# Měření tvrdosti materiálů pro mechanické části forem

Vojtěch Kalus

Bakalářská práce 2015



🝯 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně Fakulta technologická Ústav výrobního inženýrství akademický rok: 2014/2015

# ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: Vojtěch Kalus Osobní číslo: Studijní obor: Forma studia:

T12639 Studijní program: B3909 Procesní inženýrství Technologická zařízení prezenční

Téma práce:

Měření tvrdosti materiálů pro mechanické části forem

Zásady pro vypracování:

- 1. Vypracování literární studie na dané téma
- 2. Příprava zkušebních těles pro experimentální část
- 3. Provedení experimentu
- 4. Vyhodnocení naměřených výsledků

Rozsah bakalářské práce: Rozsah příloh: Forma zpracování bakalářské práce:

: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury: Dle doporučení vedoucího BP

Vedoucí bakalářské práce:

Datum zadání bakalářské práce: Termín odevzdání bakalářské práce: doc. Ing. David Maňas, Ph.D. Ústav výrobního inženýrství 30. ledna 2015 22. května 2015

Ve Zlíně dne 9. února 2015

doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D. děkan



ausu

prof. Ing. Berenika Hausnerová, Ph.D. ředitel ústavu Příjmení a jméno: Nojtech Kalus

#### PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním
   své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby <sup>1/2</sup>;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3<sup>2</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60<sup>-3)</sup> odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60<sup>3)</sup> odst. 2 a 3 mohu užít své dílo diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 11.5. 1015

<sup>&</sup>lt;sup>1)</sup> zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

<sup>(1)</sup> Vysoká škola nevýdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před (2) Diserucini, upiomove, bukurarske u rigorozni prace odevzaune ucrazecem k obnojobe musi byc tez nejmene pec pracovnich ona pred konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořízovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

jý zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

Znění pozdejsích právnich preapisu, g 35 odst. 3: (3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splněni školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacího zařízení (školní dílo). <sup>3)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdělich právních předpiců 6.5 čkolet díletí.

znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení maji za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s (3) Skola nebo skolak ci vzdetoval zárzeni jsou oproviený pozdavad, duy jim dutor skolniho dila 2 vydeku jim dosaženeno v souvisiosu s užítím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

#### ABSTRAKT

Bakalářská práce popisuje měření tvrdosti (nanotvrdosti) tvarových částí vstřikovacích forem. Byly vybrány čtyři typy povlaků, které byly naneseny na materiál 1.2343 a vzájemně porovnány. Měření tvrdosti bylo realizováno instrumentovanou zkouškou tvrdosti (nanotvrdosti). Instrumentovaná zkouška tvrdosti (nanotvrdosti) byla provedena na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments při aplikovaném zatížení 10mN. Z výsledků měření vyplynul výrazný nárůst tvrdosti u nanesených povlaků v porovnání se základním materiálem.

Klíčová slova: tvrdost, měření tvrdosti, funkční části formy, Instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI

#### ABSTRACT

This thesis describes the measurement of hardness (nanohardness) molded parts injection molds. They were selected four types of coatings that were applied to the material 1.2343 and mutually compared. Hardness measurements were carried instrumented hardness test (nanohardness). Instrumented hardness test (nanohardness) was performed on the machine (NHT2) - OPX / CPX from CSM Instruments at an applied load 10mn. The results of the measurements resulted significant increase in hardness with applied coatings in comparison with the base material.

Keywords: hardness, measuring of hardness, the functional part of the mold, Depth Sensing Indentation (DSI) Rád bych tímto poděkoval mému vedoucímu doc. Ing. Davidovi Maňasovi, Ph.D. za cenné rady, odborné vedení, obětavý přístup a veškerou pomoc poskytnutou při zpracování bakalářské práce.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně 22. května 2015

.....

## OBSAH

Ú	VOD		.10
ΤI	EORETICK	ĹÁ ČÁST	.11
1	CHAR	AKTERISTIKA OCELÍ	.12
	1.1 Ro	ZDĚLENÍ OCELÍ	.12
	1.1.1	Nelegované oceli	.12
	1.1.2	Legované oceli	.13
	1.2 Oz	NAČOVÁNÍ OCELÍ	.13
	1.2.1	Oceli třídy 10	.14
	1.2.2	Oceli třídy 11	.14
	1.2.3	Oceli třídy 12 - 16	.14
	1.2.4	Oceli třídy 17	.14
	1.2.5	Význam doplňkových číslie	15
2		V yznam dopinkov ych cisne ČΝΙ ČÁSTI EODEM	16
4			16
	2.1 KA	Μ VSTRIKOVACI FORMY	.10
	2.2 VT	OKOVA SOUSTAVA VSTRIKOVACI FORMY	.10
	2.3 VY	HAZOVACI SYSTEM VYSTRIKU	.16
	2.4 TE	MPERAČNI OKRUH VSTŘIKOVACI FORMY	.16
	2.5 Tv	AROVÁ DUTINA FORMY	.16
	2.5.1	Povrch dutiny formy	.17
_	2.5.2		. 17
3	ΜΕΤΟ	DY MERENI TVRDOSTI	.18
	3.1 ST	ATICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI	.20
	3.1.1	Zkouška tvrdosti dle Brinella	.20
	3.1.2	Zkouška tvrdosti dle Rockwella	.21
	3.1.3 3.1.4	Zkouška tvrdosti dle Perkoviche	.23
	315	Zkouška tvrdosti dle Knoona	26
	3.2 Dv	NAMICKÉ ZKOUŠKY TVRDOSTI	27
	3.2 D1	Turdoměr Poldi	27
	3.2.2	Baumanovo kladívko	29
	3.2.3	Shoreho skleroskop	.29
4	INSTR	UMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI – DSI	.31
	4.1 ME	TODY ZPRACOVÁNÍ INDENTAČNÍCH DAT	.32
	4.1.1	Metoda Doernera a Nixe	33
	4.1.2	Metoda Olivera a Pharra	.33
	4.2 Dr	UHY INDENTAČNÍCH KŘIVEK	.35
	4.3 ST	ANOVENÍ PARAMETRŮ	.37
	4.3.1	Modul pružnosti	37
	4.3.2	Tvrdost	.37
	4.3.3	Vtisková relaxace	.38
	4.3.4	Vtiskové tečení	.38

4.4 FAKTORY, KTERÉ OVLIVNÍ PRŮBĚH A VÝSLEDKY MĚŘENÍ	
4.4.1 Geometrie indentoru	40
4.4.2 Určení bodu prvního dotyku indentoru	40
4.4.3 Nepřesnosti způsobené tepelnými změnami	40
4.4.4 Jakost povrchu měřeného vzorku	41
4.4.5 Náklon povrchu vzorku	41
PRAKTICKÁ ČÁST	42
5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	43
6 MĚŘENÍ TVRDOSTI	44
6.1 VYHODNOCENÍ NAMĚŘENÝCH HODNOT	44
6.2 CHARAKTERISTIKA OCELI 19552 A POVLAKŮ PRO ZKUŠEBNÍ VZORKY	45
6.2.1 Ocel 19552 (1.2343)	45
6.2.2 Ocel 19552 (1.2343) ESU	45
6.2.3 Povlak PVD 1	46
6.2.4 Povlak PVD 2	47
6.2.5 Povlak PVD 3	47
6.2.6 Povlak PVD 4	47
6.3 Měření tvrdosti metodou DSI	48
6.3.1 Vtisková tvrdost povlaků	49
6.3.2 Vickersova tvrdost povlaků	
6.3.3 Vtiskový modul pružnosti povlaků	51
6.3.4 Vtiskové tečení povlaků	52
6.3.5 Deformační práce	53
7 DISKUZE VÝSLEDKŮ	54
7.1 VTISKOVÁ TVRDOST	54
7.2 VICKERSOVA TVRDOST	55
7.3 VTISKOVÝ MODUL PRUŽNOSTI	56
7.4 VTISKOVÉ TEČENÍ	57
ZÁVĚR	58
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	59
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	61
SEZNAM OBRÁZKŮ	
SEZNAM PŘÍLOH	65

## ÚVOD

Tato bakalářská práce se zabývá měřením tvrdosti (nanotvrdosti) mechanických částí forem. Na mechanické části forem jsou kladeny vysoké nároky, co se materiálu týká. Jedná se například o tvárník nebo tvárnici a u obou těchto části je kvalita materiálu, ze kterého jsou vyrobeny, velice důležitá. Z toho důvodu jsou tyto části vyráběny z kvalitních nástro-jových, nebo jsou použity tenké vrstvy povlaků, které několikanásobně převyšují tvrdost těchto ocelí. Tvrdost má významný vliv na odolnost materiálu proti opotřebení, otěru apod. Z tvrdosti často vyvozujeme další vlastnosti materiálu jako např. pevnost v tahu, obrobitelnost atd. Pro měření tvrdosti materiálů se používá celá škála různých metod. Neexistuje však žádná metoda, která by se dala univerzálně použít pro všechny druhy materiálů a zároveň by poskytovala smysluplné výsledky. Jako přelomový moment měření tvrdosti lze označit sedmdesátá léta 20. století kdy vznikla vtisková metoda DSI (Depth Sensing Indentation). Pomocí spojení měřícího přístroje s počítačem se metoda DSI stala jednou s nejpo-užívanějších metod využívajících vtiskový princip pro zjištění typických vlastností daného materiálu

Hlavním cílem této bakalářské práce je stanovení tvrdosti vybraných druhů povlaků. Teoretická část je především zaměřena na druhy a popis jednotlivých metod měření tvrdosti ocelí. Také se v teoretické části seznámíme s charakteristikou ocelí, jejím značením a složením. Teoretická část se zabývá i funkčními části forem. V praktické části jsou pomocí instrumentované zkoušky tvrdosti DSI (Depth Sensing Indentation) změřeny tvrdosti jednotlivých povlaků a následně porovnány s původním nepovlakovaným vzorkem.

# I. TEORETICKÁ ČÁST

### 1 CHARAKTERISTIKA OCELÍ

Ocel je slitina železa s uhlíkem a dalšími legujícími prvky, které obsahují méně než 2,11 % uhlíku. V praxi jsou za oceli považovány slitiny, které obsahují převážnou část železa, a které je možno přetvářet v další sloučeniny. Podle obsahu jednotlivých legujících (slitinových) prvků se oceli dělí na legované a nelegované. Další rozdělení je pak podle celkového obsahu legujících prvků na oceli nízkolegované (do 2,5 %), středně legované (2,5-5 %), výše legované (5-10 %) a vysoce legované (nad 10 %).

#### 1.1 Rozdělení ocelí

Oceli se podle chemického složení dělí na legované a nelegované, kde obsah žádného prvku nepřekročí mezní obsah prvků uvedený v tabulce. [1]

Tab. 1 Mezní hodnota prvků

Al	В	Bi	Со	Cr	Cu	Lantanidy	Mn	Мо	Nb	Ni	Pb
0,30	0,0008	0,10	0,10	0,30	0,40	0,10	1,65	0,08	0,06	0,30	0,40

Tab. 2 Mezní hodnota prvků

Se	Si	Te	Ti	V	W	Zr	Ostatní kromě C, P, S, N (každý)
0,10	0,60	0,10	0,05	0,10	0,30	0,05	0,10

#### 1.1.1 Nelegované oceli

Patří zde ty, u nichž obsah žádaného prvku nepřekročí mezní hodnotu. U vícevrstvých (plátovaných) výrobků rozhoduje chemické složení základního materiálu.

Tyto oceli se dělí na:

- nelegované jakostní jsou pro ně stanoveny určité požadavky, mezi které patří houževnatost, tvářitelnost nebo velikost zrna. Nejsou určeny pro jakékoliv tepelné zpracování.
- nelegované ušlechtilé mají vysoký stupeň čistoty, především méně nekovových vměstsků a jsou určeny především pro tepelná zpracování.

#### 1.1.2 Legované oceli

Jde o oceli, u níž alespoň jeden prvek překročí mezní hodnotu, při čemž neodpovídají definici pro korozivzdorné oceli.

Tyto oceli se dělí na:

- legované jakostní oceli jsou pro ně předem stanoveny určité požadavky, jako jsou tvářitelnost, velikost zrna nebo houževnatost. Nejsou určeny pro žádná tepelná zpracování. Patří sem:
  - o svařitelné jemnozrnné konstrukční oceli
  - o oceli legované pouze Cu
  - legované oceli pro plochy výrobky pro náročné použití válcované za studena nebo za tepla obsahující prvky zjemňující zrno, jako jsou Ni, B, V, Ti, Zr a dvoufázové feriticko-martenzitické oceli
  - o cceli legované pouze Cu také legované oceli na kolejnice, důlní výztuže a štětovnice
  - o oceli pro elektrotechniku legované zejména Si a Al
- legované ušlechtilé oceli jsou ostatní oceli neuvedené v legovaných jakostních.
   Zahrnují legované konstrukční oceli, oceli pro valivá ložiska, nástrojové oceli, rychlořezné oceli a oceli se zvláštními fyzikálními vlastnostmi [2]

#### 1.2 Označování ocelí

Podle normy ČSN jsou oceli označovány číselně ale také pomocí barev. Kompletní číselné označení oceli určené k tváření je složeno z pětimístné základní značky, ke které je většinou přidána ještě dvojice doplňkových číslic. V pořadí první číslice této základní číselné značky je 1. to značí, že se jedná o ocel tvářenou. Druhá číslice ve spojení s první číslicí označuje jakostní třídu oceli. Tato jakostní třída označuje základní vlastnosti oceli a druh oceli. [3]



Obr. 1 Schéma číselného označení

#### 1.2.1 Oceli třídy 10

U konstrukčních ocelí vyjadřuje dvojčíslí, které je dané třetí i čtvrtou číslicí ve značce oceli, nejmenší pevnost v tahu v desítkách MPa.

#### 1.2.2 Oceli třídy 11

U konstrukčních ocelí vyjadřuje dvojčíslí, které je dané třetí i čtvrtou číslicí ve značce oceli, nejmenší pevnost v tahu v desítkách MPa výjimka je však u automatových ocelí, kde třetí číslice – 1 – značí ocel, která je vhodná k obrábění a čtvrtá číslice zase značí střední obsah uhlíku v desetinách procenta, zaokrouhlený na nejbližší celé číslo. Pokud je u této oceli střední obsah uhlíku menší než 1 %, k označení se používá číslice 0.

#### 1.2.3 Oceli třídy 12 - 16

U ocelí, které spadají pod třídu 12, je třetí číslice v číselné značce oceli 0. K označení součtu středních obsahů legujících prvků v procentech, které jsou zaokrouhleny na nejbližší celé číslo, se používá u ocelí třídy 13 až 16 třetí číslice. Čtvrtá číslice u ocelí 13 až 16 naopak vyjadřuje střední obsah uhlíku v desetinách procenta. Setiny se od 3 zaokrouhlují na vyšší desetinné číslo.

#### 1.2.4 Oceli třídy 17

Třetí číslice vyjadřuje typ legování oceli skupinou hlavních legujících prvků, nebo také jednotlivými legujícími prvky. U ocelí třídy 17 slouží k vyjádření obsahu hlavních legujících prvků, jakými jsou např. Mn, Cr a Ni, čtvrtá číslice.

#### 1.2.5 Oceli třídy 19

Třetí číslice u ocelí třídy 19 vyjadřuje nelegované oceli, ale také typ legování oceli jednotlivými legujícími prvky nebo skupinou ve které jsou hlavních legující prvky. Čtvrtá číslice legovaných ocelí třídy 19 má pouze význam pořadový. [4]

## 1.2.6 Význam doplňkových číslic

Doplňkové číslice se zpravidla oddělují od základní číselné značky pomocí tečky. První doplňková číslice označuje, jak byla ocel tepelně zpracována. Druhá doplňková číslice označuje stupeň přetváření.

## 2 FUNKČNÍ ČÁSTI FOREM

Celá vstřikovací forma je složena z několika dílů, které můžeme rozdělit do několika základních funkčních skupin.

#### 2.1 Rám vstřikovací formy

Je to v podstatě základní konstrukční stavba formy, určuje nám, jaké bude mít forma rozměry. Také nám určuje, jaké bude mít forma uspořádání jednotlivých komponent. Rám formy se skládá ze součástí tvořících nosnou konstrukci tvářecích dílů a ovládacích mechanismů formy. Tyto ovládací mechanismy zajišťují chod (zavírání a otvírání) formy na tvářecím stroji. Patří sem desky, spojovací a vodící prvky.

#### 2.2 Vtoková soustava vstřikovací formy

Jedná se o souhrn všech vtokových kanálů a vtoků ve vstřikovací formě. Soustava slouží k přivedení taveniny pomocí trysky vstřikovacího stroje do tvarové dutiny vstřikovací formy. Jedná se například o vtokové kanály, vtoková ústí, vtoky, nebo o různé konstrukce rozváděcích desek a bloků.

#### 2.3 Vyhazovací systém výstřiku

Zajišťuje vyhození ochlazeného výstřiku ven z formy, proto je označován jako funkční systém. Používají se dva základní systémy a to rám formy se stírací deskou nebo rám formy s vyhazovacími deskami a vyhazovači. Mezi součásti vyhazovacího systému patří například trubkové, válcové a ploché vyhazovače, ale také vyhazovací a stírací desky.

#### 2.4 Temperační okruh vstřikovací formy

Jde o funkční skupinu prvků zajišťující rozvod temperační kapaliny uvnitř vstřikovací formě. Jsou to nejrůznější typy kolen, hadic náustků, spojek, přípojek a hrdel pro připojení těchto hadic k formě.

#### 2.5 Tvarová dutina formy

Jedna z nejdůležitějších částí formy. Vstřikuje se do ní roztavený plastický materiál, který má po ztuhnutí tvar finálního výrobku. Nejčastěji se skládá s tvárnice, tvárníku a stíracího pouzdra. Tvarová dutina se navrhuje s ohledem na požadovanou jakost povrchu

výrobku a zadané rozměry výrobku. Je nutné zhotovit tvarovou dutinu v kvalitě shodné s požadovanou kvalitou povrchu vyráběné součásti. [5]

#### 2.5.1 Povrch dutiny formy

Povrch u tvarové dutiny formy se dá rozdělit do 3 základních skupin

- Matný povrch, je výrobně nejjednodušší a nejlevnější. K jeho výrobě se používají metody elektroerozívního obrábění. Samozřejmě existují i jiné technologie (otryskáváním, ruční úpravou, apod.). Podle požadovaného povrchu výrobku se dále stanoví i způsob, jakým bude povrch dutiny dokončen.
- Lesklý povrch, je cenově a výrobně náročnější. Je potřebná kvalitní ocel a vysoká úroveň celé technologie. Takto vyrobená dutina je dokončována některou z metod leštění povrchu (elektrickými jednotkami s rotačním, planetovým i přímočarým pohybem za pomocí brusného tělíska, nebo pasty, ale také mechanickými pomůckami). U tohoto typu povrchu je nutné stanovit požadovaný stupeň lesku.
- Dezénovaný povrch, používá se stále častěji. Tento druh povrchu dokáže zakrýt i drobné povrchové vady výrobku. Lze jím dokončovat veškeré rovinné a zakřivené plochy. Dutina se nejčastěji vyrábí elektroerozívním obráběním, kterým se dá ovlivnit hrubost povrchu pomocí nastavení elektrických veličin. Používá se také fotochemické leptání.

Pomocí různých technologií a způsobu dokončení lze dobře splnit nároky na povrchovou jakost výrobku. Navíc se dají technologie vzájemně kombinovat. [6]

#### 2.5.2 Dimenzování rozměrů tvarové dutiny

Všeobecně tvar a rozměry dílů tvořících spolu navzájem po uzavření tvarovou dutinu formy musí být správně nadimenzovány. Pokud jsou nadimenzovány chybně (s ohledem na smrštění atd.), jsou po vyrobení součásti chybné také její finální rozměry.

Výsledná rozměrová, tvarová přesnost a jakost povrchu výrobku jsou tedy dány přesností dutiny formy a jakostí jejího vnitřního povrchu. [6]

Přesnost dutin se pohybuje v rozsahu IT 8 až IT 10 a je ovlivněna následujícími činiteli:

- provozní smrštění plastu,
- opotřebení tvarové dutiny formy
- výrobní tolerance,

## **3** METODY MĚŘENÍ TVRDOSTI

Nejvíce používané metody měření tvrdosti jsou metody vnikací. Pracují na principu vtlačování indentoru (vnikacího tělíska) silou, která je předem definována, do povrchu zkoušeného materiálu. V své podstatě existují dva způsoby měření tvrdosti. První způsob funguje na principu vtlačování indentoru do materiálu tak, aby docházelo k plastické deformaci materiálu. Tyto metody jsou označovány jako metody vnikací (indentační). Další způsob měření tvrdosti pracuje na principu elastické interakce povrchu materiálu a zkuše-ného tělesa. [7]

Vnikací těleso nesmí podléhat plastické deformaci, a z toho vyplývá, že musí dosahovat vysoké hodnoty tvrdosti, meze pevnosti a Youngova modulu. Nejvíce používanou funkční částí indentoru je diamant. Protože u měření tvrdosti dochází k víceosému namáhání měřeného vzorku, bývají výsledné hodnoty tvrdosti ovlivněny řadou faktorů. Celková hodnota naměřené tvrdosti záleží na:

- elastických vlastnostech měřeného materiálu především na modulu pružnosti ve smyku a v tahu,
- plastických vlastnostech zkoušeného materiálu především meze kluzu a míře (velikosti) deformačního zpevnění
- velikosti zatěžující síly, jakou indentor vniká do měřeného tělesa

Z toho vyplývá, že konečná hodnota tvrdosti je ovlivněna materiálovými vlastnostmi měřeného vzorku.

Zkoušky tvrdosti se rozdělují na několik skupin. Podle použitého principu měření tvrdosti na: [7]

- vrypové pomocí tvrdého hrotu se při malém zatížení vytváří na broušeném povrchu zkoušeného materiálu vryp a podle jeho šířky se následně určí tvrdost měřeného materiálu,
- odrazové u této zkoušky se tvrdost měří podle velikosti odrazu závaží s kulovitě vybroušeným hrotem z diamantu, který dopadne z určité stanovené výšky na zkoušený materiál,
- vtiskové tvrdost se určuje z tvaru a velikosti vtisku, který způsobí vnikající tělísko.

Další zkoušky tvrdosti můžeme rozdělit podle aplikovaného zatížení na zkušební těleso a podle odezvy materiálu na působící zatížení: [8]

- statické (Vickers, Rockwell, Brinell) patří mezi nejrozšířenější zkoušky tvrdosti, zkušební tělísko se vtlačuje do zkoumaného vzorku předem nadefinovanou silou,
- dynamické (Shoreho skleroskop ,Poldi kladívko, duroskop) používají se ve výrobě jako zkoušky kontrolní, síla působí poměrně vysokou rychlostí na zkušební těleso.

Dle normy ČSN ISO 14577-1 se statické zkoušky tvrdosti rozdělují podle velikosti zatěžující síly působící na indentor a hloubky vtisku do tří skupin: [9]

- zkoušky makrotvrdosti 2N < F < 30000N,
- zkoušky mikrotvrdosti 2N > F, h >200nm,
- zkoušky nanotvrdosti -0,1 N > F, h < 200 nm.

Kde síla F označuje maximální sílu a h značí maximální hloubku vytvořeného vtisku.

Nejdříve se pro měření tvrdosti využívala tzv. klasická zobrazovací metoda, která je založená na zkoumání rozměrů reziduálního vtisku. Výhodou této metody je její jednoduchost a její podstata spočívá ve styku zkušebního tělesa (indentoru), jehož vlastnosti jsou předem definovány, se zkoušeným materiálem, o jehož vlastnosti se zajímáme a které máme za úkol zjistit, jako např. elastický modul, nebo tvrdost. [10]

S postupem času, rozvojem technologie u tenkých vrstev a požadavků, které jsou kladeny na měření lokálních mechanických vlastností, se tyto klasické metody měření tvrdosti staly nedostatečné.

Jeden z hlavních důvodů proč vznikly nové indentační techniky, začala být snaha o zjištění mechanických vlastností u tenkých vrstev. Právě proto vznikla nová indentační metoda zvaná DSI (Depth Sensing Indentation), pro niž byl zvolen český název a tím je Instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti.

#### 3.1 Statické zkoušky tvrdosti

Výsledkem téměř všech testů tvrdosti na mnoha materiálech je plastická a elastická deformace testovaného vzorku. U většiny křehkých materiálů k plastické deformaci dojde nejčastěji u indentorů, které mají ostré hroty a hrany, jako je např. Vickersův indentor, protože v ostrých hranách dochází k daleko vyšší koncentraci napětí. Pro kuželové indentory je obvykle dosažen značný nárůst plastické deformace, protože elastické deformace jsou minimální ve srovnání s deformacemi plastickými, lze tak zkoušený vzorek pokládat za čistě plastický. U kulových indentorů je odezva materiálu elasticko-plastická a plastická deformace z pravidla popisována členy elastického tlaku, které vyvolává okolní materiál. Indentační zkoušky tvrdosti se z důvodu zjištění tvrdosti materiálu, ale Berkovichův, Vickersův a Knoopův diamantový indentor se používají také k získání dalších důležitých mechanických vlastností pevných látek, kterými jsou například houževnatost, pevnost a v neposlední řadě vnitřní úroveň zbytkového napětí. [10]

#### 3.1.1 Zkouška tvrdosti dle Brinella

V roce 1900 Johan August Brinell, Švédský metalurg, vynalezl tuto zkoušku tvrdosti. Jde o zkoušku vtiskovou, která využívá plastické deformace zkoušeného vzorku za působení statické síly. [6]

Vyleštěná kulička, vyrobená ze slinutých karbidů je vtlačována do zkušebního tělesa a po odlehčení zkušebního zatížení F se měří průměr vtisku d, který na povrchu vznikne. Tato metoda, která využívá kuličky ze slinutých karbidů je označována (HBW). Dříve se také používala kulička z kalené oceli (HBS), ale tu už dnes norma nepřipustí. Průměr kuličky je dán tloušťkou materiálu.

Zkoušený materiál by měl být nejméně 10x tlustší než je průměr kuličky. Povrch zkoušeného materiálu, který je určený k provedení zkoušky, má být rovný, hladký, bez jakýchkoli cizích tělísek a mazadel. Na protilehlé straně zkoušeného materiálu nesmí být po zkoušce patrná žádná deformace. Většinou se používají průměry kuliček: 1 mm, 2,5 mm, 5 mm a 10 mm. Zkušební zatížení se musí pohybovat v rozmezí 9,807  $\div$  29,42  $\cdot$  103 N. Doba pro dosažení zkušebního zatížení se pohybuje od 2 do 8 sekund. Zkušební zatížení působí zpravidla 10 až 15 sekund. [8]



Obr. 2 Zkouška dle Brinella [11]

Tvrdost podle Brinella je úměrná poměru, který se získá podělením zkušebního zatížení F plochou zaobleného povrchu vtisku S: [11]

$$HBW = \frac{F}{S}$$

$$HBW = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$
(3.1)
(3.2)

kde síla F je zkušební zatížení, D je průměr kuličky, d je střední průměr vtisku.

Tato metoda je typická v tom, že plocha vtisku je poměrně velká a proto lze zkoušet materiály i s heterogenní strukturou. Tato zkouška je vhodná na zkoušení středně tvrdých materiálů, ale také měkkých.

#### 3.1.2 Zkouška tvrdosti dle Rockwella

Rockwellova zkouška tvrdosti je zkouška vtisková, využívající plastické deformace za působení statické síly. V roce 1919 vynalezli Hugh M. a Stanley P. Rockwellovy Rockwellovu zkoušku tvrdosti. [12]

Základ této zkoušky je obdobný jako u metody podle Brinella. Rockwellova tvrdost je vyhodnocena podle hloubky vtisku v měřeném materiálu. Rockwellova zkouška využívá oproti metodám Brinell a Vickers předběžného zatížení  $F_0$ . Pod tímto zatížením působí indentor na materiál (maximálně 3 sekundy) tak, že se vytváří vtisk o hloubce 1, až poté je zatížení zvýšeno o přídavné zatížení  $F_1$ , které prohloubí vtisk do hloubky 2 na konečné

zkušební zatížení F (doba náběhu zatížení z  $F_0$  na F je v rozmezí 1 až 8 sekund). Následuje 4 ± 2 s výdrž na zkušebním zatížení a poté následuje pokles zatěžující síly z hodnoty F na  $F_0$ . Konečná tvrdost je vyhodnocena po odlehčení z hloubky vtisku 4, viz. obr. 3. [11]



Obr. 3 Zkouška dle Rockwella [11]

U zkoušky podle Rockwella můžeme použít dva geometrické tvary indentorů. Jedním je kulička, vyrobena z tvrdokovu nebo oceli, o možném průměru 1,5875 mm nebo 3,175. Druhou možností je vnikající těleso v podobě diamantového kužele s vrcholovým úhlem 120°. Vzhledem k tomu, že máme možnost využít více možných indentorů a různých velikostí zátěžných sil existuje několik možných způsobů značení tvrdosti: [13]

- diamantový kužel HRC, HRA, HRN, HRD,
- kulička HRB, HRE, HRF, HRG, HRH, HRK, HRT.

Také pro rozdílné způsoby měření existuje více možných vztahů pro výsledné vyhodnocení tvrdosti: [13]

$$HRA, HRC, HRD = 0,100 - \frac{h}{0,002}$$
(3.3)

$$HRB, HRE, HRF, HRG, HRH, HRK = 0,130 - \frac{h}{0,002}$$
(3.4)

$$HRN, HRT = 0,100 - \frac{h}{0,001} \tag{3.5}$$

kde je HRx tvrdost podle Rockwella a h je hloubka vtisku po odlehčení na zatížení F0.

Rockwella metoda měření tvrdosti má široké uplatnění jak pří měření kovových, tak i nekovových materiálů. Jednou z největších výhod měření tvrdosti podle Rockwella je pře-

devším v její rychlosti, protože není zapotřebí měřit parametry vtisku. Přístroje, které jsou určeny k měření tvrdosti dle Rockwella, nám udávají přímou hodnotu tvrdosti a proto můžeme tuto metodu poměrně snadno zautomatizovat. [13]

#### 3.1.3 Zkouška tvrdosti dle Vickerse

Tuto metodu měření tvrdosti vynalezli R. L. Smith a G. E. Sandland v roce 1922. Ovšem název tato metoda dostala, až po zkonstruování prvního tvrdoměru firmou Vickers. [13]

Zkoušku tvrdosti a mikrotvrdosti podle Vickerse popisuje norma ČSN EN ISO 6507-1 pro tři různé oblasti zatížení (viz. tab. 3).

	<i>Tab. 3</i>	Rozsah	zkušebního	zatížen
--	---------------	--------	------------	---------

Rozsah zkušebního zatížení, F [N]	Označení tvrdosti	Rozdělení zkoušek
F ≥ 49,03	HV 5	Zkouška tvrdosti dle Vickerse
1,961 ≤ F ≤ 49,03	HV 0,2 sž HV 5	Zkouška tvrdosti dle Vickerse při nízkých zatížení
0,09807 ≤ F ≤ 1,961	HV 0,01 sž HV 0,2	Zkouška mikrotvrdosti dle Vickerse

U zkoušky tvrdosti dle Vickerse se vtlačuje pravidelný čtyřboký jehlan vyrobený z diamantu s vrcholovým úhlem 136° do měřeného vzorku. Úhel se volí tak, aby tření příliš neovlivňovalo výsledek a dále proto, aby se hodnoty tvrdosti neodlišovaly od tvrdosti, která je stanovena metodou podle Brinella. Celková velikost tvrdosti je také dána jako podíl zatěžující síly F a velikosti plochy vtisku As. Ke konečnému určení tvrdosti se musí změřit úhlopříčka vtisku d. Vickersova tvrdost (VH) se počítá z následujícího vztahu: [11]

$$VH = \frac{1}{g} \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136}{2}}{d^2} \tag{3.6}$$

Kde je F maximální zatěžující síla, která je dosažená během testu, d je velikost úhlopříčky.

Úhel, který je mezi protilehlými stěnami Vickersova jehlanu (136°) je schválně navržen na základě analogie s Brinellovým testem. Při Brinelově testu je použita kulička o průměru D, ta nejčastěji vytváří vtisk o průměru v rozsahu mezi 0,25D a 0,5D. Z toho vyplývá, že průměrná hodnota je tedy 0,375D. Pokud budeme vést tečny ke kontaktním bodům vtisku, pak obvod kuličky a průměr zahrnuje právě úhel 136° (obr. 4). [14]



Obr. 4 Úhel Vickersova jehlanu [14]

Při výrobě Vickersova indentoru z diamantu je kladen důraz na jednu podmínku a tou je sbíhavost hran do jednoho bodu, tj. vrcholu. Všechny čtyři stěny pravidelného jehlanu musí mít vzhledem k ose jehlanu stejný úhel, mohou se lišit maximálně o úhel 0,5°. Mezi dvěma stěnami nesmí přesáhnout délka společné hrany 0,5 μm.



Obr. 5 Zkouška dle Vickerse [11]

Tloušťka zkušebního tělesa (vzorku) musí být nejméně 1,5 krát větší než je délka úhlopříčky vtisku. Na protilehlé straně zkušebního vzorku se nesmí nacházet po zkoušce žádné viditelné stopy deformace. Celková vzdálenost středů každého vtisku musí od okraje zkušebního tělesa být nejméně 2,5 násobek průměrné hodnoty úhlopříček vtisku. [9]

Hodnoty makrotvrdosti jsou ve srovnání s hodnotami mikrotvrdosti vždy menší. Typický růst hodnot mikrotvrdosti je způsobený tzv. ISE (Indentation Size Effect – vliv velikosti vtisku). Nárůst elastické deformace je hlavní příčinou ISE ve srovnání s deformací plastickou, což se projeví při odlehčení indentoru a v tomto důsledku vzniká menší plocha průmětu vtisku.

Nezávislost tvrdosti na velikosti zatěžující síly je jednou z předností zkoušky tvrdosti podle Vickerse, tedy měření je možné provádět i při opravdu malých zatěžujících silách. Zkouška podle Vickerse se nepoužívá na měření materiálů, které mají velkou míru povrchové hrubosti a silnou heterogenní strukturou povrchu. [7]

#### 3.1.4 Zkouška tvrdosti dle Berkoviche

Berkovichův třístěnný indentor vznikl roku 1951.

Pro zkoušku tvrdosti podle Berkoviche je k měření využíván nepravidelný trojboký jehlan vyrobený z diamantu s úhlem 65,27° mezi bočními stěnami a výškou jehlanu, což odpovídá podmínce stejného poměru projekční plochy k hloubce vtisku stejně jako u Vickersova jehlanu. Hodnota tvrdosti podle Berkoviche (HCH) se vyjádřuje jako poměr velikosti zatěžující síly a plochy, obr. 6: [13]

$$H_{CH} = 1570 \cdot \frac{F}{l^2}$$
 (3.7)

Kde je F velikost zatěžující síly jehlanu a l je výška trojúhelníku změřená na vtisku do zkoušeného materiálu.

Berkovichův indentor vznikl hlavně proto, aby odstranil problém s výrobou čtyřbokého jehlanu a dodržení geometrických podmínek sbíhavosti hran Vickersova jehlanu, který při výrobě třístěnného jehlanu odpadá. Tento třístěnný jehlan je díky svému tvaru méně citlivý

na nárazy, neopatrné a nedbalé zacházení. Berkovichův indentor se v současnosti používá pro nanoindentační zkoušky. [10] [15]



Obr. 6 Zkouška dle Berkoviche [13]

#### 3.1.5 Zkouška tvrdosti dle Knoopa

V roce 1939 byl Knoopův indentor vyvinut těmito muži, F. Knoopem, C. G. Petersem a W. B. Emersonem jako možná alternativa k Vickersovu indentoru. Knoopův indentor byl vynalezen speciálně pro vtiskové zkoušky u kterých je nízké zatížení. [13]

Knoopův indentor má tvar čtyřstěnného diamantového jehlanu, jehož vtisky mají tvar kosodélníku. Protilehlé hrany musejí svírat úhel 130° a 172° (obr. 7). Celkový poměr délek hlavní a vedlejší úhlopříčky je 1:7,11 a poměr délky hlavní úhlopříčky ke hloubce vtisku je 30:1. [9]



Obr. 7 Zkouška dle Knoopa [13]

KHN neboli Knoopovo číslo tvrdosti se dá definovat jako poměr působícího zatížení na indentor a velikosti nezotavené projekční plochy: [13]

$$KHN = \frac{F}{A_p} \approx \frac{F}{l^2 \cdot C}$$
(3.8)

kde je F působící zatěžující síla, Ap naopak značí projekční plochu, l je velikost naměřené delší úhlopříčky a C je geometrická konstanta, která je spojená s geometrií indentoru.

Knoopův indentor je především používán pro zjištění tvrdosti křehkých materiálů, protože na rozdíl od Vickersova a Brinellova indentoru je délka hlavní úhlopříčky snadněji měřitelná. Zatěžující síla, která působí při úplném zatížení na krátkou a dlouhou úhlopříčku, musí být za všech okolností stejná. Vzhledem k tomu, že úhel, který svírají hrany ve směru dlouhé úhlopříčky, je téměř přímý, způsobuje při indentaci delší úhlopříčka v měřeném materiálu větší koncentraci napětí. Výsledkem je takový, že materiál po odlehčení kolabuje směrem dovnitř vytvořeného vtisku ve směru kratší úhlopříčky. Problémem, který způsobuje elastické zotavení vtisku, se zabývali autoři Marshall, Noma a Evans, kteří uvažovali jako indentor kužel s eliptickou podstavou. [14]



Obr. 8 Schematické znázornění projekční plochy Knoopova indentoru

#### 3.2 Dynamické zkoušky tvrdosti

U dynamických zkoušek indentor proniká do zkoumaného povrchu rázem, který je veden kolmo – tzv. "rázové zkoušky".

V podstatě je třeba rozlišit rázové zkoušky na dva druhy. Může to být zkouška vnikající, u této zkoušky je avšak klidné zatěžování nahrazeno rázem, nebo zkouška založená na principu měření velikosti odrazu indentoru spuštěného na zkoušené tělísko určitou energií. Dynamické vnikající zkoušky jsou prováděny buď to pomocí Baumanova kladívka, nebo kladívka Poldi. Dále sem patří Shoreho skleroskop a Duroskop.

#### 3.2.1 Tvrdoměr Poldi

Jedná se o přenosný tvrdoměr, který umožňuje stanovit tvrdost na základě plastické deformace, která vzniká rázem a porovnání velikosti vzniklého vtisku s velikostí vtisku na materiálu o tvrdosti, která nám je známa. Jde o nejmenší přenosný tvrdoměr, který nám umožní měření tvrdosti metodou Brinell. Tento typ tvrdoměru se využívá především při nutnosti změřit tvrdost na velkých výrobcích a konstrukcích, kde nelze žádným způsobem využít měření na statickém nebo přenosném tvrdoměru, které pracují normalizovanou metodou Brinell. Jednou z výhod tvrdoměru je jeho hmotnost, ale také malé rozměry a možnost funkčnosti prakticky v jakékoliv poloze. V roce 1921 byl tento tvrdoměr vyroben a zároveň patentován. Skládá se z pouzdra a odpruženého pístu. Toto pouzdro je ukončeno držákem ocelové kuličky, který má průměr 10 mm. Mezi kuličku a píst se vkládá porovnávací kalibrovaná, který vypadá jako tyčka čtvercového průřezu o hraně 11 mm a tvrdosti cca 200 HBS. Při měření se přístroj staví kolmo k povrchu zkoušeného předmětu a na píst se udeří kladivem o hmotnosti cca 500 g. Při nárazu kladivem se vytvoří 2 vtisky – jeden se vytvoří na zkoušeném tělísku a druhý se vytvoří na porovnávací tyčce. Jakmile porovnáme průměry obou vtisků lze z přepočítávacích tabulek, které se dodávají ke každému tvrdoměru zvlášť, určit tvrdost zkoušeného předmětu. Měření je však ovlivněno poměrně značnou chybou (až  $\pm$  10%) a na zjištěnou hodnotu tvrdosti je nutné nahlížet jen jako na hodnotu informativní. [16]

Na obr. 9 vidíme ruční přenosný tvrdoměr Poldi, který se skládá z následujících částí. 1 – úderník, 2 – pružina, 3 – těleso, 4 – nástavec, 5 – kulička, 6 – porovnávací tyčka, 7 – zkoušený materiál.



Obr. 9 Tvrdoměr Poldi [22]

#### 3.2.2 Baumanovo kladívko

Funguje na principu vtlačování ocelové kuličky o průměru 5 – 10 mm úderem rázníku do zkoušeného materiálu. Jako u Poldiho tvrdoměru se dá i tady měřit ve stupních Brinella. Při úderu na rázník je vymrštěna stlačenou pružinou do zkoušeného materiálu vtlačovaná kulička. Na obr. 10 vidíme schéma Baumanova kladívka.



Obr. 10 Baumanovo kladívko [23]

#### 3.2.3 Shoreho skleroskop

Metoda využívající Shoreho skleroskop patří mezi dynamické zkoušky tvrdosti a je založena na pružném odrazu tělesa o standartní hmotnosti dopadajícího z konstantní výšky na povrch. Malá část kinetické energie se spotřebuje při nárazu na nevratnou plastickou deformaci povrchu zkoušeného tělesa a zbývající energie se projeví odrazem tělesa. Z dosažené výšky se po odrazu odečte a vypočte hodnota tvrdosti, která však u dynamických metod zkoušení tvrdosti není natolik přesná jako u metod statických.

U původního Shoreho skleroskopu se pohybuje válcový čep ve skleněné trubce, která je opatřena stupnicí a na ní se odečte pomocí lupy dosažená výška odrazu tělesa. Je mnoho variant nastavení počáteční výšky tělesa. Buď to vysátím vzduchu z prostoru nad tělesem za pomocí gumového balónku, nebo je to možné u některých přístrojů pomocí pružiny.

Shoreho skleroskopy se používaly především k měření tvrdosti válců do válcovacích stolic. Tyto skleroskopy se používaly ve 2 stupnicích – HSD a HSC. Pádové těleso, které má tvar válce je ukončené diamantovým hrotem s poloměrem zaoblení 1 mm. [16]

Na obr. 11 je znázorněn princip měření Shoreho skleroskopu, kde se pouští zkušební tělísko na zkoušený materiál a měří se výška jeho odrazu.



Obr. 11 Shoreho skleroskop [24]

## 4 INSTRUMENTOVANÁ ZKOUŠKA TVRDOSTI – DSI

V 70. letech 20. století se začala poprvé používat zkouška DSI neboli instrumentovaná vnikací zkouška tvrdosti. O její uvedení a následné použití v praxi se poprvé pokusili dva ruští vědci Alekin a Bulychev. I když se jim povedlo sledovat okamžitou hloubku vtisku v závislosti na zatížení, ještě nebyli schopni tyto hodnoty použít k tomu, aby vypočítali kon-taktní plochy.

Metody měření tvrdosti, které byly zmíněny v předchozích kapitolách, jsou v dnešní době stále používány v technické praxi, ale už nedokáží vyhovět ve všech oblastech. Obzvláště se nedokáží přizpůsobit měření mechanických vlastností tenkých vrstev. Proto bylo nutné vyvinout novou metodu, která by byla schopna co nejvíce odizolovat vliv substrátu na měřenou tenkou vrstvu. Protože při malém zatížení se plastická deformace neprojeví, je velice složité změřit klasickým způsobem tvrdost tenkých vrstev, které jsou široké v řádech stovek nanometrů. Naopak při větším zatížení již došlo k porušení tenké vrstvy a následně byly měřeny vlastnosti substrátu a to ovlivnilo výsledky měření. [14]

Největší výhodou a vlastně i samotnou podstatou metody DSI je, že dokáže detekovat okamžitou hodnotu zatížení a také hloubku vtisku. To nám umožní lépe vyhodnotit samotné výsledky a také sledovat průběh měření. Ke sledování okamžité hodnoty je potřeba připojit měřící přístroj k počítači, ten nám umožní tyto hodnoty vynášet do grafu závislosti hloubky vtisku na působícím zatížení. Pomocí těchto grafů vznikají ojedinělé indentační křivky, které nám dají možnost určovat mechanické vlastnosti tenkých vrstev, které mají tloušťku jen několik set nanometrů. [14]

Prvním úspěšným modelem byla analýza Doernera a Nixe, kteří stavěli na předpokladu, že pokud budou změny kontaktní plochy vzorku a také indentoru při odlehčování dostatečně malé, je možné jimi použitý indentor považovat za část podstavy válce. Během dalších dvou desetiletí zaznamenala metoda výrazný vývoj a dospěla do podoby, vekteré se téměř beze změny používá i dnes. Pomocí grafického zpracování dat vzniká indentační křivka hloubka-zatížení vtisku (obr. 12). První (počáteční) fází klasického indentačního cyklu je řízené zatěžování, během něhož je na indentor definovanou rychlostí použita zatěžující síla. Druhá fáze tohoto cyklu je označována jako odlehčování a pracuje na principu postupného snižování zatěžující síly na její nulovou hodnotu. Mezi zatěžování a odlehčování se často vkládá prodleva (výdrž na použitém zatížení), během které je vzorek vystaven nejvyšší možné zatěžující síle, což umožní zkoumat tečení (creep). [9] [10]



Obr. 12 Indentační křivka (a), časovým diagramem indentační zkoušky (b). [10]

#### 4.1 Metody zpracování indentačních dat

K základní matematické analýze naměřených dat v průběhu indentace patří Herzovy rovnice. Tyto rovnice jsou založeny na předpokladu, že existuje pouze elastický kontakt. Při indentaci materiálů s pouze plastickým chováním má zatěžovací část indentační křivky tvar paraboly a naopak odlehčovací část indentační křivky je rovnoběžná se svislou osou.

Doposud nevznikla žádná teorie, která by dokázala přesně popisovat případ indentace do elasticko-plastického materiálu. Pokud se pokusíme o analytické řešení, dostaneme se ke složitým nelineárním rovnicím, které obsahují vysoké množstvím parametrů popisující chování materiálu. [14]

#### 4.1.1 Metoda Doernera a Nixe

V roce 1986 Doernerem a Nixem byla provedena první kompletní analýza nanoindantace. Tuto metodu založili na lineárním chování odlehčovací křivky v počátečních fázích, kdy nedochází k žádné změně kontaktní plochy. Kontaktní hloubka h<sub>c</sub> se získává proložení lineární části přímkou a odečtení hloubky při nulovém zatížení. Tvrdost je vypočítána z podílu zatížení ke kontaktní ploše a samotná kontaktní plocha je funkcí tvaru indentoru v kontaktní hloubce. Lineární odlehčení by odpovídalo indentoru tvaru válce s plochým dnem, k upřesnění došlo v metodě Olivera a Pharra v roce 1992. [17]

U této metody se tvrdost H vypočítá:

$$H = \frac{P}{A_c} = \frac{c \cdot P}{{h_c}^2} \tag{4.1}$$

Kde je P je zatěžující síla, c je brána jako geometrická konstanta a hc je hloubka indentace

Tato metoda je velice často používána. Navíc je považována za vyhovující převážně u materiálů, které mají větší podíl plastické deformace. [17]

#### 4.1.2 Metoda Olivera a Pharra

Metoda pracuje na principu elasticko-plastického zatěžování a elastického odlehčování. Mezi základní měřené veličiny vystupující v analýze jsou maximální indentační hloubka h<sub>max</sub>, maximální zatěžující síla P<sub>max</sub>, a kontaktní tuhost S, definovaná jako směrnice tečny počáteční části odlehčovací křivky. Dá se říct, že metoda vychází z principů Doernera a Nixe, ale samotná odlehčovací fáze se nebere jako lineární, ale je aproximována mocninnou funkcí. [17] [18]



Obr. 13 Indentační křivka [18]

Princip této metody spočívá převážně v určení sklonu tangenty, která je vedena k počátku křivky odlehčení, přičemž průsečík tangenty s osou x určuje kontaktní hloubku h<sub>p</sub>. Pomocí derivací této rovnice jsme schopni zjistit sklon tangenty: [14]

$$\frac{dP}{dh} = 2 \cdot \frac{2E^* \cdot \tan \alpha}{\pi} \cdot h_e \tag{4.2}$$

Opětovnou substitucí rovnice (4.2) získáme vztah, kde zatěžující síla P je: [14]

$$P = \frac{1}{2} \cdot \frac{dF}{dh} \cdot h_e \tag{4.3}$$

Vztah pro výpočet hloubky h<sub>a</sub> je: [14]

$$h_a = \left[\frac{2(\pi - 2)}{\pi}\right] \cdot \frac{P_{max}}{\frac{dP}{dh_{max}}}$$
(4.4)

Číselná hodnota v hranaté závorce v rovnici (4.4) závisí na geometrii indentoru a je všeobecně známa jako  $\varepsilon$ . Pro kontaktní hloubku h<sub>c</sub> tak dostáváme vyjádření: [14]

$$h_{c} = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{\frac{dP}{dh}} = h_{max} - \varepsilon \cdot \left(h_{max} - h_{f}\right)$$
(4.5)

kde  $\varepsilon = 0,7262$  (pro kuželovitý hrot),  $\varepsilon = 0,75$  (pro sférický indentor, Berkovichův a Vickersův indentor) a  $\varepsilon = 1,00$  (pro plochý indentor).

Je-li známa tvarová funkce hrotu  $A_p = f(h_c)$ , pak lze určit tvrdost H ze vztahu: [14]

$$H = \frac{P_{max}}{A_p \cdot h_c} \tag{4.6}$$

Kombinovaný elastický modul lze spočítat jako: [14]

$$E^* = \frac{dP}{dh} \cdot \frac{1}{2a} = \frac{1}{2} \cdot \frac{dP}{dh} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{A}$$
(4.7)

Hodnota dP/dh, která se vyskytuje v rovnici (4.2) se určí z experimentálního měření vztahem: [14]

$$\frac{dP}{dh} = \frac{1}{\beta} \left(\frac{dP}{dh}\right)_{zm\check{e}\check{r}eno}$$
(4.8)

kde je β korekční faktor, který je závislý na odchylce pyramidálního od osově symetrického indentoru, pro který byl tento vztah původně vytvořen. Hodnota korekčního faktoru pro Berkovičův indentor je 1,034. [14]

#### 4.2 Druhy indentačních křivek

Metoda DSI se dnešní době v praxi používá na opravdu širokém a rozmanitém množství materiálů. Dá se použít u měkkých polymerů nebo dokonce pro měření tvrdosti vrstev u tvrdých uhlíkových diamantů. Podstatou této instrumentované zkoušky mikrotvrdosti DSI je kontinuální zatěžující síla P a okamžitá poloha indentoru h. Indentační křivka je v podstatě grafické vyjádření této závislosti. [10] Hlavním činitelem, který ovlivňuje tvar indentační křivky, je odezva měřeného materiálu na indentaci. Tvar indentační křivky neslouží pouze k výpočtu tvrdosti a modulu pružnosti a to jak u odlehčující tak zatěžující fáze, ale je zdrojem dalších velice důležitých informací jako jsou např. trhliny, fázová transformace a delaminace vrstvy se na indentační křivce projeví nespojitým průběhem (obr. 14). [14]



*Obr. 14 Nespojitý průběh indentačních křivek (a) fázová transformace, (b) praskání při transformaci [10]* 

Jako jednu z doplňkových informací, které vypovídají o odezvě materiálu na plynulé zatěžování/odlehčování lze použít grafickou závislost hloubka průniku – čas nebo zatížení – čas (obr. 15).



*Obr.* 15 Závislost zatížení – čas (a), hloubka průniku – čas (b) [10]

Při zatěžování indentoru jsou z počátku deformace pouze elastické. Jakmile začneme indentor zatěžovat více dochází ke zvyšování tlaku pod indentorem, jakmile překročí takto indukované napětí mez kluzu, začne se mnohem výrazněji projevovat plastická deformace. Zatěžující křivka pro elasticko-plastický materiál popsána tzv. Mayerovým zákonem: [10] [19]

$$P = \lambda \cdot h^m \tag{4.9}$$

kde je koeficient  $\lambda$  funkcí tvaru indentoru a materiálových vlastností.

U čistě elastického materiálu se při odlehčování indentoru odlehčovací křivka kryje s křivkou zatěžovací, což se shoduje s nulovou plastickou deformací. Studiu, které se zabývá odlehčovacím křivkám, byla do této doby věnována opravdu značná pozornost. Nejčastěji se odlehčovací křivka popisuje následujícím vztahem: [19]

$$P = \lambda \cdot (h - h_f)^m \tag{4.10}$$

kde je parametr  $\lambda$  závislý na indentační hloubce a zároveň není materiálovou konstantou. Exponent nabývá reálné hodnoty 1,2 až 1,7. Vzhledem k tomu, že indentační zkoušky dávají impulz, který v materiálu vyvolá trojosý stav napjatosti, máme možnost vidět rozdíl mezi grafickými průběhy u klasické zkoušky v tahu tj. jednoosý stav napjatosti a trojosým stavem napjatosti vyvolaným pomocí instrumentované zkoušky tvrdosti (obr. 16). [14]

Materiály lze rozdělit do tří skupin podle reakce na vnější silové působení viz obr. 16:

- elasticko-plastické (viskoelastické),
- plastické,
- elastické.



Obr. 16 Charakteristické tvary indentačních křivek pro různé materiály

#### 4.3 Stanovení parametrů

#### 4.3.1 Modul pružnosti

Pomocí zkoušky DSI lze získat materiálové veličiny jako je indentační modul E<sub>IT</sub>,

redukovaný modul Er a komplexní modul E\*

Vtiskový modul  $E_{TT}$  můžeme vypočítat ze směrnice tečny sloužící k výpočtu  $H_{TT}$  a je srovnatelný s Youngovým modulem materiálu, je definován z následující rovnice:

$$E_{IT} = E^* \cdot (1 - v_s^2) \tag{4.11}$$

kde v<sub>s</sub> je Poissonův poměr zkušebního tělesa a E\* je komplexní modul.

Redukovaný modul E<sub>r</sub> můžeme určit z následující rovnice:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2 \cdot C\sqrt{A_p}} \tag{4.12}$$

kde je A<sub>p</sub> průmět kontaktní plochy a C je CIT.

Komplexní modul E\* se dá určit jako:

$$E^* = \frac{1}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - v_i^2}{E_i}}$$
(4.13)

kde je  $E_r$  redukovaný modul vtiskového kontaktu,  $E_i$  je modul vnikacího tělesa, a  $v_i$  je Poissonův poměr vnikacího tělesa.

#### 4.3.2 Tvrdost

Vtisková tvrdost HIT je rovná podílu maximálního zatížení  $P_{max}$  a plochy  $A_p$  průmětu kontaktu vnikacího tělesa s povrchem. [20]

$$H_{IT} = \frac{P_{max}}{A_p} \tag{4.14}$$

Tvrdost podle Martense  $H_M$  je rovna podílu maximálního zatížení  $P_{max}$  a plochy  $A_s$  povrchu části vnikacího tělesa penetrujícího do materiálu a je vyjádřena v N/mm<sup>2</sup>, tedy: [20]

$$HM = \frac{P}{A_s(h)} \tag{4.15}$$

Stanovení tvrdosti  $H_{IT}$  je z hlediska metodiky upřednostňovanější, neboť určit plochu průmětu vtisku je podstatně jednodušší, než se pokusit změřit plochu povrchu části indentoru, který vnikne do materiálu. Rovněž určení tvrdosti  $H_{IT}$  má zřejmý fyzikální význam průměrného kontaktního tlaku pod vnikacím tělesem a měří se v Pascalech (Pa=H/m2). To umožňuje přejít při stanovení hodnot tvrdosti od bezrozměrných stupnic k fyzikálně opodstatněné univerzální stupnici tvrdosti. K analýze indetačních křivek se používá převážně metoda navrhnutá Oliverem a Pharrem. [17]

#### 4.3.3 Vtisková relaxace

Pokud se při konstantní hloubce vtisku měří změna zkušebního zatížení, může se vypočítat hodnota relaxace R<sub>IT</sub> neboli relativní změna zkušebního zatížení: [20] [21]

$$R_{IT} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} \cdot 100 \tag{4.16}$$

kde je  $P_1$  zatížení po dosažení hloubky vtisku, která je udržována na konstantní hodnotě a  $P_2$  je zatížení po čase, kdy byla hloubka vtisku udržována na konstantní hodnotě, obr. 17.



Obr. 17 Vyjádření vtiskové relaxace [20]

#### 4.3.4 Vtiskové tečení

Relativní změna hloubky vtisku (tečení) se označuje symbolem C<sub>IT</sub>, lze vypočítat jako: [21]

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100 \tag{4.16}$$

v čase  $t_1$  je  $h_1$  hloubka vtisku, kdy je dosaženo zkušebního zatížení a  $h_2$  je hloubka vtisku v čase  $t_2$ , při výdrži na dosaženém maximálním zkušebním zatížení (Obr. 18). [21]



Obr. 18 Vyjádření vtiskového tečení [20]

## 4.4 Faktory, které ovlivní průběh a výsledky měření

Metoda DSI je průlomová a umožňuje měřit s velkou přesností to, co by bylo staršími metodami tehdy nemyslitelné. Díky její přesnosti bývá tato metoda měření tvrdosti zasažena širokou škálou chyb.

T 1	1	<b>Г</b> 1		1.	~	• • •	~~~	
Ian	4	HAK	torv	01/11	m	11111	merei	11
I uv.		1 un	iory	0,11,	1110	$\eta \iota \iota \iota$	merer	ıı
			~					

	Geometrie indentoru
Vliv vlastností měřícího	Určení bodu prvního dotyku indentoru
přístroje	Nepřesnosti zapříčiněné tepelnými změnami
	Poddajnost resp.tuhost měřícího přístroje
	Tvar vtisku
<b>1</b> 71 / / 1 VV /	Velikost vtisku
Vlastnosti povrchu merene-	Jakost povrchu měřeného vzorku
no materialu	Vliv substrátu
	Zbytkové napětí

Vliv zmíněných faktorů (tab. 4) na samotný průběh Instrumentované zkoušky tvrdosti patří v současnosti mezi nejdůležitější priority kterými se zabývá dnešní výzkum.

#### 4.4.1 Geometrie indentoru

Vzhledem ke skutečnosti, že klíčovou hodnotou pro určení tvrdosti je projekční plocha, která se určí z hloubky průniku indentoru do zkoušeného materiálu, bude zásadním faktorem tvar indentoru. Veškeré analýzy předpokládají pouze ideální tvar indentoru, což je z praktického hlediska často nedosažitelné. K odchylkám od ideálního tvaru indentoru přispívá hlavně samotné opotřebení indentoru a v případě diamantových indentorů je to anizotropie krystalu.

Tyto odchylky ploch od ideálního hrotu indentoru jsou kritické při velmi malých indentačních hloubkách, při vyšších hloubkách již odchylky od ideálního tvaru hrotu indentoru výrazně naměřené hodnoty neovlivňují. [9]

#### 4.4.2 Určení bodu prvního dotyku indentoru

Zásadou pro správné změření hloubky vtisku je určení nulové polohy indentoru. Ideální situace by byla v případě, že by se indentor dotýkal povrchu měřeného materiálu. Způsobil by tak prvotní kontakt měřeného materiálu a indentoru bez toho aniž by došlo k poručení či deformaci povrchu měřeného materiálu. Takovou situaci můžeme označit za výchozí pro měření hloubky vtisku, často nazývanou jako nulová poloha.

V praxi je nulová poloha určena tak, že indentor pronikne do povrchu zkoušeného materiálu. Takový počáteční kontakt se provádí nejmenším možným zatížením, které je měřící přístroj schopen vyvinout, řádově 10 µN. [14]

#### 4.4.3 Nepřesnosti způsobené tepelnými změnami

Vzhledem k tomu, že při měření mechanických vlastností tenkých vrstev se pohybujeme v oblastech v řádu mikro a nanometrů, je nutné zajistit měřícím přístrojům teplotně konstantní prostředí. V průběhu zkoušek se však může stát, že dojde ke kolísání teploty uvnitř materiálu. Toto kolísání teplot neboli tepelný drift je výsledkem plastického tečení uvnitř měřeného vzorku, tj. creepu. Výsledkem je rostoucí hloubka vtisku, protože indentor proniká hlouběji do měřeného vzorku. Dalším důvodem pro pozorovanou změnu hloubky vtisku je změna rozměrů přístroje v důsledku teplotního driftu (prodloužení, zkrácení), což je bohužel k nerozeznání od creepu vzorku materiálu. Pokud se změří rychlost, jakou se mění hloubka v závislosti na čase při konstantním zatížení v jakémkoli okamžiku DSI zkoušky, lze pak spočítat tepelný drift a na základě jeho velikosti regulovat neboli nastavit zaznamenávání hloubky během zkoušky DSI.

#### 4.4.4 Jakost povrchu měřeného vzorku

S určitostí se dá říci, že mnoho užitých vlastností materiálů jsou závislé na vlastnostech jejich povrchů, jedná se nejčastěji o technologické vlastnosti jako je tření a abrazivost. Technologické charakteristiky obvykle rozhodují o životnosti a spolehlivosti jednotlivých zařízení nebo částí. Jedna z dalších nepostradatelných skupin je chemická vlastnost povrchů, z nichž patří k nejdůležitějším odolnost materiálů vůči korozi. [14]

Je známo, že povrch jakéhokoliv materiálu nikdy nebude dokonale rovný. U makroskopické úrovně má jakost povrchu zanedbatelný vliv na vtiskovou zkoušku tvrdosti, protože hloubka a rozměr vtisku mnohonásobně přesahují velikost povrchových nerovností vzorku. [9]

#### 4.4.5 Náklon povrchu vzorku

Aby bylo měření tvrdosti co nejvíce objektivní a především přesné, je potřeba odstranit všechny faktory, které by toto měření mohly jakýmkoli způsobem ovlivňovat. Jestliže nebudeme při indentaci působit hrotem na vzorek kolmo respektive pod úhlem 90°, můžeme dostat velmi chybné výsledky. Pokud tedy hrote pod jiným úhlem, než je 90°, stávají se výsledky měření závislé na zvoleném úhlu. Plocha, která je v kontaktu s hrotem, bude asymetrická a pokud bude povrch vzorku hrubý, může být prakticky nemožné určit hloubku vtisku. Z důvodu, že nevodorovnost neboli nerovnost povrchu může takto ovlivnit měření, je v dnešní době již většina moderních přístrojů vybavena tak, aby byla schopna tuto případnou chybu odhalit a upozornit na ni [14].

## II. PRAKTICKÁ ČÁST

## 5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Cílem bakalářské práce bylo měření tvrdosti (nanotvrdosti) tenkých vrstev povlaků pro mechanické části forem, zejména pro tvarovou dutinu formy. Měření proběhlo na 5 vzorcích, z nichž byl 1 vzorek nepovlakovaný a vyrobený z nástrojové oceli 19 552 (1.2343). Zbylé 4 zkušební vzorky byly povlakovány z nichž každý jiným druhem povlaku. Instrumentovaná zkouška tvrdosti (nanotvrdosti) byla provedena na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments při aplikovaném zatížení 10 mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

#### Cíle bakalářské práce byly následující:

- 1. Vypracování literární studie na dané téma.
- 2. Příprava zkušebních těles pro experimentální část.
- 3. Provedení experimentu.
- 4. Vyhodnocení a grafické znázornění naměřených hodnot.

## 6 MĚŘENÍ TVRDOSTI

Instrumentovaná zkouška tvrdosti DSI se měřila nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments, na pracovišti Cebia-Tech. Jako vnikací tělísko (indentor) byl k měření použit čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem 136° (Vickersův indentor).



Obr. 19 Nanotvrdoměr (NHT2) – Opx/Cpx

## 6.1 Vyhodnocení naměřených hodnot

Naměřené hodnoty byly zprůměrovány pomocí aritmetického průměru podle vzorce:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i$$

n- počet naměřených hodnot xi- naměřená hodnota - aritmetický průměr

#### 6.2 Charakteristika oceli 19552 a povlaků pro zkušební vzorky

#### 6.2.1 Ocel 19552 (1.2343)

Jedná se o legovanou ocel s vysokou houževnatostí a prokalitelností. Má velmi dobré pevnostní vlastnosti za tepla. Také disponuje dobrou tepelnou vodivost, malou citlivost na prudké změny teploty (umožnuje chlazení vodou) a odolnost k tvorbě trhlin za tepla. Vyznačuje se obzvláště dobrou kalitelností na vzduchu a ve vakuu. Je dobře leštitelná a je také vhodná k nitridaci. Za určitých podmínek lze ocel 19552 (1.2343) kalit do vody. Po tomto kalení vykazuje malé rozměrové deformace. Tato ocel je výborně obrobitelná. Pevnost dosahuje až 1800 MPa. Tvrdost ve stavu žíhaném na měkko je maximálně 230 HB. Dosažitelná tvrdost po kalení je až 54 HRC.

#### Použití oceli 19552 (1.2343):

Jedná se o universálně použitelnou ocel pro práci za tepla. Ocel 19552 (1.2343) se používá na formy pro tlakové lití a na nástroje pro lisování za tepla. Zejména se používá k výrobě nástrojů pro zpracování lehkých kovů, jakými jsou např. lisovací třmeny, razníky, lisovací matrice pro tlakové lití hliníku, hořčíku a zinku, průtlačné lisování, lisovací a kovací zápustky, tvarové části forem. Také se používá na výrobu šneků pro zpracování umělých hmot, nožů nůžek pro stříhání za tepla, nitridované vyhazovače, průtlačníky na formy na plasty a neželezné kovy.

#### 6.2.2 Ocel 19552 (1.2343) ESU

Ocel vhodná ke kalení v oleji, ale také na vzduchu. Má velmi dobrou houževnatost a disponuje plastickými vlastnostmi při zvýšených i normálních teplotách. Vyznačuje se velmi dobrou prokalitelností, odolností proti popuštění a vysokou pevností za tepla. Dále ocel vykazuje velmi dobrou odolnost proti vzniku trhlinek tepelné únavy a malou citlivost na prudké změny teploty. Ocel je vhodná na nástroje chlazené vodou, pro tepelné zpracování i na pevnosti přes 1800. Také je dobře tvárná za tepla a ve stavu žíhaném dobře obrobitelná.

#### Použití oceli 19552 (1.2343) ESU:

Používá se u forem na pevné a pohyblivé díly jádra. Také na jiné části forem pro tlakové lití slitin hliníku, velké série odlitků jako jsou slitiny hořčíku a zinku. Dále se používá na výrobu nástrojů pro tváření za tepla tj. na malé a středně velké zápustky, které jsou velmi namáhané a také na vložky zápustek. Také na výrobu matric, trnů, čelistí a razníků s vysokou pevností přes 1800 N/mm<sup>2</sup> chlazené vodou. Slouží k výrobě velmi namáhaných průtlačníků a jiných pomocných nástrojů pro protlačování neželezných kovů za tepla, průtlačnice na hliník a jeho slitiny. Z této oceli se také vyrábí nástroje pro stříhání za tepla, např. malé, nebo středně velké nože nůžek, tvarové dutiny forem apod.

Tepelné zpracování	Teplota (°C)	Postup zpracování
Kování	850-110	Pomalé ochlazování v peci
Žíhání naměkko	760-780	Pomalý ohřev (4 hod.), pomalé ochla- zování v peci.
Žíhání ke snížení pnutí	600-650	Ohřev 1-2 hod a pomalé ochlazování v peci
Kalení v oleji nebo na vzduchu	100-1030	Tvarově složitější nástroje ochlazovat na vzduchu, jednodušší v oleji při teplo- tě cca. 100 °C
Popuštění	550-650	Ochlazování na vzduchu, proces popuš- tění je nutné dělat dle popouštěcího diagramu

Tab. 5 Tepelné zpracování oceli 19552 ESU

#### 6.2.3 Povlak PVD 1

Jedná se o povlak na bázi titanu a bóru.

Aplikace povlaku PVD 1:

- tlakové lití barevných kovů formy, jádra, vložky, licí komory
- formy pro vstřikování plastů
- povlakování mlecích válců
- povlakování průchozích a neprůchozích dutin
- povlakování tvarově složitých dílů s úzkými zářezy

Mikrotvrdost	Tloušťka	Koeficient	Povlakovací	Pracovní	Barva
HV 0,025	(μm)	tření	teplota (°C)	teplota (°C)	
2500 - 3200	2 - 3	0,4-0,5	520	800	žlutošedá

#### 6.2.4 Povlak PVD 2

Jedná se o povlak na bázi titanu.

Aplikace povlaku PVD 2:

- řezné a střižné nástroje
- méně namáhané lisovací nástroje

Tab.	7	Základní	vlastnosti	P	VD	2
100.			<i>viasiliosii</i>			_

Mikrotvrdost	Tloušťka	Koeficient	Povlakovací	Pracovní	Barva
HV 0,025	(µm)	tření	teplota (°C)	teplota (°C)	
3000	1 - 4	0,4	Do 600	600	zlatá

#### 6.2.5 Povlak PVD 3

Jedná se o povlak na bázi hliníku a titanu.

Aplikace povlaku PVD 3:

- řezné nástroje pro vysoké řezné rychlosti
- frézování a vrtání litiny a ocelolitiny
- vstřikování plastů
- HSS nástroje pro vysoké tepelné zatížení
- opracování za sucha
- formy pro lisování plechů

#### Tab. 8 Základní vlastnosti PVD 3

Mikrotvrdost	Tloušťka	Koeficient	Povlakovací	Pracovní	Barva
HV 0,025	(µm)	tření	teplota (°C)	teplota (°C)	
2500 - 3500	1 - 8	0,4	Do 600	800	fialová

#### 6.2.6 Povlak PVD 4

Jedná se o povlak na bázi chromu.

Aplikace povlaku PVD 4:

- formy pro tváření za studena, lisování
- potravinářský průmysl
- formy a trysky pro vstřikování plastů (zejména s obsahem Cl, F apod.)
- strojní díly

Mikrotvrdost	Tloušťka	Koeficient	Povlakovací	Pracovní	Barva
HV 0,025	(µm)	tření	teplota (°C)	teplota (°C)	
2500 - 3500	1 - 8	0,4	Do 600	800	fialová

Tab. 9 Základní vlastnosti PVD 4



Obr. 20 a) Povlak PVD 1 b) Povlak PVD 2 c) Povlak PVD 3 d) Povlak PVD 4

#### 6.3 Měření tvrdosti metodou DSI

Měření tvrdosti metodou DSI probíhalo na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments. Měření na každém zkušebním tělese bylo provedeno 10 krát při aplikovaném zatížení 10mN. Na testovaná zkušební tělesa byla nanesena vrstva povlaku (PVD1, PVD2, PVD3 a PVD4) o tloušťce 3 µm. Naměřené hodnoty byly graficky zpracovány a vyhodnoceny.

#### 6.3.1 Vtisková tvrdost povlaků

Z výsledků zkoušky tvrdosti (nanotvrdosti) bylo zjištěno, že nejvyšší hodnota vtiskové tvrdosti byla dosažena u vzorku PVD 2 a to 40179 MPa, naopak nejnižší hodnoty vtiskové tvrdosti dosáhl vzorek PVD 4 a to 5277 MPa, jak je možné vidět na obrázku 21.



Obr. 21 Vtisková tvrdost H<sub>IT</sub>

#### 6.3.2 Vickersova tvrdost povlaků

Jak je patrné z obrázku 22, nejvyšší hodnota tvrdosti dle Vickerse byla naměřena u zkušebního tělesa PVD 2 a to 3720 HV. Naopak nejnižší hodnota byla zjištěna u zkušebního tělesa PVD 4. U základního materiálu oceli 1.2343 bylo dosaženo druhé nejmenší hodnoty vtiskové tvrdosti.



Obr. 22 Vickersova tvrdost HV

#### 6.3.3 Vtiskový modul pružnosti povlaků

Z výsledků měření vtiskového modulu pružnosti, který reprezentuje tuhost testované povrchové vrstvy (povlaku) testovaného zkušebního tělesa vyplynulo, že nejvyšší hodnoty tuhosti bylo dosaženo u povlaku PVD 2 (436 GPa). Naopak nejmenší hodnoty tuhosti testovaných zkušebních vzorků byla naměřena u testovaného zkušebního vzorku s naneseným povlakem PVD 4, jak je patrné z obrázku 23. Základní materiál ocel 1.2343 dosáhl druhé nejmenší hodnoty tuhosti (vtiskového modulu pružnosti).



Obr. 23 Vtiskový modul pružnosti E<sub>IT</sub>

#### 6.3.4 Vtiskové tečení povlaků

Z výsledků měření tvrdosti (nanotvrdosti) vyplynulo, že nejvyšší hodnoty vtiskového tečení, které popisu kríp testovaného povrchové vrstvy (povlaku) zkušebního vzorku byla zjištěna u povlaku PVD 2. Naopak nejmenší hodnota vtiskového tečení (krípu) byla naměřena u povlaku PVD 3. Základní materiál ocel 1.2343 vykázal druhou nejvyšší hodnotu krípu (vtiskového tečení), jak je patrné z obrázku 24.



Obr. 24 Vtiskové tečení C<sub>IT</sub>

#### 6.3.5 Deformační práce

Výsledky deformační práce ukázaly, že nejvyšší hodnoty elastické deformační práce byly zjištěny u povlaku PVD 2 (205 mJ). Naopak nejmenší hodnoty elastické deformační práce byly naměřeny u základního materiálu oceli 1.2343, jak je patrné z obrázku 25.



#### Obr. 25 Deformační práce a koeficient zpětné relaxace

Nejvyšší hodnota plastické deformační práce byla změřena u zkušebního tělesa označeného jako PVD 4 a to 836,063 mJ. Naopak nejnižší hodnota plastické deformační práce 129,588 mJ byla naměřena u vzorku PVD 2, jak je patrné z obrázku 25.

Jak je patrné o obrázku 25, vyhodnocoval se rovněž koeficient zpětné relaxace η. Při měření koeficientu zpětné relaxace η byla naměřena nejvyšší hodnota 70,437 % u zkušebního tělesa PVD 2. Naopak nejnižší hodnota koeficient zpětné relaxace η 13,243 % byla naměřena u nepovlakovaného zkušebního tělesa z nástrojové oceli 19552.

## 7 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Bakalářská práce popisuje měření tvrdosti (nanotvrdosti) vybraných typů povlaků nanesených na základním materiálu oceli ČSN EN 419552 (1.2343). Vybrané typy povlaků (PVD 1, PVD 2, PVD 3 a PVD 4) byly testovány instrumentovanou zkouškou tvrdosti (nanotvrdosti) na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments. Pro měření tvrdosti (nanotvrdosti) bylo zvoleno aplikované zatížení 10mN. Na každém testovaném zkušebním vzorku bylo provedeno vždy 10 měření. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

#### 7.1 Vtisková tvrdost

Výsledky zkoušky tvrdosti měřené metodou DSI ukázaly, že nejvyšší hodnota vtiskové tvrdosti byla zjištěna u zkušebního tělesa označeného jako PVD 2. Vtisková tvrdost u toho povlaku označeného jako PVD 2 se zvýšila o 700 % oproti původnímu materiálu nástrojové oceli 19552 (1.2343). Naopak nejnižší hodnota vtiskové tvrdosti byla naměřena u zkušebního vzorku opatřeného povlakem PVD 4. Vtisková tvrdost se u povlaku PVD 4 snížila o 8 %, v porovnání s materiálem nástrojovou ocelí 19552 (1.2343). Z výsledků měření proto vyplývá, že u povlaku založeného na bázi titanu a uhlíku (PVD 2) se několikanásobně zvýšila vtisková tvrdost, jak je patrné obrázku 26.



Obr. 26 Vtisková tvrdost v procentech

#### 7.2 Vickersova tvrdost

Výsledky zkoušky tvrdosti měřené metodou DSI ukázaly, že nejvyšší hodnota Vickersovi tvrdosti byla naměřena u zkušebního tělesa označeného jako PVD 2. Vickersova tvrdost u toho povlaku označeného jako PVD 2 se zvýšila o 624 % oproti původnímu materiálu vyrobeného z nástrojové oceli 19552 (1.2343). Naopak nejnižší hodnota Vickersovi tvrdosti byla naměřena u zkušebního vzorku PVD 4. Vickersova tvrdost se u povlaku označeného jako PVD 4 snížila o 18 % oproti původnímu materiálu nástrojové oceli 19552 (1.2343), jak je patrné z obrázku 27.



Obr. 27 Vickersova tvrdost v procentech

#### 7.3 Vtiskový modul pružnosti

Z výsledků měření instrumentované zkoušky tvrdosti (nanotvrdosti) vyplynulo, že nejvyšší hodnota vtiskového modulu pružnosti byla změřena u zkušebního vzorku PVD 2. Nárůst hodnoty vtiskového modulu pružnosti (Obr. 28) oproti původnímu materiálu nástrojové oceli 19952 (1.2343) u povlaku PVD 2 je o 224 %. Naopak pokles vtiskového modulu pružnosti vzhledem k původnímu materiálu zaznamenal zkušební vzorek označený jako PVD 4 a to o 25 %. Z výsledku měření proto vyplývá, že u povlaku založeného na bázi titanu a uhlíku PVD 2 se zvýšil modul pružnosti.



Obr. 28 Vtiskový modul pružnosti v procentech

#### 7.4 Vtiskové tečení

Výsledky zkoušky tvrdosti (nanotvrdosti) měřené metodou DSI ukázaly, že nejvyšší hodnota vtiskového tečení byla naměřena u zkušebního tělesa označeného jako PVD 1. Vtiskové tečení u toho povlaku označeného jako PVD 1 se zvýšilo o 2,8 % oproti původnímu materiálu z nástrojové oceli 19552 (1.2343). Naopak nejnižší hodnota vtiskového tečení byla naměřena u zkušebního vzorku PVD 3. Vtiskové tečení se u povlaku PVD 3 snížilo o 60,7 % oproti původnímu materiálu nástrojové oceli 19552 (1.2343), jak je patrné z obrázku 29.



Obr. 29 Vtiskové tečení v procentech

## ZÁVĚR

Bakalářské práce řeší problém měření tvrdosti (nanotvrdosti) tenkých vrstev povlaků pro mechanické části forem, zejména pro tvarovou dutinu formy. Měření proběhlo na 5 vzorcích, kde jeden zkušební vzorek byl nepovlakovaný a vyrobený z nástrojové oceli 19 552 (1.2343). Zbylé 4 zkušební vzorky byly povlakovány z nichž každý jiným druhem povlaku (PVD 1, PVD 2, PVD 3, PVD 4). Instrumentovaná zkouška tvrdosti (nanotvrdosti) byla provedena na nanotvrdoměru (NHT2) – Opx/Cpx od firmy CSM Instruments při apli-kovaném zatížení 10mN. Naměřené hodnoty byly graficky znázorněny a vyhodnoceny.

Z výsledků měření vyplynulo, že nejvyšší hodnoty vtiskové tvrdosti byly naměřeny u povlaku PVD 2, kdy došlo k nárůstu jejich hodnot v porovnání se základním materiál oceli 1.2343 o 700%. Naopak nejmenší hodnota vtiskové tvrdosti byla zjištěna u povlaku označeného jako PVD 4, kde došlo k jejímu poklesu vůči základnímu materiálu oceli 1.2343 o 8%. Podobně to vypadalo i s výsledky tvrdosti dle Vickerse. I zde byly nejvyšší hodnoty tvrdosti dle Vickerse zjištěny u povlaku PVD 2, kde její nárůst v porovnání se základním materiálem ocelí 1.2343 činil 624%. Nejmenší hodnota tvrdosti podle Vickerse byla naměřena u povlaku PVD 4, kde její pokles dosáhl 18%.

Nejvyšší hodnoty tuhosti (vtiskového modulu pružnosti) byly zjištěny u zkušebního tělesa opatřeného povlakem PVD 2. Nárůst tuhosti u povlaku PVD 2 byl v porovnání se základním materiálem oceli 1.2343 o 228%. Nejmenší hodnoty tuhosti byly dosaženy u povlaku PVD 4, u kterého činil pokles hodnot tuhosti o 25% v porovnání se základním materiálem. Nejmenší hodnoty vtiskového tečení byly zjištěny u povlaku PVD 3, kdy byl zaznamenán pokles v porovnání se základním materiálem o 60%. Nejvyšší hodnoty byly zjištěny u povlaku PVD 1.

Z provedených testů vyplynulo, že nejlepších výsledků mechanických vlastností testovaných zkušebních těles bylo dosaženo u povlaku PVD 2. Nejhorší výsledky mechanických vlastností (vtisková tvrdost, tuhost) byly zjištěny u povlaku PVD 4.

## SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- MACHEK, V., SODOMKA, J., Kovy a kovové materiály, Praha: ČVUT, 2002. ISBN 80-01-02568-3.
- [2] MACHEK, V., SODOMKA, J., Speciální kovové materiály, Praha: ČVUT, 2008.
   ISBN 978-80-01-04212-0.
- [3] HLUCHÝ M., BENEŠ J., Strojírenská technologie, Praha: SNTL, 1981.
- [4] Ferona: Velkoobchod s hutním materiálem [online]. [cit. 2013-05-01]. Dostupný z
   WWW: http://www.ferona.cz/cze/katalog/search.php
- [5] DUŠEK, Jiří. Konstrukce vstřikovacích forem pro termoplasty s využitím CA technologií. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně.
- [6] BOBČÍK, Ladislav. Formy pro zpracování plastů: I. Díl Vstřikování termoplastů. Brno: Uniplast Brno, 1999. 134 s.
- [7] PTÁČEK, L. a kol.,: Nauka o materiálu I, Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2001, 505 s.
- [8] TICHAVA, M.,: Měření tvrdosti pryže a plastů v současném zkušebnictví: Technická zpráva VUGPT Zlín. Zlín, 1985.
- [9] BALTÁ CALLEJA, F a Stojko Christov FAKIROV. Microhardness of polymers. Cambridge: C
- [10] ČTVRTLÍK, R. Fizikální vlastnosti tenkých vrstev. Olomouc, 2012. 145 s. Dizertační práce. Univerzita Palackého v Olomouci.
- [11] MatNet, [online]. [cit. 2012-11-28]. Zkoušky tvrdosti. Dostupné z WWW: <a href="http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531">http://www.matnet.sav.sk/index.php?ID=531</a>>.
- [12] DOLEŽAL, P., PACAL, B.,: Hodnocení mikrotvrdosti struktur materiálů. VUT Brno, 2006, 41 s.
- [13] BRZOBOHATÝ, T.,: Současné trendy v metodách měření tvrdosti, Brno, 2010, 32 s.
- [14] DUŠEK, Jiří. Tvrdost, mikrotvrdost, nanotvrdost čisté kovy měřené metodou DSI. Brno, 2008. 171 s. Dizertační práce. Masarykova univerzita v Brně.
- [15] BALTÁ CALLEJA, F a Stojko Christov FAKIROV. Microhardness of polymers. Cambridge: Cambridge University Press, 2000, xiii, 237 s. ISBN 0-521-64218-3.
- [16] Ludvík J. a Bílek K.: http://www.metrotest.cz/files/zkousky\_tvrdosti.pdf

- [17] OLIVER, W. C., PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, Vol. 7, no. 6, p. 1564 – 1583.
- [18] OLIVER, W. C., PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. Journal of Materials Research. 2004, Vol. 19, no. 1.
- [19] CHENG, Y. T., CHENG, C. M. Scaling, dimensional analysis and indentation measurement. Material Science and Engineering R: Reports. 2004, Vol. 44.
- [20] Indentation Software manual. CSM Instrument, http://www.csm-instruments.com, Peseux, Switzerland. 117s.
- [21] CSN EN ISO 14577-1 Kovové materiály Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda, Říjen 2002.
   31s.
- [22] Strojírenství engineering [online]. [cit. 2010-12-05]. Dostupný zWWW: http://www.strojirenstvi.wz.cz/stt/rocnik1/06b\_tvrdost.php
- [23] Vlastnosti kovových materiálů a jejich zkoušení [online]. [cit. 2011-10-08].
   Dostupný z WWW: http://jhamernik.sweb.cz/vlastnosti.htm
- [24] Zkoušky tvrdosti [online]. [cit. 2011-02-02]. Dostupný zWWW: http://www.strojari.wz.cz/kom/shore.htm

## SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

α	Úhel indentoru
β	Geometrický korekční faktor.
λ	Koeficient funkcí materiálových vlastností a tvaru indentoru
А	Skutečná plocha
Ap	Projekční plocha
Ai	Ideální plocha
Ap(h)	Průmět kontaktní plochy vnikacího tělesa
As	Plocha povrchu
As(h)	Plocha povrchu vnikacího tělesa
С	Kontaktní poddajnost
C <sub>IT</sub>	Vtiskové tečení (creep)
D	Průměr kuličky
d	Střední průměr kuličky
DSI	Instrumentovaná zkouška tvrdosti (Depth Sensing Indentation)
Е	Youngův modul
Ei	Modul vnikacího tělesa
Er	Redukovaný modul
E <sub>IT</sub>	Vtiskový modul
E*	Komplexní modul
g	Gravitační zrychlení
F	Zatěžující síla
h	Hloubka vtisku
h <sub>c</sub>	Hloubka indentace
h <sub>max</sub>	Maximální indentační hloubka

кa

- $h_1$  Hloubka vtisku v čase  $t_1$
- h<sub>2</sub> Hloubka vtisku v čase t<sub>2</sub>
- HSC Tvrdost Shoreho
- HSD Tvrdost Shoreho
- H Tvrdost
- HBS Tvrdost podle Brinella při použití kalené kuličky
- HBW Tvrdost podle Brinella při použití kuličky se slinutých karbidů
- H<sub>CH</sub> Tvrdost podle Berkoviche
- H<sub>IT</sub> Vtisková tvrdost
- HM Martensova tvrdost
- HR Tvrdost podle Rockwella
- HV Tvrdost podle Vickerse
- ISE Vliv velikosti vtisku
- KHN Knoopovo číslo tvrdosti
- P Zatěžující síla
- P<sub>max</sub> Maximální zatěžující síla
- W<sub>plast</sub> Plastická deformační práce vnikacího procesu
- W<sub>elast</sub> Elastická deformační práce vnikacího procesu

## SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Schéma číselného označení	14
Obr. 2 Zkouška dle Brinella [11]	21
Obr. 3 Zkouška dle Rockwella [11]	22
Obr. 4 Úhel Vickersova jehlanu [14]	24
Obr. 5 Zkouška dle Vickerse [11]	24
Obr. 6 Zkouška dle Berkoviche [13]	26
Obr. 7 Zkouška dle Knoopa [13]	26
Obr. 8 Schematické znázornění projekční plochy Knoopova indentoru	27
Obr. 9 Tvrdoměr Poldi [22]	
Obr. 10 Baumanovo kladívko [23]	29
Obr. 11 Shoreho skleroskop [24]	30
Obr. 12 Indentační křivka (a), časovým diagramem indentační zkoušky (b). [10]	32
Obr. 13 Indentační křivka [18]	33
Obr. 14 Nespojitý průběh indentačních křivek (a) fázová transformace, (b) praskán	ıí
při transformaci [10]	35
Obr. 15 Závislost zatížení – čas (a), hloubka průniku – čas (b) [10]	35
Obr. 16 Charakteristické tvary indentačních křivek pro různé materiály	36
Obr. 17 Vyjádření vtiskové relaxace [20]	38
Obr. 18 Vyjádření vtiskového tečení [20]	39
Obr. 19 Nanotvrdoměr (NHT2) – Opx/Cpx	44
Obr. 20 a) Povlak PVD 1 b) Povlak PVD 2 c) Povlak PVD 3 d) Povlak PVD 4	48
<i>Obr. 21 Vtisková tvrdost H<sub>IT</sub></i>	49
Obr. 22 Vickersova tvrdost HV	50
Obr. 23 Vtiskový modul pružnosti E <sub>IT</sub>	51
Obr. 24 Vtiskové tečení C <sub>IT</sub>	52
Obr. 25 Deformační práce a koeficient zpětné relaxace	53
Obr. 26 Vtisková tvrdost v procentech	54
Obr. 27 Vickersova tvrdost v procentech	55
Obr. 28 Vtiskový modul pružnosti v procentech	56
Obr. 29 Vtiskové tečení v procentech	57

## SEZNAM TABULEK

Tab. 1 Mezní hodnota prvků	12
Tab. 2 Mezní hodnota prvků	12
Tab. 3 Rozsah zkušebního zatížení	23
Tab. 4 Faktory ovlivňující měření	
Tab. 5 Tepelné zpracování oceli 19552 ESU	46
Tab. 6 Základní vlastnosti PVD 1	46
Tab. 7 Základní vlastnosti PVD 2	47
Tab. 8 Základní vlastnosti PVD 3	47
Tab. 9 Základní vlastnosti PVD 4	

## SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1: CD – Bakalářská práce Vojtěch Kalus