

**ČESKÉ VYSOKÉ
UČENÍ TECHNICKÉ
V PRAZE**

**FAKULTA
STROJNÍ**



**TEZE
DISERTAČNÍ
PRÁCE**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ

TEZE DISERTAČNÍ PRÁCE

Využití indentačních zkoušek tvrdosti pro stanovení
mechanických vlastností materiálů

Mgr. Maxim Puchnin

Doktorský studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Materiálové inženýrství

Školitel: Doc. Ing. Jiří Cejp CSc.

Teze disertace k získání akademického titulu "doktor", ve zkratce "Ph.D."

Praha

červenec 2018

Název anglicky: The use of indentation hardness tests for determining the mechanical properties of materials

Disertační práce byla vypracována v prezenční formě doktorského studia na Ústavu materiálového inženýrství Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Disertant: Mgr. Maxim Puchnin

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
121 35, Praha 2 Nové Město, Karlovo nám. 13

Školitel: Doc. Ing. Jiří Cejp CSc.

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
121 35, Praha 2 Nové Město, Karlovo nám. 13

Školitel-specialista: Ing. Jakub Horník, Ph.D.

Ústav materiálového inženýrství, Fakulta strojní ČVUT v Praze
121 35, Praha 2 Nové Město, Karlovo nám. 13

Oponenti:

Prof. Ing. Eva Schmidová, Ph.D.

Prof. Ing. Ján Vavro, Ph.D.

Doc. Ing. Viktor Kreibich, CSc.

Teze byly rozeslány dne:

Obhajoba disertace se koná dne v hod.

v zasedací místnosti č. 17 (v přízemí) Fakulty strojní ČVUT v Praze,
Technická 4, Praha 6

před komisí pro obhajobu disertační práce ve studijním oboru materiálové inženýrství.

S disertací je možno se seznámit na oddělení vědy a výzkumu Fakulty strojní ČVUT v Praze, Technická 4, Praha 6.

Prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.

předseda oborové rady oboru materiálové inženýrství

Fakulta strojní ČVUT v Praze

Věnování

Tuto disertační práci bych chtěl věnovat mému tatínkovi Sergeji Vladimirovičovi Puchninovi, který byl vždy moji duševní oporou a byl by určitě rád, kdyby se dožil jejího dokončení a obhajoby.

Poděkování

Rád bych poděkoval svému školiteli doc. Ing. Jiřímu Cejpovi CSc. za cenné rady a připomínky při vypracování této práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Jakubovi Horníkovi, Ph.D., který působil jako školitel specialista a také prof. Ing. Františce Pešlové, Ph.D. a doc. Ing. Vojtěchu Pražmovi CSc. za jejich pomoc při experimentech a jejich zpracování, cenné rady při řešení dané problematiky a přátelský přístup.

V neposlední řadě děkuju své přítelkyni a rodině za jejich trpělivost a podporu.

Anotace:	7
1 Úvod a popis řešené problematiky	10
2 Současný stav	13
3 Cíle disertační práce	15
4 Metodologický přístup k experimentu na základě kritické rešerše	18
5 Experiment.....	22
6 Závěrečné porovnání výsledků	29
7 Důsledky pro vědu a praxi.....	32
8 Závěr	34
Seznam literatury	40
Seznam publikační činnosti autora	43

Anotace:

Stanovení materiálových vlastností všech objektů patří mezi základní požadavky technické praxe. Dodavatelem definované materiálové vlastnosti jsou vizitkou tohoto materiálu, na jejichž základě je materiál předurčen pro konkrétně zatěžované součásti anebo technologické procesy. Jsou to například tyto údaje: mez kluzu R_e a $R_{p0.2}$, mez pevnosti v tahu R_m , Youngův modul pružnosti v tahu E , exponent n a součinitel K deformačního zpevnění. V technické praxi se obvykle pro jejich měření používají standardní destruktivní metody. Například pro základní statickou zkoušku tahem se používají zvlášť vyrobené normalizované tyče, které jsou osově namáhané do konečného roztrhnutí. Tyto mechanické zkoušky se provádějí na univerzálních trhacích strojích různého zatížení a velikosti.

Disertační práce se zabývá návrhem metodologie určení mechanických vlastností různých strojírenských materiálů na základě parametrů získaných z procesu instrumentovaného indentačního měření pomocí experimentálního zařízení speciálně navrženého a vyvinutého v rámci této práce. Věnuje se studiu materiálu a jeho odezvy na proces vniknutí indentoru do jeho povrchu na základě světelné a elektronové mikroskopie

spolu s využitím výpočtového modelování (VM) metodou konečných prvků (MKP).

Vyvinutá instrumentovaná měřící soustava pro stanovení mechanických vlastností materiálů indentační metodou může být alternativním způsobem, jak rychle a nedestruktivně změřit potřebné parametry strojírenských materiálů nebo konstrukcí.

Abstract:

Determining the material properties of all objects is one of the basic requirements for technical practice. The defined material properties by Supplier is a business card of this material, based on which the material is predetermined for specifically stressed components or technological processes. These are for example the following data: yield strength R_e and $R_{p0.2}$, tensile strength R_m , Young's modulus E , strain hardening exponent n and coefficient K . In basic technical practice, standard destructive methods are used for their measurement. For example a standard static tensile test uses specially produced standardized bars that are axially loaded into the final tear. These mechanical tests are carried out on universal tensile testing machines of various loads and sizes.

The dissertation thesis deals with the proposal of methodology for determination of mechanical properties of

different engineering materials which are based on obtained parameters from the process of instrumental indentation measurement by using an experimental equipment specially which was designed and developed in this work. It deals with the study of the material and its response to the penetration process of the indenter into its surface based on light and electron microscopy together with the use of finite element analysis (FEA).

The developed instrumental measuring system for determining the mechanical properties of materials by the indentation method may be an alternative way for quick and non-destructive measurements of the required parameters directly on engineering materials or constructions.

1 Úvod a popis řešené problematiky

Měření mechanických vlastností materiálů je velmi důležité pro různá průmyslová odvětví a vědecko-výzkumnou práci. Získané hodnoty se používají v inženýrském navrhování konstrukcí a strojů jako procesní parametry. Tahová zkouška je běžně používaným mechanickým testem, který nepřetržitě popisuje závislost napětí v materiálu na deformaci. Výsledkem je diagram používaný pro stanovení mechanických vlastností materiálů: meze kluzu R_e a $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m a modulu pružnosti E . Speciálně připravené standardní vzorky pro statickou zkoušku v tahu jsou během zkoušky zatěžované až do porušení.

Nicméně je velmi důležité vědět, že s rostoucí výrobou a vývojem nových materiálů a slitin, a s tím spojených způsobů zpracování strojírenských dílů a výrobků, se stává tahová zkouška více časově náročnou a drahou. To vede k potřebě urychlení a zjednodušení zkušebních metod, které by rovněž umožnily uživatelům zkoušet materiály a celé výrobky nedestruktivním způsobem. Metody měření tvrdosti jsou toho příkladem.

Zkoušky tvrdosti jsou založené na vnikání indentoru (kulička, kužel nebo jehlan) do povrchu a sledování odezvy materiálu. Tyto zkoušky mají vysokou přesnost výsledků především u homogenního materiálu. Kromě toho korelace mezi číslem tvrdosti a některými mechanickými vlastnostmi se ukázaly jako užitečné v technické praxi a byly standardizovány například v České Republice, Rusku, Německu a USA.

Lze vycházet z některých výhod měření tvrdosti, ke kterým patří:

1. Stanovení mechanických vlastností polotovarů a finálních výrobků.
2. Měření vlastností v mikro-objemech, zvláště když je materiál citlivý na některé strukturní vady nebo změny, jako je tomu například v technologii svařování.
3. V provozu při běžných zkouškách materiálů.
4. Využití v povrchovém inženýrství, kde je velmi důležitá kontrola degračních procesů probíhajících na povrchu a pod povrchem materiálu.
5. Automatizace měření, které umožňuje učinit testovací proces nepřetržitým.

V technické praxi existují rizika spojená s konstrukčním návrhem, zvláště když jsou využity nové materiály nebo dochází ke strukturním změnám, při kterých se některé vlastnosti mohou změnit během provozu. Dostupnost a uplatnění metod konečných prvků může snížit náklady a čas na testování a ověřování konkrétního konstrukčního návrhu. Avšak kvalita vstupních dat významně ovlivňuje výsledek získaný pomocí výpočtů metodou konečných prvků (MKP), což je výzvou pro nové metody zkoušení mechanických vlastností, které mohou být časově a ekonomicky efektivními, stejně jako přesnými. Z toho důvodu metoda instrumentovaného (automatizovaného) vtlačování indentoru kulového tvaru (ABI) má v tomto směru velký potenciál.

Metody měření tvrdosti mohou být rozděleny do tří skupin podle měřicího rozsahu: makro, mikro a nano; makro-indentace pracující při zatížení indentoru od 2 N do 30 kN; mikro-indentace se používá při zatížení menším než 2 N a hloubce vtisku větší než 0,2 μm ; nanoindentace je aplikovaná do hloubky 0,2 μm .

2 Současný stav

V inženýrské praxi existuje několik principiálně odlišných způsobů zkoumání mechanických vlastností materiálů, a to již od návrhu a výroby až po konečnou kontrolu kvality a životnosti součástí, strojů a konstrukcí. Z metodologického hlediska je známo, že lze takové zkoumání provádět nedestruktivním nebo destruktivním způsobem. Nedestruktivní metody nacházejí uplatnění jako alternativní způsob pro standardně zavedené destruktivní metody, neboť umožňují provedení zkoušek i bez speciálně vyrobených vzorků přímo na konstrukční součásti, případně i za provozu, což je časově a energeticky velmi výhodné. Toto je umožněno vzhledem k extrémně malému objemu zkoumaného materiálu potřebného k měření a testovacímu zařízení, jehož měřicí prvky mají vysokou citlivost a rozlišovací schopnost. Testovací zařízení jako celek, díky pokročilé automatizaci na hardwarové i softwarové úrovni, umožňuje provedení komplexních testů s vysokou přesností. Lze tak měřit široké spektrum materiálových veličin, jako jsou hodnoty tvrdosti, meze pevnosti, meze kluzu, modulu pružnosti, energie elastické a plastické deformace, exponent a koeficient deformačního zpevnění. [20]

Měření tvrdosti se provádí indentační metodou, při které indentor s definovanou geometrií a daným způsobem zatížení, vniká do povrchu zkušebního tělesa. Tvrdost se určuje na základě měření geometrie vtisku nebo posuvu indentoru při daném zatížení. Z naměřených číselných hodnot tvrdosti lze následně získat další mechanické vlastnosti, za pomoci známých případně standardizovaných korelačních vztahů. [1,2,3,4]

Indentační zkouška poskytuje objektivní výsledky stanovených mechanických vlastností materiálů, nejen použitím jediné hodnoty tvrdosti při daném zatížení, ale průběžným zaznamenáváním parametrů procesu zatížení a odlehčení. Tato metoda je nazývána instrumentovanou indentační zkouškou materiálů. Závislost zatížení - hloubka vtisku popisuje charakteristické chování materiálu v průběhu elastické, elasticko-plastické a plastické deformace.

Princip vlačování indentoru kulového tvaru do povrchu materiálu je známý ze zkoušek tvrdosti podle metody Rockwell a Brinell. Velké pokroky v jeho automatizaci byly aplikovány teprve v letech 1970 až 1990 přesto, že se o možnosti výpočtu pevnostních charakteristik materiálů a materiálových vlastností z hodnot tvrdosti, vědělo již dříve. Například v inženýrské praxi byly zavedené převodní tabulky z odměřené tvrdosti HB na mez

pevnosti R_m (pro ocele a litiny), které byly později normalizované. V letech 1950 až 1970 o vztazích mezi pevností materiálu a tvrdostí psali významní vědci, jako R. Hill [5], D. Tabor [6], K. L. Jonson [7,8]. Ale ještě před tím někteří z teoretiků, jako například v bývalém Sovětském Svazu akademik A. J. Ishlinsky [9], potvrdili pomocí matematicko-fyzikálního modelování, že dokonce existuje vztah mezi kluzem materiálu a číslem tvrdosti HB. Jak je vidět, uvedený princip vtlačování indentoru má bohatou historii a teoretickou podstatu i když první automatické zařízení a instrumentované systémy pocházejí z let 1980 až 1990. Vývojem těchto zařízení se stále zabývají vědecká pracoviště například v USA, Koreji a Rusku. Některé z nich dostaly své měřicí systémy na velmi dobrou technickou úroveň a distribuují je po celém světě. Na základě teoretických poznatků získaných ze světové odborné literatury byly postaveny „*Cíle dizertační práce*“.

3 Cíle dizertační práce

Cílem dizertační práce je, na základě studia existujících indentačních technologií navrhnout a vyvinout nový systém zkoušení mechanických vlastností, využívající metodiku instrumentovaného vtlačování indentoru kulového tvaru. V rámci experimentu vypracovat metodologii výpočtu

mechanických vlastností strojírenských materiálů a získané charakteristické závislosti ověřit s hodnotami změřenými na standardních zkušebních přístrojích (trhací stroj, univerzální tvrdoměr, nanotvrdoměr).

Splnění stanovených cílů potvrdit na vybraném materiálu např. na hliníkové slitině AlCu4PbMg (EN AW 2030-T3), u kterého bude možné reprezentovat probíhající proces odezvy struktury po zatížení.

Pro splnění cílů navrhuji dodržet následující postup:

1. Zpracovat literární rešerše k dané problematice.
2. Pomocí metody konečných prvků navrhnout model pro novou koncepci zkoušení materiálových vlastností vtlačováním sférického indentoru.
3. Využít způsob instrumentovaného vtlačování indentoru pro návrh speciálního experimentálního zařízení.
4. Provést matematické zpracování vybraných mechanických vlastností.
5. Verifikovat výpočty na standardních zkušebních zařízeních.
6. Vybrat materiály pro standardní a indentační zkoušky a s jejich detailním strukturním rozbohem.

7. Volba geometrie vzorků pro statickou tahovou zkoušku a zkoušky tvrdosti.
8. Porovnání a vyhodnocení výsledků z jednotlivých metod měření.
9. Analýza mikrostruktury a chemického složení pro vybrané materiály.
10. U slitin hliníku doplnit fraktografické zkoumání lomových ploch.
11. Vyhodnotit odezvu vybraných materiálů z procesu vtlačování indentoru.
12. Navrhnout prototyp experimentálního zařízení pomocí MKP.
13. Vyrobit prototyp experimentálního zařízení.
14. Uvést do provozu a odzkoušet experimentální zařízení.
15. Ověřit metodiku primárního a upřesněného výpočtu mechanických vlastností.

4 Metodologický přístup k experimentu na základě kritické rešerše

Existuje několik principiálně odlišných způsobů zkoumání mechanických vlastností materiálů a to již od návrhu designu až po konečnou kontrolu kvality a životnosti součástí strojů a konstrukcí. Z metodologického hlediska lze takové zkoumání provádět nedestruktivním nebo destruktivním způsobem. Nedestruktivní metody nacházejí alternativní uplatnění k standardně zavedeným destruktivním metodám, neboť umožňují provedení zkoušek i bez speciálně vyrobených vzorků, přímo na konstrukční součásti, případně i za provozu, což je časově a ekonomicky velmi výhodné. V předkládaném experimentu je toto umožněno díky extrémně malému objemu zkoumaného materiálu potřebného k provádění měření. V daném případě se využívá lokální zatížení pomocí testovacího zařízení, jehož měřicí prvky musí mít vysokou citlivost a rozlišovací schopnost. Testovací zařízení s vysokou stabilitou pracuje na základě pokročilé automatizace na hardwarové i softwarové úrovni. Výhodou předkládaného zařízení je kompaktní provedení a jeho mobilita. Navrhnuté zařízení, umožňuje provedení komplexních testů s vysokou přesností a získání širokého spektra materiálových veličin, jako jsou

hodnoty tvrdosti, meze pevnosti, meze kluzu, modulu pružnosti, energie elastické a plastické deformace s exponentem a koeficientem deformačního zpevnění.

Tuto metodu lze nazvat instrumentovanou zkouškou tvrdosti materiálů na základě vtlačování indentoru. Křivka zatížení-hloubka vtisku přitom popisuje charakteristické chování materiálu na základě elastické, elasticko-plastické a plastické deformace.

Měřicí zařízení, používané pro uvedený druh zkoušení materiálu, obsahuje snímače zatížení a posuvu indentoru nebo snímač hloubky vniknutí.

Existující zařízení, která realizují instrumentovanou indentační metodu s vysokou přesností a opakovatelností procesu měření, mají větší rozměry, jsou často omezené rozsahem používaného zatížení anebo rozměrem indentoru a měří celkový lineární posuv indentoru. [20, 22, 23, 24, 25]

Autor [10] popisuje možnost využití tenzometrických snímačů, které jsou připojeny k pružnému ramenu, pro registraci *nízkých hodnot zatížení a posuvů indentoru*. Měření *vyšších hodnot* parametrů indentace popisuje [11]. Další autor [12] navrhuje vertikální umístění pružného ramene. U zařízení Fohey [13] je realizován krátký měřicí obvod měření posuvu, kde je

zatěžován pouze držák indentoru a indentor, což je nejnižší nalezený počet prvků mezi snímačem a indentorem, které se deformují [13]. Borgersen [14] realizuje pákovým mechanismem odpočet parametru zatížení atd.

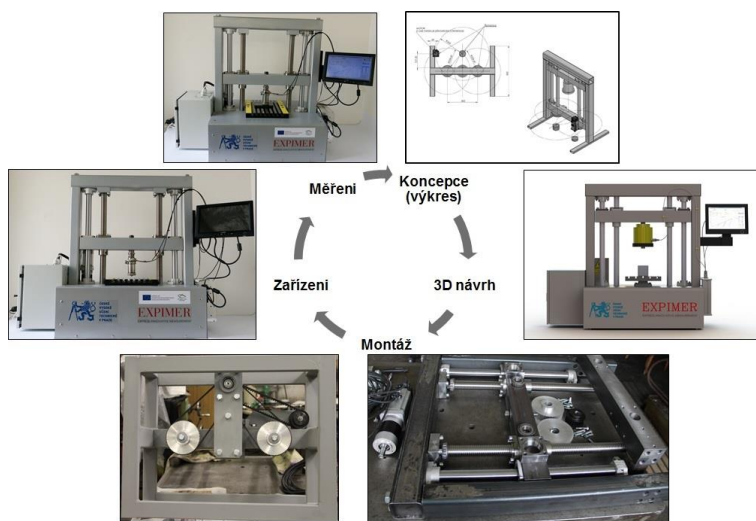
V patentu [15] existuje popis měřícího zařízení pro zkoušení, indentační metodou, kovových plechů. Měření pohybu se provádí s použitím tří LVDT snímačů posuvu, umístěných v blízkosti indentoru, kde konečný signál je zprůměrován. Tento systém neřeší otázku deformace sousedních komponentů indentoru. Měření pohybu třemi senzory upevněnými v blízkosti indentoru bude ovlivněno deformací zatížených součástí zařízení, což bude podstatné pro měření plechů, kde se vyžadují malé hodnoty zatížení. Je třeba brát v úvahu, že se také komplikuje konstrukce a zvyšují se nároky na manipulaci. Patent [16] popisuje ruční indentační zařízení se stejným principem měření pohybu. Další patent [17] popisuje jak indentační soustavu, která se může připojit k různým zatěžovacím mechanismům, tak počítačový systém pro provedení měření, zpracování dat a vyhodnocování výsledků. Snímač posuvu je umístěn mimo osu zatížení, co může být důvodem toho, že měření bude ovlivněno deformací komponentů soustavy, a manipulace se vzorkem nebo provedení měření v simulovaném prostředí bude velmi obtížné.

Indentační zařízení ZWICK, dostupné z [18], je založené na patentu [19] a dalších patentových dokumentech. Toto zařízení má indentační hlavici, která je součástí vlastního zatěžovacího mechanismu s tím, že se na jejím krytu nachází snímač posuvu. Měření geometrie vtisku zabezpečuje optický systém v kombinaci s manuálním nebo motorizovaným stolkem. Elastická deformace způsobená zatížením systému ovlivňuje přesnost odečítaných hodnot ze stupnice. Zařízení umožňuje použití různých indentorů, je plně automatizované, ale kromě hodnot tvrdosti a indentační křivky se nezískávají žádné další mechanické parametry.

Na základě těchto studií, metodologie a zařízení navržené v disertační práci, odstraňují všechny nedostatky uvedené z literárních rešerší.

5 Experiment

Experiment se zabývá návrhem, vývojem a ověřením prototypového experimentálního zařízení na základě indentačního systému, nazvaného v disertační práci „EXPIMER“. Návrh vycházel z poznatků získaných z patentů a odborných publikací. Zjednodušený postup vývoje od výkresu, návrhu v 3D, přes montáž a konečnou formu zařízení, na kterém může probíhat měření, je uveden na Obr. 1.



Obr. 1: Postup od návrhu, vývoje, montáže až po konečné zařízení

Přístroj navržený a vyvinutý na ústavu materiálového inženýrství, Českého Vysokého Učení Technického v Praze,

v rámci disertační práce (a v průběhu řešení projektů „Materiálový výzkum pro InovaSEED“, reg. č. CZ.1.05/3.1.00/14.0301, který je spolufinancovaný z Evropského fondu pro regionální rozvoj prostřednictvím Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace a SGS13/186/OHK2/3T/12 – *(Výzkum vlivu povrchových úprav na zvýšení životnosti a spolehlivosti komponentů vodních turbín)*) je plně automatizovaným, multifunkčním zařízením pro zkoušení materiálových vlastností, různých druhů strojírenských materiálů. Jedná se o následující materiálové vlastnosti:

- ▶ tvrdost HB,
- ▶ mez pevnosti R_m ,
- ▶ mez kluzu $R_{p0.2}$,
- ▶ modul pružnosti E,
- ▶ exponent n a součinitel K deformačního zpevnění.

Metoda je navržena jako nedestruktivní tak, aby nebylo nutné vyrábět zvlášť vzorky, čímž se tyto zkoušky stávají rychlejší a levnější. Získání velkého množství parametrů z jednoho rychlého a jednoduchého měření dělá tuto metodu flexibilní. Na základě uvedených předpokladů, bude možné určovat materiálové vlastnosti a jejich změny jak v průběhu vývoje, výroby, provozování tak i zpracování materiálu s tím, že

jsou odstraněny všechny uvedené restriktce předcházejících zařízení.

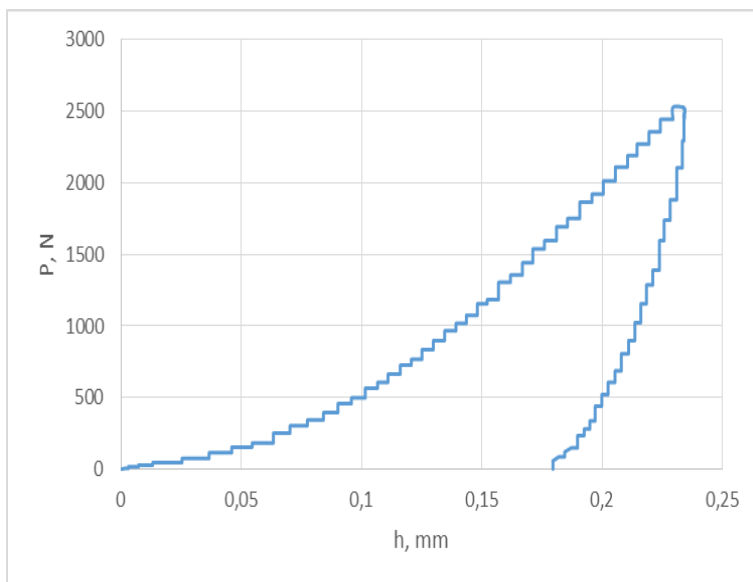
Součástí navrženého měřicího systému je speciální software napojený na zařízení, který je uživatelsky příjemný a zároveň schopný zpracovávat průběžně získané hodnoty do protokolu. Pro celý experiment není nutnost náročného zaškolování obslužného personálu. Bereme-li v úvahu, že tato zkušební metoda je aplikovatelná na jakýkoliv kovový materiál, získané veličiny mohou sloužit jako vstupní materiálové vlastnosti pro další matematické metody, kde na základě výpočtového modelování lze souběžně predikovat budoucí chování zatěžovaného materiálu v daných konstrukčních prvcích. [26, 27, 28, 29, 30, 31, 32]

Indentační zkoušky byly ověřené pomocí experimentálního makrotvrdoměru EXPIMER na všech vybraných materiálech, pro které již bylo provedeno studium mikrostruktury, chemického složení a aplikovaná statická zkouška tahem, zkouška tvrdosti a nanotvrdomosti.

Z hlediska reprodukovatelnosti experimentu vzorky byly připravené ve formě válečků s výškou 5-7 mm.

Příklad vyhodnocení indentačních výsledků byl proveden na vzorku, jehož materiál byl hliníková slitina EN AW-2030 T3 (AlCu4PbMg).

Po skončení experimentu, software EXPIMER ukládá průběžný záznam celé zkoušky pomocí senzoru zatížení a posuvu ve formě indentační křivky viz Obr. 2.

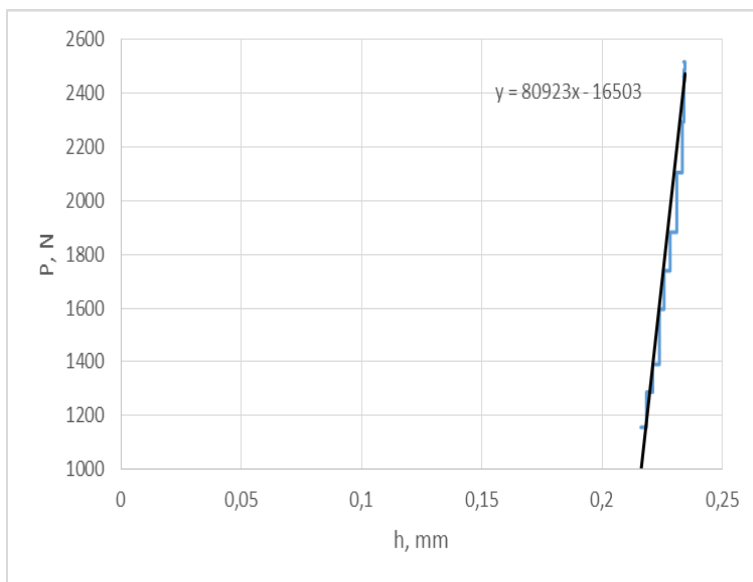


Obr. 2: Indentační křivka slitiny EN AW-2030 T3 (AlCu4PbMg)

Dále se z odlehčovací části (viz Obr. 3) odečte parametr sklonu S , ze kterého lze stanovit indentační modul pružnosti EIT, který se počítá podle vzorce 1.

$$E_{IT} = E_{red} \cdot (1 - \nu^2) = S \cdot (1 - \nu^2) = 80\,923 \cdot (1 - 0,32^2) = 72\,636 \text{ MPa}$$

(1)



Obr. 3: Sklon odlehčovací části indentační křivky

Následně se stanoví indentační deformace podle vzorce z vlastního návrhu

$$\varepsilon_{ind} = 1 - \frac{L_{D_0} - h}{L_{D_0}}$$

(2)

Parametr L_{D0} je závislý na průměru indentoru i v našem případě se bude rovnat 5. Tento parametr ukazuje hloubku zóny, ve které už nedojde k plastické deformaci.

Parametry zpevnění n a K se stanoví ze zatěžovací části indentační křivky dle následujících vzorců:

$$n = \left(\frac{\ln(P_2/P_1)}{\ln(h_2/h_1)} - 1 \right) \cdot 0,102 = \left(\frac{(\ln(P_2) - \ln(P_1))}{(\ln(h_2) - \ln(h_1))} - 1 \right) \cdot 0,102 \quad (3)$$

$$K = \frac{1}{0,102} \cdot \left(\frac{P}{h^n} \right) \quad [\text{MPa}] \quad (4)$$

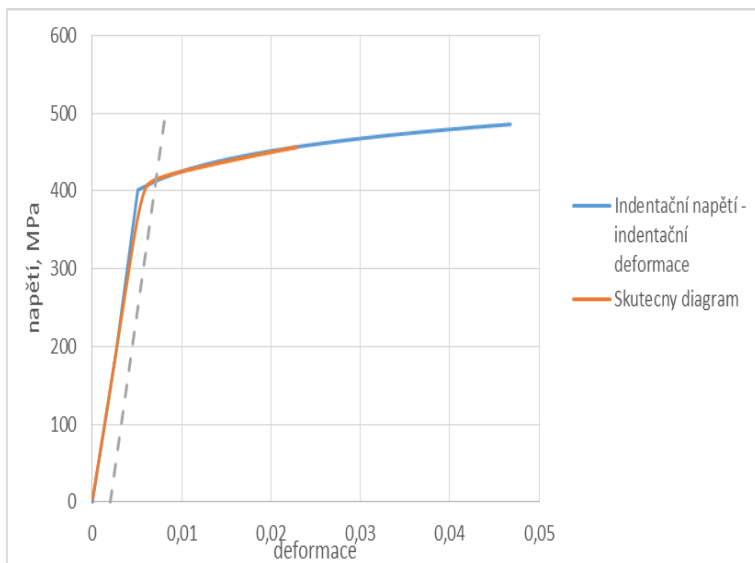
Hodnoty zatížení a hloubky vtisku pro výpočet n byly vybrány mezi maximální hodnotou a hodnotou s deformací nejbližší k hodnotě 0,002.

Napětí na mezi pevnosti bylo odečítáno jako napětí odpovídající maximální hodnotě zatížení.

Indentační napětí se spočítá na základě systému rovnic

$$\begin{cases} R = E \cdot \varepsilon, & R < R_{p0,2} \\ R = K \cdot \varepsilon^n, & R \geq R_{p0,2} \end{cases} \quad (5)$$

Na základě získaných hodnot je možné sestavit digram napětí-deformace. Na Obr. 4 je uvedeno porovnání získaného indentačního diagramu se skutečným diagramem ze statické zkoušky tahem, s vyznačením bodu na mezi kluzu.



Obr. 4: Porovnání indentačního diagramu s tahovým diagramem

Z uvedeného diagramu lze odečíst mez kluzu materiálu, která v tomto případě bude 415 MPa a mez pevnosti odpovídá 486 MPa.

6 Závěrečné porovnání výsledků

Na závěr disertační práce byly výsledky jednotlivých materiálových vlastností porovnávány s hodnotami získanými na navrženém zařízení EXPIMER a klasickými stroji, jako jsou trhací stroj, univerzálním tvrdoměr a nanotvrdoměr.

Tab. 1 Porovnání výsledků neželezné kovy

Parametr	Metoda	AlCu4 PbMg	Cu-ETP	CuSn8	CuZn40Pb 2
E [MPa]	Indentace EXPIMER, E_{IT}	72 636	98 528	77 201	68 829
	Indentace EXPIMER, S	80 923	110 569	86 636	77 240
	Mikroinden tace, E_{IT}	96 800	153 600	140 000	114 300
	Tahová zkouška	72 845	119 985	106 394	69 026
$R_{p0,2}$ [MPa]	Indentace EXPIMER	415	345	430	362

	Tahová zkouška	419	340	400	344
R_m [MPa]	Indentace EXPIMER	486	368	482	413
	Tahová zkouška	480	345	504	413
HBW	Indentace EXPIMER	90	78	133	109
	Zkouška tvrdosti	121	92,5	140	121

Tab. 2 Porovnání výsledků ocelí

Parametr	Metoda	E335GC	S235JRC	S355J2	11SMn30
E [MPa]	Indentace EXPIMER , E_{IT}	158 830	185 392	166 951	202 895
	Indentace EXPIMER , S	174 539	203 727	183 463	222 962

	Mikroindentace, E_{IT}	214 200	223 400	213 200	219 400
	Tahová zkouška	208 212	214 327	201 466	224 425
$R_{p0,2}$ [MPa]	Indentace EXPIMER	743	525	560	663
	Tahová zkouška	684	523	582	660
R_m [MPa]	Indentace EXPIMER	1020	590	763	694
	Tahová zkouška	852	549	637	664
HBW	Indentace EXPIMER	197	203	210	180
	Zkouška tvrdosti	201	174	211	186

Materiály pro experiment byly vybírány z pohledu velkého rozdílu mikroskopických charakteristik (odlišné mikrostruktury). Z toho důvodu byly zvoleny oceli a slitiny neželezných kovů.

Navrženou metodiku lze uplatnit i pro jiné materiály, ale vzhledem k rozsahu práce byly uvedeny jen některé, ze slitin nejvíce frekventovaných ve strojírenství.

7 Důsledky pro vědu a praxi

V disertační práci je popsáno jakou historií a vývojem prošla myšlenka o způsobu stanovení mechanických vlastností materiálů na základě parametrů vtláčování indentoru. Základní kameny tohoto oboru byly položeny ještě Henrichem Hertzem na konci XXI století. Od této doby prošel výzkum dlouhým řetězcem poznání. Mnoho významných vědců XX století, také vidělo v aplikaci indentačních metod velký potenciál. Patří mezi ně hlavně Ishlinsky, Tabor, Johnson. V současnosti v tomto směru materiálového inženýrství existuje velké množství metodologických postupů jak zpracovávat indentační výsledky a jak pomocí vtláčování indentoru stanovit mechanické vlastnosti materiálů. Většinou jsou takové postupy přímo navázané na konkrétní podmínky prováděných zkoušek nebo na konkrétní zařízení.

V rámci disertační práce byl proveden rozbor existujících způsobů a metodik stanovení mechanických vlastností pomocí vtláčování kulového indentoru. Na základě tohoto rozboru je zřejmé co bylo dosud zpracováno a na co je potřeba se

v budoucnosti ještě soustředit. Navržená metodologie výpočtu mechanických vlastností zahrnuje poznatky z teoretických pramenů a vlastní studie. Je flexibilní což umožňuje její použití při vyhodnocování jakýchkoliv indentačních výsledků. V disertační práci byla v plném rozsahu využívána a uplatněná metoda konečných prvků (MKP). Pomocí MKP modelu lze poměrně přesně stanovit, jakým způsobem bude distribuované napěťovo-deformační pole ne jen ve zkoušeném materiálu, ale i ve funkční oblasti indentoru. Výpočet funkce $F(E, P, \Delta)$, pomocí metody MKP, lze použít při korekci indentačních křivek, v důsledku elastické deformace indentoru. Navržené zařízení spolu se softwarem, může být v plném rozsahu využito při vědecko-výzkumné práci, od návrhu nových materiálů a technologických procesů (tepelné zpracování, obrábění, svařování atd.) až po běžné mechanické testy pro hodnocení strojírenských materiálů.

Navržená metodologie a nové indentační zařízení (patentované v průběhu řešení DP) najde v průmyslové praxi široké uplatnění. Přínos disertační práce lze spatřovat v rychlé a nedestruktivní metodě stanovování mechanických vlastností.

Vzhledem k tomu, že v praxi vždy existují rizika spojená se záměnou a nevhodným použitím materiálů, je výrobce nucen

stále hledat řešení jak je minimalizovat. Ve většině případů se výrobci musí spolehnout na dodavatele a použít materiál, který je deklarovaný na základě dodacích listů a případně atestů. Ale v technické praxi a okolo nás je mnoho případů, že až ve výrobku se zobrazí nevhodnost navržených materiálů nebo jejich záměna, což vede k velkým ekonomickým ztrátám. Například v dopravě, letectví, kosmonautice, jaderné energetice si chyby nelze dovolit. Využití nedestruktivních indentačních metod s výpočtovým modelováním otevírá nový směr ve zkoušení materiálů, šetří náklady a lze předpokládat spolehlivé výsledky.

8 Závěr

Cíle dizertační práce byly splněny v celém rozsahu. Dizertační práce vycházela z podrobné rešerše literárních zdrojů od experimentů Henricha Hertze na konci XXI století do současnosti. Byl prostudován vývoj měření tvrdosti, elastické, elasticko – plastické a plastické chování zkoušeného materiálu během procesu indentace. Z dostupných publikací byly analyzovány existující metodiky výpočtů mechanických vlastností materiálu na základě indentačních experimentů a principy, na základě, kterých fungují přístroje pro realizaci podobného druhu měření. Ze získaných poznatků a zhodnocení

kladů a záporů existujících metodik výpočtů mechanických vlastností a konstrukcí přístrojů, byla vypracovaná vlastní předložená koncepce, měření indentačních parametrů. V této nové koncepci byla uplatněna analýza deformačně-napěťových stavů metodou konečných prvků (MKP) na základě, které byly prokázány všechny výhody návrhu. Toto nové řešení umožnilo lepší představu o odezvě struktury materiálu na silové působení indentoru, které bylo zkoumáno pomocí mikroskopických metod.

Souhrn všech poznatků posloužil pro návrh vlastní metodologie výpočtu mechanických vlastností na základě indentačních dat a pro vývoj a výrobu nového měřicího systému EXPIMER. Toto zařízení dovoluje jedním rychlým, jednoduchým měřením zjistit *modul pružnosti, koeficient a exponent deformačního zpevnění, mez pevnosti, mez kluzu, energii elastické a plastické deformace*. V disertační práci bylo provedeno měření na nově vyvinutém zařízení na 8 vybraných strojírenských materiálech (3 typy slitin barevných kovů, elektrolytická měď a 4 druhy konstrukční oceli), u kterých byla zhodnocena jak chemická, tak podrobná mikrostrukturní analýza. Hodnoty materiálových vlastností získané z indentačních měření byly následně porovnány se standardními testy (statická zkouška tahem, zkouška tvrdosti podle Brinella,

zkouška mikroindentace), které byly provedeny na kalibrovaných přístrojích podle odpovídajících norem. Výsledky získané indentačním zařízením EXPIMER v tomto srovnávání, prokázaly velmi dobrou shodu a v některých případech byly identické.

Na základě získaných výsledků experimentů, lze hodnotit možnosti indentačních zkoušek podle předložené metodiky na zařízení EXPIMER, jako potenciální pro technickou aprobaci a jeho budoucí uplatnění v průmyslových podmínkách. Toto bylo prokázáno vyjádřením zájmu o uvedenou technologii měření společností MODELÁRNA LIAZ s.r.o.

Závěrem lze konstatovat, že navržená indentační zkouška (v porovnání s předcházejícími metodami), poskytuje objektivní výsledky stanovených mechanických vlastností materiálů. Nevyužívá se pouze jediná hodnota tvrdosti při daném zatížení, ale celý průběh zaznamenaných parametrů z procesu zatěžování a odlehčování, vynesené do grafické závislosti zatížení - hloubka vtisku.

Z řešení dizertační práce lze závěrem vyzvednout několik zásadních poznatků:

Přesnost měření lineárního posuvu indentoru závisí na citlivosti snímače indentační hloubky, jež má svoje rozlišení a umožňuje záznam určitého konečného počtu hodnot při daném posuvu. Problematika přesnosti záznamu malých posuvů indentoru se řeší obvykle pomocí laserové optiky nebo elektromagnetickým systémem. Celková přesnost měření závisí nejen na diskrétnosti zaznamenávaných veličin, ale také na vzdálenosti snímače od indentoru.

V současnosti větší počet konstrukčních prvků používaných mezi snímačem a indentorem zvětšuje chybu měření. To se dá vysvětlit tím, že samotné měření je ovlivněno napěťově-deformačními stavy těchto prvků v závislosti na zatěžovacích podmínkách, počtu cyklů a na atmosférických parametrech provozu, zejména tlaku, teplotě a vlhkosti. Snímač posuvu, současně používaných přístrojů, je často součástí zatěžovacího mechanismu, čímž se během indentace komplikuje proces korektní interpretace výsledků.

Nevýhody současně známých a používaných indentačních hlavic a instrumentovaných měřících systémů, využívaných pro měření mechanických vlastností materiálů indentační metodou, spočívají především v tom, že zcela neodstraňují vliv deformace součástí z hodnot měření posuvu

vyvolané působením zatěžující síly. V současnosti není zařízení, které by s dostatečnou přesností a reprodukovatelností výsledků, umožnilo zkoušení materiálů výrobků nedestruktivní metodou ve velkém rozsahu zatěžovací síly, např. od 1N do 35kN, a které by mělo zároveň malé rozměry a hmotnost a současně by umožňovalo připojení k různým zatěžovacím mechanismům i s ruční aplikací.

Běžně používané indentační mechanismy se nedají aplikovat kvůli různým restrikcím z vnějších příčin, jako jsou:

- Malý objem materiálu, ze kterého se nedají připravit standardní vzorky,
- Krátký časový limit, na rychlou orientaci v materiálových vlastnostech a následné změny některých operací v technologickém procesu,
- Složitý tvar konstrukce nebo výrobku, na kterém je potřeba zjistit distribuci mechanických vlastností.

V instrumentovaných měřicích systémech, založených na indentační metodě, je důležitá rozlišovací schopnost používaných snímačů a přesnost jimi měřených hodnot lineárního posuvu indentoru, odpovídajícího hloubce vnikání indentoru a také působící síly v průběhu zatížení.

V novém návrhu indentačního zařízení, bylo nutné brát v úvahu i to, že přesnost měření těchto parametrů může být ovlivněna řadou faktorů, jako například: umístění snímače v těle zařízení, jeho vzdálenost od indentoru a počet dalších prvků mezi nimi. Kromě toho napět'ově-deformační stavy indentoru a ostatních prvků také ovlivňují vlastní měření v závislosti na zatěžovací síle, počtu cyklů zatížení - odlehčení. Uvažovat ve výpočtech s tak velkým počtem proměnných bylo velmi náročné a obtížné i s použitím MKP modelování celé soustavy.

Nevýhody popsanych instrumentovaných zařízení pro indentační metody spočívají v tom, že senzor pohybu je umístěn mimo osu zatížení a tím i osu indentoru. Některé z nich obsahují i další namáhané části mezi indentorem a senzorem pohybu, což limituje rozsah používaných zatížení.

Všechny zmíněné nevýhody jsou v této práci odstraněny patentovaným návrhem, který popisuje indentační hlavici, obsahující jak snímač posuvu opatřený deformačním páskem s tenzometrem a tyčí umístěnou mezi ním a indentorem, tak snímač zatížení (siloměr) opatřený válcem s deformačními pásky a tenzometry. Výhodou popisovaných snímačů je násobení deformace deformačních pásků, umožňující větší rozsah a tím i rozlišení měřeného signálu.

Navržené a patentované indentační zařízení, představené v předložené disertační práci, všechny výše uvedené nedostatky eliminuje a odstraňuje. Verifikace získaných materiálových vlastností indentační metodou, byla provedena porovnáním naměřených hodnot získaných z klasického zkoušení na jednoúčelových zkušebních zařízeních.

Seznam literatury

[1] ČSN 42 0379. Zkoušení kovů. Porovnávací tabulky tvrdosti pro ocel. 1965

[2] GOST 22761-77. Metals and alloys. Brinell test by static action portable hardness meters. 1977

[3] DIN 50150:1976-12 Testing of Steel and Cast Steel; Conversion Table for Vickers Hardness, Brinell Hardness, Rockwell Hardness and Tensile Strength. 1976

[4] USA ASTM E140 - 12be1. Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness. 1997

[5] R. Hill. The mathematical Theory of Plasticity. Oxford: Clarendon Press, 1998, 355p. ISBN 0 19 850367 9

- [6] D. Tabor. The Hardness of Metals. Oxford: Clarendon Press, 1951, 177 p.
- [7] K. L. Jonson. The correlation of indentation experiments. Journal of Mechanics and Physics of Solids, 1970, Vol. 18, p. 115
- [8] K. L. Jonson. Contact mechanics. Cambridge: Cambridge University Press, 1985, 453 p. ISBN 0 521 25576 7
- [9] A. J. Ishlinsky. The axi-symmetrical problem in plasticity and the Brinell test. PMM, 1944, Vol. 8, pp. 201-224.
- [10] Micro hardness tester. Původce vynalezu: H. Aschinger, E. Kubasta, A. Wagendristel, H. Bangert, E. Tschegg. Publication info: US 4304123, 1981.
- [11] Degtyarev V.I., Lagveshkin V.Ya. Perenosnaya tenzometricheskaya golovka dlya opredeleniya mehanicheskikh svoystv metallov vdavlivaniem, Izmeritelnaya tehnika, 1982, No. 5, SSSR, ISSN 0368-1025, (originál v ruštině)
- [12] Portable material hardness tester. Původce vynalezu: F. Napetschnig. Publication info: US 4245496, 1981.
- [13] K. J. LAW ENGINEERS, Inc. Penetration hardness tester with digital readout. Původce vynalezu: Donald R. Fohey. Publication info: US 4182164, 1980.

[14] KING TESTER CORPORATION. Portable hardness tester. Původce vynalezu: R. Borgersen, James G. Mullen. Publication info: US 4312220, 1982

[15] UNIVERSITE DE RENNES 1. Continuous or instrumented indentation device with convex bearing surface and use thereof, particularly for metal sheet indentation. Původce vynalezu: G. Mauvoisin. Publication info: US 8621903, 2014.

[16] UNIVERSITE DE RENNES 1. Continuous or instrumented indentation device. Původce vynalezu: G. Mauvoisin. Publication info: US 9228928, 2016.

[17] MASSACHUSETTS INSTITUTE OF TECHNOLOGY. Depth sensing indentation and methodology for mechanical property measurements. Původce vynalezu: S. Suresh, J. Alcala, Antonios E. Giannakopoulos. Publication info: US 6134954, 2000.

[18] Tvrdoměry ZHU zwickiLine 0.5/Z2.5 a ZHU zwickiLine 2.5/Z2.5 [online]. Dostupné z: <https://http://www.zwick.cz/cs/produkty/tvrdomery/univerzalni-tvrdest-tvrdomery/zhu-zwicki-line-pro-stanoveni-univerzalni-tvrlosti.html>

[19] ZWICK GmbH. Apparatus for hardness testing. Původce vynalezu: R. Meyer. Publication info: GB 2 161 279, 1986.

Seznam publikační činnosti autora

Patenty:

[20] Applicant: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, FAKULTA STROJNÍ, ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, PRAHA 2. Systém instrumentovaného měření parametrů vtláčování indentoru. Původce vynalezu: Maxim PUCHNIN, Evgeniy ANISIMOV. Publication info: IPC (MPT) G 01 N 3/42, G 01 N 3/44. Česká republika. Patentový spis 304637. 02.07.2014.

[21] Applicant: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, FAKULTA STROJNÍ, ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, PRAHA 2. Způsob vyvolání mikrostruktury materiálu pro hodnocení velikosti zrna a zařízení pro provádění tohoto způsobu. Původce vynalezu: Maxim PUCHNIN, Evgeniy ANISIMOV. Publication info: IPC (MPT) G 01 N 15/02, G 01 N 3/48. Česká republika. Patentový spis 305016. 11.02.2015.

[22] Applicant: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, FAKULTA STROJNÍ, ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, PRAHA 2. Indentační hlavice, instrumentovaný měřicí systém a způsob stanovení mechanických vlastností materiálů indentační metodou. Původce vynalezu: Maxim PUCHNIN, Evgeniy ANISIMOV,

Františka PEŠLOVÁ. Publication info: IPC (MPT) G 01 N 3/42. Česká republika. Patentový spis 2015-420. 04.01.2017.

[23] Applicant: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, FAKULTA STROJNÍ, ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, PRAHA 2. Indentation device, automated measurement system and method for materials mechanical properties determination by indentation method. Původce vynalezu: Maxim PUCHNIN, Evgeniy ANISIMOV, Františka PEŠLOVÁ. Publication info: IPC (MPT) G 01 N 3/42. Ruská federace. Patentový spis RU2621935 (C2). 08.06.2017

[24] Applicant: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, FAKULTA STROJNÍ, ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, PRAHA 2. An indentation device, instrumented measurement system, and a method for determining the mechanical properties of materials by the indentation method. Původce vynalezu: Maxim PUCHNIN, Evgeniy ANISIMOV, Františka PEŠLOVÁ. Publication info: WO2016/206655 (A8). 02.03.2017

[25] Applicant: ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE, FAKULTA STROJNÍ, ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ, PRAHA 2. An indentation device, instrumented measurement system, and a method for

determining the mechanical properties of materials by the indentation method. Původce vynalezu: Maxim PUCHNIN, Evgeniy ANISIMOV, Františka PEŠLOVÁ. Publication info: US2016/0377518 A1 29.12.2016

Publikace související s tématem dizertační práci:

Články v časopisech

[26] PUCHNIN, Maxim, TRUDONOSHYN, Oleksandr, PRACH, Olena. Use of the ABI technique to measure the mechanical properties of aluminium alloys: Effect of chemical composition on the mechanical properties of the alloys. *Materiali in tehnologije / Materials and technology*, 2016, Volume 50, Issue 2, Pages 247-252. ISSN 1580-2949.

[27] TRUDONOSHYN, Oleksandr, PUCHNIN, Maxim, PRACH, Olena. Use of the abi technique to measure the mechanical properties of aluminium alloys: effect of heat-treatment conditions on the mechanical properties of alloys. *Materiali in tehnologije / Materials and technology*, 2016, Volume 50, Issue 3, Pages 427-431. ISSN 1580-2949.

[28] PUCHNIN, Maxim, PEŠLOVÁ, Františka. EXPIMER – EXPRESNÍ ZAŘÍZENÍ PRO RYCHLÉ STANOVENÍ MATERIÁLOVÝCH VLASTNOSTÍ. *MM Průmyslové spektrum*, 2016, Issue 5, Pages 92-93. ISSN: 1212-2572

[29] PUCHNIN, Maxim, TRUDONOSHYN, Oleksandr, PRACH, Olena, PEŠLOVÁ, Františka. Comparison of ABI Technique and Standard Methods in Measuring Mechanical Properties of Aluminium Alloys Manufacturing Technology, 2016, Volume 16, Issue 3, pp. 600-607. ISSN 12132489.

[30] PUCHNIN, M., ANISIMOV, E., CEJP, J., KUNKA, I., VICENS, S. Advantages of express-methods in investigation of mechanical and physical properties of aluminum alloys. Manufacturing Technology, 2014, Volume 14, Issue 2, Pages 234-238. ISSN 12132489.

[31] ANISIMOV, Evgeniy, PUCHNIN, Maxim. Reduction of Elastic Modulus of Titanium Alloy Ti-6Al-4V by Quenching. Key Engineering Materials, 2014, Volume 586, Pages 15-18. ISSN 10139826.

[32] ANISIMOV, E., MANAK, J., PUCHNIN, M., SACHR, P. The effect of microstructural features on mechanical properties. Key Engineering Materials, 2014, Volume 606, Pages 47-50. ISSN 10139826.

Články v konferenčních sbornících

[33] PUCHNIN, Maxim, ANISIMOV, Evgeniy. Investigation of DLC coating and its influence on the mechanical properties of titanium alloy Ti-6Al-4V by means of automated ball

indentation test. In: METAL 2013 - 22nd International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. 22nd International Conference on Metallurgy and Materials, METAL 2013. Hotel Voronez I Brno. Czech Republic. 15 - 17 May 2013. TANGER Ltd. Ostrava. 2013. Pages 943-946. ISBN 978-808729441-3.

[34] PUCHNIN, Maxim, ANISIMOV, Evgeniy. The method of accounting of elastic deformation occur during the automated ball indentation test. In: COMAT 2012 - 2nd International Conference on Recent Trends in Structural Materials, Conference Proceeding. 2nd International Conference on Recent Trends in Structural Materials, Conference Proceeding, COMAT 2012. Parkhotel Plzen. Czech Republic. 21st – 22nd November. TANGER Ltd. Ostrava. 2012. Pages 240-245. ISBN 978-80-87294-38-3.

[35] PUCHNIN, Maxim, PEŠLOVÁ, Františka. Express automated ball indentation measurement of material properties. In: XXI IMEKO World Congress "Measurement in Research and Industry", Conference Proceeding. 21st IMEKO World Congress on Measurement in Research and Industry; Prague Congress Centre Prague; Czech Republic; 30 August 2015 - 4

September 2015 IMEKO-International Measurement Federation
Secretariat. 2015. Pages 818-820. ISBN 978-80-01-05793-3.