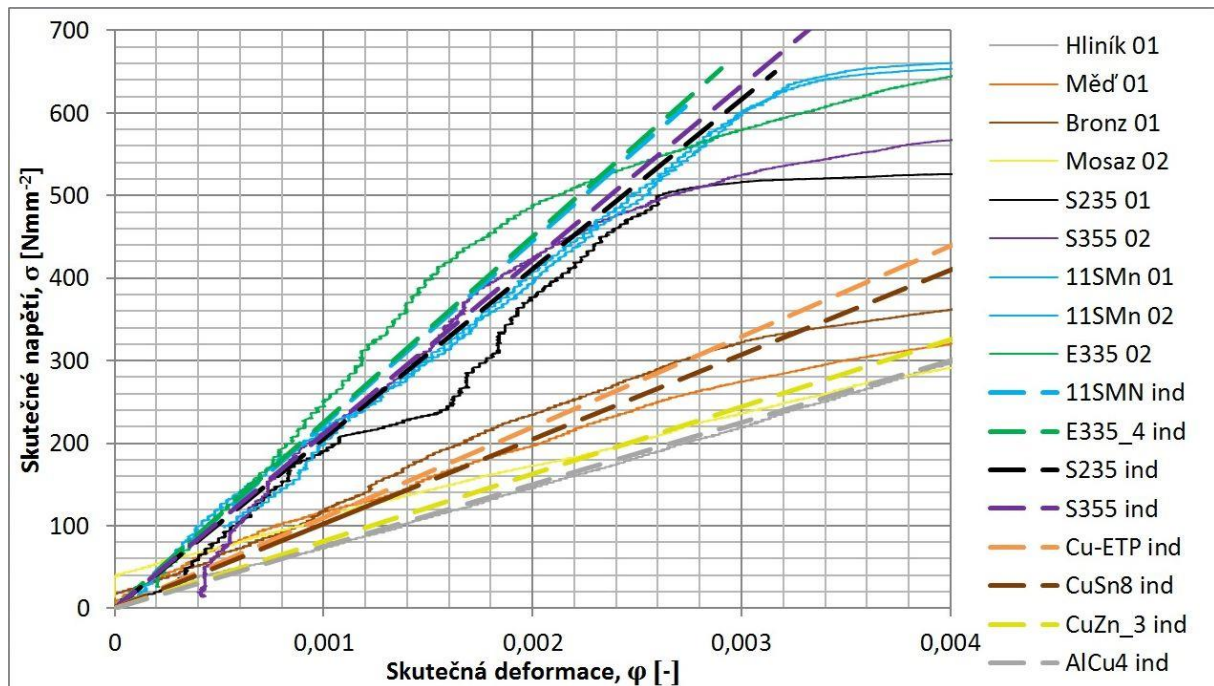
Pružná část práce vnikacího procesu byla měřena mikroindentací a makroindentací. Výsledky jsou vyneseny na obrázku číslo 90. Jak již bylo zmíněno v kapitole 5.6.1, jsou vyhodnocené vlastnosti materiálu odlišné při použití různých typů indentorů. Proto nelze tyto vlastnosti mezi sebou příliš porovnávat. Nicméně je dobré alespoň porovnat trend vlastností napříč různými materiály. Lze říci, že je tento trend měření velmi podobný. Některé materiály, jako např. CuSn8 vykazuje větší odchylky vlastností mezi podélným a příčným směrem měření, avšak obě metody vykazují rozdíly ve vlastnostech opačné.



Obrázek 90: Pružná část práce vnikacího procesu v měřítku mikro a makro.

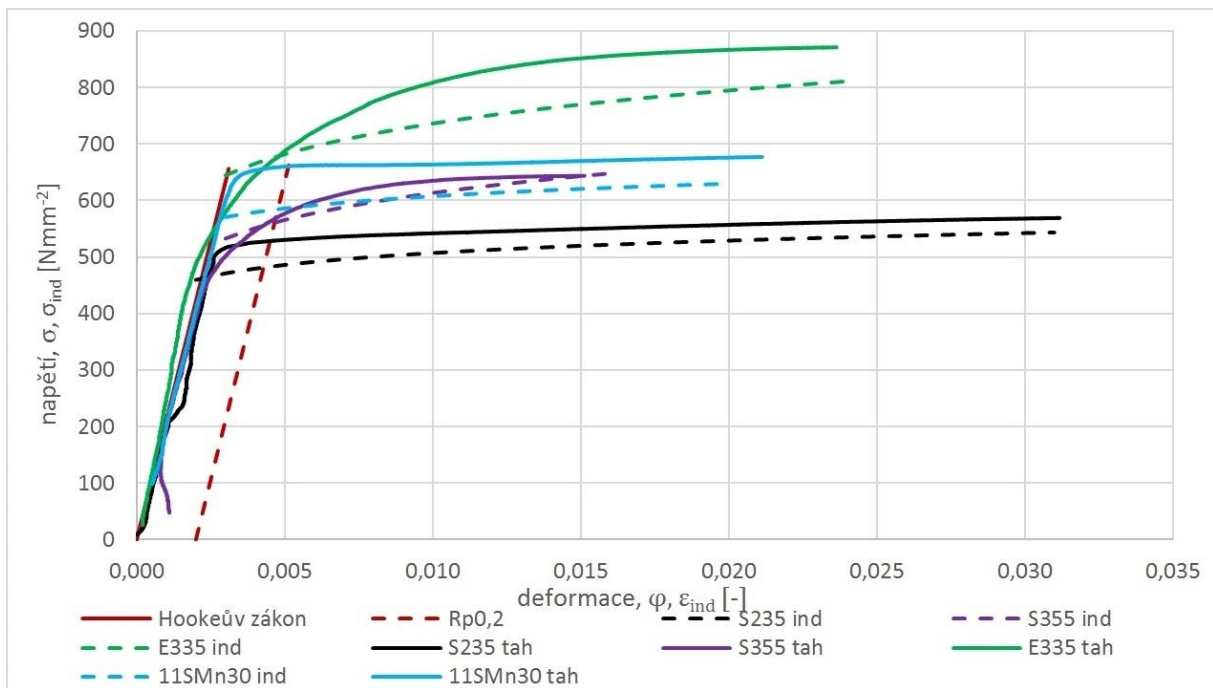
5.6.4 Závislosti napětí – deformace

Výpočet deformace probíhal vždy podle vzorce (39). Oblast Hookeova zákona, určená tímto vzorcem a změřeným vtiskovým modulem pružnosti, je na obrázku číslo 91 porovnána s měřenou deformací při zkoušce v tahu. Čárkovaně jsou hodnoty určené pomocí vzorce (39) a plnou čarou jsou surová naměřená data laserovým průtahoměrem pro různé materiály při zkoušce v tahu. Z tohoto porovnání vidíme, že se model pro výpočet deformace při indentaci velmi dobře shoduje s naměřenými daty ze zkoušky tahem. Bohužel není měření laserovým průtahoměrem příliš přesné, proto lze jen doporučit přesnější měření oblasti Hookeova zákona při zkoušce tahem a následně znovu porovnat a vyvodit závěry.

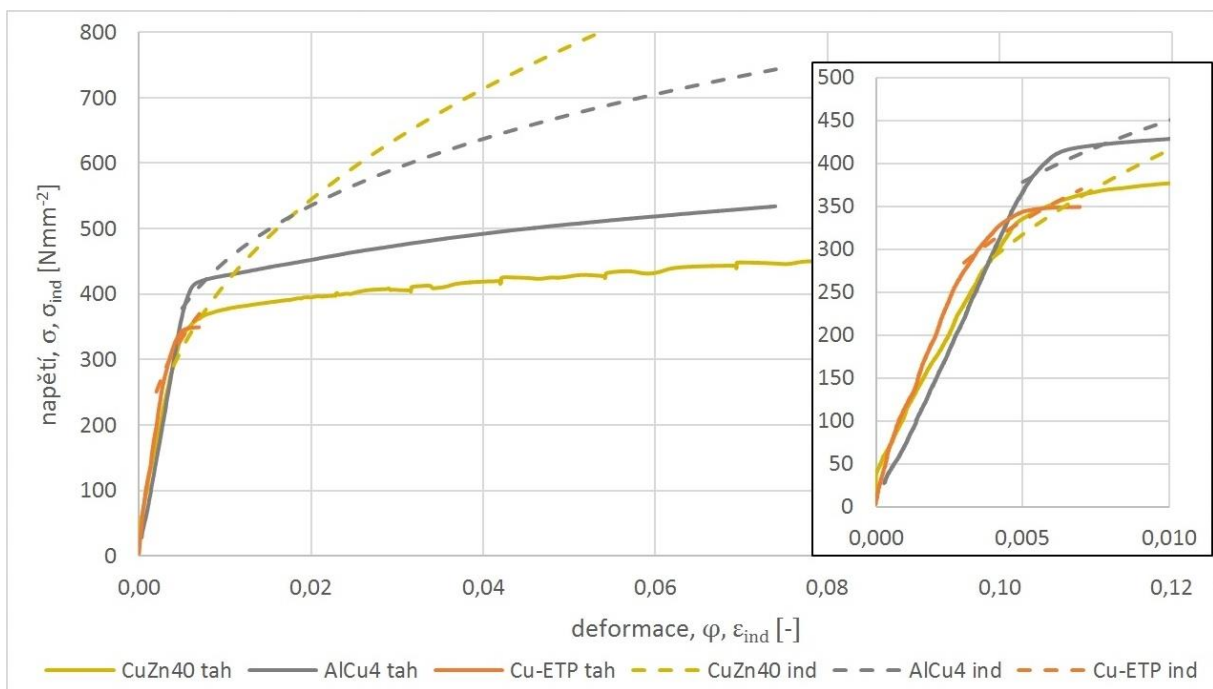


Obrázek 91: Porovnání hodnot indentační deformace s měřenou deformací při zkoušce v tahu.

Porovnání celých tahových diagramů je na obrázku číslo 92. Tahové diagramy tam jsou plnou čarou, červenou plnou čarou je pružná deformace určená z indentačních dat. Je také vedena rovnoběžka s Hookeovým zákonem posunutá o 0,2 % deformace, pomocí které lze odečítat mez kluzu. Čárkovaně jsou pak znázorněny závislosti napětí na deformaci určené z indentačních měření. Toto porovnání ukazuje, že lze pomocí makroindentace sférickým indentorem zjistit závislost napětí na deformaci a určit z ní různé hodnoty, mez kluzu a deformační chování materiálů. Indentační závislosti byly upraveny v souladu s tabulkou číslo 26. U oceli 11SMn30 a S235 úplně neodpovídají hodnoty meze kluzu, nicméně odchylky jsou pravděpodobně způsobeny použitým modelem na výpočet kontaktní hloubky. Na obrázku číslo 93 jsou zobrazeny výsledné diagramy pro slitiny neželezných kovů mimo CuSn8, který je na obrázku číslo 87. Je zřejmé, že pro tyto slitiny nejsou správně určeny exponenty deformačního zpevnění, proto vyšly napětí z indentace příliš vysoké. Zajímavé ale je, že u téměř všech vyšla velmi dobrá hodnota meze kluzu, které jsou porovnávány v kapitole 5.6.6.



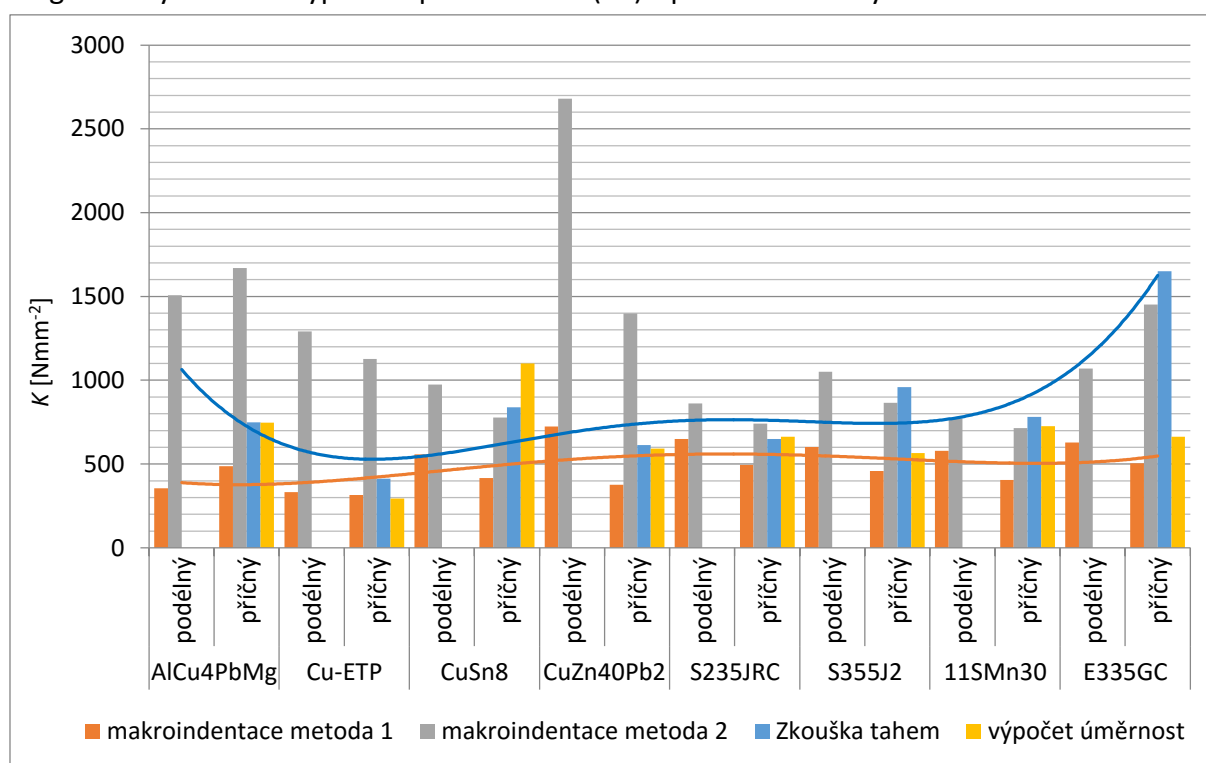
Obrázek 92: Porovnání tahových diagramů s diagramy určenými makroindentací pro oceli.



Obrázek 93: Porovnání tahových diagramů s diagramy určených makroindentací pro nekorelované slitiny neželezných kovů.

5.6.5 Koeficient a exponent deformačního zpevnění

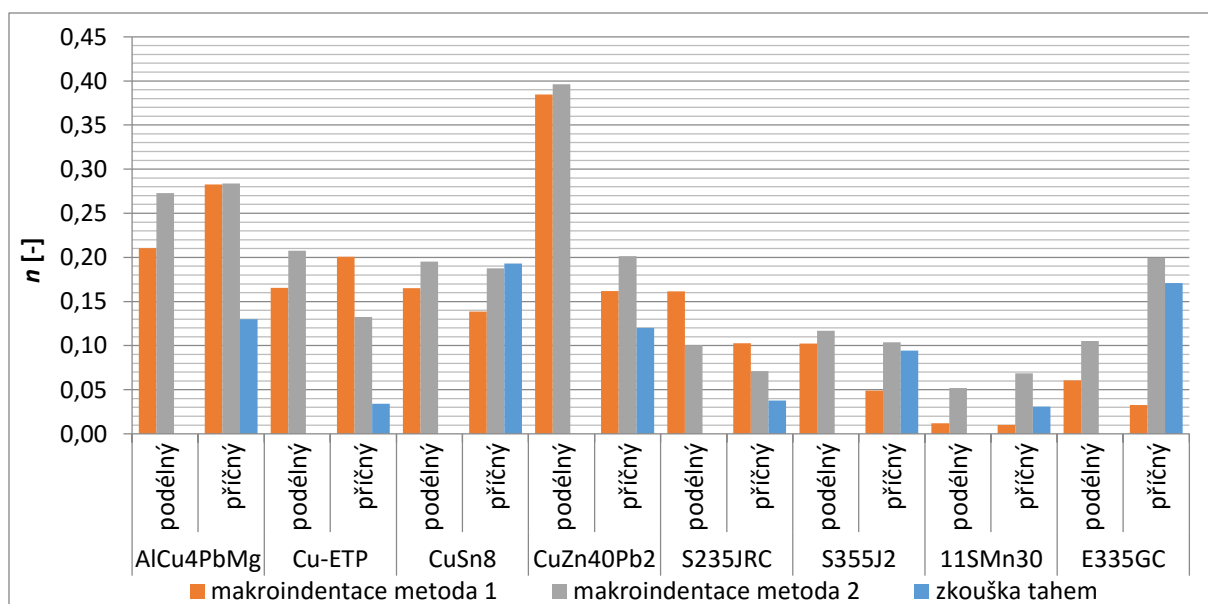
Koeficient a exponent deformačního zpevnění byl určován z obou metod výpočtu z indentačních dat a dále pomocí Excelu z naměřených tahových diagramů. Z tahových diagramů byl navíc K vypočten podle vzorce (44) s pomocí hodnoty meze úměrnosti.



Obrázek 94: Porovnání hodnot K určených makroindentací, zkouškou tahem a výpočtem ze zkoušky tahem.

Na obrázku číslo 94 jsou porovnány hodnoty K a na obrázku číslo 95 jsou hodnoty n . Hodnoty K ze zkoušky tahem (z mocninné funkce a z výpočtu) jsou téměř stejné. Výsledky získané metodou 1 z makroindentace jsou u všech materiálů podobné a většinou nižší, oproti hodnotám ze zkoušky tahem. Druhá metoda výpočtu je velmi blízko hodnotám určeným zkouškou tahem, ale jen u materiálů, kde bylo indentační napětí sníženo na polovinu, tedy u ocelí a u bronzu, kvůli korelaci s napětími určenými zkouškou tahem. U ostatních slitin neželezných kovů by měla vyjít stejná korelace, jak již bylo zmíněno v kapitole 5.5.3. Pak by byly hodnoty určené druhou metodou také velmi dobré. Z tohoto důvodu by bylo vhodné se v dalším výzkumu zaměřit právě na tyto kovy.

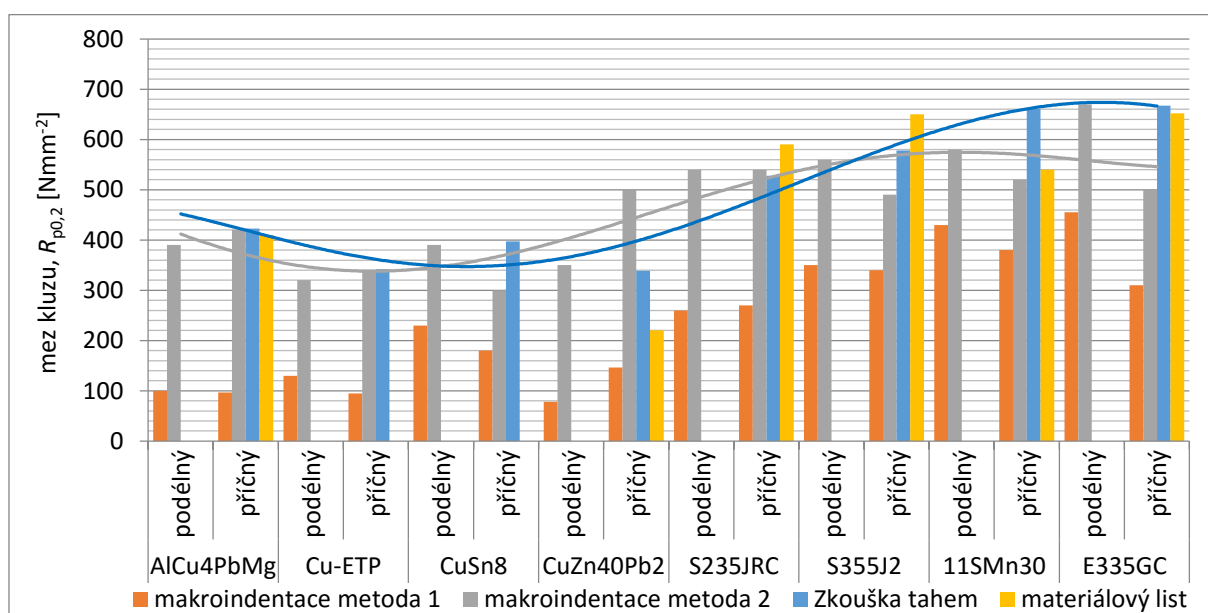
Hodnoty exponentu deformačního zpevnění, n , byly určeny stejným způsobem, ale obě metody výpočtu končí s podobnými výsledky, které jsou velmi rozdílné u každého materiálu i v obou řezech. Velmi dobře se hodnoty shodují především u bronzu a u oceli S355. Na určování exponentu deformačního zpevnění je potřeba se zaměřit v dalším vývoji metody makroindentace. Hodnoty n se korelací hodnot napětí nezmění, jak tomu bylo u hodnot K . Je tedy vhodné tyto hodnoty ověřit dalším měřením.



Obrázek 95: Porovnání hodnot n zjištěných makroindentací a ze zkoušky tahem.

5.6.6 Mez kluzu

Mez kluzu je velmi důležitá vlastnost materiálů. Byla určována opět z makroindentace dvěma různými metodami výpočtu a ze zkoušky tahem (viz obrázek číslo 96). Jsou zde zaneseny také její hodnoty uvedené v materiálových listech. První metoda výpočtu napětí poskytovala nízké hodnoty napětí, proto jsou odečtené meze kluzu velmi nízké. Avšak druhá metoda výpočtu napětí umožnila poměrně zajímavé hodnoty meze kluzu, vzhledem k hodnotám určeným zkouškou tahem, čemuž napovídá i téměř shodný trend hodnot. Hodnoty meze kluzu z materiálových listů se též poměrně dobře shodují s hodnotami určenými makroindentací a tahovou zkouškou. Větší rozdíly jsou jen u mosazi a u oceli 11SMn30, u které se její hodnota shoduje s hodnotou určenou makroindentací. U této oceli se však její hodnota výrazně liší z měření v příčném a podélném řezu. Vzhledem k vysokým exponentům deformačního zpevnění z indentace, je nutné hodnoty u slitin neželezných kovů mimo CuSn8 brát s rezervou.



Obrázek 96: Mez kluzu materiálů zjištěná z indentačních dat a zkouškou tahem.

6 Závěr

V teoretické části diplomové práce byly popsány některé postupy určování vlastností materiálů z indentačních zkoušek, včetně problematiky měření. Vzorčky pro experimentální část proto byly vyrobeny s ohledem na tuto problematiku.

V praktické části diplomové práce bylo indentační měření provedeno na experimentálním zařízení EXPIMER. Z naměřených závislostí pak byly určovány různé vlastnosti, které byly dále porovnávány s vlastnostmi určenými jinými zkouškami. Za tím účelem byla provedena zkouška tahem a mikroindentace.

Z porovnání vyplynulo, že vtisková tvrdost měřená metodou makroindentace je odlišná od hodnoty zjištěné mikroindentací v důsledku jiného tvaru indentoru. Trend naměřených hodnot je však velmi podobný. Navíc byla makroindentací zjištěna tvrdost podle Brinella.

Určení modulu pružnosti zkoušeného materiálu bylo spolehlivější pomocí makroindentace oproti mikroindentaci. Z mikroindentace byly jeho hodnoty především v oblasti slitin neželezných kovů přeceněny a výsledky ze zkoušky tahem nejsou kvůli přesnosti měření laserovým průtahoměrem příliš spolehlivé. Proto by bylo vhodnější měření kontaktním průtahoměrem, který má vyšší přesnost.

Pružná část práce indentace byla určena z mikro a makroindentace. Její hodnoty se opět liší především v důsledku jiného tvaru indentoru použitého při těchto metodách. Trend hodnot obou měření je téměř stejný.

Závislost napětí na deformaci byla určena pomocí dvou metod výpočtu napětí a zkouškou tahem. Z první metody vycházely napětí příliš nízké, avšak druhá metoda, která jej určovala jako Meyerovu tvrdost, byla příznivá. Pro oceli a bronz byly napětí dále korelovány na $\frac{1}{2}$ tohoto napětí. Výsledné závislosti napětí na deformaci vyšly v porovnání se závislostmi určenými zkouškou tahem velmi podobné, až na nekorelované slitiny neželezných kovů.

Z těchto závislostí byly dále určovány koeficienty deformačního zpevnění, jejichž hodnoty vyšly, v porovnání s výsledky zkoušky tahem, velmi zajímavé pro korelované kovy. Při výpočtu první metodou vyšly velmi podobná napříč většinou materiálů a nižší oproti hodnotám ze zkoušky tahem. Exponenty deformačního zpevnění vyšly většinou značně rozdílné v porovnání s hodnotami zjištěnými zkouškou tahem. U bronzu a oceli S355 vyšly ale velmi dobře. Určování exponentu deformačního zpevnění je potřeba při dalším vývoji metody makroindentace prověřit.

Mez kluzu byla také určována ze závislostí napětí na deformaci. U makroindentace byly první metodou výpočtu napětí stanoveny příliš nízké hodnoty meze kluzu, avšak druhá metoda výpočtu, již korelovaná, poskytuje zajímavé výsledky, které se většinou shodují s naměřenými hodnotami meze kluzu pomocí zkoušky tahem. Shodují se mnohdy i kovy s nekorelovaným napětím, ale tyto výsledky je nutné brát s rezervou.

Podrobnější analýzou naměřených dat bylo zjištěno, že by měla u slitin neželezných kovů vyjít též korelace hodnot napětí s koeficientem $\frac{1}{2}$. Při správném určení exponentu deformačního zpevnění by byly dobré i hodnoty koeficientů deformačního zpevnění určené druhou výpočtovou metodou a lépe by se shodovaly závislosti napětí na deformaci určené ze zkoušky tahem a výpočtem z indentace.

Pro další vývoj makroindentace a získávání vlastností materiálu z naměřených dat, autor této diplomové práce doporučuje změřit modul pružnosti zkouškou tahem s přesnějším průtahoměrem, ověřit přesnost získané hodnoty tvrdosti podle Brinella, zaměřit se více na slitiny neželezných kovů, které v této práci nebyly korelovány, za účelem zjištění správných

hodnot exponentu deformačního zpevnění a zjištění správné hodnoty meze kluzu. Dále by bylo vhodné otestovat další typy materiálů, z neželezných kovů např. čistý hliník, slitinu titanu a z ocelí např. ocel s austenitickou strukturou, ocel s výraznou mezí kluzu. Nakonec i zjistit vliv lisovací hmoty na měřené indentační křivky a výsledné hodnoty vlastností materiálu.

7 Citovaná literatura

- [1] STRATIL, Pavel. *Analysis of instrumented indentation* [online]. Brno, 2009 [cit. 2015-11-20]. Dostupné z: http://is.muni.cz/th/53442/prif_m/. Diploma thesis. Masaryk University, Faculty of Science. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková, Ph.D.
- [2] NOVOTNÝ, Tomáš. *Studium mechanických vlastností tenkých vrstev* [online]. Brno, 2012 [cit. 2016-01-20]. Dostupné z: http://is.muni.cz/th/211366/prif_m/Novotny_Diplomova_prace.pdf. Diplomová práce. Masarykova univerzita. Vedoucí práce RNDr. Vilma Buršíková, Ph.D.
- [3] Zkoušky tvrdosti materiálu. In: *Moodle průmyslovka Třebesín* [online]. Praha, b.r. [cit. 2016-01-16]. Dostupné z: http://www.moodle-trebesin.cz/pluginfile.php/8351/mod_resource/content/1/Zkou%C5%A1ky%20tvrdosti%20materi%C3%A1lu.pdf
- [4] Hardness Test. In: *Suranaree University of Technology* [online]. Nakhon Ratchasima, Thailand, 2007 [cit. 2016-01-10]. Dostupné z: http://eng.sut.ac.th/metal/images/stories/pdf/09_Hardness_test.pdf
- [5] OŠŤÁDAL, Luboš. *Měření tvrdosti kovů* [online]. Zlín, 2008 [cit. 2016-01-10]. Dostupné z: http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/5203/o%C5%A1%C5%A5%C3%A1dal_2008_bp.pdf?sequence=1. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Vedoucí práce Ing. David Maňas, Ph.D.
- [6] Hardness Testing. *Total Materia* [online]. 2004 [cit. 2016-01-11]. Dostupné z: <http://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=140>
- [7] Focus: What Makes It So Hard?. *APS Physics* [online]. New Jersey, 2009 [cit. 2016-01-17]. Dostupné z: <http://physics.aps.org/story/v24/st9>
- [8] OVSÍK, Martin. *Výzkum možností nových metod měření tvrdosti polymerů* [online]. Zlín, 2013 [cit. 2016-01-17]. Dostupné z: http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/25609/ovs%C3%ADk_2013_dp.pdf?sequence=1. Dizertační práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně. Vedoucí práce Ing. David Maňas, Ph.D.
- [9] OLIVER, W. C. a G. M. PHARR Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* [online]. 2003, **2004**(19) [cit. 2016-01-18]. Dostupné z: <http://www.msm.cam.ac.uk/mechtest/docs/untitled/MTS%20Info/Oliver%20Pharr%20Paper.pdf>
- [10] Indentation testing. FISCHER-CRIPPS, Anthony C. *Nanoindentation* [online]. 3rd ed. New York: Springer, 2011, s. 21-37 [cit. 2016-01-16]. ISBN 9781441998729.
- [11] DUŠEK, Jiří. *Tvrdost, mikrotvrdost, nanotvrdost – čisté kovy měřené metodou DSI* [online]. Brno, 2008 [cit. 2016-01-17]. Dostupné z: http://is.muni.cz/th/40981/prif_d/phd_thesis_dusek.pdf. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně. Vedoucí práce Prof. RNDr. Vladislav Navrátil, CSc.
- [12] DOERNER, M.F. a W.D. NIX A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Journal of Materials Research* [online]. 1986, **1**(4), 601-609 [cit. 2016-01-18]. Dostupné z: <http://clifton.mech.northwestern.edu/~me382/docu/Doerner1986.pdf>

- [13] OLIVER, W.C. a G.M. PHARR An improved technique to determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journals of Materials Research* [online]. 1992, **7**(6), 1564-1583 [cit. 2016-01-17]. Dostupné z: http://web.mit.edu/cortiz/www/3.052/3.052CourseReader/45_OliverPharr1992Nanoinindentation.pdf
- [14] FISCHER-CRIPPS, Anthony C. Nanoindentation Testing. *Springer Science+Business Media* [online]. 2011, , 21 [cit. 2016-02-08]. DOI: 10.1007/978-1-4419-9872-9_2. Dostupné z: http://link.springer.com/10.1007/978-1-4419-9872-9_2
- [15] FISCHER-CRIPPS, A.C. A review of analysis methods for sub-micron indentation testing. *Vacuum* [online]. 2000, **58**(4), 569-585 [cit. 2016-05-30]. DOI: 10.1016/S0042-207X(00)00377-8. ISSN 0042207x. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0042207X00003778>
- [16] BIG-ALABO, Akuro, Philip HARRISON a Matthew P. CARTMELL Contact model for elastoplastic analysis of half-space indentation by a spherical impactor. *Computers* [online]. 2015, **151**, 20-29 [cit. 2016-02-22]. DOI: 10.1016/j.compstruc.2015.01.005. ISSN 00457949. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0045794915000140>
- [17] BRAKE, M.R. An analytical elastic-perfectly plastic contact model. *International Journal of Solids and Structures* [online]. 2012, **49**(22), 3129-3141 [cit. 2016-02-22]. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2012.06.013. ISSN 00207683. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0020768312002703>
- [18] MAJEED, Majed A., Ahmet S. YIGIT a Andreas P. CHRISTOFOROU Elastoplastic contact/impact of rigidly supported composites. *Composites Part B: Engineering* [online]. 2012, **43**(3), 1244-1251 [cit. 2016-02-24]. DOI: 10.1016/j.compositesb.2011.08.053. ISSN 13598368. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359836811004136>
- [19] NOVOTNÝ, Ctirad. Viskoelastická. In: *ČVUT, FS, Ústav mechaniky, biomechaniky a mechatroniky* [online]. Praha, b.r. [cit. 2016-05-30]. Dostupné z: <http://mechanika.fs.cvut.cz/content/files/PC/Viskoelasticka.pdf>
- [20] PATEL, Dipen K. a Surya R. KALIDINDI Correlation of spherical nanoindentation stress-strain curves to simple compression stress-strain curves for elastic-plastic isotropic materials using finite element models: the origin, evolution, and impact of doi moi. *Acta Materialia* [online]. 2016, **112**, 295-302 [cit. 2016-04-28]. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.04.034. ISSN 13596454. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645416302919>
- [21] HERBERT, E.G, G.M PHARR, W.C OLIVER, B.N LUCAS a J.L HAY. On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation. *Thin Solid Films* [online]. 2001, **398-399**, 331-335 [cit. 2016-04-28]. DOI: 10.1016/S0040-6090(01)01439-0. ISSN 00406090. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0040609001014390>
- [22] YETNA N'JOCK, M., D. CHICOT, X. DECOOPMAN, J. LESAGE, J.M. NDJAKA a A. PERTUZ Mechanical tensile properties by spherical macroindentation using an indentation strain-hardening exponent. *International Journal of Mechanical Sciences* [online]. 2013, **75**, 257-264 [cit. 2016-04-25]. DOI: 10.1016/j.ijmecsci.2013.07.008. ISSN 00207403. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0020740313002063>

- [23] XU, Baoxing a Xi CHEN. Determining engineering stress–strain curve directly from the load–depth curve of spherical indentation test. *Journal of Materials Research* [online]. 2010, **25**(12), 2297-2307 [cit. 2016-04-25]. DOI: 10.1557/jmr.2010.0310. ISSN 0884-2914. Dostupné z: http://www.journals.cambridge.org/abstract_S0884291400035809
- [24] YAN, Wenyi, Qingping SUN a Peter D. HODGSON Determination of plastic yield stress from spherical indentation slope curve. *Materials Letters* [online]. 2008, **62**(15), 2260-2262 [cit. 2016-01-28]. DOI: 10.1016/j.matlet.2007.11.062. ISSN 0167577x. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0167577X07011810>
- [25] SWAIN, M.V. Mechanical property characterisation of small volumes of brittle materials with spherical tipped indenters. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1998, **253**(1-2), 160-166 [cit. 2016-05-30]. DOI: 10.1016/S0921-5093(98)00725-4. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509398007254>
- [26] TIRYAKIOĞLU, Murat, John CAMPBELL a James T STALEY. On macrohardness testing of Al–7 wt.% Si–Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2003, **361**(1-2), 240-248 [cit. 2016-05-30]. DOI: 10.1016/S0921-5093(03)00514-8. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509303005148>
- [27] PUCHNIN, Maxim, Evgeniy ANISIMOV, Jiří CEJP, Igor KUNKA a Sébastien VICENS. Advantages of Express-Methods in Investigation of Mechanical and Physical Properties of Aluminium Alloys. *Manufacturing technology: Journal for science, research and production*. Ústí nad Labem, 2014, **14**(2), 234-238. ISSN 1213-2489.
- [28] BRYKSÍ STUNOVÁ, Brabora, Vlastimil BRYKSÍ a Maxim PUCHNIN. *Properties of Al alloy castings produced by rheocasting method SEED measured by indentation* [online]. 2015 [cit. 2016-01-28]. Dostupné z: <http://www.metal2015.com/files/proceedings/21/papers/3968.pdf>
- [29] ȘERBAN, Viorel-Aurel, Cosmin CODREAN, Mircea VODĂ, Didier CHICOT a Xavier DECOOPMAN. Correlation between yield stress and hardness of nickel–silicon–boron-based alloys by nanoindentation. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2014, **605**, 294-300 [cit. 2016-05-30]. DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.056. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S092150931400327X>
- [30] LI, Zhenming, Qigui WANG, Alan A. LUO, Penghuai FU a Liming PENG. Fatigue strength dependence on the ultimate tensile strength and hardness in magnesium alloys. *International Journal of Fatigue* [online]. 2015, **80**, 468-476 [cit. 2016-05-30]. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2015.07.001. ISSN 01421123. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0142112315002108>
- [31] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Český normalizační institut, 2003.
- [32] TALJAT, B. a G.M. PHARR Development of pile-up during spherical indentation of elastic–plastic solids. *International Journal of Solids and Structures* [online]. 2004, **41**(14), 3891-3904 [cit. 2016-01-17]. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2004.02.033. ISSN 00207683. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0020768304000897>

- [33] Poisson's Ratio Metals Materials Chart. *Engineers Edge* [online]. b.r. [cit. 2016-06-05]. Dostupné z:
http://www.engineersedge.com/materials/poissons_ratio_metals_materials_chart_13160.htm
- [34] ČSN EN ISO 6506-1. *Kovové materiály - Zkouška tvrdosti podle Brinella - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2015.
- [35] KALIDINDI, Surya R. a Siddhartha PATHAK. Determination of the effective zero-point and the extraction of spherical nanoindentation stress–strain curves. *Acta Materialia* [online]. 2008, **56**(14), 3523-3532 [cit. 2016-06-05]. DOI:
10.1016/j.actamat.2008.03.036. ISSN 13596454. Dostupné z:
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645408002413>
- [36] YAN, Wenyi a Chung Lun PUN. Spherical indentation of metallic foams. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2010, **527**(13-14), 3166-3175 [cit. 2016-01-17]. DOI: 10.1016/j.msea.2010.01.068. ISSN 09215093. Dostupné z:
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509310001000>
- [37] ČSN EN ISO 6892-1. *Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2010.

8 Seznam obrázků

Obrázek 1: Typická závislost indentační síly na hloubce (a), závislost indentační síly na čase (b) přizpůsobeno z [8].	17
Obrázek 2: Základní typy indentorů používaných v měření tvrdosti a dalších vlastností materiálu [1].	18
Obrázek 3 (a), (b): Model indentace válcovým indentorem (a), naměřená závislost síly na hloubce indentace (b), přizpůsobeno z [1].	20
Obrázek 4 (a), (b): Jednotlivé fáze indentace kuželovým indentorem (a) a naměřená závislost síly na hloubce indentace (b), přizpůsobeno z [11].	21
Obrázek 5: Příklad naměřené závislosti $P - h$ se znázorněním principu metody Fielda a Swaina. Přizpůsobeno z [11].	23
Obrázek 6: Schéma indentace sférickým indentorem, přizpůsobeno z [1].	24
Obrázek 7: Závislost síly na hloubce indentace při použití sférického indentoru (vpravo). Přizpůsobeno z [16].	24
Obrázek 8: Rozvoj velikosti plastické zóny ve vzorku v průběhu indentace (a) na mezi kluzu, (b) v první oblasti elasticko-plastické deformace, (c) v druhé oblasti elasticko-plastické deformace. Přizpůsobeno z [16].	25
Obrázek 9: Závislost napětí na deformaci určené instrumentovanou indentační zkouškou, přizpůsobeno z [20].	29
Obrázek 10: Naměřená indentační křivka v porovnání s křivkou elastického kontaktu podle Hertze. Přizpůsobeno z [25].	30
Obrázek 11: Pile-up a sink-in chování materiálů při použití sférického indentoru, přizpůsobeno z [32].	33
Obrázek 12: Rozdělení zatěžovací křivky na elastickou, elasticko-plastickou a plastickou oblast. Přizpůsobeno z [32].	34
Obrázek 13: Přejít z elastického sink-in do plastického pile-up v závislosti na exponentu deformačního zpevnění. Zobrazeny jsou hodnoty pro zatížení i odlehčení zkoušeného materiálu a hodnoty určené jinými výzkumnými týmy, přizpůsobeno z [32].	34
Obrázek 14: Porovnání tvaru indentoru s tvarem zbytkového vtisku při pile-up (vlevo) a sink-in (vpravo) chování materiálu při indentaci indentorem typu Berkovich. Přizpůsobeno z [1].	35
Obrázek 15: Tvar a rozměry zkušební vzorku na zkoušku tahem.	37
Obrázek 16: Připravené vzorky na zkoušku tahem.	38
Obrázek 17: Znázornění příčného a podélného řezu tyčí kruhového průřezu.	39
Obrázek 18: Broušené vzorky z větších tyčí určené pro ověření metodiky stanovení vlastností.	39
Obrázek 19: Broušené vzorky s příčným a podélným směrem zalisované do lisovací hmoty.	39
Obrázek 20: Světelný mikroskop Zeiss Neophot 32.	40
Obrázek 21: Elektronový mikroskop JEOL JSM 7600F.	40
Obrázek 22: Vzorek se značkami upnutý v závitových čelistech s nasazeným extenzometrem MSQ-R1.	41
Obrázek 23: Univerzální trhací stroj LabTest 5.100 SP1.	41
Obrázek 24: Nanotvrdosměr NanoTest.	42
Obrázek 25: Experimentální přístroj EXPIMER.	43
Obrázek 26: Snímek CuZn40Pb2 z elektronového mikroskopu a oblasti, ve kterých bylo zjišťováno chemické složení.	43

Obrázek 27: Snímek oceli E335GC z elektronového mikroskopu a oblasti, ve kterých bylo zjišťováno chemické složení.	44
Obrázek 28: Naměřená spektra záření, ze kterého bylo zjištěno chemické složení CuZn40Pb2.	44
Obrázek 29: AlCu4PbMg, podélný řez.	47
Obrázek 30: AlCu4PbMg, podélný řez 2.	47
Obrázek 31: AlCu4PbMg, příčný řez.	47
Obrázek 32: AlCu4PbMg, příčný řez 2.	47
Obrázek 33: Cu-ETP, podélný řez.	48
Obrázek 34: Cu-ETP, podélný řez 2.	48
Obrázek 35: Cu-ETP, příčný řez.	48
Obrázek 36: Cu-ETP, příčný řez 2.	48
Obrázek 37: CuSn8, podélný řez.	48
Obrázek 38: CuSn8, podélný řez 2.	48
Obrázek 39: CuSn8, příčný řez.	49
Obrázek 40: CuSn8, příčný řez 2.	49
Obrázek 41: CuZn40Pb2, podélný řez.	49
Obrázek 42: CuZn40Pb2, podélný řez 2.	49
Obrázek 43: CuZn40Pb2, příčný řez.	49
Obrázek 44: CuZn40Pb2, příčný řez 2.	49
Obrázek 45: S235JRC, podélný řez.	50
Obrázek 46: S235JRC, podélný řez 2.	50
Obrázek 47: S235JRC, příčný řez.	50
Obrázek 48: S235JRC, příčný řez 2.	50
Obrázek 49: S355J2, podélný řez.	51
Obrázek 50: S355J2, podélný řez 2.	51
Obrázek 51: S355J2, příčný řez.	51
Obrázek 52: S355J2, příčný řez 2.	51
Obrázek 53: 11SMn30, podélný řez.	51
Obrázek 54: 11SMn30, podélný řez 2.	51
Obrázek 55: 11SMn30, příčný řez.	52
Obrázek 56: 11SMn30, příčný řez 2.	52
Obrázek 57: E335GC, podélný řez.	52
Obrázek 58: E335GC, podélný řez 2.	52
Obrázek 59: E335GC, příčný řez.	52
Obrázek 60: E335GC, příčný řez 2.	52
Obrázek 61: Naměřené indentační křivky pro oceli.	53
Obrázek 62: Naměřené indentační křivky pro neželezné kovy.	54
Obrázek 63: Aproximace zatěžovacích křivek pro oceli.	56
Obrázek 64: Aproximace zatěžovacích křivek pro neželezné kovy.	56
Obrázek 65: Aproximace křivek odlehčování a jejich rovnice pro oceli.	57
Obrázek 66: Aproximace křivek odlehčování a jejich rovnice pro neželezné kovy.	58
Obrázek 67: Aproximované počátky odlehčovacích křivek při měření ocelí.	59

Obrázek 68: Aproximované počátky odlehčovacích křivek při měření neželezných kovů.	59
Obrázek 69: Části indentačních diagramů ($\sigma_{ind}-\varepsilon_{ind}$) určené ze vzorců (38).	62
Obrázek 70: Části indentačních diagramů ($\sigma_{ind}-\varepsilon_{ind}^*$), s napětím určeným podle Xu a Chena a deformací vypočtenou pomocí vzorce (39).	63
Obrázek 71: Celé indentační diagramy ($\sigma_{ind}-\varepsilon_{ind}^*$) pro oceli 11SMn30 a E335GC.	63
Obrázek 72: Výpočet napětí podle vzorců (41) a deformace podle (39).	65
Obrázek 73: Smluvní tahový diagram měřených materiálů.	67
Obrázek 74: Skutečný tahový diagram měřených materiálů.	67
Obrázek 75: Naměřené indentační křivky CuZn40Pb2 v příčném řezu mikroindentací.	69
Obrázek 76: Hodnoty vtiskové tvrdosti zjištěné mikroindentací.	72
Obrázek 77: Hodnoty vtiskového modulu zjištěné mikroindentací.	72
Obrázek 78: Hodnoty pružné části práce vnikacího procesu zjištěné mikroindentací.	72
Obrázek 79: Příklady naměřených indentačních křivek pro oceli.	73
Obrázek 80: Příklady naměřených indentačních křivek pro slitiny neželezných kovů.	73
Obrázek 81: Hodnoty vtiskové tvrdosti určené makroindentací.	74
Obrázek 82: Hodnoty vtiskového modulu pružnosti určené makroindentací.	75
Obrázek 83: Hodnoty pružné části práce vnikacího procesu určené makroindentací.	76
Obrázek 84: Příklad závislosti napětí na deformaci, určených z indentačních dat pomocí modelu Xu a Chena z makroindentace.	76
Obrázek 85: Závislosti napětí na deformaci, určených z indentačních dat měřených makroindentací pro slitiny neželezných kovů.	77
Obrázek 86: Závislosti napětí na deformaci, určených z indentačních dat měřených makroindentací pro oceli.	78
Obrázek 87: Porovnání tahového diagramu s diagramem určeným makroindentací pro CuSn8 s detailem oblasti meze kluzu.	80
Obrázek 88: Porovnání vtiskové tvrdosti určené mikro a makroindentací.	81
Obrázek 89: Porovnání vtiskových modulů určených mikroindentací, makroindentací a tahovou zkouškou.	82
Obrázek 90: Pružná část práce vnikacího procesu v měřítku mikro a makro.	82
Obrázek 91: Porovnání hodnot indentační deformace s měřenou deformací při zkoušce v tahu.	83
Obrázek 92: Porovnání tahových diagramů s diagramy určenými makroindentací pro oceli.	84
Obrázek 93: Porovnání tahových diagramů s diagramy určených makroindentací pro nekorelované slitiny neželezných kovů.	84
Obrázek 94: Porovnání hodnot K určených makroindentací, zkouškou tahem a výpočtem ze zkoušky tahem.	85
Obrázek 95: Porovnání hodnot n zjištěných makroindentací a ze zkoušky tahem.	86
Obrázek 96: Mez kluzu materiálů zjištěná z indentačních dat a zkouškou tahem.	86

9 Seznam tabulek

Tabulka 1: Mohsova stupnice [1].	14
Tabulka 2: Přepočet tvrdosti podle Brinella na mez pevnosti pro různé materiály [3].	30
Tabulka 3: Materiály použité v experimentální části práce.	36
Tabulka 4: Základní vlastnosti použitých materiálů.	36
Tabulka 5: Tabulka vyrobených vzorků a jejich účel a stav.	37
Tabulka 6: Leptadla použitá pro zviditelnění mikrostruktury pro použité materiály.	38
Tabulka 7: Vlastnosti použitého indentoru přístroje EXPIMER.	42
Tabulka 8: Naměřené chemické složení pro CuZn40Pb2.	44
Tabulka 9: Porovnání chemického složení neželezných kovů, určeného z materiálových listů a měřením metodou EDS.	45
Tabulka 10: Porovnání chemického složení ocelí, určeného z materiálových listů a měřením metodou EDS.	46
Tabulka 11: Volba zatížení podle normy ČSN EN ISO 6506-1.	53
Tabulka 12: Naměřené vlastnosti jednotlivých ocelí pro ověření metodiky.	54
Tabulka 13: Naměřené vlastnosti jednotlivých neželezných kovů pro ověření metodiky.	54
Tabulka 14: Tabulka naměřených hodnot použitých pro výpočet tvrdosti podle Brinella a porovnání s Brinellovou tvrdostí vypočítanou softwarem EXPIMERu.	55
Tabulka 15: Tabulka naměřených hloubek při zatěžování (dolní a horní mez pro integraci) výsledky výpočtů celkové mechanické práce vnikacího procesu.	57
Tabulka 16: Tabulka naměřených hloubek při odlehčování a výsledky výpočtů pružné zpětné deformační práce vnikacího procesu.	58
Tabulka 17: Tabulka vstupních a vypočtených hodnot modulu pružnosti.	61
Tabulka 18: Výsledky K a n z indentace podle různých výpočtů.	64
Tabulka 19: Tabulka základních naměřených vlastností použitých materiálů.	66
Tabulka 20: Hodnoty K a n odečtené z diagramu a vypočtené ze vzorce (44).	68
Tabulka 21: Vtisková tvrdost, redukovaný a vtiskový modul pružnosti měřených materiálů určené pomocí mikroindentace.	70
Tabulka 22: Elastická, plastická práce vnikacího procesu a jejich podíl z celkové práce vnikacího procesu měřených materiálů určené pomocí mikroindentace.	71
Tabulka 23: Vtisková tvrdost a vtiskový modul pružnosti určený makroindentací.	74
Tabulka 24: Pružná a plastická deformační práce vnikacího procesu a podíl pružné práce vnikacího procesu.	75
Tabulka 25: Hodnoty K, n a $R_{p0,2}$ zjištěné makroindentací pomocí různých modelů.	78
Tabulka 26: Skutečné deformace na mezi kluzu a na mezi pevnosti ze zkoušky tahem.	79



10 Přílohy

10.1 Materiálový list S235JRC

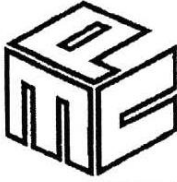
22. 01. 2014 JF 02 04
B-2013 17630

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. 20 622 Lublin, ul. Palawka 3B, e-mail: office@stalma.com.pl</p>		<p>INSPECTION CERTIFICATE</p> <p>No. 14675/3</p> 											
<p><input checked="" type="checkbox"/> 3.1 EN 10204 <input type="checkbox"/> 2.2 EN 10204</p>													
<p>Customer FERONA a.s. 111 82 PRAHA 1, Havlickova 1043/11, Czech Republic</p>		<p>Order No. / Confirmation No. 523930/P</p>											
<p>Delivery address Ferona a.s. Skład 11 108-33 Praha, Polygraficka 3/262, Czech Republic</p>		<p>Weight [kg] 3062</p>											
<p>Product / Specifications Cold drawn bar, rd EN-10025 EN-10277; EN-10278</p>		<p>Dimensions rd 14.00 h9 3000+500</p>	<p>Quality / Finished condition S235JRC+C</p>										
		<p>Prod. batch No. W/3405</p>											
		<p>CEV: 0.29</p>											
<p>I. CHEMICAL COMPOSITION</p>													
Charge No.	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al	Pb		N ₂
x63596	0.13	0.60	0.22	0.035	0.029	0.18	0.09	0.24	0.03	.009			0.009
<p>II. MECHANICAL TESTS</p>													
Charge No.	R _e /R _m * [Mpa]	R _m [Mpa]	A5* [%]	Hardness [HB]	Other tests*								
x63596	590	640	10.4	185									
<p>* test is carried out under the agreement made when placing the order</p>													
<p>III. CHARACTERISTICS AND PARAMETERS AGREED WHEN PLACING THE ORDER</p>													
<p>Surface: class 1, Straightness: EN 10278 Other tests: Radioisotopic activity max 100Bq/kg</p>													
<p>QUALITY CONTROL</p>							<p>DECLARATION OF CONFORMITY</p>						
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										

10.2 Materiálový list S355J2

 MPC METAL 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: ofica@mpcmetal.pl	INSPECTION CERTIFICATE No. 02686/4

- 3.1 EN 10204
 2.2 EN 10204

Customer Ferona a.s. 108 33 Praha, Polygraficka 3/262	Order No. / Confirmation No. 558314/P
---------------------------------------------------------------------	------------------------------------------

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

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 ₂
413242	0,19	1,4	,240	0,007	0,007			0,04		,033			

II. MECHANICAL TESTS

Charge No.	R/R ₀₂ * [Mpa]	R _m [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 2014.11.26	MPC Metal Ltd declares that the product satisfies requirements of documents to in this Certificate.
Andrzej Zakoniec		
Issued by	Approved by	

10.3 Materiálový list 11SMn30

A04 Značka výrobce / Manufacturer's logo



TRINECKÉ ŽELEZÁRNY
MORAVIA STEEL


A02 Druh dokumentu / Type of inspection document								
Inspekční certifikát 3.1 - Inspection certificate 3.1, EN 10204:2004								
A01/A05 Výrobní závod / Manufacturer					Stránka / Page			
TRINECKÉ ŽELEZÁRNY, a.s., Průmyslová 1000, Staré Město, 739 61 Třinec, Czech republic VF - Tažírna ocelí, Tovární 1688, 686 02 Staré Město, Czech republic					1/1			
A03 Číslo dokumentu / Document No.					2014/11/003961-STO			
A07 Číslo objednávky / Purchaser's order No.			A06 Příjemce / Consignee					
555811/P			Feron, a.s.					
A10 Číslo kontraktu / Contract No.			Centrální likvid. fakt. VO, útv. 312					
0041323703			Polygrafická 3/262					
A08 Číslo zakázky / Manufacturer's order No.			108 33 Praha 10 - Malešice					
9910071307/000010			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			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		C71-C92 Chemické složení-Chemical composition [%]						
Steelmaking process								
T19656/2014		C Mn Si P S						
BO-ZPO2		0.11 1.19 0.02 0.049 0.280						
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 Tažnost 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 T.Jut, nezávislý oprávněný zástupce Officer of Quality Inspection of Realising and Attesting, independent authorized agent								
Staré Město: 12.11.2014								

10.4 Materiálový list E335GC



A02 Druh dokumentu / Type of inspection document						
Inspekční certifikát 3.1 - Inspection certificate 3.1, EN 10204:2004						
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	
A03 Číslo dokumentu / Document No.					2014/11/003967-STO	
A07 Číslo objednávky / Purchaser's order No.			A06 Příjemce / Consignee			
555834/P			Feron, a.s.			
A10 Číslo kontraktu / Contract No.			Centrální likvid. fakt. VO,útv. 312			
0041323706			Polygrafická 3/262			
A08 Číslo zakázky / Manufacturer's order No.			108 33 Praha 10 - Malešice			
9910071329/000010			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 1Z97890	14/11/001817 5914004312		T59629	0	2	2020
B07, B14, C70 Tavba / Rok výroby / Způsob výroby Heat No. / Year of production		C71-C92				
T59629/2013		Chemické složení-Chemical composition [%]				
BO-ZPO2 BOF-cc billets		C	Mn	Si	P	S
		0.48	0.74	0.28	0.018	0.005
					N	0.0037
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 Tažnost Elongation A5 [%]	C14 Kontrakce Contraction Z [%]	B05 Stav zkoušení Test state
T59629	+C	652	767	10		
B07 Tavba Heat No.	D53 100% kontrola totožnosti Sparking test 100%					
T59629	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 according to Law No. 227/2000 Coll 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						

10.5 Materiálový list AlCu4PbMg

 <p>42. Pogranichnikov street, Krasnojarsk 660111, Russian Federation</p>	<p>Krasnojarsk Metallurgical Plant</p> <p>INSPECTION CERTIFICATE EN 10204 - 3.1</p>	<p>A-0193 6</p> <p>No 1047 / E1736</p> <p>Date 31.01.14</p>	<p>EN N G</p>																																																																				
<p>CUSTOMER PROFIMET S.R.O., NA SUCHVYCH 271, 25242 VĚSTEC U PRAHY, CZECH REPUBLIC</p>	<p>CONTRACT No: CZ/S/2011 APPENDIX No: 18394 ORDER No: 9130Z1481</p> <p>ORDER No of the consignee: Mark of manufacturer: <i>533 982/3</i></p>	<p>Alloy and Temper EN AW-2030 T3</p> <p>Lot No: F1736 Net Weight 505 Xg 388 lb</p> <p>Documentation EN 573-3, EN 754-1, -2, -3 Dimension 14 Length 3000 mm</p>																																																																					
<p>CONSIGNEE SKLAD PODEBRADY, STAVĚBNÍ ULICE 57, 293 61 PODEBRADY, CZECH REPUBLIC</p>	<p>Description of Goods: Aluminium draws (round bars)</p>	<p>MECHANICAL PROPERTIES</p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td>Ultimate strength</td> <td>Yield strength</td> <td>Elongation</td> <td>Hardness</td> </tr> <tr> <td>Units: mpa</td> <td>Units: mpa</td> <td>Units: %</td> <td>Units: Hn</td> </tr> <tr> <td>Minimal requirements</td> <td>370</td> <td>7</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>Test results:</td> <td>469-470</td> <td>407-414</td> <td>10.0-9.8</td> </tr> </table>	Ultimate strength	Yield strength	Elongation	Hardness	Units: mpa	Units: mpa	Units: %	Units: Hn	Minimal requirements	370	7	-	Test results:	469-470	407-414	10.0-9.8																																																					
Ultimate strength	Yield strength	Elongation	Hardness																																																																				
Units: mpa	Units: mpa	Units: %	Units: Hn																																																																				
Minimal requirements	370	7	-																																																																				
Test results:	469-470	407-414	10.0-9.8																																																																				
<p>CHEMICAL COMPOSITION, %</p>																																																																							
<table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td></td> <td>Si</td> <td>Fe</td> <td>Cu</td> <td>Mn</td> <td>Mg</td> <td>Cr</td> <td>Ni</td> <td>Zn</td> <td>Ti</td> <td>Pb</td> <td>Bi</td> </tr> <tr> <td>Minimal requirements</td> <td>min</td> <td></td> <td>3.3</td> <td>0.20</td> <td>0.50</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td>0.8</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td>max</td> <td>0.8</td> <td>4.5</td> <td>1.0</td> <td>1.3</td> <td>0.10</td> <td></td> <td>0.50</td> <td>0.20</td> <td>1.5</td> <td>0.20</td> </tr> <tr> <td>Test results</td> <td></td> <td>0.53</td> <td>3.57</td> <td>0.63</td> <td>0.72</td> <td>0.018</td> <td></td> <td>0.31</td> <td>0.076</td> <td>0.91</td> <td>0.021</td> </tr> <tr> <td>Cast 1-374 No</td> <td></td> <td>0.57</td> <td>3.90</td> <td>0.68</td> <td>0.74</td> <td>0.021</td> <td></td> <td>0.35</td> <td>0.078</td> <td>0.92</td> <td>0.020</td> </tr> </table>		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Pb	Bi	Minimal requirements	min		3.3	0.20	0.50					0.8			max	0.8	4.5	1.0	1.3	0.10		0.50	0.20	1.5	0.20	Test results		0.53	3.57	0.63	0.72	0.018		0.31	0.076	0.91	0.021	Cast 1-374 No		0.57	3.90	0.68	0.74	0.021		0.35	0.078	0.92	0.020	<p>It is hereby certified that the above material is manufactured in compliance with the specified meets the stipulated requirements. The wood used in packaging and release is processed thermally, peeled, free of pests and worn b ISPM 15. It is confirmed by the marking of the wood's parts.</p>										
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Pb	Bi																																																												
Minimal requirements	min		3.3	0.20	0.50					0.8																																																													
	max	0.8	4.5	1.0	1.3	0.10		0.50	0.20	1.5	0.20																																																												
Test results		0.53	3.57	0.63	0.72	0.018		0.31	0.076	0.91	0.021																																																												
Cast 1-374 No		0.57	3.90	0.68	0.74	0.021		0.35	0.078	0.92	0.020																																																												
	<p>Quality control department Quality Control Inspector Sbolchova V.P.</p>																																																																						

10.6 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
Měřeno	8,01	0,015	0,3	0,014	0,001	0,071	169
Prvek							
Od							
Do							
Měřeno							
Prvek							
Od							
Do							
Měřeno							

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

10.7 Materiálový list CuZn40Pb2

RUSSIA, Kamensk-Uralsky Non-Ferrous Metal Working Plant, str. Lermontov, 40												
579161/4												
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		Profimet s.r.o., Jesenicka 525, Dolni Jirany - 252 44 Czech Republic					
Приложение № Appendix No												
Наименование, Description	Марка Grade	Стандарт Standard	Размер Size, mm		Точность Precision	Состояние State						
			диаметр	длина								
Пруток латушый	CW617N (CuZn40Pb2)	DIN EN 12164	Кр. 14	3000		R 430						
Партия Lot №	Вес weight, kg											
	нетто, net											
3ц												
3ц												
Итого	492											
Химический состав Chemical properties, %						Стандарт Standard	EN 12164					
Основные компоненты Content of main components, %				Примеск Impurities, %								
№ пар- ти по ИД	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				
3ц 850	58,34	1,76	ост	0,019	0,30	0,22	0,24	0,002	0,005	0,002	0,043	0,005
3ц 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 Т.Т. 2-523-13					
по ИД	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							
3ц	530		18,0		380							
3ц	470		19,0		300							

Уровень радиации металла не превышает естественного уровня.
 Radioactivity of the metal doesn't exceed naturally permissible level of radiation.