

Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Katedra experimentální fyziky

Nanotechnologie



Bakalářská práce

Akustická emise tvrzeného skla generovaná při
indentační zkoušce

Vypracoval: Radek Fiedler

Vedoucí práce: Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.

Bibliografická identifikace:

Jméno a příjmení autora:	Radek Fiedler
Název práce:	Akustická emise tvrzeného skla generovaná při indentační zkoušce
Typ práce:	bakalářská
Pracoviště:	Katedra experimentální fyziky
Vedoucí práce:	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Rok obhajoby práce:	2021
Počet stran:	70
Počet příloh:	0
Jazyk:	Český
Klíčová slova:	akustická emise, mikro-indentace, tvrzené sklo, tenké vrstvy

Abstrakt:

Vlastnosti tenkých vrstev je možné pozorovat pomocí indentační zkoušky. Tato zkouška je nedestruktivní a ,může nám říci mnoho informací o materiálu, modulu pružnosti a podobně. Během indentace dochází k plastické deformaci zkoumaného vzorku, která je zdrojem akustické emise. Tato akustická emise může být zaznamenána pomocí piezoelektrického senzoru a dát nám další vlastnosti zkoumaného materiálu. Akustickou emisi je vhodné studovat, protože nám může předat informace ohledně materiálu, které nejsou možné okem pozorovatelné. Zároveň nás může akustická emise varovat před vznikem vad a jejich šířením v materiálu.

V rámci této bakalářské byly měřeny tenké vrstvy různých tvrzených i netvrzených skel za pomoci indentační zkoušky. Jako zdroj akustické emise sloužila mikro-indentací zkouška. Z naměřeného signálu byly úspěšně vyhodnoceny parametry, které byly následně porovnány mezi sebou.

Bibliographic identification

Author's first name and surname: Radek Fiedler
Title: Acoustic emission of strengthened glass generated during indentation test
Type of thesis: bachelor's thesis
Department: Department of Experimental Physics
Supervisor: Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
The year of presentation: 2021
Number of pages: 70
Number of appendices: 0
Language: Czech
Keywords: acoustic emission, micro-indentation, strengthened glass, thin films

Abstract:

The properties of thin films can be observed using an indentation test. This test is non-destructive and can tell us a lot of information about material, modulus of elasticity and etcetera. During indentation, plastic deformation of examined sample occurs, which is source of acoustic emission. This acoustic emission can be recorded using a piezoelectric sensor and can give us some properties of the investigated material. It is advisable to study the acoustic emission, because it can give us information about the material that is not observable to the naked eye. At the same time, acoustic emission can warn us of defects and their spread in the material.

Within this bachelor, thin layers of various tempered and unhardened glasses were measured with the help of an indentation test. The micro-indentation test served as a source of acoustic emission. The parameters were successfully evaluated from the measured signal, which were then compared with each other.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracoval samostatně pod vedením Mgr. Radima Čtvrtlíka, Ph.D. a že jsem užil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci dne:

Podpis autora:

Poděkování

Na tomto místě bych chtěl poděkovat vedoucímu práce Mgr. Radimovi Čtvrtlíkovi, Ph.D. za cenné rady, množství věnovaného času, nadstandartní přístup, ochotu, pevné nervy a velkou trpělivost během přípravy této bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat Mgr. Lukáši Václavkovi a Mgr. Janu Tomašíkovi za získání a naměření vzorků tvrzených skel. V neposlední řadě bych chtěl poděkovat své rodině a všem, kteří za mnou stáli a byli mi oporou.

Obsah

Úvod.....	8
1 Tvrzené sklo	10
1.1 Pevnost skla.....	10
1.2 Techniky tvrzení skla.....	14
1.2.1 Tvrzení skla pomocí odstraňování vad	15
1.2.2 Tvrzení skla pomocí hojení vad.....	15
1.3 Tvrzení zavedením zbytkového tlakového napětí	15
1.3.1 Tepelné tvrzení skla	16
1.4 Chemické tvrzení skla	16
2 Mikro-indentanční zkouška	19
2.1 Elasticko-plastický kontakt.....	19
2.2 Indentační metody	20
2.2.1 Metoda podle Vickerse	20
2.2.2 Metoda podle Rockwella.....	21
2.2.3 Metoda podle Brinella.....	22
2.2.4 Metoda podle Knoopu	22
2.2.5 Metoda podle Berkoviche	23
2.3 Indentační křivka	24
2.4 Creep.....	24
3 Základy akustické emise	26
3.1 Základní parametry AE.....	27
3.2 Šíření vln AE v tělesech	28
4 Popis experimentálních zařízení	29
5 Popis zkoumaných vzorků	31
6 Analýza experimentálních dat	35
6.1 Sklo AS.....	36
6.1.1 Děje pozorované napříč měření všech skel AS.	42
6.2 Sklo TS.....	43

6.2.1	Děje pozorované napříč měření všech skel TS	45
6.3	Sklo CS.....	45
6.3.1	Děje pozorované napříč měření všech skel CS	45
6.4	Porovnání skla TS, CS a AS.....	48
6.4.1	Děje pozorované napříč měření všech skel TS, CS a AS	54
7	Závěr.....	65
	Seznam použitých symbolů a zkratk	66
	Použitá literatura a zdroje	68

Úvod

Počátky skla sahají až do doby Mezopotámie, kde se z něj vyráběly ozdobné korálky do šperků a amuletů. Velký pokrok ve výrobě udělali Římané, kteří vytvářeli sklo různobarevné, různě průhledné, nebo čiré. V době helénské byla technologie zpracování skla obohacena o výrobu číší. Během 12. století našlo sklo využití v oknech chrámů a katedrál ve formě vitráží. Do Čech se sklo dostalo ve 14. století a český křišťál se proslavil v stoletím šestnáctém. S nástupem 19. století přišla na řadu masová tovární výroba tabulového skla. Sklo si našlo uplatnění v mnoha oblastech: od technologií, stavebnictví, potravinářství, po vědní obory či optiku.

Křemičitá skla jsou průsvitná, průhledná, tvrdá, odolná proti opotřebení a převážně chemicky inertní. Je možné je téměř libovolně tvarovat, brousit, barvit či zdobit. Díky těmto vlastnostem má sklo široké použití. Uchovávání chemických látek v baňkách a zkumavkách, laboratorní skla, skladování potravin, skla oken, skleněné panely do dveří, zrcadla, různé skleněné doplňky v bytech či sklenice – to je jen pár ukázek kde se sklo používá. Nejproblematictější vlastností skla je jeho křehkost, kvůli níž při jeho rozbití vznikají ostré stěpy. Tyto problémy se dají snadno odstranit pomocí tvrzení, které na povrchu vytvoří vrstvu s přebytečným napětím, a tím zajistí větší tvrdost skla.

Sklo se může tvrdit pomocí kalení, nebo chemickým tvrzením skla. Tvrzená skla navazují na masivní využití netvrzeného skla a rozšiřují oblast jeho použití, či jej zvyšují ve stávajících oblastech, ve kterých je sklo, nedílnou součástí. Tvrzené sklo má zvýšenou mechanickou a termickou odolnost.

Práce se bude zaměřovat na jednu z důležitých vlastností tvrzeného skla – tvrdost. Tvrdost je mechanická vlastnost materiálu vyjadřující odpor proti vnikání cizího tělesa. Jedna z vlastností, které je dobré vědět o tvrzeném skle. Jednou z metod zkoumání tvrdosti materiálu se nazývá indentace a je prováděna pomocí vtiskávání hrotu indentoru do zkoumaného materiálu. Používané metody mají různé varianty jako například metoda Vickersova, Brinellova nebo Rocwellova. Indentační zkouška má velikou výhodu v tom, že je prováděna velmi lokálně. Pro měření této bakalářské práce se ošše indentační zkouška nehodí, kvůli příliš velké hloubce indentace, a proto byla pro zjišťování tvrdosti skla použita mikro-indentací zkouška, při které je indentační hrot vtlačován pouze do svrchní vrstvy skla.

Při plastické deformaci během indentační zkoušky vzniká ve skle akustická emise. Ta nám může říci další informace o tom, co se děje uvnitř skla během měření. Mnohé z těchto změn nejsou pouhým okem viditelné a mohou být těžko pozorovatelné i pod mikroskopem. Proto byla u měření použita detekce akustické emise. Samotná detekce akustické emise bez indentační zkoušky je nedestruktivní měření, a proto se může kupříkladu použít jako prevence ve výrobním procesu.

Cílem této bakalářské práce je zaměřit se na akustickou emisi různě tvrzených sklech, která je generovaná při mikro-indentacní zkoušce. Práce pozoruje vliv tvrzení na vznik akustické emise a na vlastnosti skla.

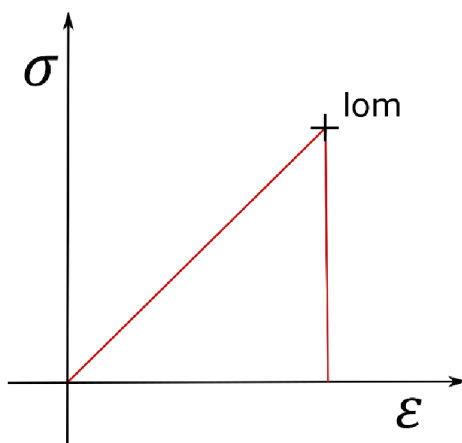
Práce začíná teoretickou částí, kde se v kapitolách 1 až 3 popisují tvrzená skla a jejich výroba. Tématem druhé kapitoly je mikro-indentací. Třetí kapitola se zabývá akustickou emisí. Kapitola pojednává o jejím výskytu, šíření a základních parametrech naměřeného signálu. Druhá část práce je praktická. V kapitole 4 je popsáno měřicí zařízení, jeho princip a použití při měření. Pátá kapitola pojednává o použitých druzích vzorku skla, způsobu jejich opracování a měření. Kapitoly 6 a 7. se zabývají vyhodnocením naměřených výsledků. Porovnávají naměřená data a hledají společné i odlišné souvislosti v chemicky tvrzených sklech a jejich dobou tvrzení.

1 Tvrzené sklo

Bavíme-li se o skle, pak máme na mysli homogenní, amorfni pevnou látku, jejíž hlavní složkou je oxid křemičitý. Sklo se vyrábí tavením křemičitého sklářského písku s přidáním uhličitanu draselného, popřípadě dalších příměsí pro snadnější tavení či získání unikátních vlastností. Jak již bylo zmíněno v úvodu, sklo má opravdu široké využití. Používá se například v chemickém, stavebním, lékařském, potravinářském, ale i automobilovém průmyslu. Jeho schopnost propouštět světlo, možnost obarvení, schopnost dosáhnout libovolného tvaru, chemická inertnost či optické vlastnosti umožňují široké pole působnosti. U skla je jedním z největších omezení jeho křehkost a s ní i spojený rozpad skla na střepy. Tento nedostatek se ale dá odstranit pomocí tvrzení skla. Takto upravené sklo dosahuje mnohonásobně vyšší pevnosti a tvrdosti. S tvrzeným sklem se můžeme setkat třeba ve formě ochranného skla na mobilní telefony. Dále se tvrzené sklo využívá u různých u různých doplňků domácnosti, jako jsou například výplně dveří, desky stolů nebo skleněné police. Tvrzené sklo taktéž rozšířilo své uplatnění kupříkladu ve stavebnictví, kde se používá pro nerámové stavby, konstrukčně zatížené aplikace či na místech, kde by se po nárazu člověka stalo použití běžného skla nebezpečným. Z firem zabývajících se tvrzeným sklem můžeme jmenovat Corning, Vitro nebo Nilkin. Aktuálně se využívá tepelné a chemické tvrzení skla, přičemž chemické tvrzení skla pomocí iontové výměny začíná zvyšovat možnosti svého uplatnění. Nejznámější tvrzená skla jsou například Gorila glass od firmy Corning, Dragontail od firmy Asahi Glass nebo Impact protector od Rhinoshield.

1.1 Pevnost skla

Nejprve je nutné říci, že, není možné se bavit o pevnosti skla, aniž bychom neznali základní koncept tvrdosti skla. Během zkoušek tvrdosti skla nastává často děj, kdy sklo praskne, aniž by došlo k jakémukoliv jeho pronutí. Při vykreslení závislosti napětí σ na deformaci ϵ během napěťové zkoušky skla jí získána lineární závislost až do bodu zlomu (viz obr. 1), kdy se sklo zlomí. Tohle selhání skla vyznačeno svislou čarou.



Obr. 1: Napěťová zkouška skla

Pevnost skla je výsledkem interakce povrchu skla s jeho okolím. Existují dva základní koncepty, které je potřeba pochopit.

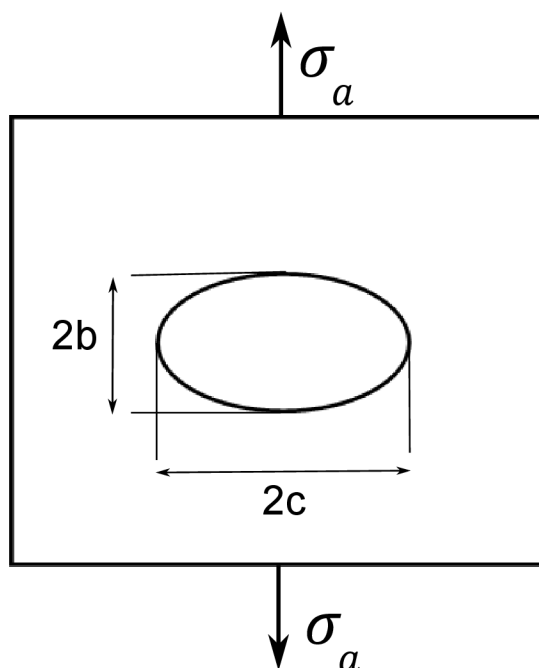
První poukazuje na to, že povrchové vady jsou zodpovědné za náhlý zlom a nízkou pevnost skla, jež má být v porovnání s teoretickou hodnotou má být mnohonásobně větší. Druhý koncept říká, že vady povrchu mohou reagovat s prostředím, a vést tak k růstu prasklin nacházející se pod kritickou hodnotou, které jsou zodpovědné za opožděný lom.

Jako pevnost skla bude považováno napětí σ_b potřebné pro prasknutí skla. Hlavní faktory, které ovlivňují pevnost skla a způsobují tak jeho velký rozsah, mohou být povrchové vlastnosti skla, nebo prostředí ve kterém se sklo nachází. Budeme-li uvažovat teoretickou pevnost skla jako pevnou látku, můžeme poté definovat pevnost skla pomocí vztahu

$$\sigma_{Th} = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_f}{r_0}}, \quad (1)$$

kde E je Youngův modul pružnosti, γ_f je energie povrchu a r_0 je rovnovážná vzdálenost mezi atomy materiálu. Pro sodnovápenaté sklo odpovídá teoretická pevnost skla 3500 MPa. Experimentálně naměřená hodnota se ale pohybuje mezi 50 a 100 MPa.

Rozdíl těchto dvou hodnot je způsoben přítomností vad v povrchu skla. Ty fungují jako násobiče napětí, takže působící tahové napětí je znásobeno na čele trhliny až na hodnotu teoretické pevnosti skla a tím způsobí prasknutí skla.



Obr. 2: Oválná vada uvnitř skla pod tahovým napětím.

Ingnis ve své literatuře [10] popisuje důvod, proč je toto možné. Budeme-li uvažovat vadu oválného tvaru (viz obr. 2) s osami $2b$ a $2c$, na kterou bude působit napětí σ_a , pak můžeme napětí na čele trhliny popsat pomocí vztahu:

$$\sigma_{yy} = \sigma_a \cdot \left(1 + 2 \frac{c}{b}\right), \quad (2)$$

kde σ_a je působící napětí. V případě, že je vada eliptického tvaru příliš dlouhá můžeme vztah (2) přepsat na vztah

$$\sigma_{yy} = 2\sigma_a \cdot \sqrt{\frac{c}{\rho}}, \quad (3)$$

kde ρ je radius na špičce vady vyjádřen vztahem

$$\rho = \frac{b^2}{c}, \quad (4)$$

V případě, že bude splněna podmínka $\sigma_{yy} = \sigma_{Th}$, poté dojde k prasknutí skla. Můžeme tedy odvodit vztah pro napětí potřebné pro prasknutí skla

$$\sigma_b = \sqrt{\frac{E \cdot \gamma_f}{4 \cdot c}}, \quad (5)$$

kde σ_b je napětí potřebné pro prasknutí skla. Pro vadu o délce $10 \mu\text{m}$ by podle rovnice (9) odpovídalo teoretické napětí pro prasknutí skla $\sigma_b = 78 \text{ MPa}$. Tato hodnota odpovídá experimentálně naměřeným hodnotám.

Jiný přístup volil Griffith, který odvozoval tvrdost skla na základě termodynamiky, viz jeho publikace [11]. V jeho úvahách musí vada dosáhnout kritické délky, od níž které se následně může samovolně propagovat. Griffith uvažuje celkovou energii U desky s eliptickou vadou o délce $2c$. V elastické oblasti je elastická deformační energie na jednotku rovna ploše pod křivkou napětí a deformaci, která je popsána pomocí Hookova zákona:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon, \quad (6)$$

kde ε je deformace a σ je napětí. Výsledná plocha pod křivkou je rovna $\frac{1}{2} \sigma \cdot \varepsilon$. Budeme-li uvažovat nekonečně dlouhou eliptickou vadu, pak deformační energie je rozložena okolo vady a může být vyjádřena jako elastická deformační energie na jednotku délky c vady pomocí vztahu

$$U_{el} = -\frac{\sigma^2}{E} \cdot Y^2 \cdot c^2, \quad (7)$$

kde Y je geometrický faktor. V případě vady o délce $2c$, která roste díky působícímu napětí, je elastická deformační energie na jednotku snížena, aby vytvořila dva nové povrchy vady. Tyto povrchy vyžadují zvýšení povrchové energie na jednotku délky praskliny, která je rovna:

$$U_s = 4 \cdot \gamma_f \cdot c. \quad (8)$$

Budeme-li uvažovat napětí σ_a pak celková elastická energie na jednotku délky odpovídá vztahu:

$$U = -\frac{\sigma_a^2}{E} \cdot Y^2 \cdot c^2 + 4 \cdot \gamma_f \cdot c. \quad (9)$$

Z rovnice (9) tedy vyplývá, že aplikované tahové napětí vytváří elastickou deformační energii. Je-li dostatek energie, pak dojde ke vzniku nové trhliny a k její samovolné propagaci. Pokud na sklo nepůsobí dostatečná síla, zůstává délka štěrbiny stejná. Má-li vada malou délku c , pak je elastická energie kladná. Pro velké délky c se stane trhlina energeticky nestabilní a dojde k její samovolné propagaci. Určíme-li kritickou délku štěrbin c^* , od které dochází k samovolnému růstu vady, pak můžeme odvodit zlomové napětí.

$$\sigma_b = \frac{1}{Y} \sqrt{\frac{2 \cdot E \cdot \gamma_f}{c^*}}. \quad (10)$$

Pro geometrický faktor $Y = (\pi)^{1/2}$ a délku vady $10 \mu\text{m}$ vychází podle vztahu (10) pro sodnovápenaté sklo hodnota $\sigma_b = 124 \text{ Mpa}$. Tato hodnota je srovnatelná s experimentálními daty. Griffithova i Ingnisova teorie poukazují na fakt, že pevnost skla je silně závislá na množství a závažnosti vad na povrchu skla.

Vady ve skle mohou pocházet z mnoha zdrojů. Prvním zdrojem je samotný proces výroby skla. Vady mohou vznikat při kontaktu s manipulačním zařízením, částicemi nacházejícími se v atmosféře či prachem. Další procesy jako jsou řezání, broušení, laminování či balení mohou způsobit vznik ještě závažnějších vad ve skle. Samotné používání skla může taktéž zapříčinit vznik mnoha vad na povrchu. Ve výsledku máme sklo s různě závažnými vadami, které vedou k velkým rozdílům v pevnosti skla. Lze tedy konstatovat, že pevnost skla je koncept značně závislý na statistice povrchových vad.

Ze vztahů (5) a (10) je zřejmé, že podmínky pro prasknutí skla mohou být vyjádřeny rovnicí

$$\sigma_b \cdot Y \cdot \sqrt{c} = \sqrt{2 \cdot E \cdot \gamma_f}, \quad (11)$$

kde E je určeno vlastnostmi materiálu a γ_f je závislá na materiálu a jeho prostředí. Vztah (11) lze uspořádat pomocí konceptu lomové mechaniky zavedením faktoru intenzity napětí

$$K_I = \sigma_a \cdot Y \cdot \sqrt{c}. \quad (12)$$

Tento faktor závisí na druhu trhliny a působícím napětí σ_a . Rovnice může být převedena na další rovnici podmínky rozbití a určující faktor kritického napětí

$$K_{IC} = \sqrt{2 \cdot E \cdot \gamma_f} \quad (13)$$

Ke zlomu dojde ve chvíli, kdy se K_I bude rovnat K_{IC} . Tato podmínka je splněna zvětšováním σ_a , nebo c . Jednotky pro K_I jsou $[\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}]$. V tabulce 1 je ukázka Youngova modulu a faktoru intenzity napětí pro několik druhů skel. Tabulka je převzata z publikace [5].

Tabulka 1: Youngův modul a faktor intenzity napětí pro různé typy skel.

Typ skla	$E[\text{MPa}]$	$K_I[\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}]$
Tavený oxid křemičitý	73000	0,74 ÷ 0,81
Sodnovápenaté	70000 ÷ 74000	0,72 ÷ 0,82
Hlinitokřemičité	83000 ÷ 91000	0,85 ÷ 0,96
Borosilikát	64000 ÷ 89000	0,75 ÷ 0,82
Olovo-silikát	58000 ÷ 65000	0,62 ÷ 0,73

1.2 Techniky tvrzení skla

Jak již bylo zmíněno výše pevnost skla je problém spjatý s povrchem skla a jeho poškozením. Nízká pevnost skla je ovlivněna s přítomností vad v povrchu skla. Jakýkoliv předmět, který se dostane do kontaktu s povrchem skla, může poničit povrch, a tím snížit pevnost skla. Potřeba zvýšit pevnost skla, a tím i jeho spolehlivost má značný praktický dopad. Prasknutí skla je nejčastěji spojeno s případem tahového napětí. Rozbití skla při tlakovém napětí je sice možné ale velice nepravděpodobné. Obvyklá strategie používaná pro zpevnění skla při jeho běžném používání může využívat jednak zvýšení praktické pevnosti skla:

- Odstraněním vad nebo snížením závažnosti vad.
- Zavedením přebytečného napětí poblíž povrchu skla.
- Hojením vad za pomoci vhodných technologických procesů.

Jednak se může využít techniky prodloužení životnosti skla:

- Vytvořením ochranné vrstvy, která zabrání praskání povrchu.
- Vytvořením ochranné vrstvy, která ochrání před mechanismy samovolné propagace vad.

Dále se budeme zabývat tvrzením skla pomocí zavedení přebytečného zbytkového napětí blízko povrchu, ale v krátkosti i ostatními metodami

1.2.1 Tvrzení skla pomocí odstraňování vad

Na pevnost skla mají značný vliv trhliny a jejich geometrický tvar. Čím je trhlina ostřejší, tím větší má dopad na pevnost skla. Leštění plamenem při vytváření skla pomáhá k zaoblení, či dokonce uzavření trhlín a snižování tak jejich délky c . K snížení závažnosti trhlín, či jejich odstranění se využívá nízká koncentrace kyseliny fluorovodíkové, která dokáže rozpustit sklo. Těto technice se říká leptání. Je důležité, aby při tom skla nebyla vystavena okolnímu prostředí. V opačném případě totiž dojde ke vzniku nových vad. Tyto techniky jsou užitečné pro skla jejichž povrch není vystaven okolnímu prostředí. Použití leptání za pomoci kyseliny fluorovodíkové se jeví jako velice účinné, pokud ale není povrch skla okamžitě ochráněn, pak dojde ke ztrátě dané pevnost skla.

1.2.2 Tvrzení skla pomocí hojení vad.

Jiným přístupem k vadám ve skle není jejich odstranění ale zaplnění vad, čímž dojde k snížení koncentrovaného napětí. Toho je dosaženo nanesením ochranné vrstvy, která znovu vytvoří chemické vazby materiálu vyplněním trhlín.

1.3 Tvrzení zavedením zbytkového tlakového napětí

Cílem této metody je zavedení zbytkového napětí blízko povrchu skla pomocí chemického či tepelného procesu. Účelem je stlačit vady nacházející se na povrchu skla a zabránit tak jejich růstu pod napětím. Pro mechanickou stabilitu musí být povrchové tlakové napětí vyváženo tahovým napětím uvnitř tělesa.

Přepíšme vztah (12) pro faktor intenzit napětí pod aplikovaným napětím σ_a a vadou o délce c

$$K_I = \sigma_a \cdot Y \cdot \sqrt{c}.$$

Uvedený vztah platí, pokud není zavedeno žádné přebytečné napětí. Zavedeme-li přebytečné napětí $\sigma_R(x)$, které je závislé na vzdálenosti od povrchu x , změní se vztah popisující faktor intenzity přebytečného napětí. Ten nyní můžeme určit pomocí metody Greenovy funkce

$$K_R = \frac{2 \cdot Y \cdot \sqrt{c}}{\pi} \cdot \int_0^c \frac{\sigma_R(x)}{\sqrt{c^2 - x^2}} dx. \quad (14)$$

Tento příspěvek můžeme vyjádřit jako faktor intenzity napětí.

$$K_I = \sigma_a \cdot Y \cdot \sqrt{c} + K_R. \quad (15)$$

Rovnice (15) má pro moment, kdy dojde selhání, následující tvar

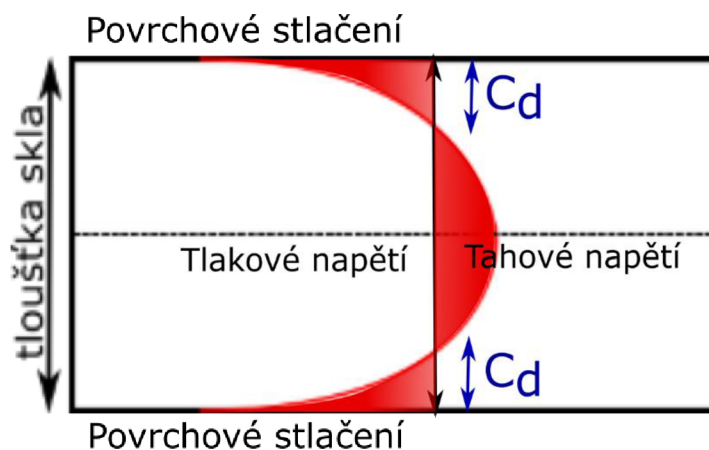
$$K_{IC} = \sigma_b \cdot Y \cdot \sqrt{c} + K_R. \quad (16)$$

Znamená to tedy, že pro přebytečné zbytkové napětí dochází ke zlomení pod větším zatížením, než kdyby nebylo zavedeno přebytečné napětí.

1.3.1 Tepelné tvrzení skla

Sklo může být vytvrzeno za použití tepelných procesů, při kterých se ve skle vytvoří tlakové napětí. Tento proces vyžaduje zahřátí skla nad teplotu skelného přechodu. Sklo je následně prudce schlazeno na pokojovou teplotu. Přebytné napětí je ve skle zavedeno během fáze, která se nazývá kalení.

Kalení probíhá ve dvou krocích. Během prvního kroku dochází k prudkému ochlazení povrchu skla, během něhož je sklo stále ve viskózním stavu. To vede k vytvoření tahového napětí na povrchu, které velmi rychle zrelaxuje. V druhé fázi je vnitřek skla ochlazen na pokojovou teplotu. Vnitřek skla chladne pomaleji než jeho povrch. To znamená že výsledný specifický objem vnitřku skla bude menší než skla vnějšího. To zapříčiní, že uvnitř skla vznikne tahové napětí, které se vyváží tlakovým napětím vnějšího povrchu. Tento proces zavede parabolický tvar přebytečného napětí v průřezu skla (viz obr. 3). Hloubka vrstvy s tlakovým napětím je značena C_D a dosahuje až $1/5$ tloušťky celého skla.



Obr. 3: Rozložení zbytkového napětí v tepelně tvrzeném skle.

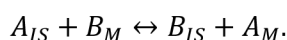
Parabolický tvar vneseného napětí v materiálu je spjat s teplotním rozložením skla během kalení. Na vzniklé napětí pak mají vliv různé faktory, jako jsou například koeficient tepelné roztažnosti skla α , tloušťka skla T , či součinitel vnějšího přenosu tepla. Velké množství uložené elastické energie uvnitř skla má nemalý vliv na sklo ve chvíli, kdy dojde k jeho prasknutí. Při uvolnění energie dojde k roztříštění skla na velké množství malých fragmentů.

1.4 Chemické tvrzení skla

Chemickým tvrzením skla se mají na mysli procesy, které mění chemickou strukturu povrchu skla za účelem získat větší pevnost skla zavedením přebytečného napětí ve skle. Toho se nejčastěji dosáhne pomocí iontové výměny, při které dojde k výměně iontů v krystalické mřížce. Rozlišují se zde dva procesy. Prvním je výměna iontů pod teplotou skleněného přechodu skla neboli iontová výměna. Druhým procesem je výměna iontů nad teplotou skleněného přechodu skla, což nazýváme glazování. Při iontové výměně jsou nahrazovány malé atomy iontů v mřížce za ionty větší. To způsobí nárůst objemu poblíž povrchu a vznik přebytečného tlakového napětí.

Glazování (glazing) je založen na principu vytvoření povrchové vrstvy, která má nižší koeficient tepelné roztažnosti než vnitřní mřížka skla. Tato vrstva je chemicky vytvořena za vyšších teplot. Po ochlazení se povrch skla nachází ve stavu komprese, kdežto vnitřní struktura si vytvoří rovnovážné tahové napětí.

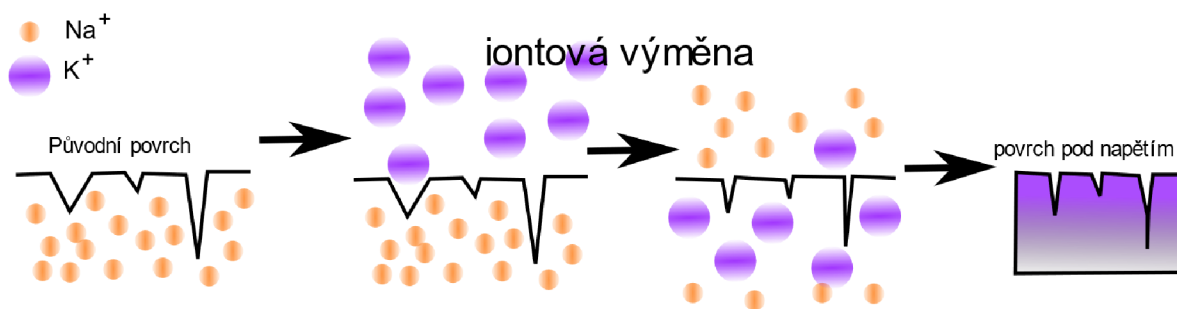
Iontová výměna není termodynamický rovnovážný proces, ale proces kinetický. Je poháněn gradientem elektrochemických potenciálů iontů, které se podílí na výměně. Pro její aktivaci je zapotřebí skleněnou matici s dostatečně pohyblivými ionty. Zároveň je potřeba mít zdroj volných dostatečně pohyblivých iontů. Při kontaktu skla a zdroje iontů dojde působením elektrochemických potenciálů k výměně iontů. Během výměny lze matici SiO považovat za stabilní. Vezmeme-li v úvahu ionty A a B, kde IS jsou ionty zdroje a M jsou ionty matrice, můžeme pak proces iontové výměny chemicky popsat takto



Předpoklady pro iontovou výměnu jsou následující:

- Kationty ve zdroji iontů mají mnohem vyšší hybnost než kationty v mřížce skla.
- Rychlost reakce mezi zdrojem iontů a sklem musí probíhat tak rychle, že je dosaženo téměř okamžitě rovnováhy na rozhraní

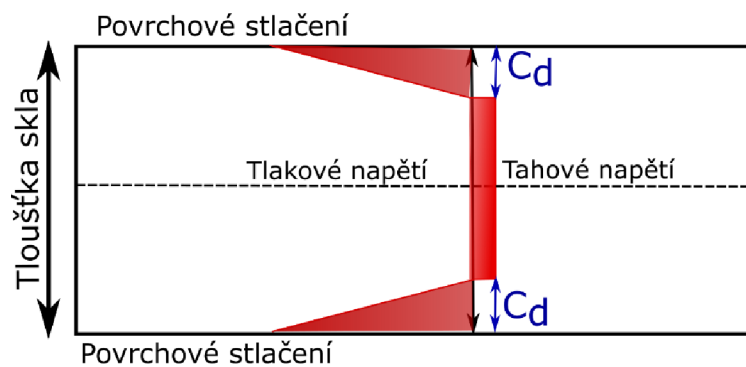
Z výše uvedených předpokladů je jasné, že faktorem určujícím rychlost procesu je difúze použitých iontů v mřížce skla. Během iontové výměny jsou nejčastěji prvky alkalických kovů ve skle nahrazeny prvky alkalických zemin. Tyto ionty mají dostatečnou pohyblivost, obzvláště při zvýšené teplotě. Proces iontové výměny je zobrazen na obr. 4.



Obr. 4: Ukázka průběhu iontové výměny.

Dále mohou mít vliv na iontovou výměnu faktory, jako je třeba změna molárního objemu poblíž povrchu, změna indexu lomu blízko povrchu, či zavedené zbytkové napětí. Po ukončení iontové výměny vzniká na povrchu vlivem rozdílného objemu iontů přebytečné tlakové napětí, které zabraňuje propagaci trhlin. Toto napětí je způsobeno rozdílným objemem původních a nově dosazených kationtů.

Při použití chemického tvrzení skla je získána malá hloubka vrstvy skla s prudce rostoucí napěťovou křivkou (viz obr. 5)



Obr. 5: Rozložení zbytkového napětí v chemicky tvrzeném skle.

2 Mikro-indentační zkouška

Měření mechanických vlastností materiálů je značně důležité jak pro různá průmyslová odvětví, tak pro vědecko-výzkumnou práci. Jedním z nejpodstatnějších vlastností materiálů je tvrdost materiálu. Ta může být definovaná jako odpor materiálu proti vniknutí cizího tělesa. Zkoušky tvrdosti jsou tedy založeny na principu vtlačování indentoru do povrchu materiálu a sledování jeho odezvy. Tato zkouška nese název instrumentační indentace a má mnohé výhody. Jedná se o nedestruktivní zkoušku s minimálními časovými a finančními nároky, není potřeba výroby vzorků a nevzniká tak odpad. Navíc lze kontrolovat mechanické vlastnosti materiálu v průběhu výroby, a to i na tvarově velmi složitých součástech. V průběhu času vznikla potřeba provádět měření lokálních mechanických vlastností, a to v makro-, mikro- i nanoměřítku. Podle norem se makroindentací rozumí zkoušky, při kterých je použito zatížení od 2 do 30 000 N. Mikroindentace využívá zatížení menší než 2 N při hloubkách indentace nad 200nm. Při nanoindentaci jsou dosahovány hloubky pod 200 nm za využití zatížení menší než 2 N. Použití nano a mikro indentace se ukazuje být značně užitečné při testování tenkých vrstev.

Instrumentované indentace, na rozdíl od konvenčních metod, získávají informace již v průběhu zkoušky. U konvenční metody je nutné měřit určité rozměry reziduálního vtisku. Tento problém odpadá u indentační zkoušky, protože v průběhu měření je snímána poloha indentoru a zároveň síla, která působí na indentor.

Během vývoje instrumentové indentace bylo vytvořeno několik metod měření. Tyto metody se liší tvarem indentoru, způsobem, jakým jsou získávány údaje o výsledcích měření, a stupnice tvrdosti. Můžeme se tak setkat s metodou podle Vickerse, Rockwella, Brinella či metodou Knoopovou. Materiály použité k výrobě indentačních hrotů se mohou taktéž lišit v závislosti na druhu indentace. Nejčastěji jsou používány indentory diamantové, ale pro měření při vysokých teplotách se může používat nitrid křemíku, karbid křemíku či nitrid boru. Pro indentory větších rozměrů se převážně používá karbid wolframu. Při měření dochází elasticko-plastické deformaci, kterou si blíže popíšeme dále.

2.1 Elasticko-plastický kontakt

Indentační zkoušky mají často za následek jak elastickou, tak plastickou deformaci zkoumaného materiálu. Při použití špičatých indentorů dochází v křehkých materiálech častěji k plastické deformaci. Ve tvárných materiálech se poddajnosti snadno dosáhne použitím sférického indentoru.

Rozložení tlaku pod indentorem je důležitý faktor měření. Uvažujme střední hodnotu tlaku při kontaktní indentaci p_m . Tato hodnota se již nemění s rostoucí zátěží indentoru a je spojená s číslem tvrdosti H . Měření ukázala, že střední hodnota tlaku mezi vzorkem a indentorem je přímo úměrná k mezi kluzu či toku napětí a může být vyjádřen pomocí vztahu

$$H \approx C \cdot \gamma,$$

kde γ je mez kluzu či napětí daného materiálu. Střední hodnota tlaku při indentační zkoušce je dostačující na to, aby překročila mez kluzu během jednoosé tlakové zkoušky. Samotná smyková složka napětí je odpovědná za plastické proudění v materiálu. Maximální smykové napětí je rovno polovině rozdílu mezi maximálním a minimálním hlavním napětím.

Při indentaci pomocí koule můžeme získat užitečné informace. Například to, že odezva na napětí v tahu pro elasticko-plastickou pevnou látku může být rozdělena do tří skupin podle jednoosé tlakové meze kluzu. γ materiálu.

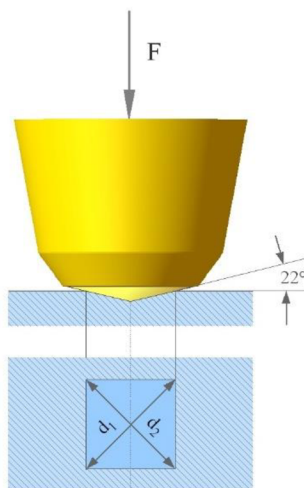
1. $p_m < 1,1 \gamma$ – Materiál jeví pouze elastickou deformaci. Žádné trvalé či zbytkové otisky po odstranění zátěže.
2. $1,1 \gamma < p_m < C\gamma$ – Objevuje se plastická deformace pod povrchem, ale je obklopena elastickým materiálem. C je zde jako konstanta závislá na materiálu a indentačním hrotu.
3. $p_m = C\gamma$. – Oblasti plastické deformace se dostaly na povrch, kde pokračují v propagaci, takže plocha kontaktu indentačního hrotu rostla dostatečně rychle, čímž dostáváme malou či žádnou změnu ve střední hodnotě tlaku při zvyšování zátěže indentoru.

2.2 Indentační metody

Dále se budeme zabývat různými metodami indentace a hroty, které se při těchto metodách používají.

2.2.1 Metoda podle Vickerse

Jednou z výhod této metody je možnost měřit jak v mikro, tak i v makromeřítku. Jako indentor je použit diamantový čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° (viz obr. 6). Obrázek byl převzat z [13].



Obr. 6: Indentor pro indentační metodu podle Vickerse

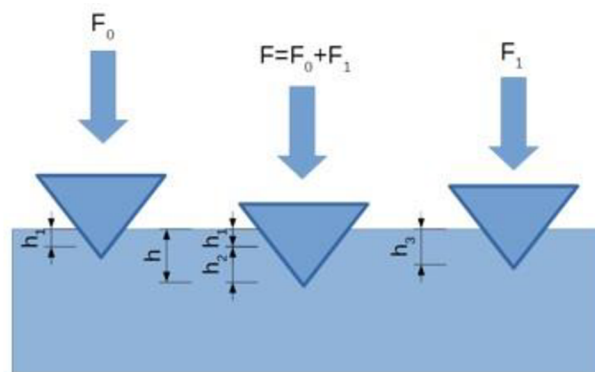
Indentor je při měření vtlačěn do vzorku přesně řízenou silou. Ta se zachovává po určenou dobu a následně je indentor řízeně odlehčen. Výsledná tvrdost se pak spočítá pomocí vztahu

$$H_V = 0,189 \frac{F}{d^2},$$

kde H_V je tvrdost podle Vickerse, d je aritmetický průměr délky obou úhlopříček a F je zátěžná síla. Výhody této metody jspočívají v tom, že se jedná o nedestruktivní zkoušku, jedna stupnice pokrývá celý rozsah tvrdostí a testování je možné provádět s velkou škálou zátěžových sil. Nevýhodou je, že optické měření délky vtisku musí být velice přesné, a také dlouhá doba měření.

2.2.2 Metoda podle Rockwella

Rockwellova metoda umožňuje provést rychlý a zároveň i dostatečně přesný test, jenž může být prováděn na vzorcích o různých velikostech. Pro indentaci se zde používá ocelově kalená kulička různého průměru nebo diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° (viz obr. 7). Obrázek byl převzat ze stránek www.hanyko-praha.cz.



Obr. 7: Indentor pro indentační metodu podle Rockwella.

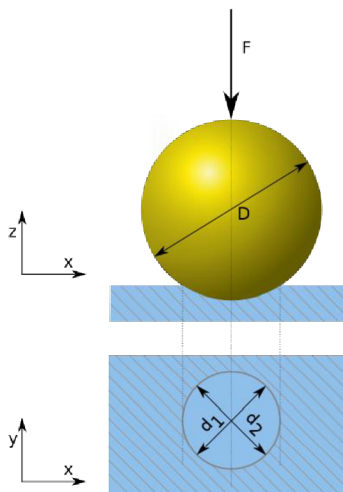
Indentor je prvně zatížen předběžnou silou, která slouží k průniku vrstvami vzniklými při povrchové úpravě materiálu. Následně je indentor zatížen celou silou, na které setrvá několik sekund. Výslednou tvrdost lze potom spočítat pomocí vztahu

$$H_R = E - h_3, \quad (19)$$

kde H_R je tvrdost podle Rockwella, E je konstanta závislá na druhu indentoru a h_3 je hloubka dosažená po částečném odlehčení indentoru. Výhodou této metody je, že se jedná o nedestruktivní zkoušku, může být použita na libovolný kovový vzorek, test je velmi rychlý a není za potřebí žádného optického měření. Nevýhodou je, že vzorek musí být čistý a existuje celá škála testů pro to, aby byl pokryt rozsah tvrdostí.

2.2.3 Metoda podle Brinella

Tato metoda je vhodná pro vzorky, které mají příliš drsný povrch nebo mají příliš hrubou či heterogenní strukturu a nelze tak použít jinou metodu. Indentor má tvar kuličky z tvrdokovu (viz obr. 8), která je vtlačována do materiálu po dobu 2 až 8 s, následně setrvá na potřebné síle, a poté je indentor odlehčen. Obrázek byl převzat z [14].



Obr. 8: Indentor pro indentační metodu podle Brinella.

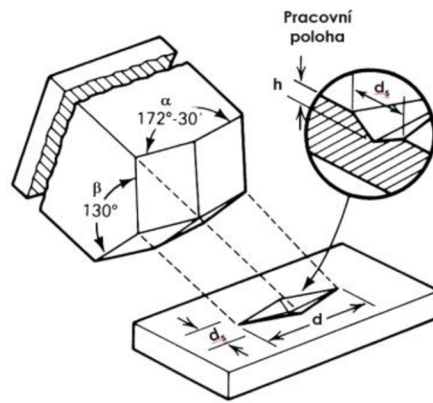
Tvrдость podle Brinella je následně možné spočítat pomocí vztahu

$$H_B = 0,1891 \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (20)$$

kde H_B je tvrďost podle Brinella, d je aritmetický průměr dvou na sebe kolmých průměrů vtisku. D je průměr kulového indentoru a F je zátěžná síla. Výhodou této metody je, že se jedná o nedestruktivní zkoušku, jedna stupnice slouží pro celý rozsah a je možné použít široký výběr sil pro různé materiály. Nevýhodou je potřeba optického měření či dlouhá doba měření. Metodu taktéž nejde použít pro měření tenkých či malých vzorků.

2.2.4 Metoda podle Knoop

Tato metoda se používá hlavně pro vtisky nacházející se blízko sebe, či blízko okraje vzorku. Pro indentaci je použit kosočtverečný pyramidový diamant (viz obr. 9). Obrázek byl převzat ze stránky www.testsysteme.cz/metoda-knoop. Tento indentor je podobný indentoru Vickerse, ale Knoopův indentor má větší vnitřní úhly. Tento indentor dosahuje menší hloubky indentace, a proto se hodí pro velmi tenké materiály.



Obr. 9: Indentor pro indentační metodu podle Knoopa.

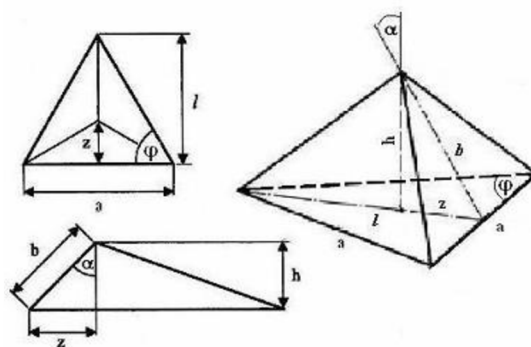
Výsledná tvrdost se spočítá pomocí vztahu

$$H_K = 0,451 \frac{F}{l^2}, \quad (21)$$

kde H_K je tvrdost podle Koopa, l je délka podélné osy vtisku a F je zátěžová síla. Výhodou této metody je velmi malá hloubka vtisku, jedna stupnice tvrdostí pokrývající celý rozsah tvrdostí a velká škála zátěžových sil hodících se pro mnohé aplikace. Nevýhodou je požadavek na leštěný povrch zkoumaného vzorku, kvůli optickému měření délky vzorku, a dlouhá doba měření.

2.2.5 Metoda podle Berkoviche

Metoda podává velice obdobné výsledky jako metoda Vickersova. K indentaci se používá trojboký diamantový jehlan. Berkovichův indentor měl původně úhel mezi výškou l a bočními stěnami $65,03^\circ$. V dnešní době se používá modifikovaný Berkovichův indentor s úhlem $65,27^\circ$ (viz obr. 10). Obrázek je převzat z publikace [15].



Obr. 10: Indentor pro indentační metodu podle Berkoviche.

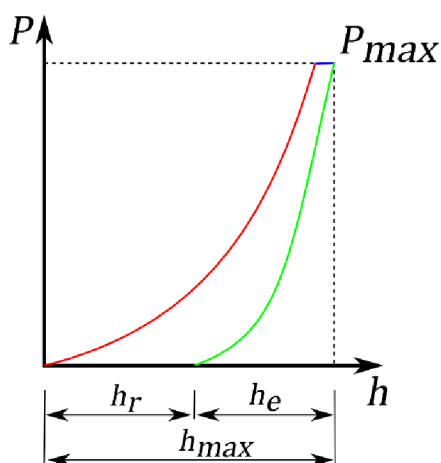
Výsledná tvrdost materiálu se dá spočítat pomocí vztahu

$$H_{CH} = 1570 \frac{F}{l^2}, \quad (22)$$

kde H_{CH} je mikrotvrdost podle Berkoviche, F je zátěžová síla a l je výška trojúhelníku změřená na vtisku. Značnou výhodou Berkovichovy metody je jistota, že se všechny hrany sbíhají do jednoho a hodí se na zkoušky velmi malých objektů. Lze ji použít na zkoumání vrstev tenčích než 200 nm.

2.3 Indentační křivka

Typickým indentačním testem je zkouška síly a hloubky průniku do materiálu během zatěžování. Během zkoušky je prvek zatěžován do určité hladiny a následně odlehčen na nulovou hodnotu.

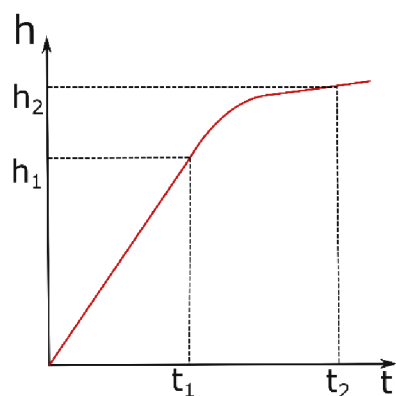


Obr. 11: Popis indentační křivky.

Na obr. 11 můžeme vidět popis indentační křivky, kde P_{max} značí maximální zatížení a h_{max} hloubku vtisku, h_r značí hloubku vtisku indentoru po odlehčení a h_e značí posunutí, které vzniklo v závislosti na elastickém zotavení. Na obr. 11 se indentační křivka skládá ze zatěžovací křivky (červená), creepu (modrá), během něhož působí hlava indentoru konstantní zatížení, a křivky odlehčení (zelená).

2.4 Creep

V mnoha materiálech může dojít k časově závislému creepu uvnitř vzorku během zatěžování při indentační zkoušce. Creep se projevuje jako změna hloubky indentace za působení konstantního zatížení. Ukázka creepu je zobrazena na obr. 12, kde se s časem za konstantního tlaku mění hloubka.



Obr. 12: Ukázka creepu.

Během indentační zkoušky nelze creep a plastickou deformaci považovat za totéž. Zatímco plastickou deformaci lze považovat za děj, který se děje okamžitě creep je časově závislý a může nastat i v jinak elastické deformaci v důsledku difúze, pohybu atomů či pohybu dislokací v poli indentačního napětí. Rozsah záleží především na teplotě. Nebudeme-li uvažovat vliv vzniku trhlin, tak bychom mohli trvalou deformaci materiálu při indentační zkoušce popsat jako kombinací okamžité plastické deformace a creepu. Materiál, jenž prochází elastickou a časově nezávislou plastickou deformací, se nazývá elastoplast. Materiál podléhající elastické deformaci, ale jeví chování závislé na čase, se nazývá viskoelastický. Viscoplastický materiál, který podléhá plastické deformaci závislé na čase.

Mechanismus creepu je definován tak, že vysoká koncentrace indentačního napěťového pole ve vzorku způsobuje vznik gradientu chemického potenciálu, který vede k teplotně aktivovanému difúznímu toku. Ten směřuje zpod indentoru k povrchu vzorku, stejně tak jako kolem kontaktní plochy indentoru a vzorku.

3 Základy akustické emise

Akustická emise (dále jen AE) je termín pro fyzikální jev, při kterém dochází k emitaci elastické napěťové vlny, která je generovaná během dynamického uvolnění energií při mikrostrukturálních změnách v materiálu.

Akustická emise byla prvně pozorována u kovů, ve kterých během plastické deformace docházelo k akustickému šumu nebo praskání. S akustickou emisí se lidé setkávají běžně, jen ji takhle nenazývají. Příkladem může být poslouchání praskání ledu pod bruslemi, praskání větví stromů, či poslouchání praskání desky, u které si nejsme jisti, zda nás unese. Toto jsou jen některé případy, kdy je akustickou emisí možné pozorovat pouhým nasloucháním. Pásmo akustické emise je ale rozsáhlé. Může být od jednotek Hz po ultrazvukové frekvence. Proto nejde vždy AE pozorovat pomocí pouhého sluchu, ale je zapotřebí např. piezoelektrický detektor, který může zaznamenat AE šířící se přímo tělesem.

Jednou z největší výhod detekce AE je, že dokáže poskytnou včasné varování při výskytu poruchy. Detekce akustické emise nemusí poukazovat vždy na plastickou deformaci, ale může být použita pro identifikaci netěsností a úniku medií pod tlakem, tření či monitorování během obrábění, svařování apodobně. Metoda detekování AE je nedestruktivní a to přináší značné výhody díky jedinečnému způsobu náhledu do procesu poškozování.

Existuje mnoho fyzikálních jevů, jež mohou vyvolat v tělesech vznik elastických napěťových vln. Od nespojitých skoků dislokací při plastické deformaci, přes dekohezi či lom nekovových složek struktury materiálu (vměstky, cementit, vlákna v kompozitech). Může se též jednat o iniciace mikrotrhlin a mikroskopy čela makrotrhliny, lom či dekoheze povrchových vrstev či rozevírání stěn trhliny. Další zdroje AE může být vzájemné tření, posuvy, drhnutí ploch, klepání uvolněných částí, eroze, kavitace, var, elektrochemická koroze, šum a "syčení" turbulence při úniku kapalného či plynného média přes netěsnost, fázové transformace v materiálech např. martenzitické, kůrovec ve dřevě, šelesty na plicích atd. To vše a zajisté ještě mnoho dalšího lze označit a detekovat jako akustickou emisí.

Podobně jako existuje různorodost zdrojů existuje i různorodost aplikací AE. Přičemž z hlediska konkrétní aplikace lze rozdělit zdroje AE na

primární – cílové zdroje, na jejichž detekci zaměřujeme monitorování AE

sekundární - rušivé zdroje, jež doprovázejí aplikaci a ruší, komplikují, překrývají, až znemožňují detekci primárních – cílových zdrojů a mechanismů...

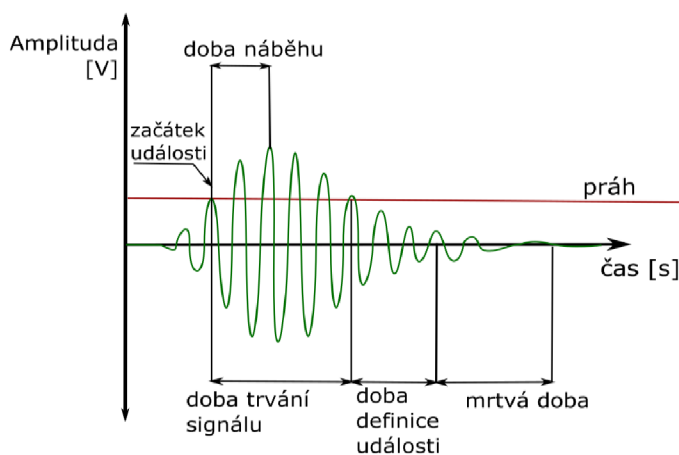
Existuje různorodá charakteristika zvukových projevů AE od časové reprezentace přes reprezentaci frekvenční až po časově frekvenční reprezentaci detekovaného signálu AE.

Skluz nebo dvojčatění jsou považovány za dva z nejvýznamnějších plošných poruch vyskytujících se v materiálech s krystalickou strukturou. Obě poruchy jsou způsobeny zahájením a šířením dislokací a jsou doprovázeny AE. Sekundární akustická emise vzniká v důsledku kolizí mezi koherentními skupinami pohyblivých dislokací a bariérami ve skluzových rovinách. V rámci skla, které má nekystalickou strukturu, se bude jednat AE, která je způsobena vznikem lomu nebo různých trhlin a jejich šířením.

AE je zaznamenávána pomocí detektoru. Nejčastěji se používá detektor piezoelektrický, který převádí balíky vln AE na elektrické signály.

3.1 Základní parametry AE

Pro pochopení problematiky a snazší orientaci v této práci je zapotřebí zavést základní pojmy, které se používají při popisu a zkoumání AE. Detekcí nárazové vlny AE nám vzniká na signálu z detektoru hit elektrického signálu, nebo jinak nazván též událost. Nějak ale musí být definováno, kdy začíná událost a kdy končí. Pro tento účel slouží práh, anglicky řečeno threshold, který určuje minimální hodnotu signálu, jejímž překročením je určen začátek události. Hlavní rolí prahu je oddělit událost od šumu pozadí. Konec události určíme pomocí doby definice události (z angličtiny: hit definition time). Klesne-li elektrický signál AE pod hodnotu prahu po dobu definice události, pak je událost ukončena. Jeli doba definice události příliš krátká, pak může být jedná událost zachycena jako více událostí. Po ukončení události nastává mrtvá doba. To je časový okamžik, během kterého není možné detekovat další události. Účelem této mrtvé doby je, aby později příchozí vlastnosti AE nebo různé odrazy AE nebyly zaznačeny jako událost. Je tedy potřeba aby délka mrtvé doby byla dostatečně dlouhá, ale ne příliš dlouhá, aby zabránila detekci následující události AE. Čas, který uběhl od začátku po konec události je označován jako doba trvání. Dobou náběhu je definována čas od začátku události do výskytu překmitu s největší amplitudou. Dále jsou na události určovány vlastnosti jako jsou počet překmitů, amplituda, celková energie události. Všechny popsané vlastnosti jsou znázorněny na obr.13.



Obr. 13: Parametry signálu AE.

3.2 Šíření vln AE v tělesech

Elasticita je pro pevné látky nejdůležitější vlastnost při návratu do původního tvaru a objemu. Proto se médium, jehož typická vlastnost je elasticita označuje jako „elastické médium“. Elastické vibrace jsou vibrace mechanického systému, elastického média, nebo jeho části, které vznikají mechanickými poruchami. Elastické a akustické vlny jsou mechanické poruchy, které se reprodukují v elastickém médiu. Část akustických vln je zvuk, který je slyšitelný pro člověka, proto byl zvolen termín akustika. V širším slova smyslu, akustika zahrnuje studii elastických vln, v užším slova smyslu se často používá pouze pro definici rozsahu zvuku.

Elastické vibrace a akustické vlny jsou široce používané v nedestruktivních testech a technických diagnostikách materiálů a produktů v různých technických zařízeních a vybavení. Elastické vibrace a vlny jsou velice důležité pro zjišťování procesu zahájení a propagace objemových poruch a lomů v pevných látkách.

V pevných látkách může dojít ke vzniku dvou typů vln, každá z nich mající svoji vlastní rychlost. Vlny se nazývají podélná vlna a příčná vlna. Vychýlení podélné vlny značíme u_l a vychýlení příčné vlny je značeno u_t . Podélnou vlnu lze popsat pomocí funkce

$$\frac{\partial^2 u_l}{\partial t^2} - c_l^2 \nabla^2 u_l = 0, \quad (23)$$

kde c_l je označení pro rychlost šíření podélné vlny a může být vyjádřena následovně

$$c_l = \sqrt{\frac{(\Lambda + 2\mu)}{\rho}}. \quad (24)$$

Ve funkci (24) reprezentují Λ a μ Laméovy koeficienty a ρ je hustota prostředí. Tato vlna se také nazývá vlna expanze a komprese, protože směr vibrací je shodný se směrem šíření vlny. Druhá vlna se nazývá příčná vlna a může být popsána funkcí

$$\frac{\partial^2 u_t}{\partial t^2} - c_t^2 \nabla^2 u_t = 0, \quad (25)$$

kde c_t je označení pro rychlost šíření příčné vlny a může být vyjádřena následovně

$$c_t = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}}. \quad (26)$$

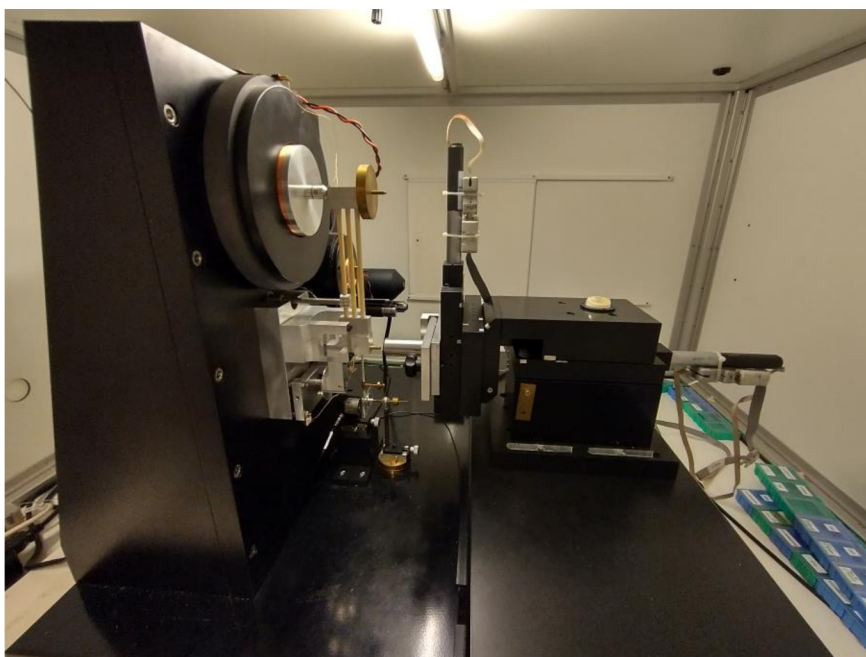
V rovnici (26) reprezentuje μ Laméuv koeficient. U této vlny je směr vibrací kolmý na směr šíření vlny. Tento typ vln se nachází pouze v pevných tělesech, protože pro její vznik je potřeba tvarová pružnost prostředí. Poměr rychlosti příčné a podélné vlny závisí na Poissonově poměru prostředí ν . Když se vlna pohybuje v nekonečném stejnorodém prostředí, tak všechny příčné vlny jsou stejné. Pokud se příčná

vlna přiblíží k omezenému povrchu, ke kterému se může vlna pohybovat paralelně či pod úhlem, pak záleží na směru vibrace příčné vlny k povrchu. Pokud je směr vibrace paralelní s povrchem pak se tato vlna nazývá horizontálně polarizovaná. Pokud je směr vibrace kolmý k povrchu, pak je tato vlna vertikálně polarizovaná. Příčná vlna se často používá pro nedestruktivní testování. V tabulce 1 můžeme vidět příklady šíření vln v různých sklech. Hodnoty v tabulce 2 byly převzaty z publikací [1] a [7].

Tabulka 2: Vlastnosti a rychlost šíření vln v různých materiálech.

	Hustota [g/cm ³]	Rychlost podélné vlny [km/s]	Rychlost příčné vlny [km/s]	Poissonův poměr
Křemičité sklo	2,20	6,48	3,99	0,20
Borokřemičité sklo	2,32	5,64	3,28	0,24
Hliník	2,70	6,35	3,08	0,33
Železo	7,80	5,91	3,23	0,29

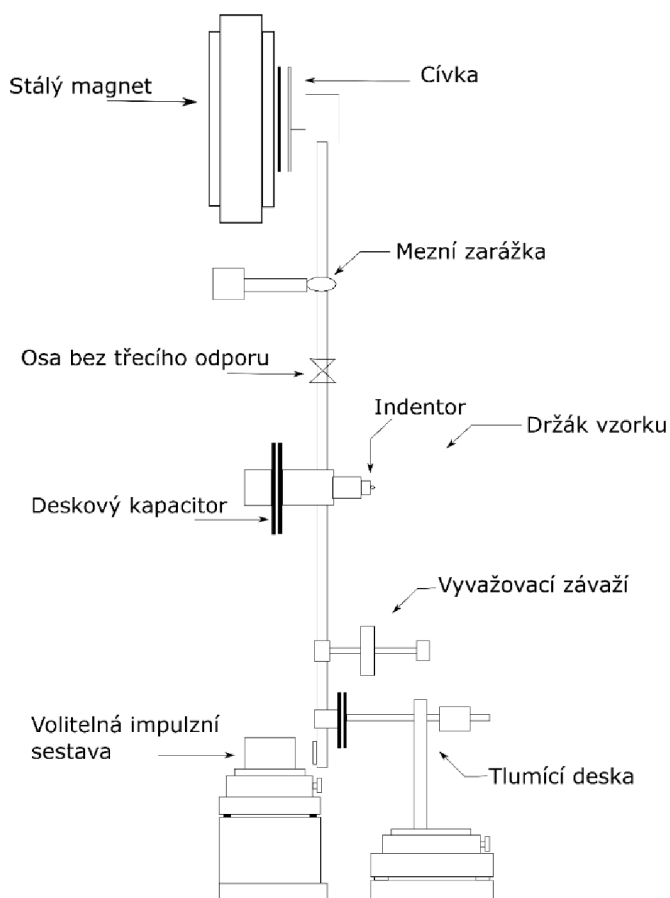
4 Popis experimentálních zařízení



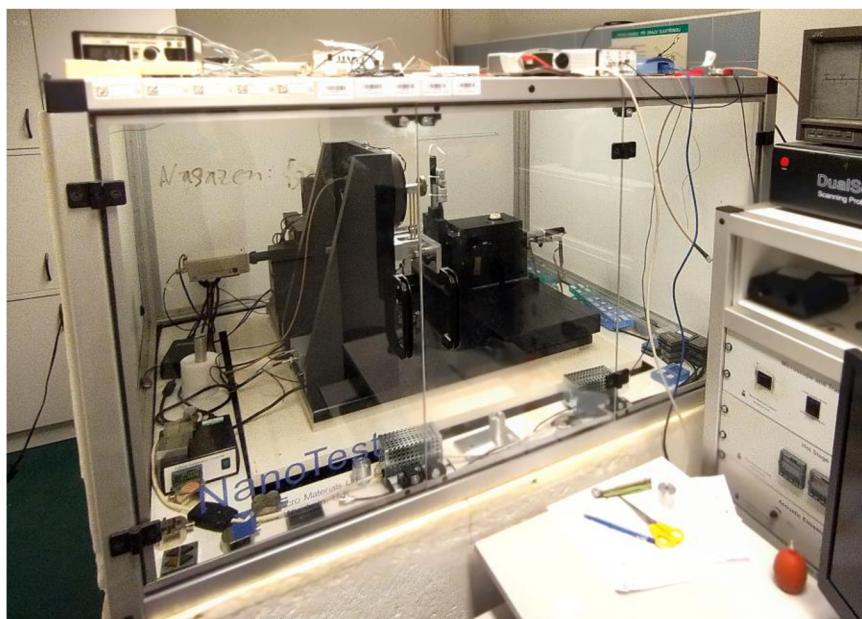
Obr. 14: NanoTest™.

Pro měření akustické emise byl použit univerzální měřicí přístroj NanoTest™ (viz obr.14). Jedná se o univerzální mikro a nano indentační měřicí přístroj. NanoTest™ dokáže měřit tvrdost, elastický modul pružnosti, přilnavost či dynamické vlastnosti tenkých vrstev. Hlavní součástí je kyvadlo zavěšené na ose tak aby nevznikalo žádné tření. Na vrchním konci kyvadla je umístěna cívka, která při průchodu proudu je přitahována k stálému magnetu. Na druhé straně kyvadla se nachází diamantový hrot, který je díky

pohybu cívky na opačném konci vtlačován do vzorku. Vzdálenost diamantového hrotu je měřena pomocí deskového kondenzátoru, který je umístěn ve výšce diamantového hrotu. Nákres hlavní části NanoTest™ je vidět na obr.15. Tento obrázek je převzat z [8]. Celý přístroj je umístěn ve skříni, aby se zamezilo teplotním proudům a zabránilo vzniku vzdušných turbulencí, které by mohli způsobit rozladění kyvadla (viz obr.16). Skříň taktéž slouží pro zamezení zvukového šumu a vytvoření zvukotěsného prostoru. Celé zařízení je umístěno na antivibračním stole. O ovládání NanoTest™ a záznam dat se plně stará počítač s specifickým softwarem. Komunikace mezi počítačem a NanoTest™ je provedena pomocí IEEE sběrnice.



Obr. 15: koncept platformy NanoTest™.



Obr. 16: NanoTest™ umístěný v enviromentální skříni.

Mikro-indentace u NanoTest™ je prováděn na základě vnímání hloubky indentace (Depth Sensing Indentation). Během indentačního cyklu je spojitě zaznamenávána hloubka indentace h a tlakového napětí P . NanoTest™ používá pro měření tvrdosti H metodu Oliver a Pharr [17]. Tato metoda je určena pro indentaci pomocí ostrých a geometricky podobných indenterů, jako je například Berkovichův indenter, ale tuto metodu je možné použít pro osově symetrické indentory včetně sférického indentoru. Oliver a Pharr metoda počítá s elastickou a plastickou deformací při zatěžování a během odlehčování pouze s elastickou reakcí materiálu. Tato metoda tedy není použitelná pro materiály, kde při odlehčení dochází k plastické deformaci. Pro určení tvrdosti je potřeba z mikro-indentací křivky získat tři důležité parametry. Těmito parametry jsou:

- Maximální zatížení P_{max} (viz obr. 11)
- Maximální hloubku h_{max} (viz obr. 11)
- Elastickou neboli kontaktní tuhost $S = \frac{dP}{dh}$, při počátečním stádiu odlehčování.

Během indentace může dojít k náhlým změnám v napěťových stavech. Tyto změny jsou doprovázeny vznikem akustické emise. Ta se běžně pohybuje od 150 kHz do 300 kHz. Tyto vlny mohou být detekovány pomocí ultrazvukového senzoru. NanoTest™ používá pro záznam piezoelektrický snímač, který je spojen s měřeným vzorkem.

5 Popis zkoumaných vzorků

Pro měření byla použita skla označená AS, TS a CS. AS se jedná o sklo hliníkokřemičité. Jeho složení je vypsáno v tabulce 3.

Tabulka 3: Procentuální látkové složení AS skla.

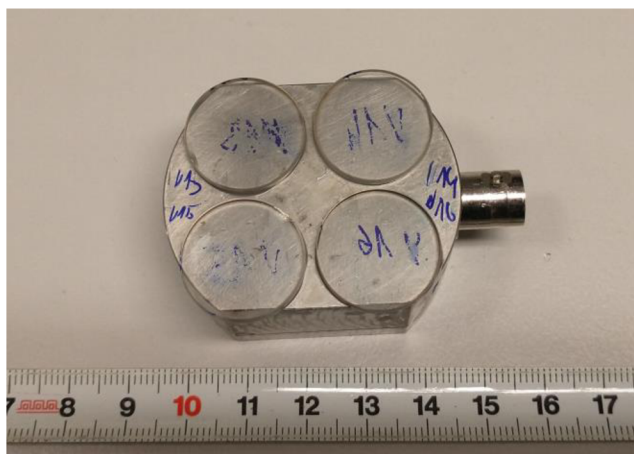
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
AS	60-61	17-18	0-1	3-4	12-12.5	4-5

Skla a TS a CS mají podobné složení a jedná se o sodnovápenatá skla. Podrobnější složení vzorků je vypsáno v tabulce 4. Hodnoty v tabulkách jsou uvedeny v procentuálním látkovém množství.

Tabulka 4: Procentuální látkové složení vzorků.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
TS	71-72	1	8-9	4-5	13-13.5	0-1
CS	71-72	2.5	7-8	3-4	13-13.5	0-1

Vzorky byly následně chemicky tvrzeny po dobu 1, 2, 4 a 8 hodin. Připravené vzorky byly následně přilepeny k piezoelektrickému detektoru (viz obr. 17).



Obr. 17: Vzorky skel upevněné na snímači AE.

Na vzorcích byla provedena instrumentovaná indentační zkouška pomocí pyramidálního Berkovičkova indentoru při následujících parametrech:

- Doba zatěžování: 20 s
- Doba creepu: 20 s
- Doba odlehčování: 20 s
- Doba relaxace: 20 s
- Maximální síly, kterou působil hrot na vzorky byly 1N, 5N, 10N, 15N a 20N.

Měření byla několikrát opakována (viz tabulka 5)

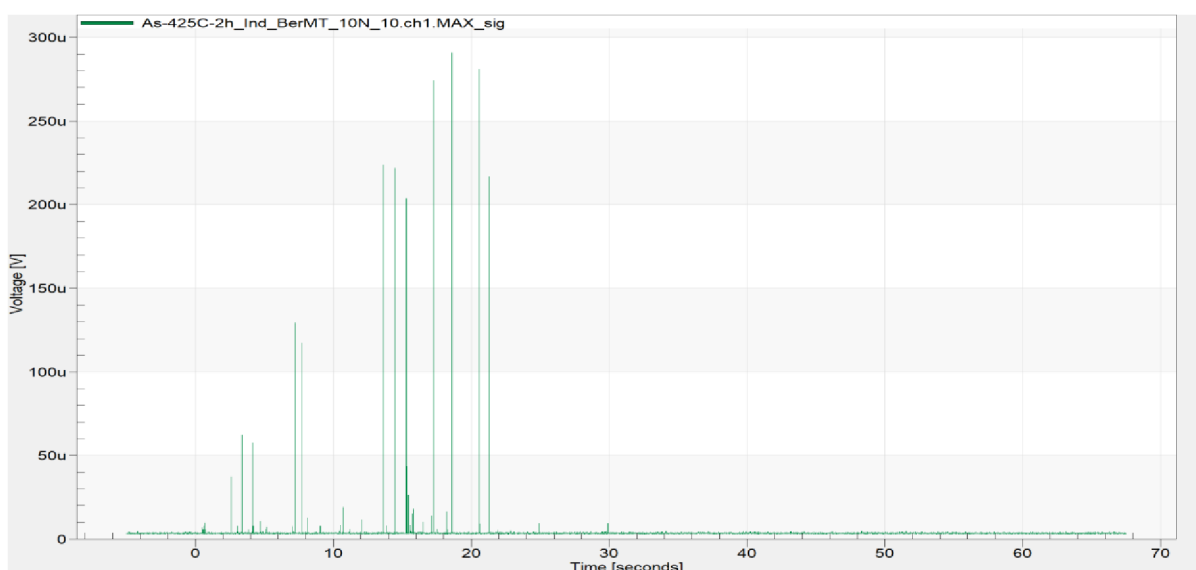
Tabulka 5: Počet opakování měření pro jednotlivá měření.

Typ skla	Doba tvrzení	Maximální zatížení	Počet opakovaných měření
AS	0 h	1 N	10
		5 N	10
		10 N	10
		15 N	10
		20 N	10
	1 h	1 N	10
		5 N	10
		10 N	10
		15 N	10
		20 N	10
	2 h	1 N	10
		5 N	10
		10 N	10
		15 N	10
		20 N	10
	4 h	5 N	10
		10 N	10
		15 N	10
		20 N	10
	8 h	5 N	10
10 N		10	
15 N		10	
20 N		10	
TS	0 h	1 N	10
		5 N	10
		10 N	10
		15 N	10
		20 N	10
	2 h	15 N	10
		20 N	4
	4 h	15 N	10
		20 N	4
	8 h	15 N	10
20 N		4	
CS	0 h	1 N	10
		5 N	10
		10 N	10
		15 N	10
		20 N	10
	2 h	15 N	10
		20 N	4
	4 h	15 N	10
		20 N	4
	8 h	15 N	10
		20 N	4

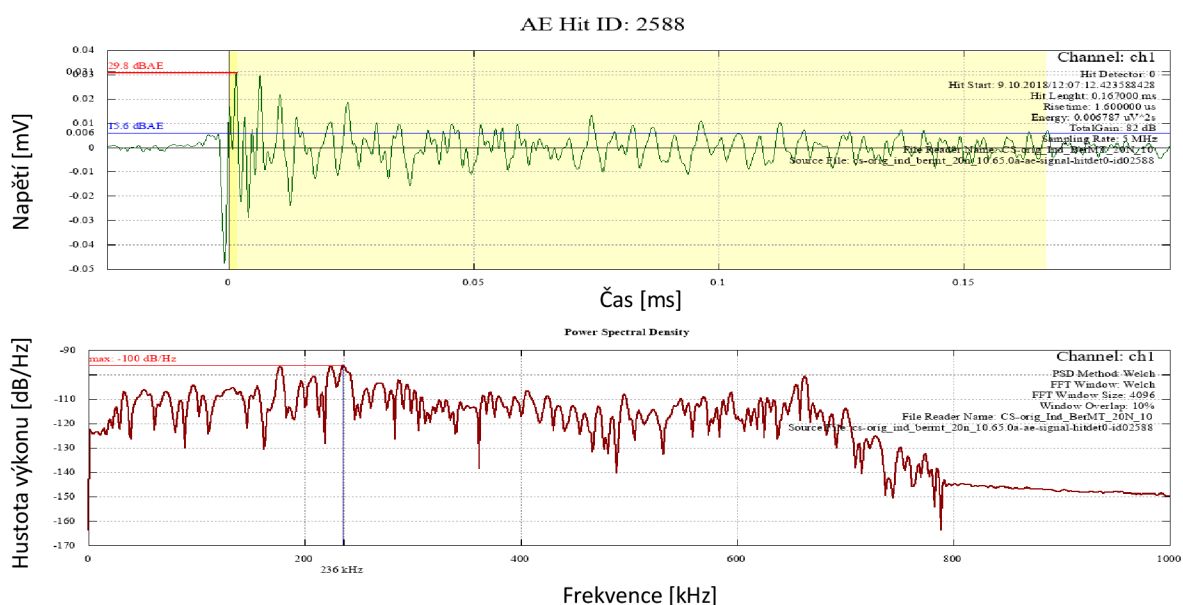
Během měření byla spojitě měřena akustická emise. Nastavené parametry pro měření akustické emise byly:

- Vzorkování signálu: 10 Hz
- Práh: 6 uV (1,5 uV nad šumem).
- Dobu definice události: 1 ms
- Mrtvá doba: 1.

události byla nastavena na 1 ms. Signál vystupující ze senzoru byl následně zesílen. Příklad zachyceného signálu je vidět na obr. 18, kde je vidět obálku událostí. Každá čára značí jednu událost a její výška značí amplitudu zachyceného signálu. Na obrázku 19 je následně vidět ukázka zaznamenané události signálu AE.

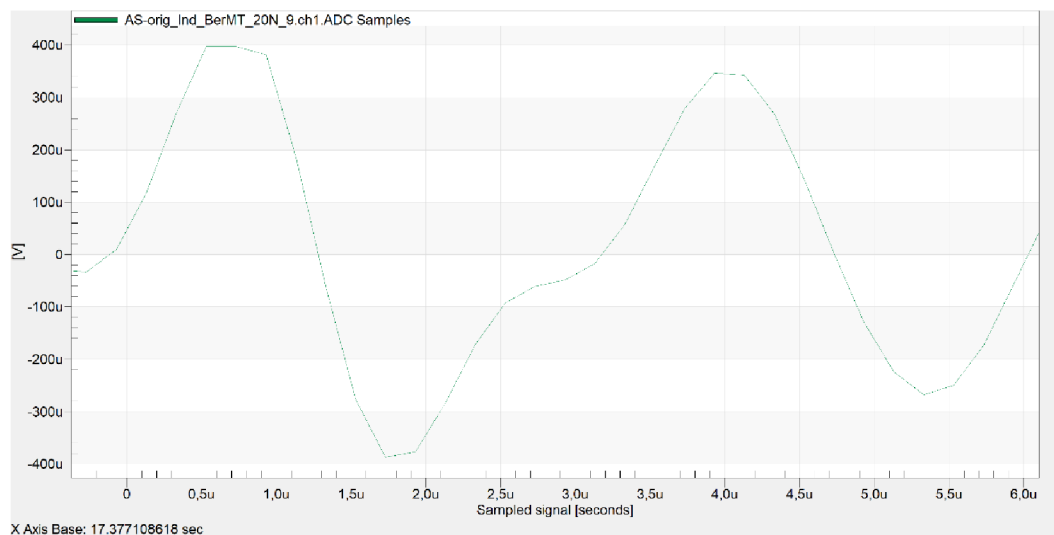


Obr. 18: Ukázka obálky událostí.



Obr. 19: Ukázka zaznamenané události signálu AE.

Během měření se stalo, že některá skla při prasknutí uvolnila velké množství energie. Napětí převedené z piezoelektrické senzoru pak bylo ještě zesíleno a to způsobilo přetečení detektoru, který byl schopen přijímat signál pouze do 0,397 mV. Ukázkou takto naměřeného signálu je možné vidět na levém maximu na obr. 20. Přetečení se zde projevilo jako uříznutí vrcholu oblouku. U takto naměřených dat se dále nachází popis: „zasaturovaný snímač.“

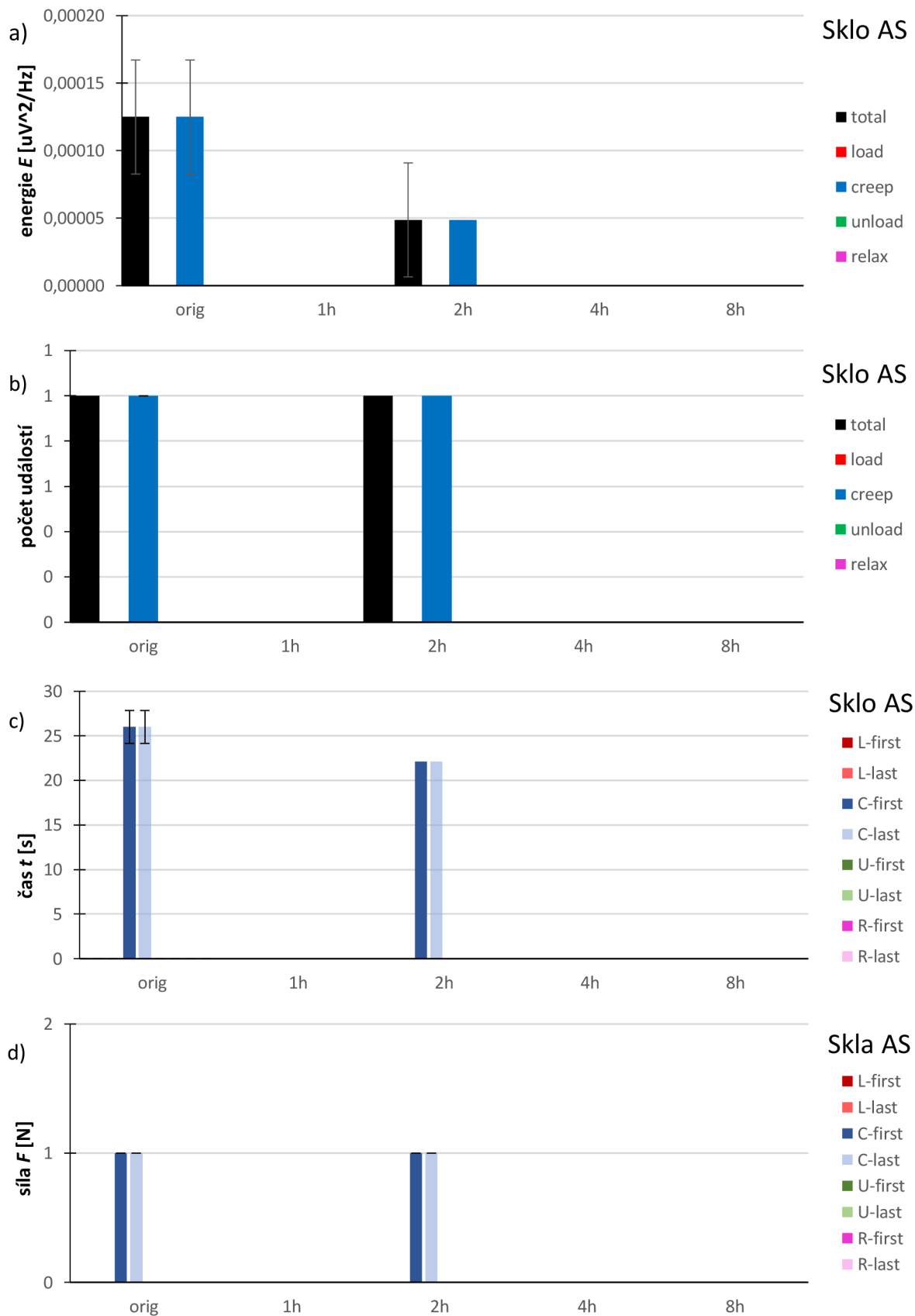


Obr. 20: Ukázka zasaturovaného signálu.

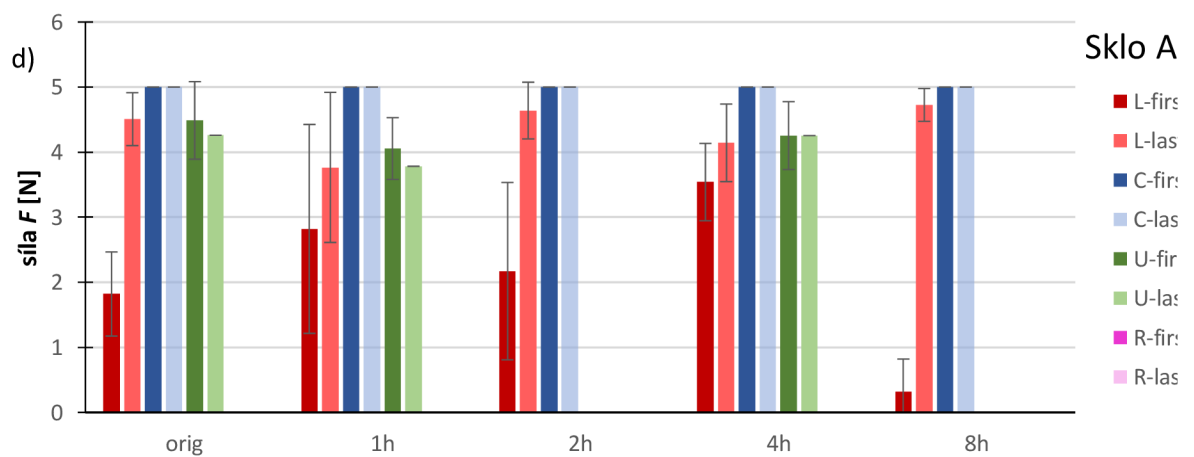
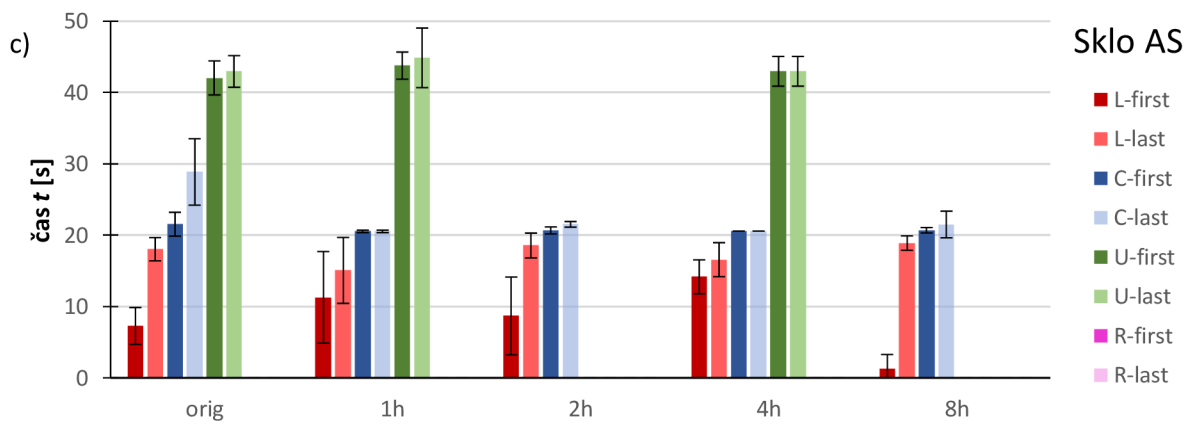
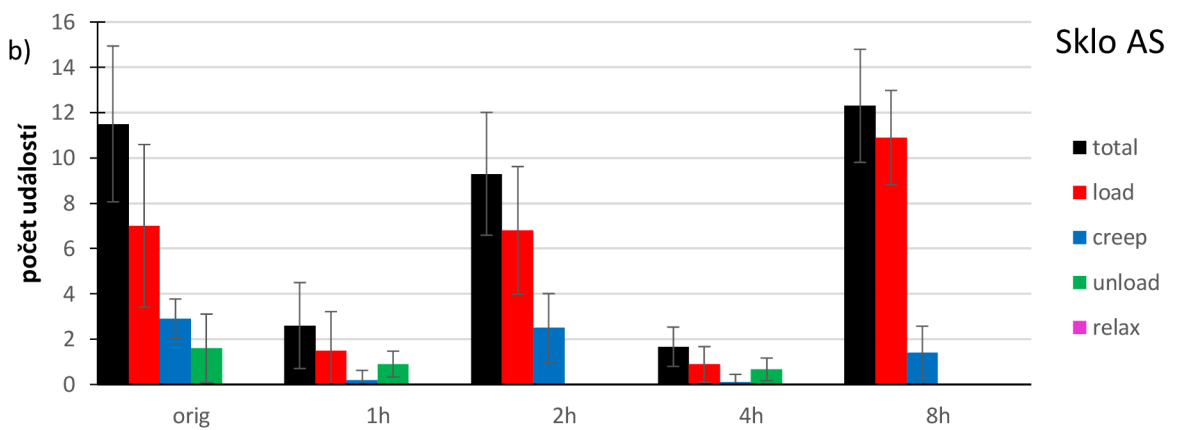
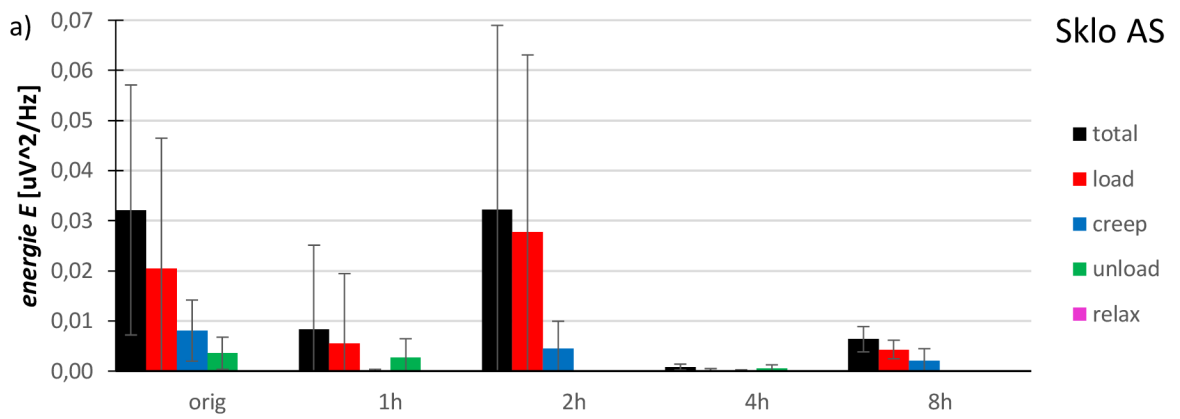
6 Analýza experimentálních dat

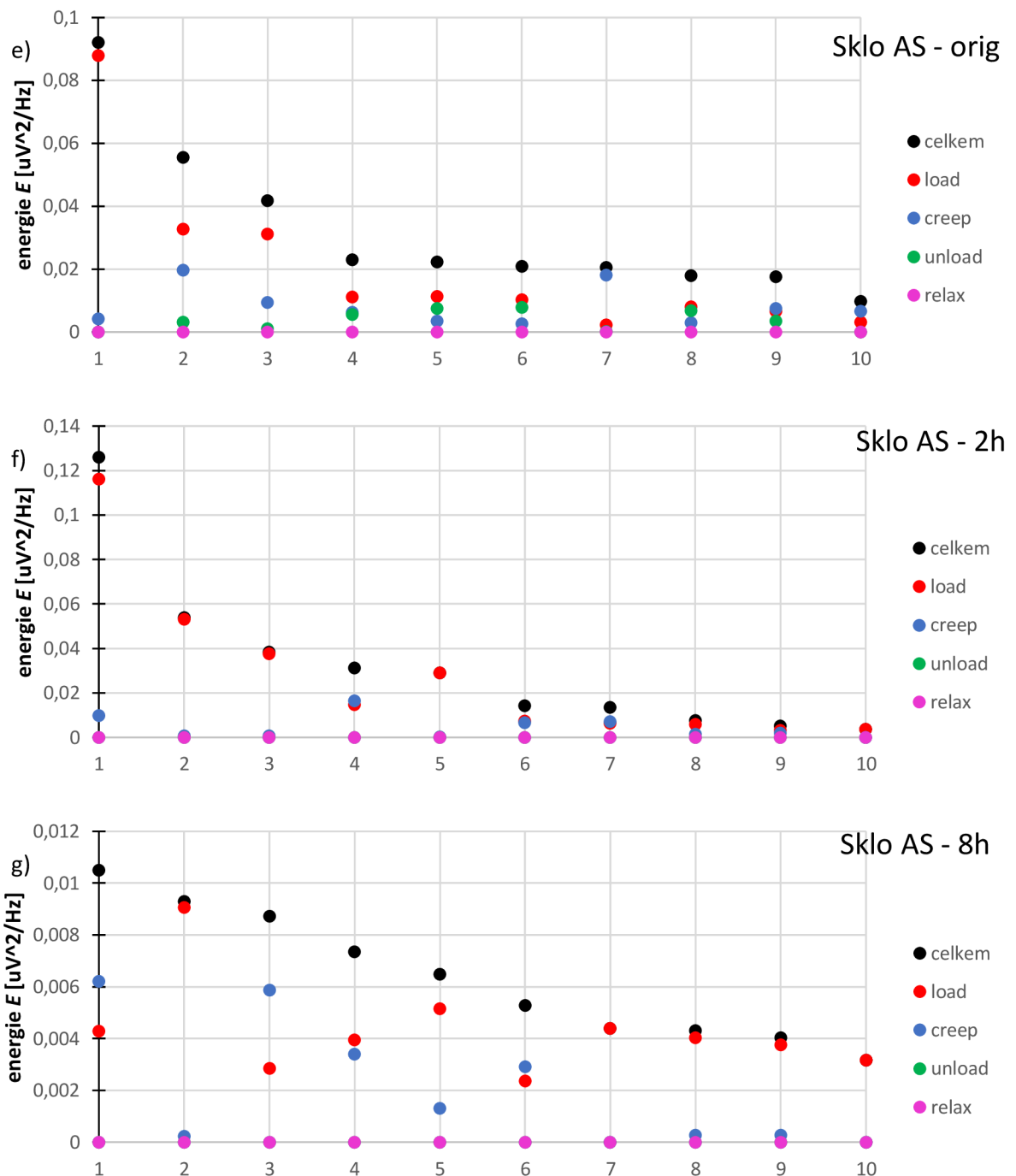
Z naměřených dat byla vzata každá událost a byly vypsány jejich parametry. Zvolené parametry byly energie, počet událostí, času a síly, kdy došlo ke vzniku AE. Pro přehlednost byly parametry následně vykresleny do grafů. Prvně byly porovnávána pouze skla o stejném materiálu a vliv tvrzení na tato skla.

6.1 Sklo AS

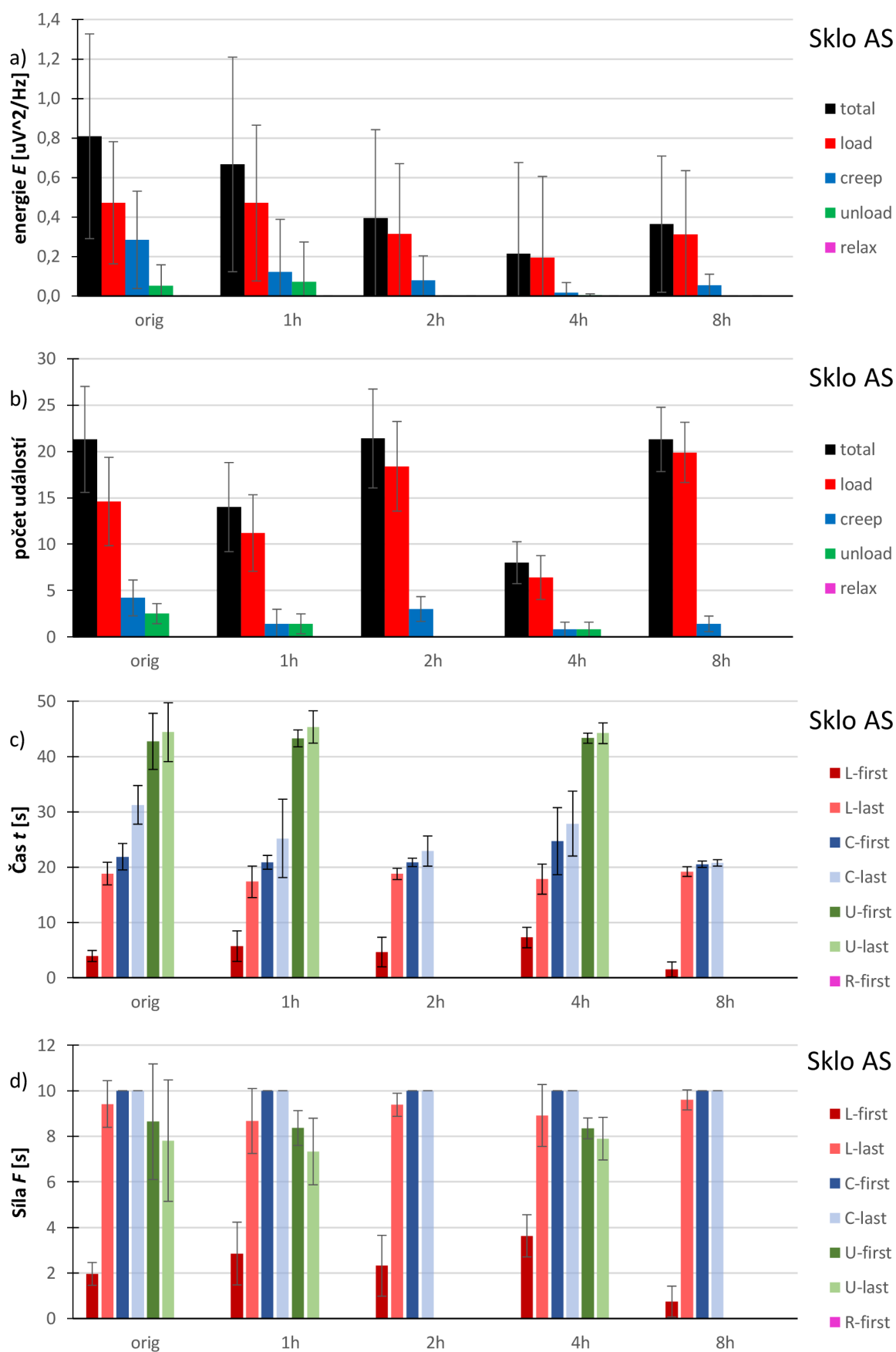


Obr. 21: Grafy pro sklo AS při indentaci 1N. a) uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.

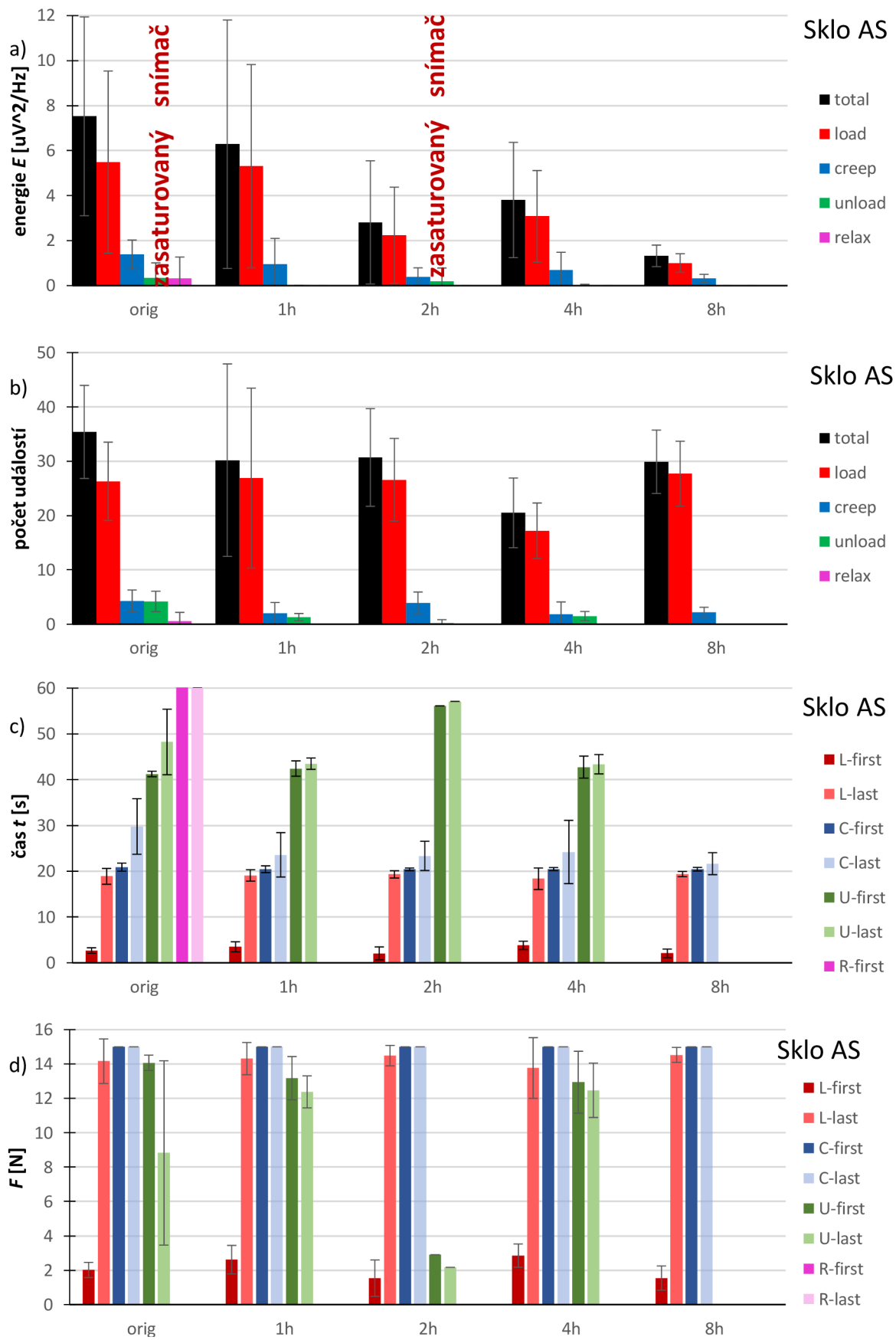




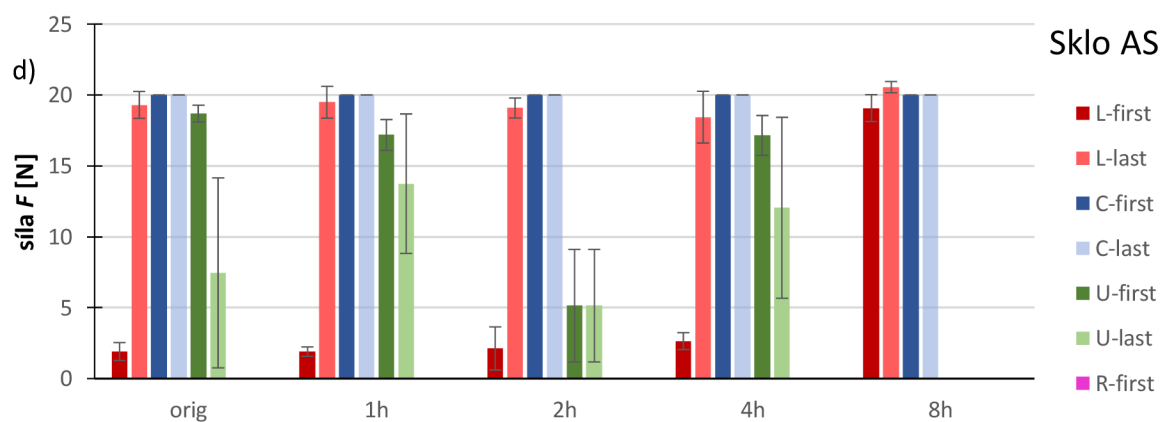
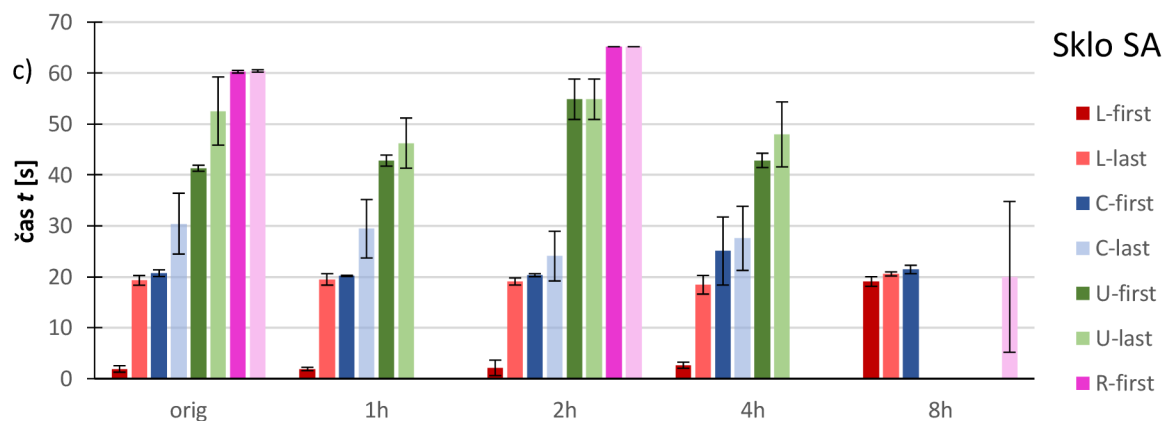
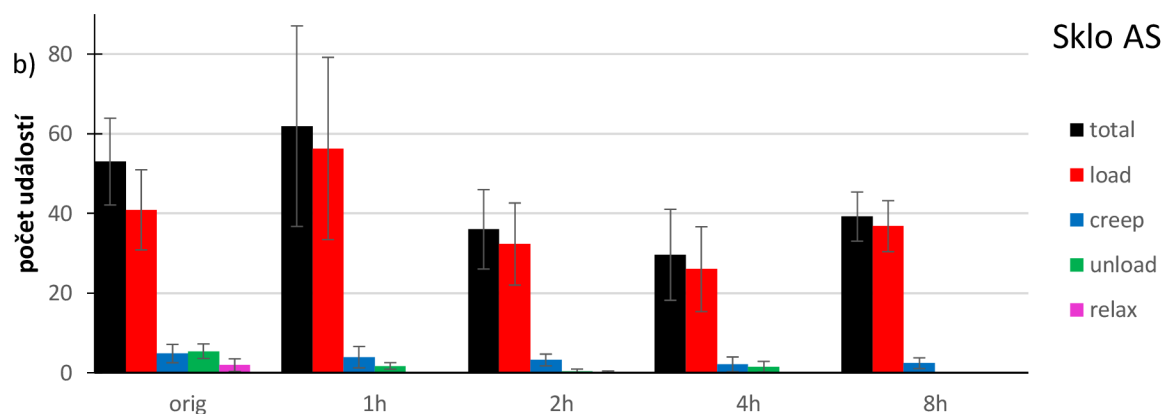
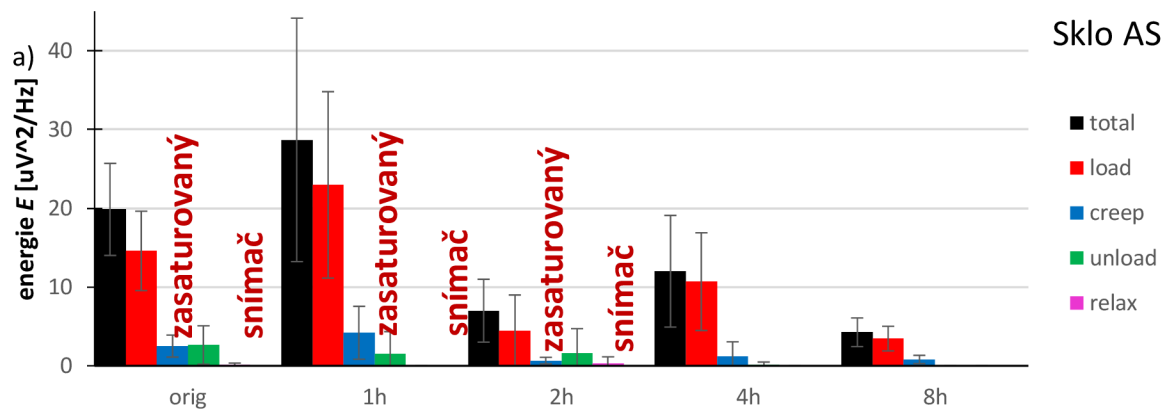
Obr. 22: Grafy pro sklo AS při indentaci 1N. a) uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE e) Graf zastoupení AE energií pro vzorek AS-orig (body seřazeny podle celkové energie) f) Graf zastoupení AE energií pro vzorek AS-2h (body seřazeny podle celkové energie) g) Graf zastoupení AE energií pro vzorek AS-8h (body seřazeny podle celkové energie)



Obr. 23: Grafy pro sklo AS při indentaci 10N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



Obr. 24: Grafy pro sklo AS při indentaci 15 N. a) uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



Obr. 25: Grafy pro sklo AS při indentaci 20 N. a) uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.

Z obr. 21a je vidět, že s dobou tvrzení klesá energie AE. Na základě 21b můžeme říci, že počet událostí s tvrzením neklesá. Sklo AS praská při indentaci 1N během creepu.

Z obr. 22a vyplývá, že energie AE s dobou tvrzení klesá, vyjímaje AS – 2 h, kde se nachází velká odchylka. Ta je způsobena jednou hodnotou, která se značně odchyľuje od ostatních naměřených hodnot (viz obr.22f). Z počtu událostí není možné učinit nějaký závěr. Sklo AS praská hlavně při zátěži a creepu. V menší míře poté praská při odlehčení a při relaxaci nepraská vůbec.

Na obrázku 23a můžeme vidět pokles energie AE s rostoucí dobou tvrzení skla AS. Sklo AS praská hlavně při zátěži a creepu. Málo praská při odlehčení a skoro vůbec při relaxaci. Síla potřebná pro první prasknutí skla AS se pohybuje okolo 2N. Tato hodnota nezávisí na době tvrzení (viz obr. 23d).

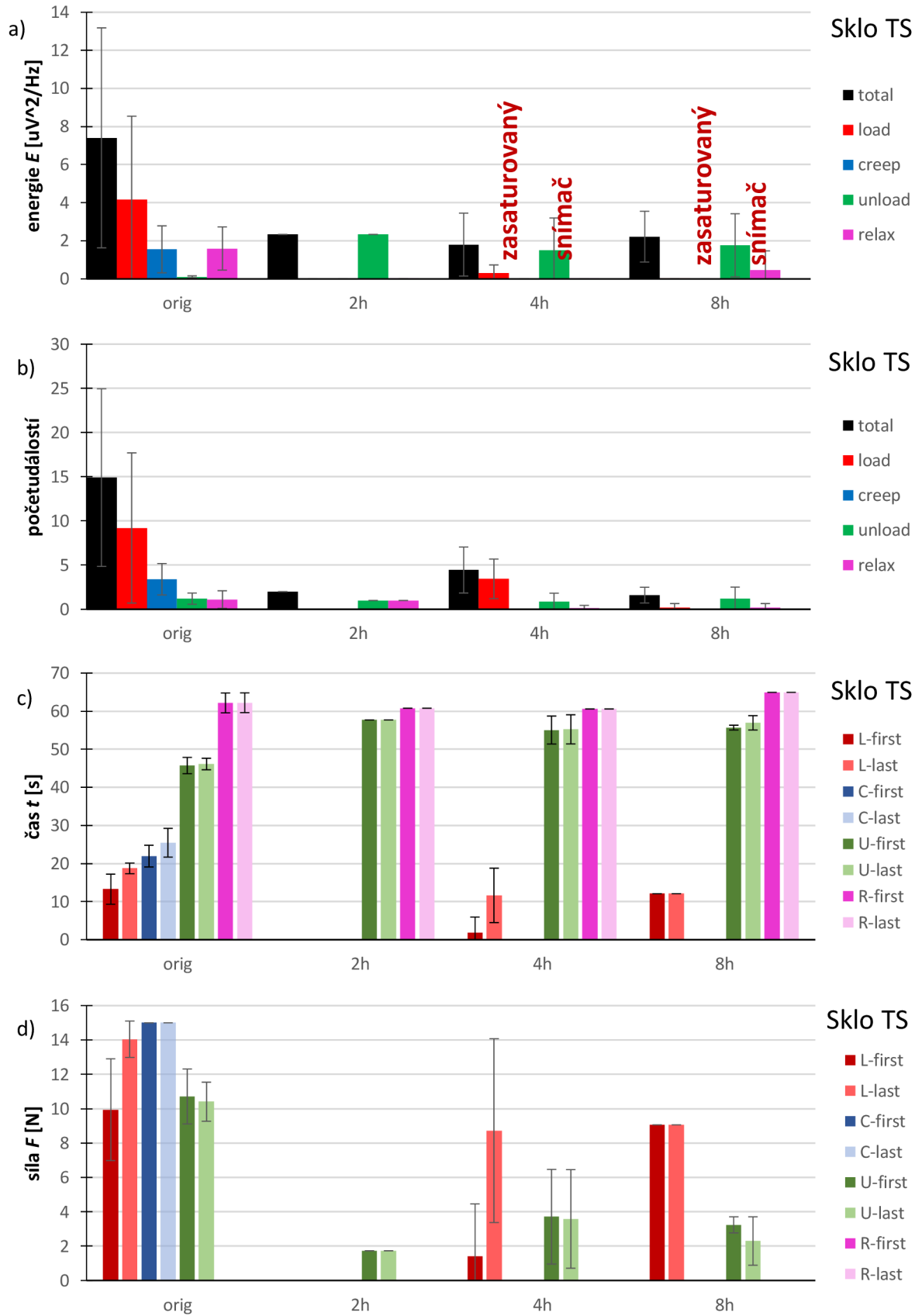
Na obrázku 24a) je vidět pokles energie AE s rostoucí dobou tvrzení skla AS. Sklo AS praská hlavně při zátěži a creepu. Málo praská při odlehčení a skoro vůbec při relaxaci. Počet countů je dvojnásobný oproti indentaci 10N (viz obr. 24b). Z obr. 4a, 4b můžeme vidět, že s klesající energií AE zůstává počet detekcí stejný. Počet detekcí tedy nezávisí u AS skla na době tvrzení. Síla potřebná pro první prasknutí skla AS se pohybuje okolo 2N. Tato hodnota nezávisí na době tvrzení (viz obr. 4d).

Na obr.25a) je většina energií AE zasaturovaná. Není tedy možné učinit závěr. Na obrázku 25b vyplývá, že doba tvrzení nemá vliv na počet událostí.

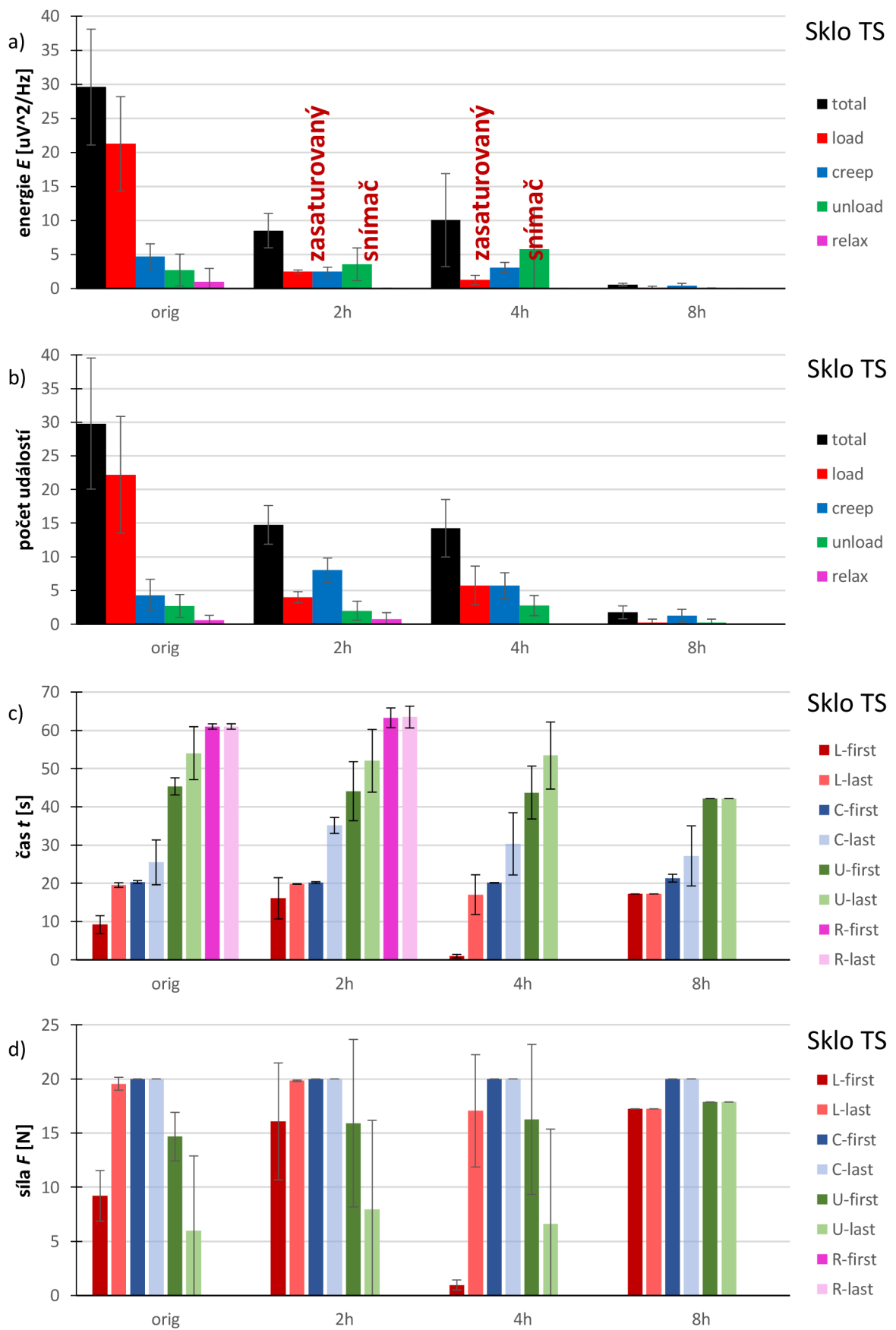
6.1.1 Děje pozorované napříč měření všech skel AS.

Skla AS praskala hlavně při zatěžování a creepu. Zřídka pak praskala při odlehčování a skoro vůbec při relaxaci. Největší množství energie bylo uvolněno během zatěžování. (viz obr. 21a, 21b, 22a, 22b, 23a, 23b, 24a, 24b, 25a, 25b). Dále je vidět, že energie AE klesá s rostoucí dobou tvrzení (viz obr 21a, 22a, 23a, 24a, 25a). Doba tvrzení neprojevila u skla AS vliv na počet událostí (viz obr. 21b, 22b, 23b, 24b, 25b). Síla potřebná pro první prasknutí skla se pohybuje okolo 2N a 5N nezávisle na době tvrzení. Výjimku tvoří sklo AS - 8 h při indentaci 20N.

6.2 Sklo TS



Obr. 26: Grafy pro sklo TS při indentaci 15 N. a) uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



Obr. 27: Grafy pro sklo TS při indentaci 20N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.

S rostoucí dobou tvrzení je pozorován pokles energie AE (viz obr. 26a). Počet událostí taktéž klesá s rostoucí dobou tvrzení (viz obr. 26b). Dále je vidět, že u tvrzeného skla klesá energie uvolněná během zatěžování a creepu, a naopak roste energie uvolněná při odlehčování a relaxaci.

S rostoucí dobou tvrzení je pozorován pokles energie AE (viz obr. 27a). Počet událostí taktéž klesá s rostoucí dobou tvrzení (viz obr. 27b). Dále je vidět, že u tvrzeného skla klesá energie uvolněná během zatěžování a creepu a naopak roste energie uvolněná při odlehčování a relaxaci.

6.2.1 Děje pozorované napříč měření všech skel TS

U TS skla je pozorován pokles energie AE s rostoucí dobou tvrzení (viz obr. 26a, 27a). S rostoucí dobou tvrzení je taktéž pozorován pokles počtu událostí (viz obr. 26b, 27b). Dále je vidět, že u tvrzeného TS skla klesá energie uvolněná během zatěžování a creepu a naopak roste energie uvolněná při odlehčování a relaxaci.

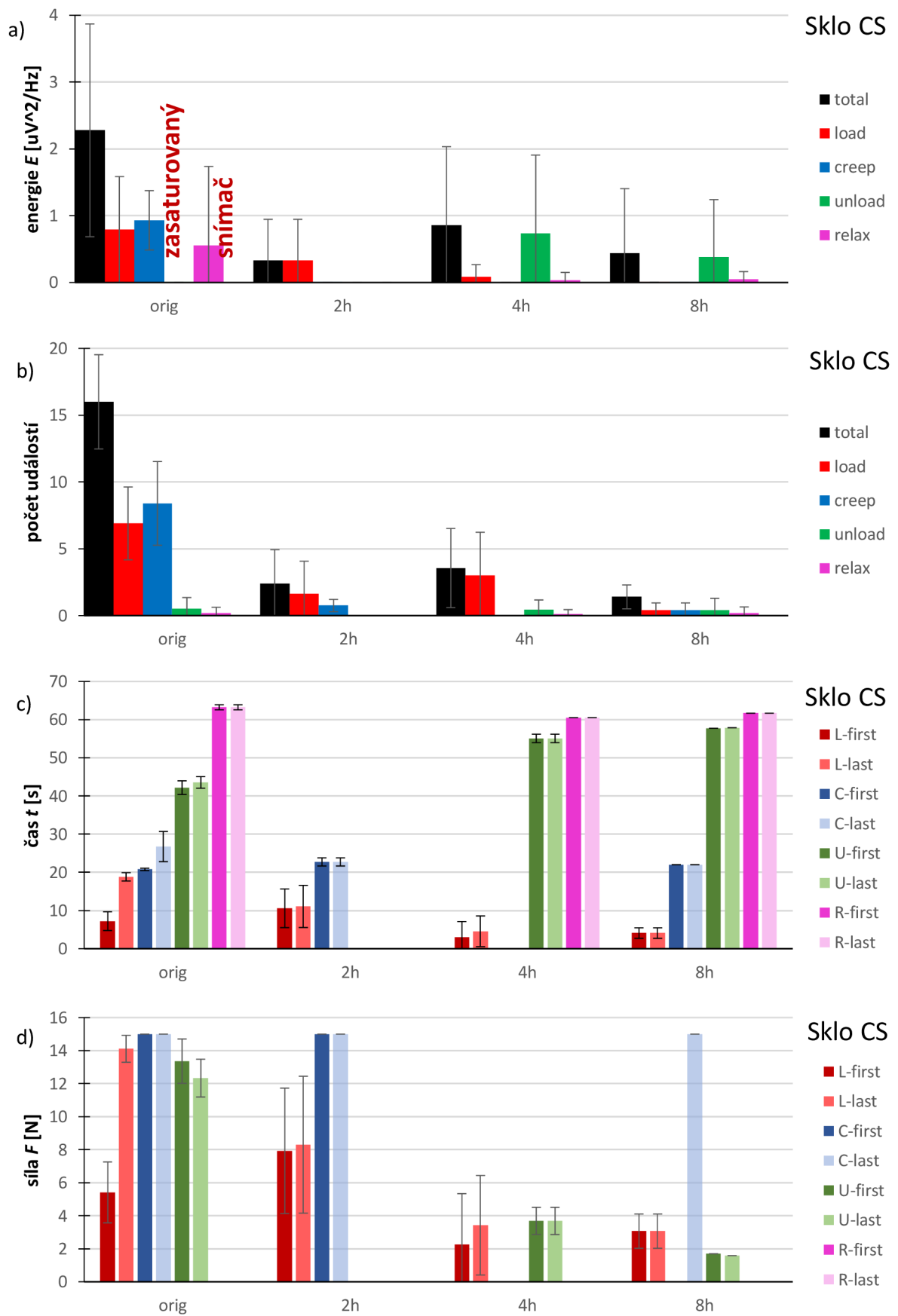
6.3 Sklo CS

S rostoucí dobou tvrzení je pozorován pokles energie AE (viz obr. 28a). Počet událostí taktéž klesá s rostoucí dobou tvrzení (viz obr. 28b). Dále je vidět, že u tvrzeného skla klesá energie uvolněná během zatěžování a creepu, a naopak roste energie uvolněná při odlehčování a relaxaci.

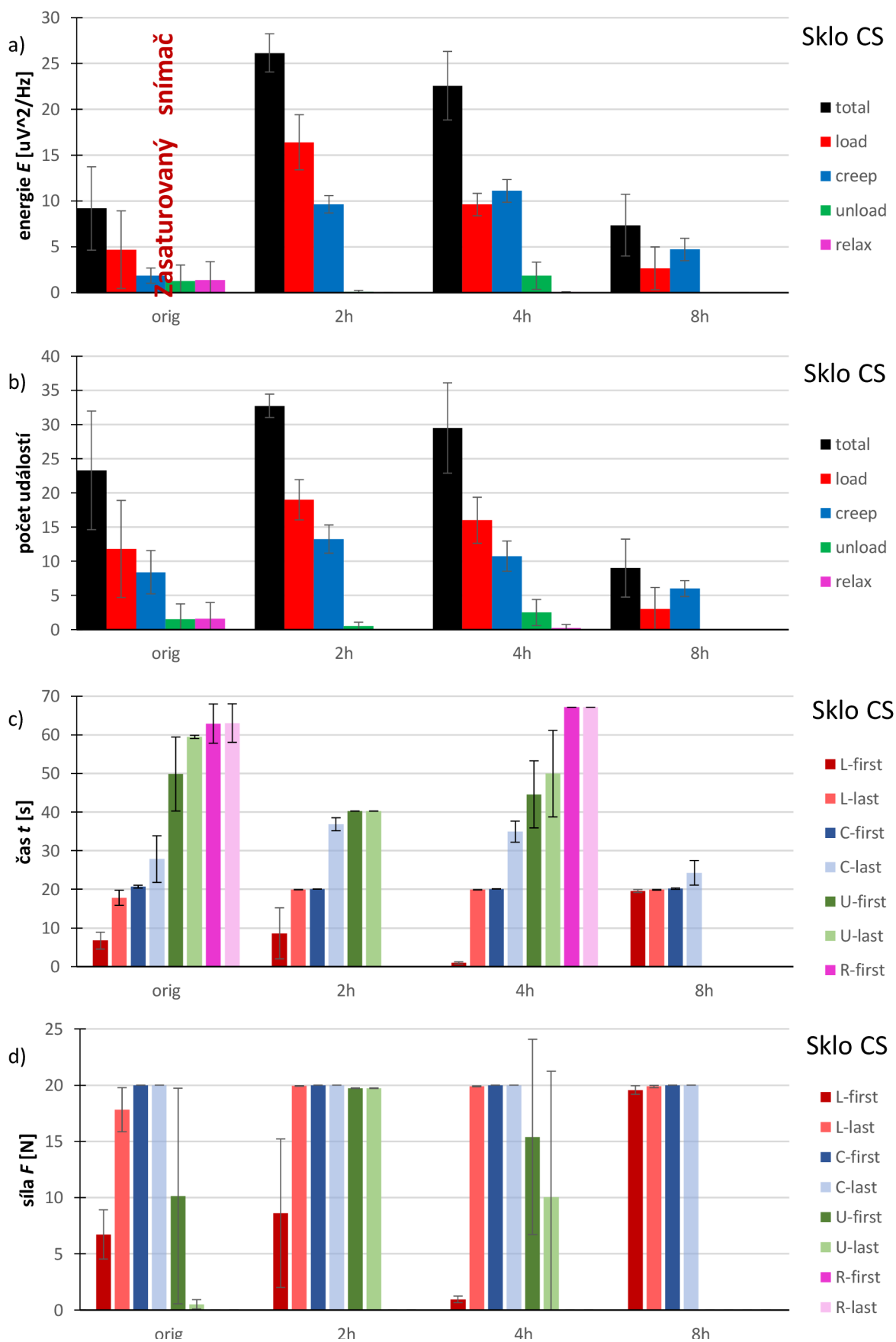
S rostoucí dobou tvrzení klesá množství uvolněné energie (viz obr. 29a). U tvrzeného skla mizí praskání během relaxaci. (viz obr. 29a, 29b).

6.3.1 Děje pozorované napříč měření všech skel CS

S rostoucí dobou tvrzení klesá množství uvolněné energie (viz obr. 28a, 29a)

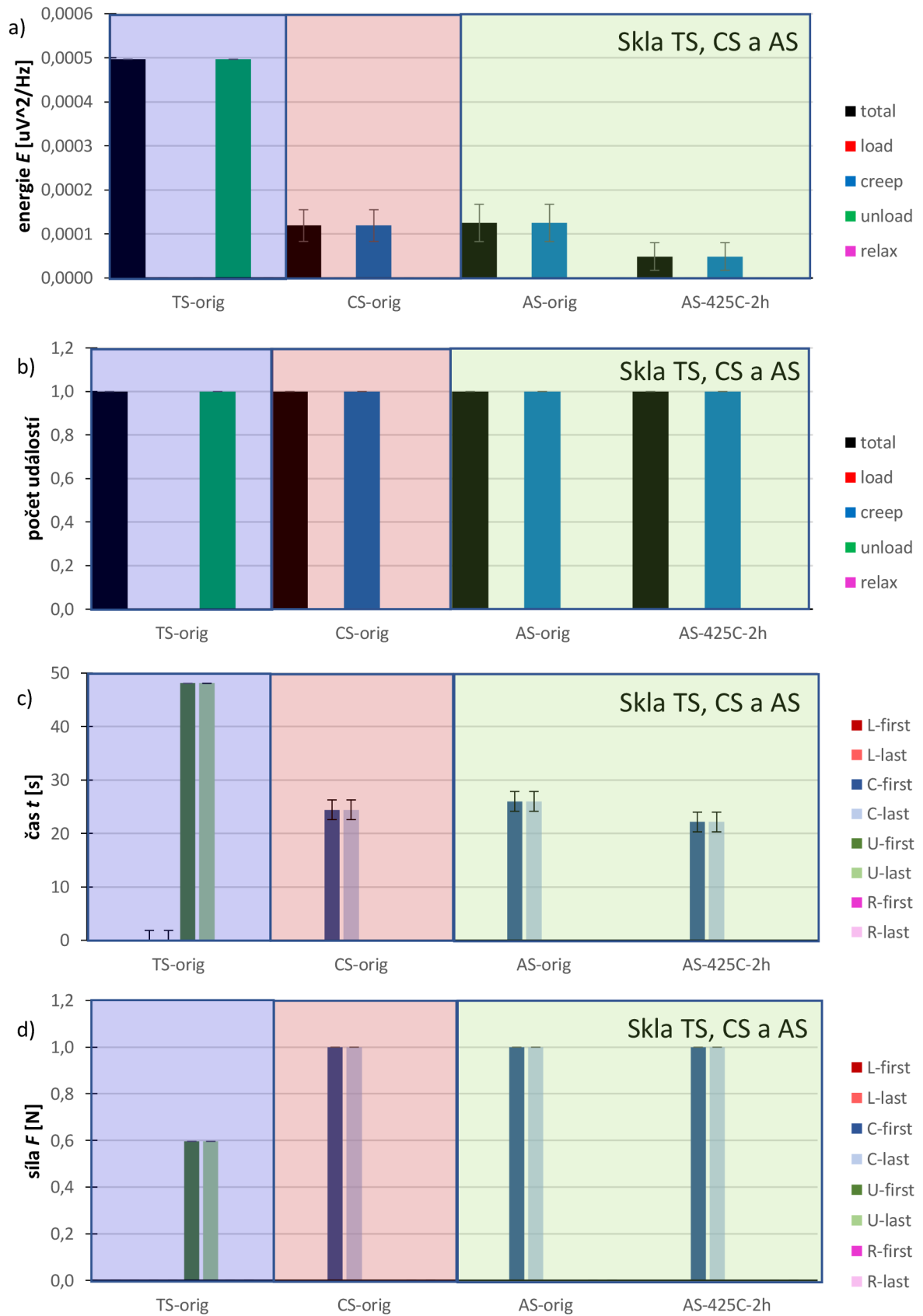


Obr. 28: Grafy pro sklo CS při indentaci 15N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.

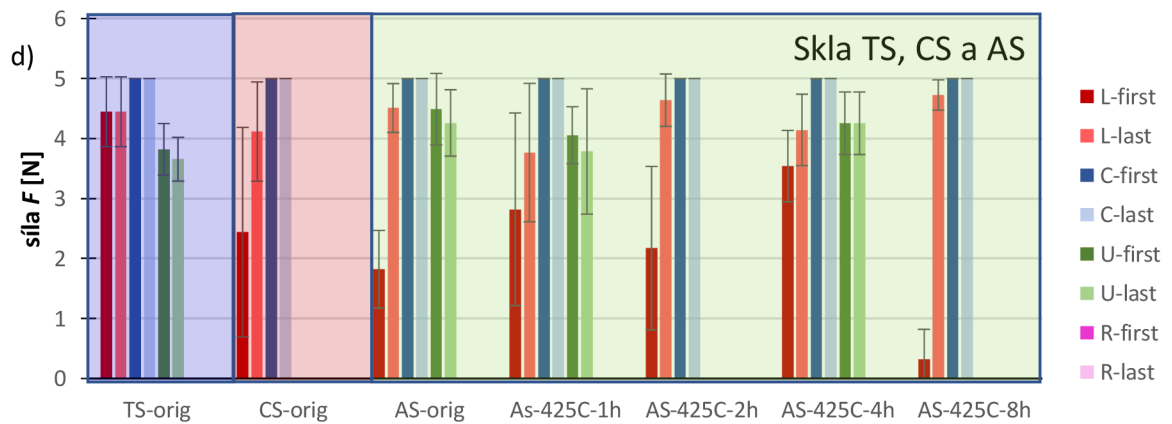
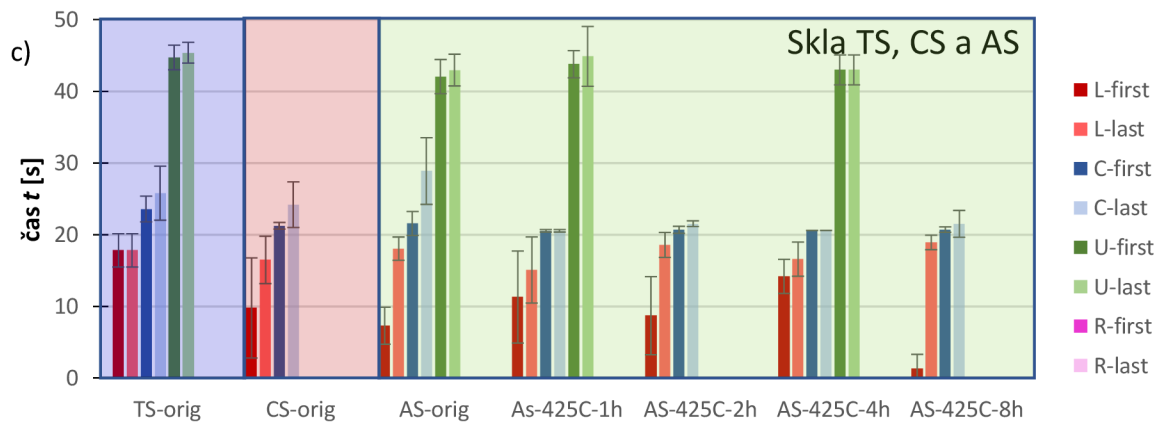
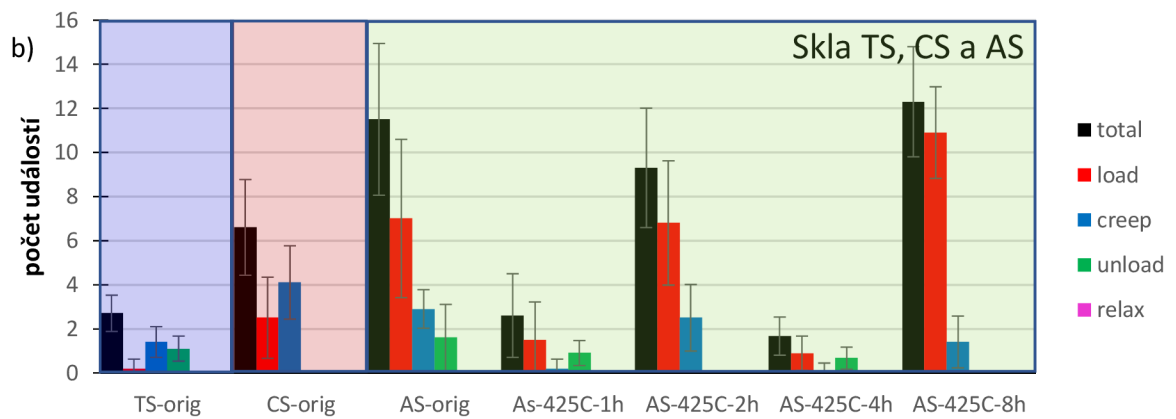
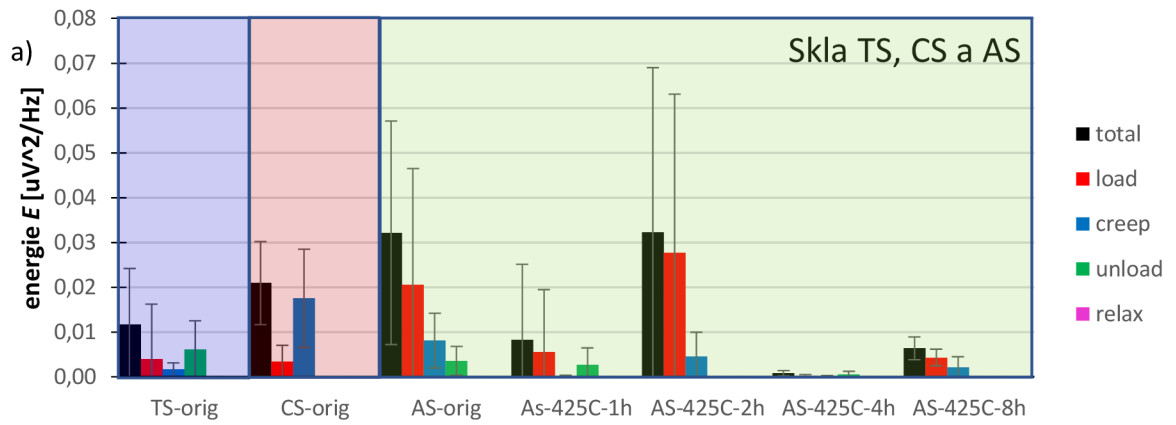


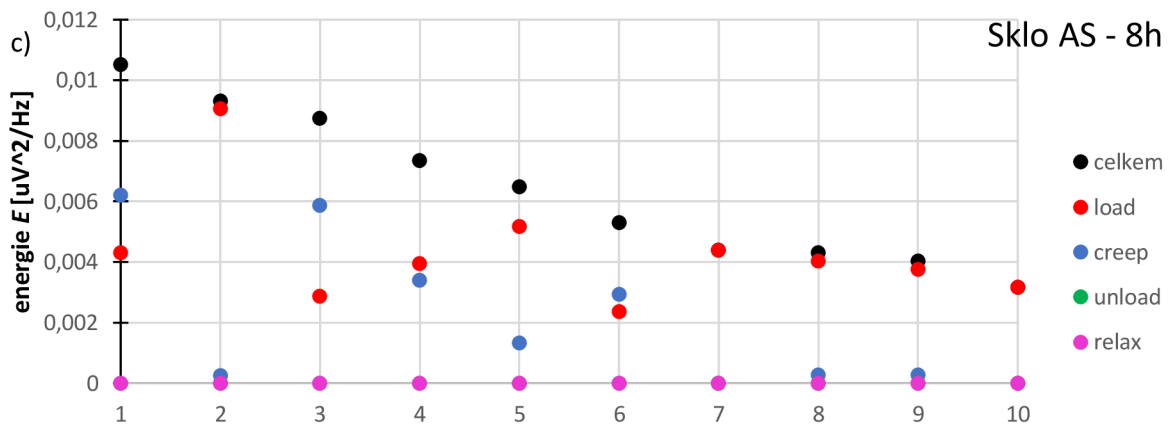
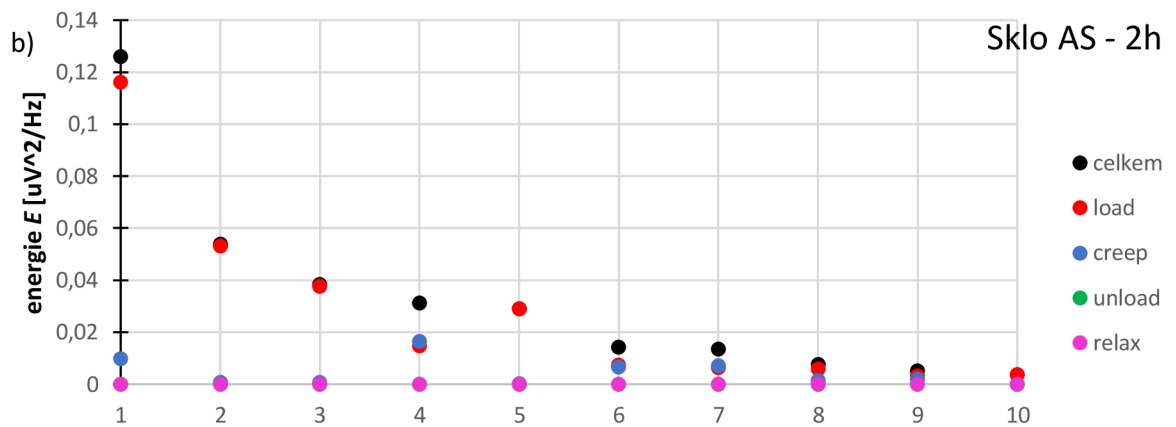
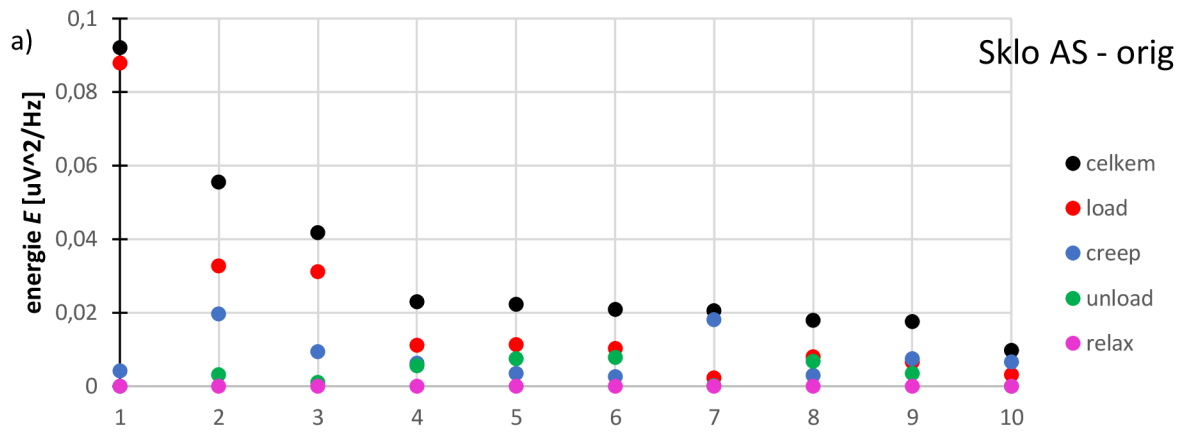
Obr. 29: Grafy pro sklo CS při indentaci 20N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.

6.4 Porovnání skla TS, CS a AS



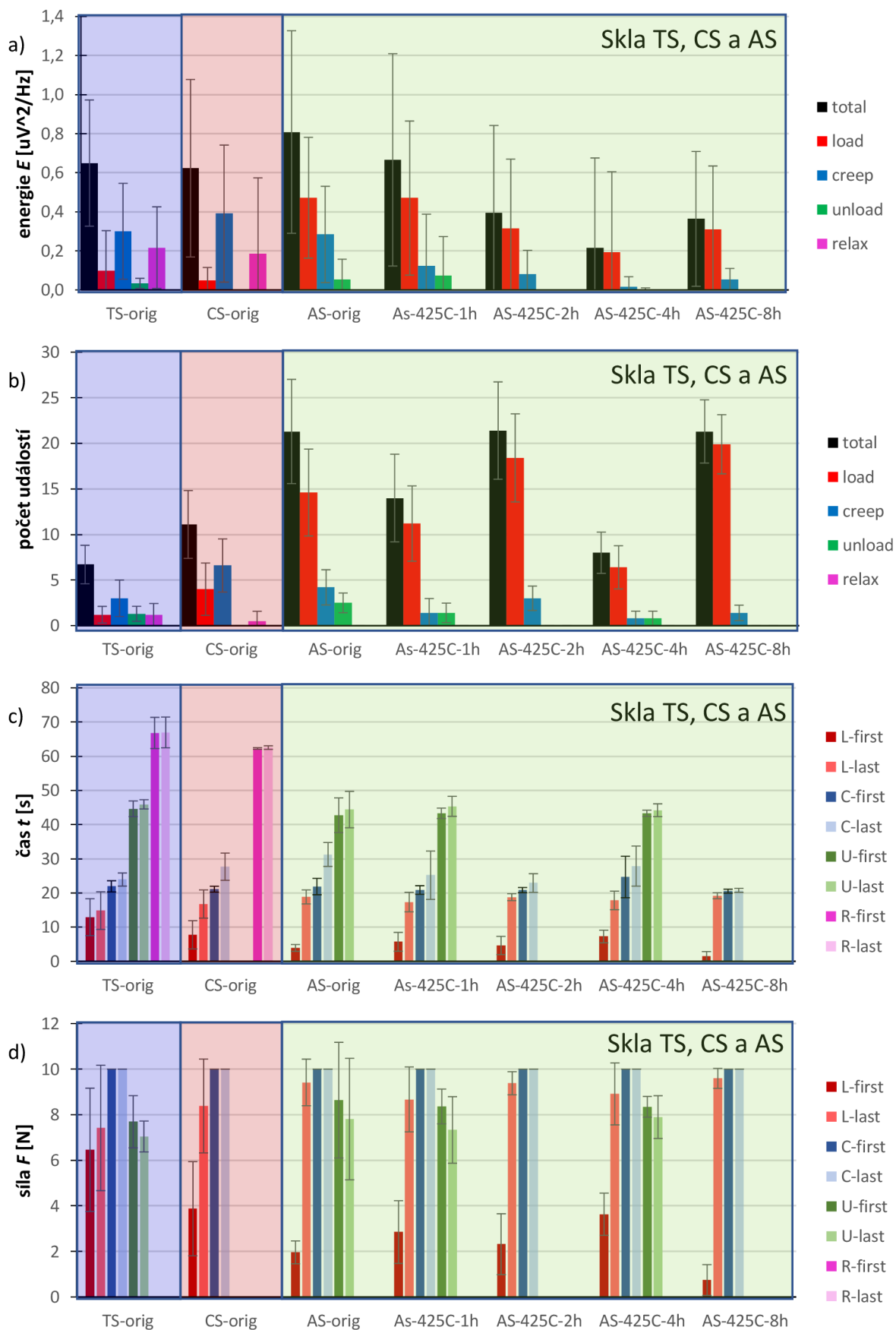
Obr. 30: Grafy pro sklo TS, CS a AS při indentaci 1N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



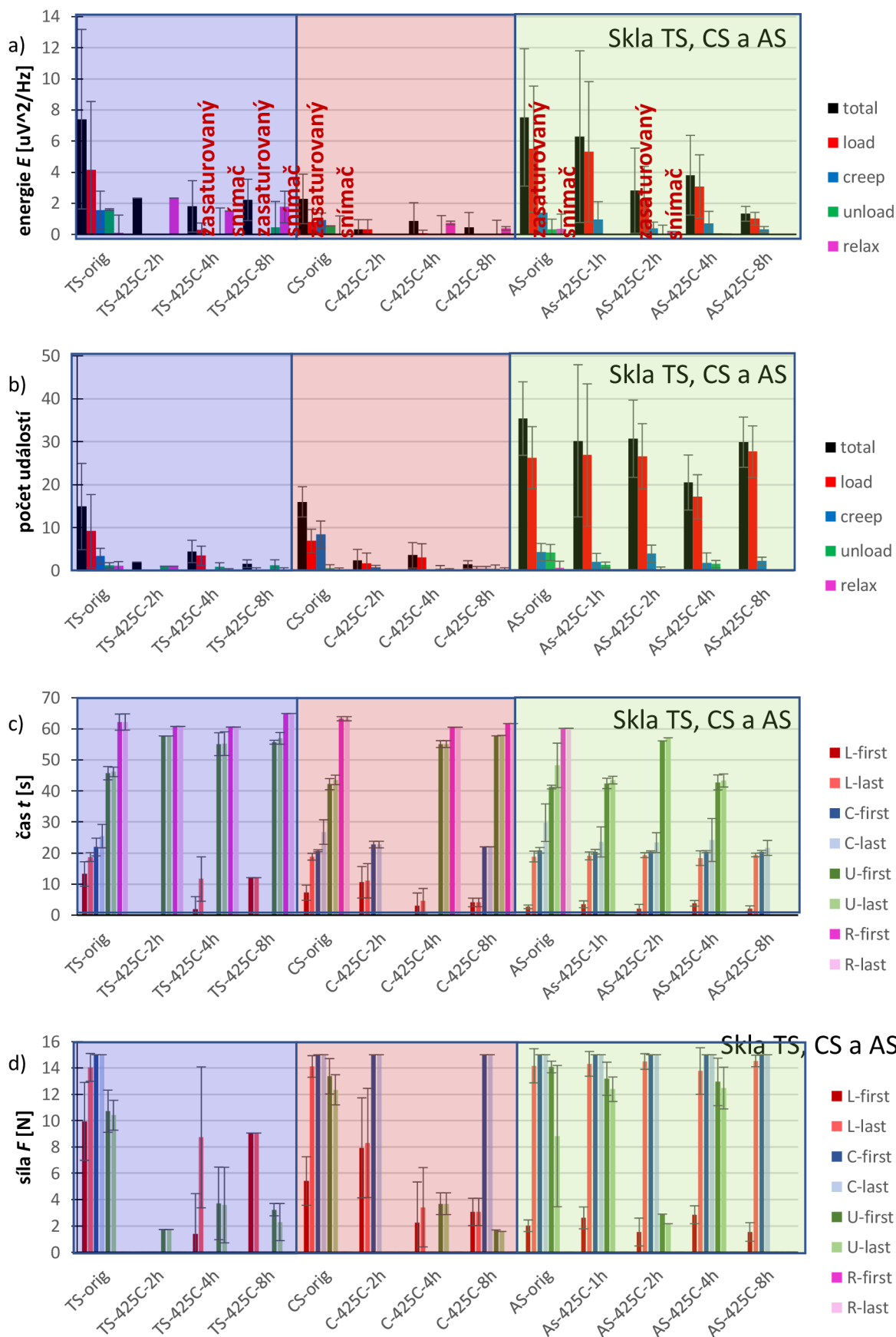


Obr. 31: Grafy pro skla TS, CS a AS při indentaci 5 N.

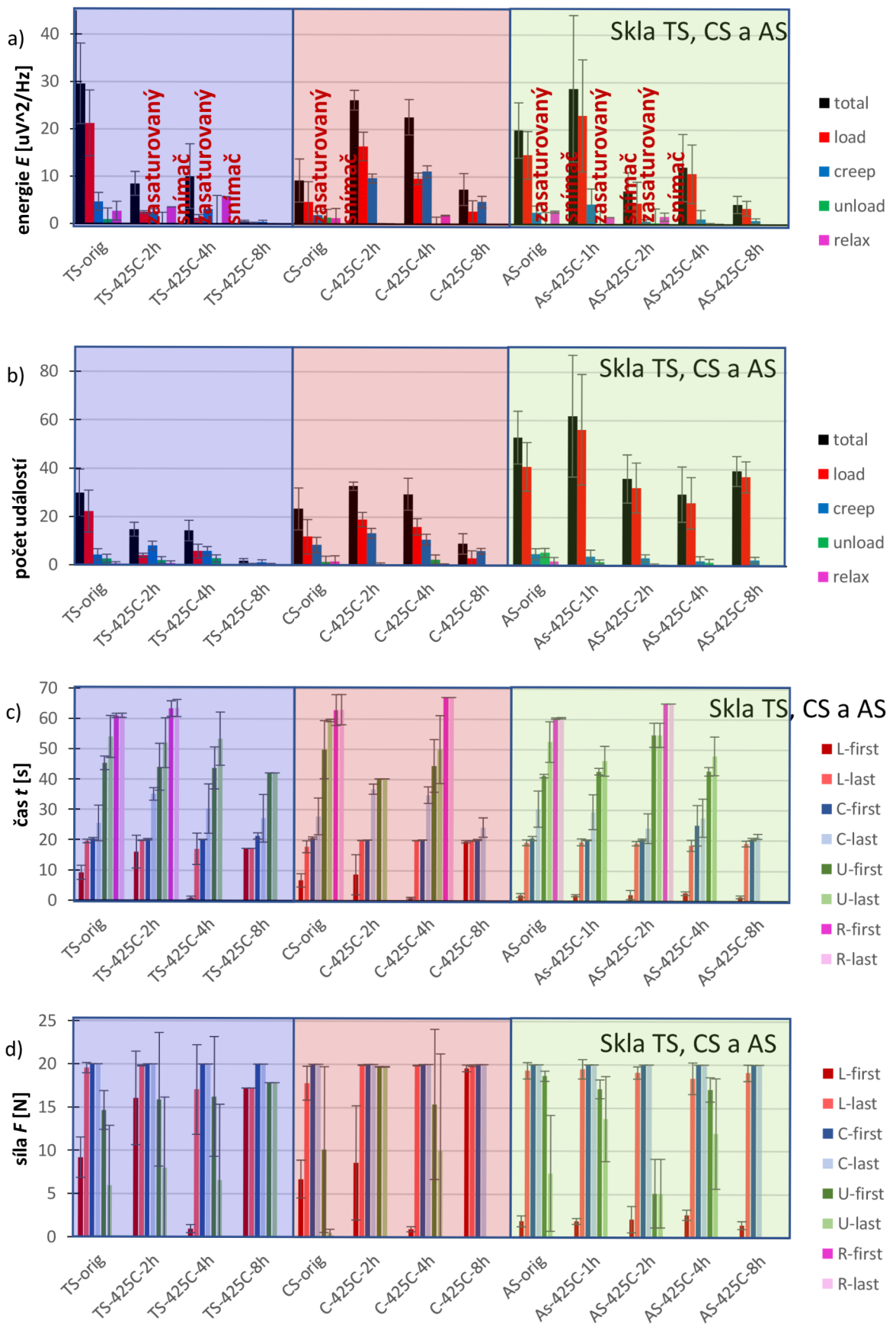
a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE e) Graf zastoupení AE energií pro vzorek ASorig (body seřazeny podle celkové energie) f) Graf zastoupení AE energií pro vzorek AS - 2h (body seřazeny podle celkové energie) g) Graf zastoupení AE energií pro vzorek AS - 8h (body seřazeny podle celkové energie)



Obr. 32: Grafy pro sklo TS, CS a AS při indentaci 10N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



Obr. 33: Grafy pro sklo TS, CS a AS při indentaci 15N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



Obr. 34: Grafy pro sklo TS, CS a AS při indentaci 15N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.

Uvolněná energie u TS je větší než u CS a AS a AS tvrzeného. Uvolněná energie AS skla klesá s rostoucí dobou tvrzení. Skla CS a AS praskají při creepu, kdežto sklo TS praská při odlehčení.

S rostoucí dobou tvrzení klesá množství uvolněné energie (viz obr. 31a).

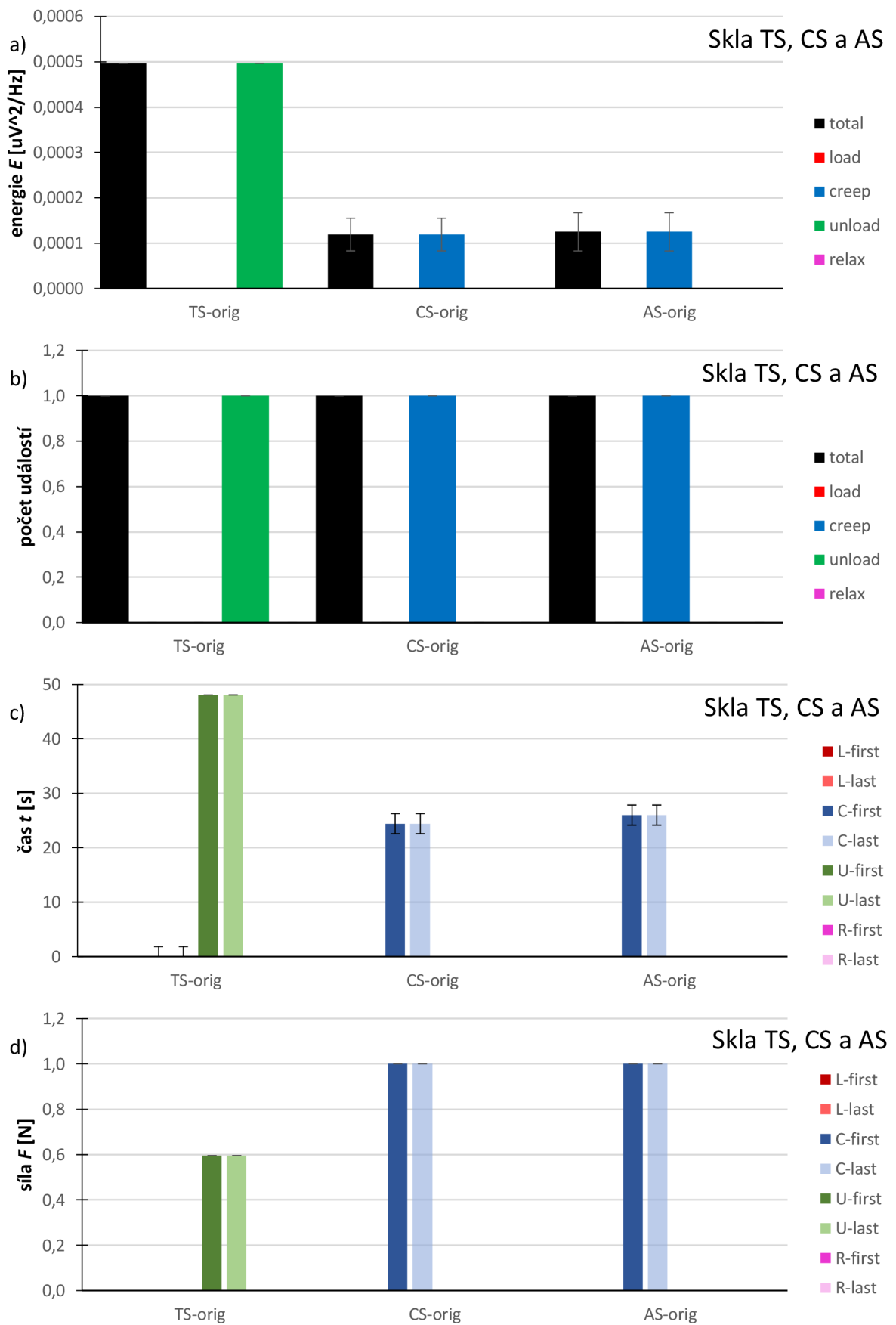
Z obr. 32a je vidět, že množství uvolněné energie klesá s rostoucí dobou tvrzení. U skla AS je zaznamenán velký počet událostí, který se s dobou tvrzení nesnižuje (viz obr. 32b). S rostoucí dobou tvrzení klesá množství uvolněné energie během odlehčování (viz obr. 32a). U skla TS je pozorována potřeba větší síly než u CS a AS skla, aby sklo prasklo.

Z nezasaturovaných detekcí uvolněné energie je největší množství energie uvolněno u AS skel při porovnání s ostatními (viz obr. 33a). Originál TS skla praská hlavně při zatěžování. Po tvrzení praská TS sklo méně. TS sklo ale začalo praskat během relaxaci (viz obr. 33b). Originál. CS skla praská převážně při creepu. Po tvrzení praská CS sklo hlavně během relaxaci (viz obr. 33b). AS sklo praská převážně při zatěžování, zřídka praská při odlehčování nebo relaxaci.

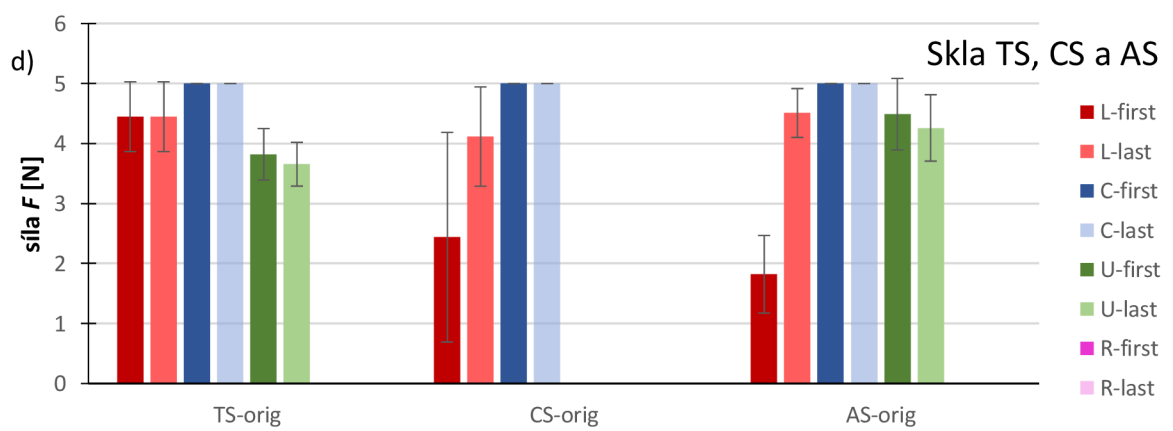
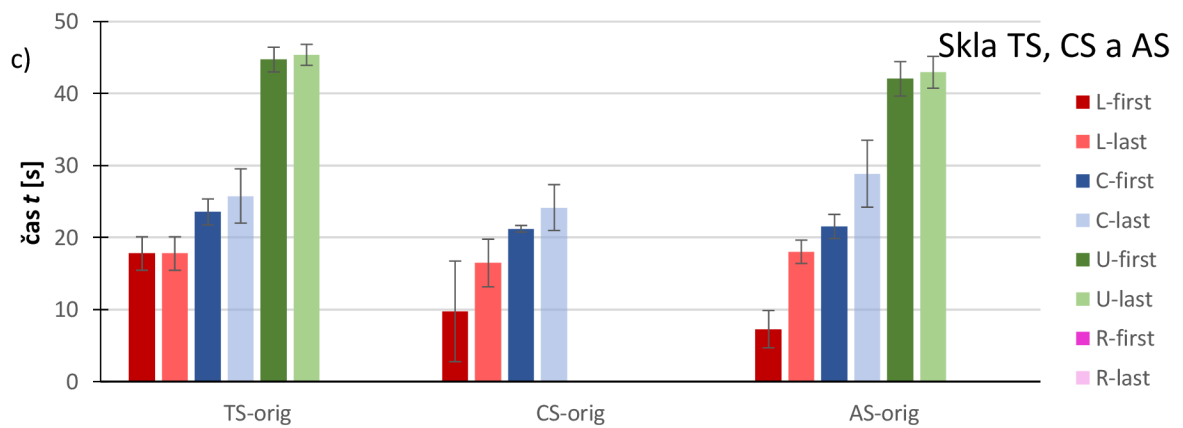
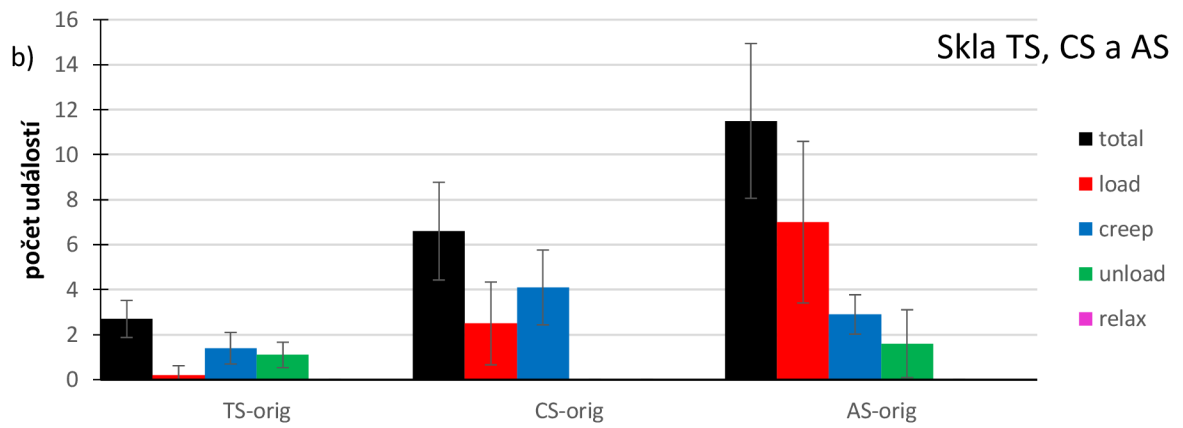
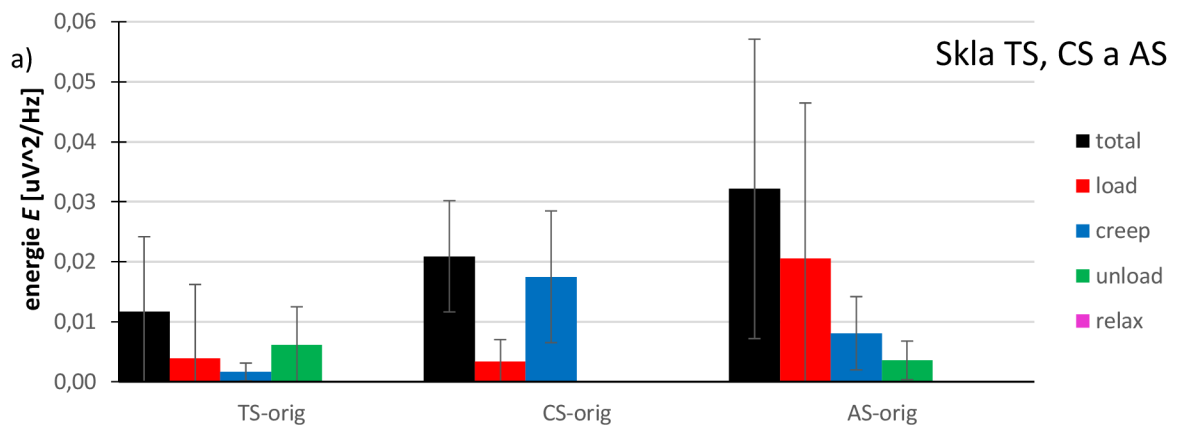
U nezasaturovaných energií je vidět, že energie AE klesá s dobou tvrzení (viz obr. 44a). U CS skla klesá s rostoucí dobou tvrzení energie uvolněná během zatěžování. Energie uvolněná v creepu zůstává stejná (viz obr. 34a). U TS a CS skla lze pozorovat, že klesá energie AE a zároveň dochází k poklesu počtu událostí s rostoucí dobou tvrzení. U AS skla dochází pouze k poklesu počtu událostí s rostoucí dobou tvrzení (viz obr. 34b)

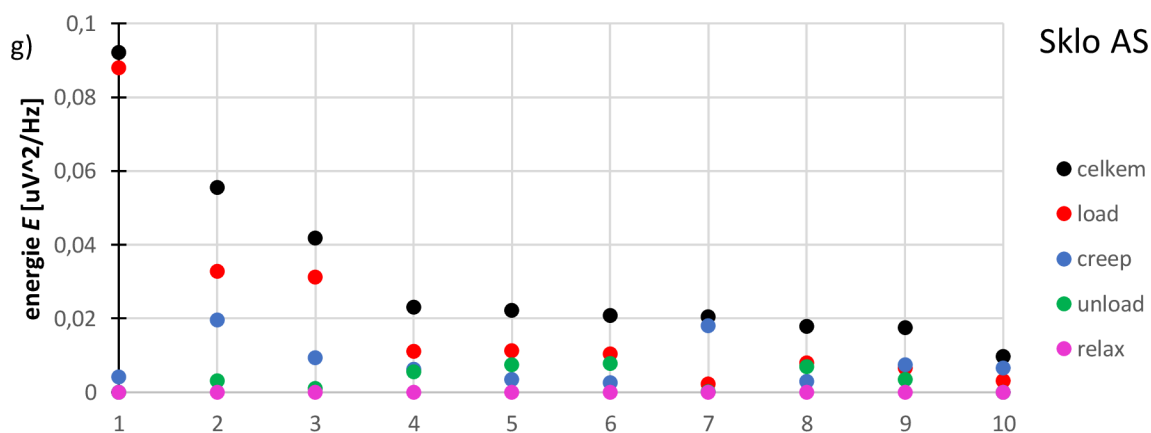
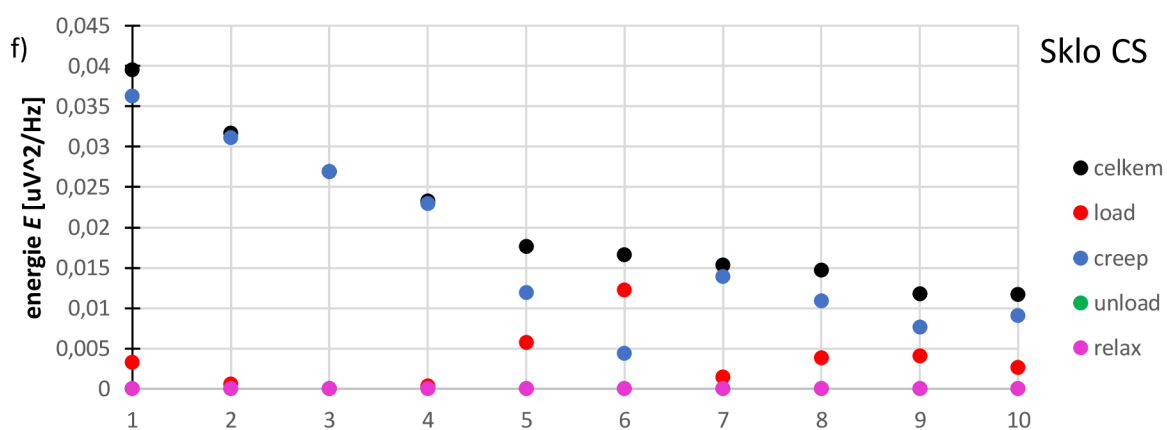
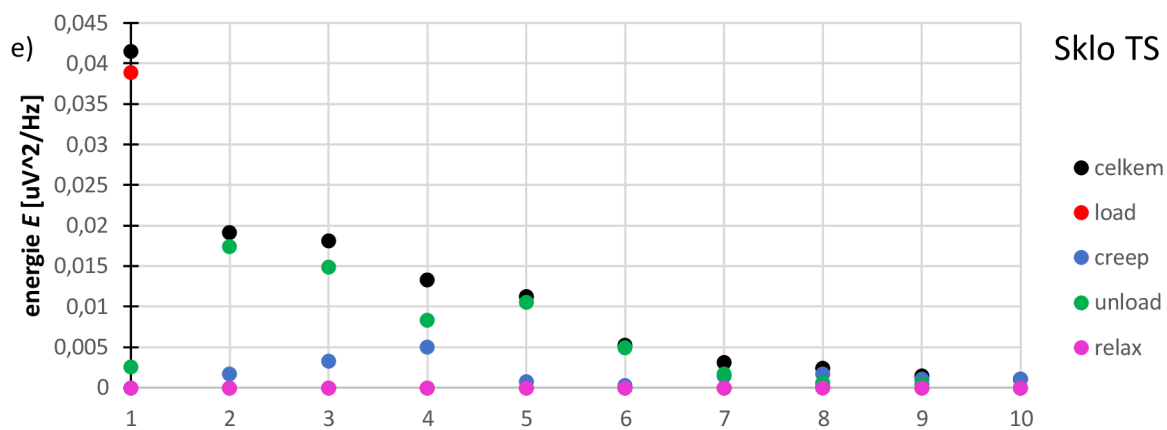
6.4.1 Děje pozorované napříč měření všech skel TS, CS a AS

U TS skla můžeme vidět velký počet událostí při kterých se uvolní malé množství energie (viz obr. 10a, 10b, 11a, 11b, 12a, 13a, 14a, 14b). U všech skel byl zaznamenán pokles energie AE s rostoucí dobou tvrzení (viz obr. 10a, 11a, 12a, 13a, 14a). U TS skla je potřeba největší množství síly k tomu, aby sklo prasklo (viz obr. 10d, 11d, 12d, 13d, 14d).

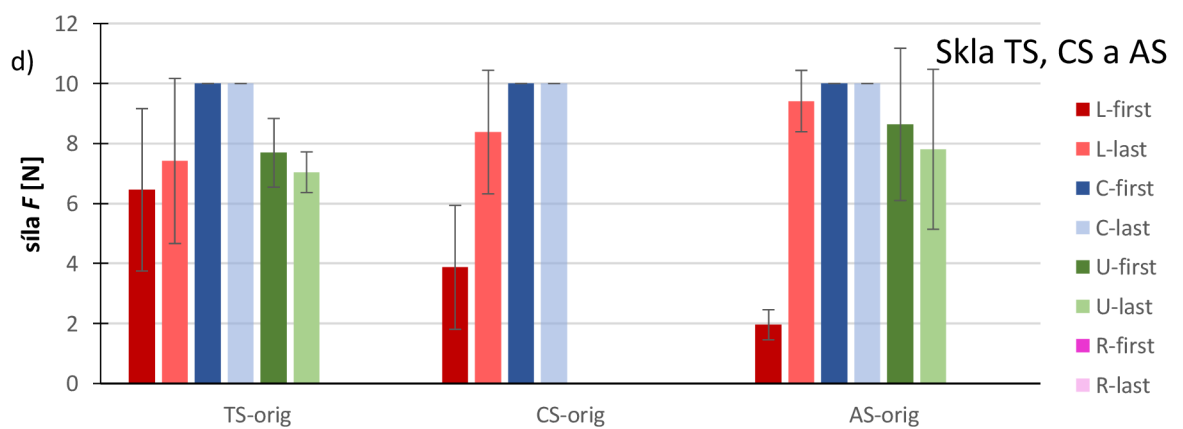
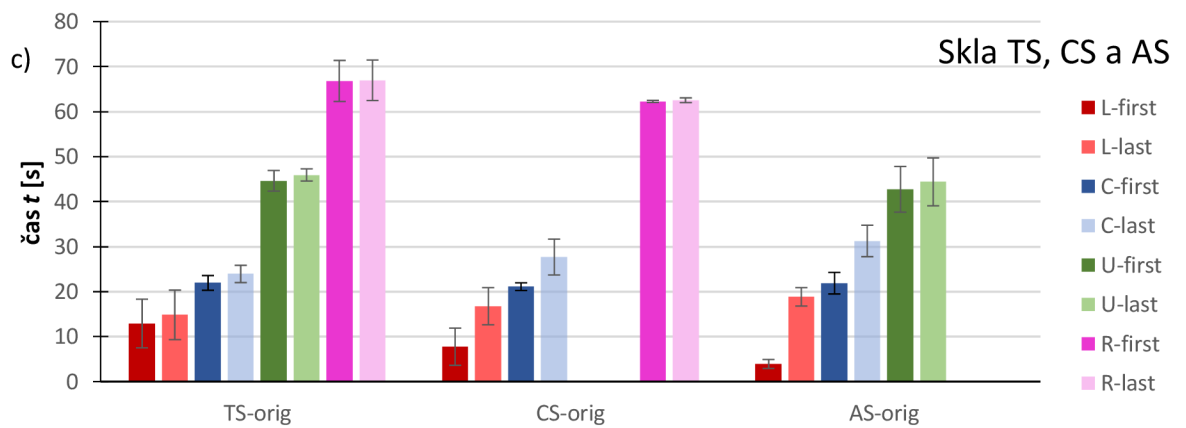
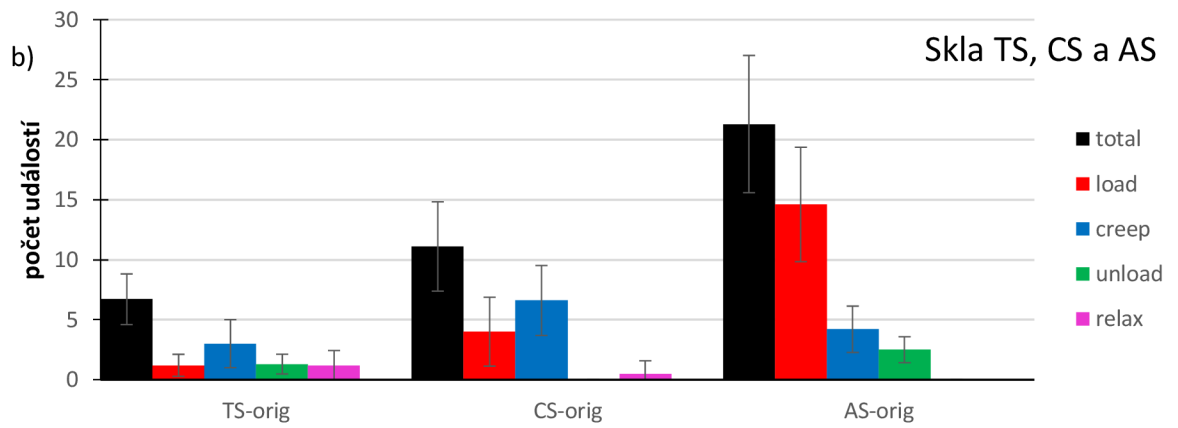
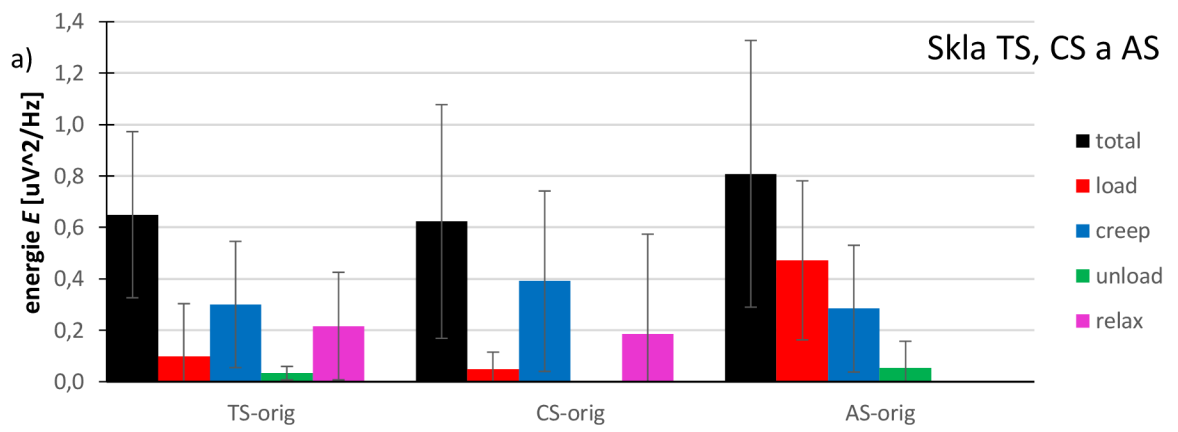


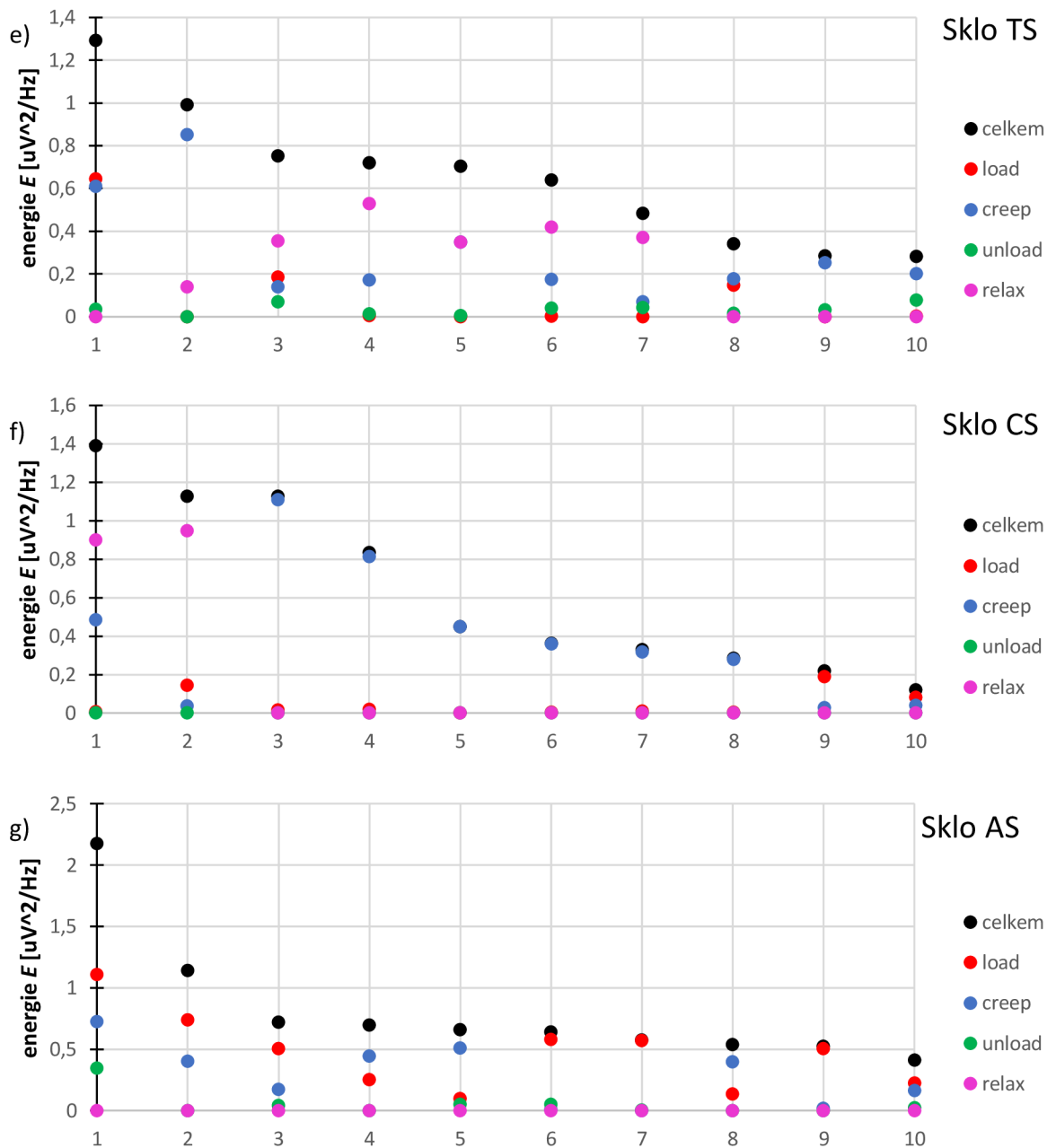
Obr. 35: Grafy pro sklo TS - orig, CS - orig a AS - orig při indentaci 1N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE.



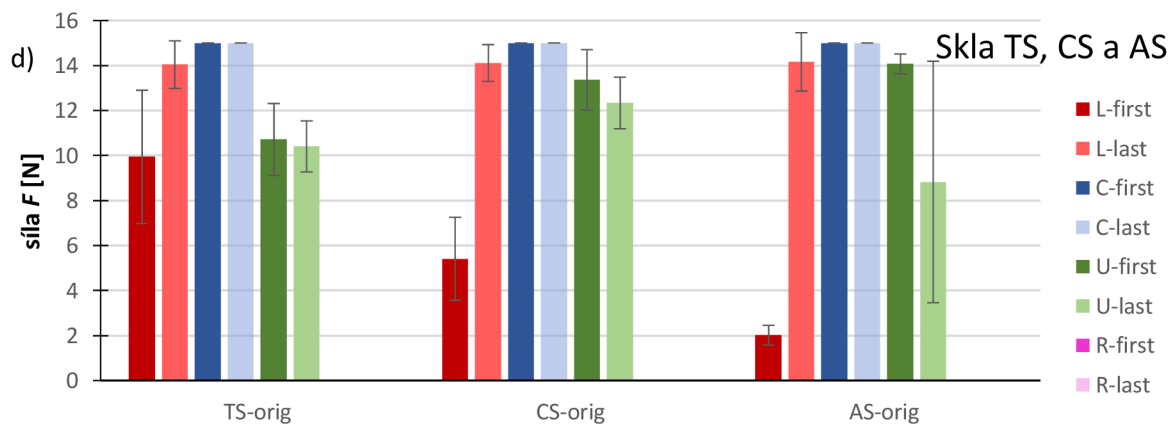
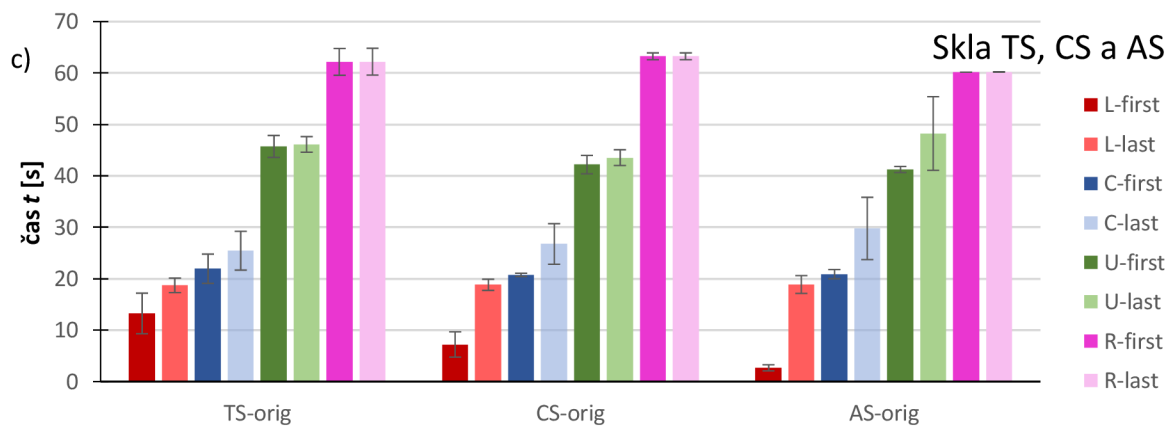
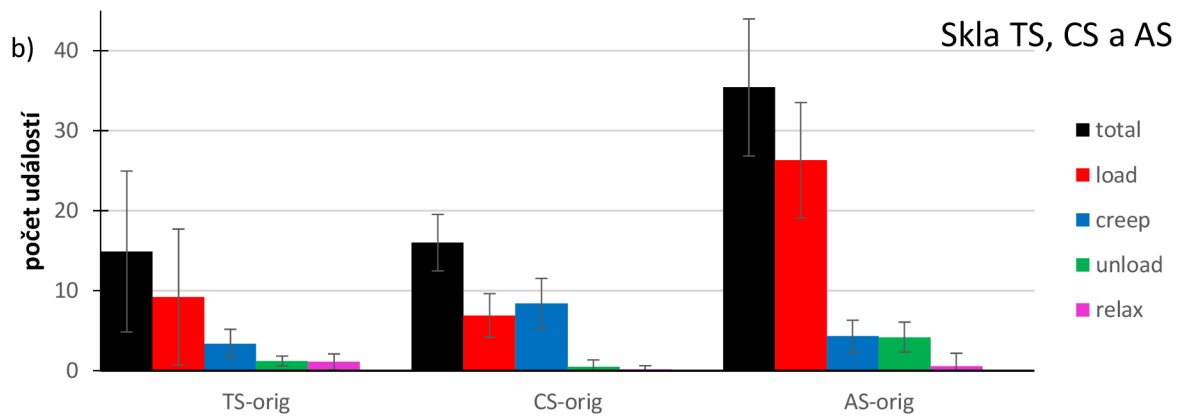
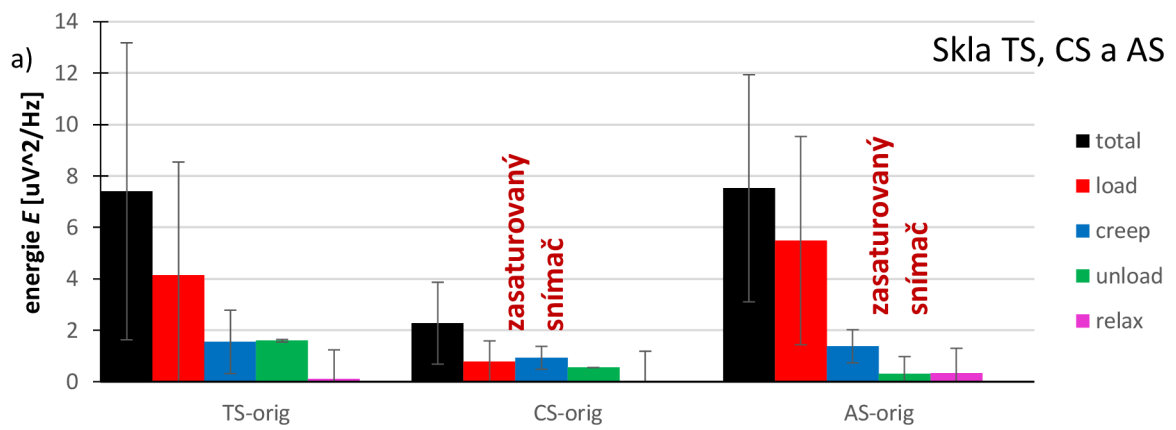


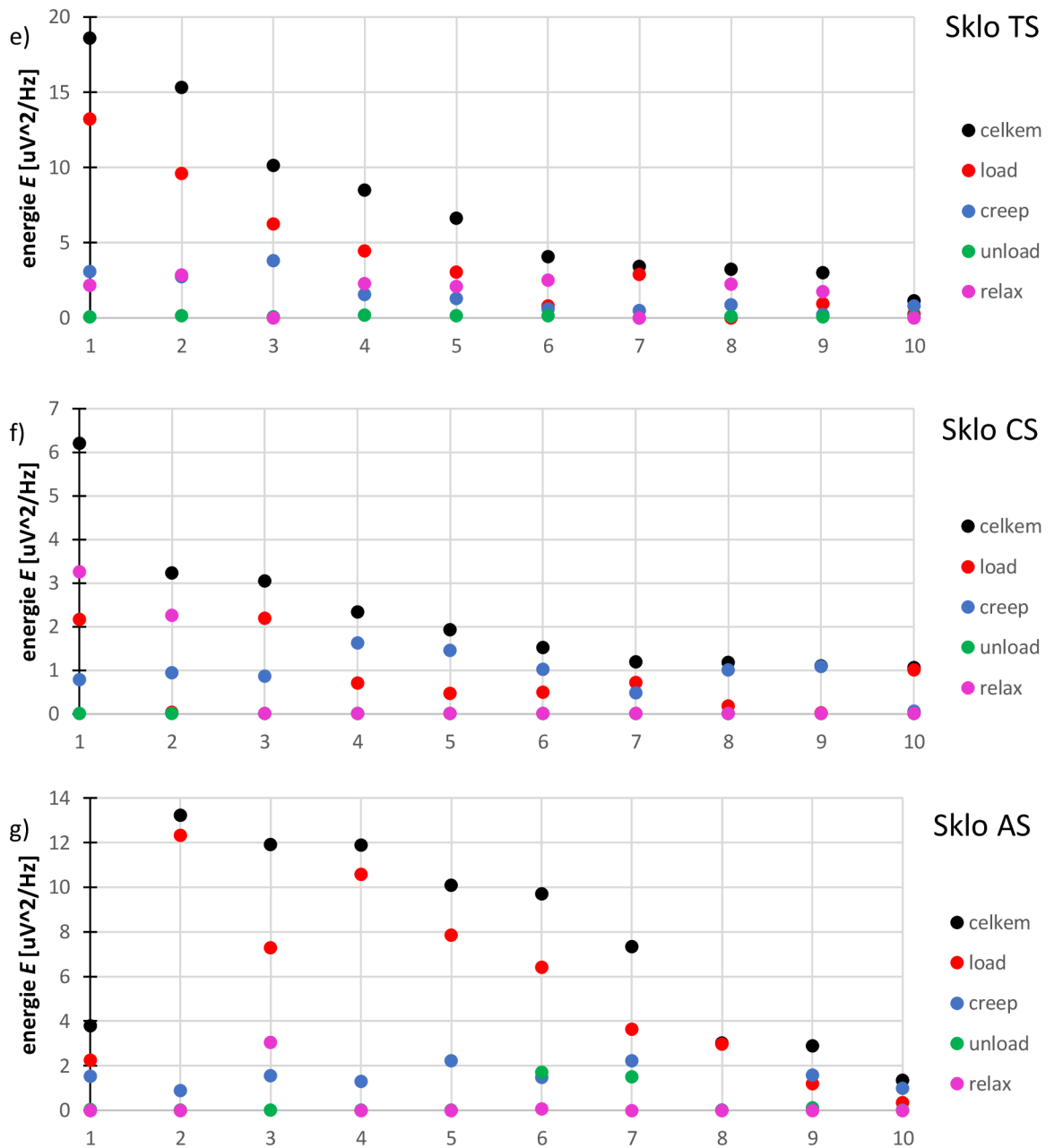
Obr. 36: Grafy pro sklo TS - orig, CS - orig a AS - orig při indentaci 5N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE e) Graf zastoupení AE energií pro vzorek TS-orig (body seřazeny podle celkové energie) f) Graf zastoupení AE energií pro vzorek CS-orig (body seřazeny podle celkové energie) g) Graf zastoupení AE energií pro vzorek AS-orig (body seřazeny podle celkové energie)



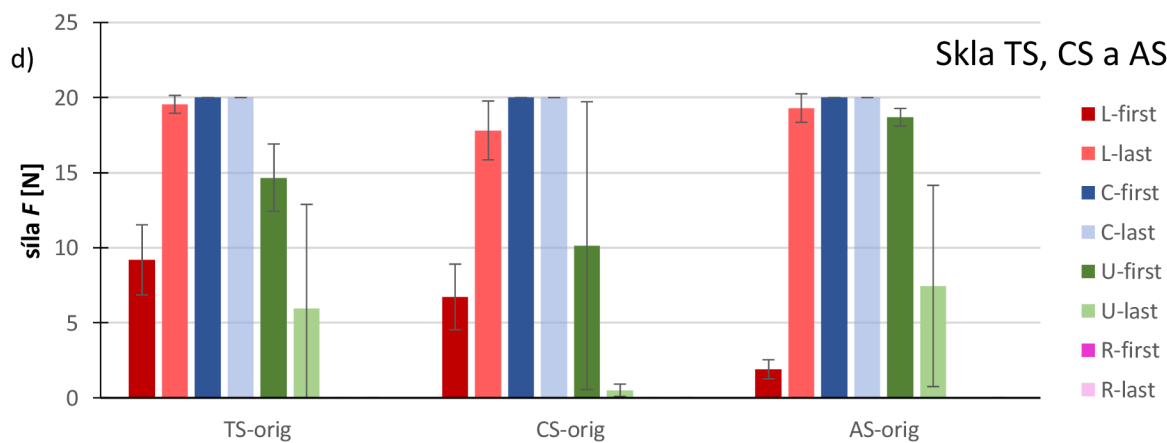
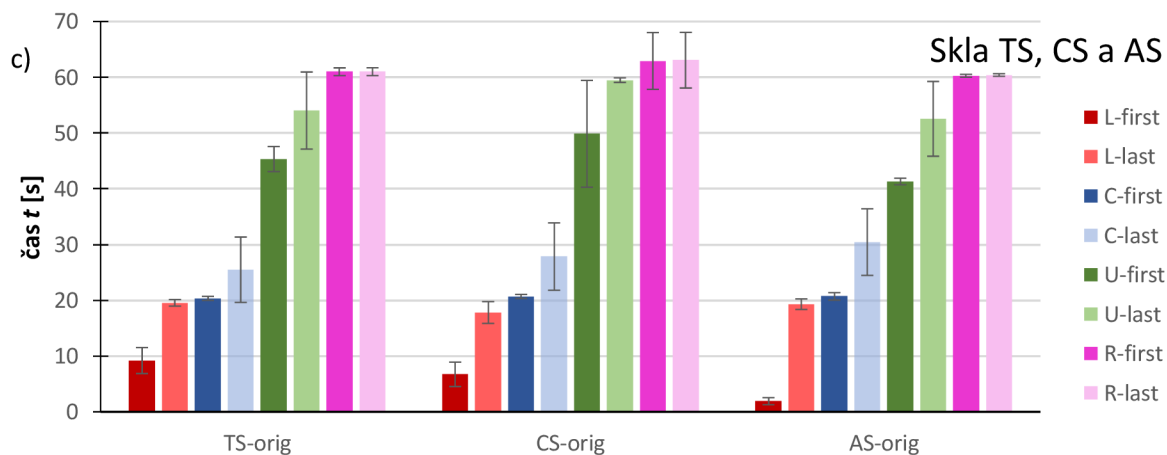
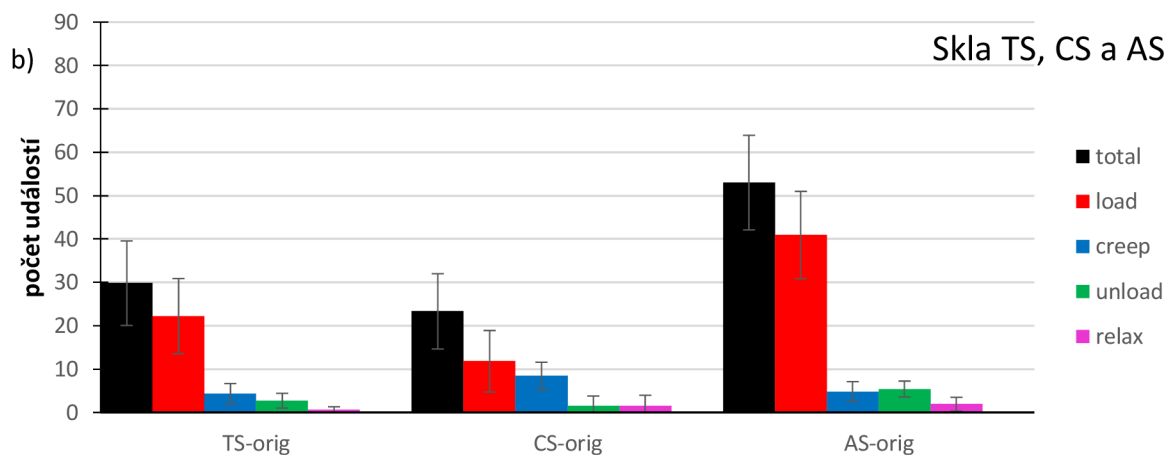
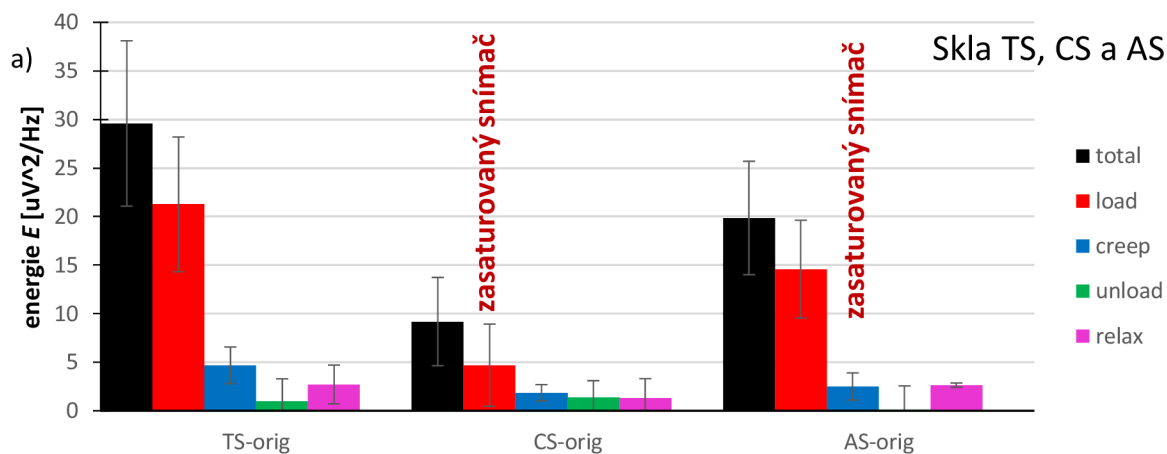


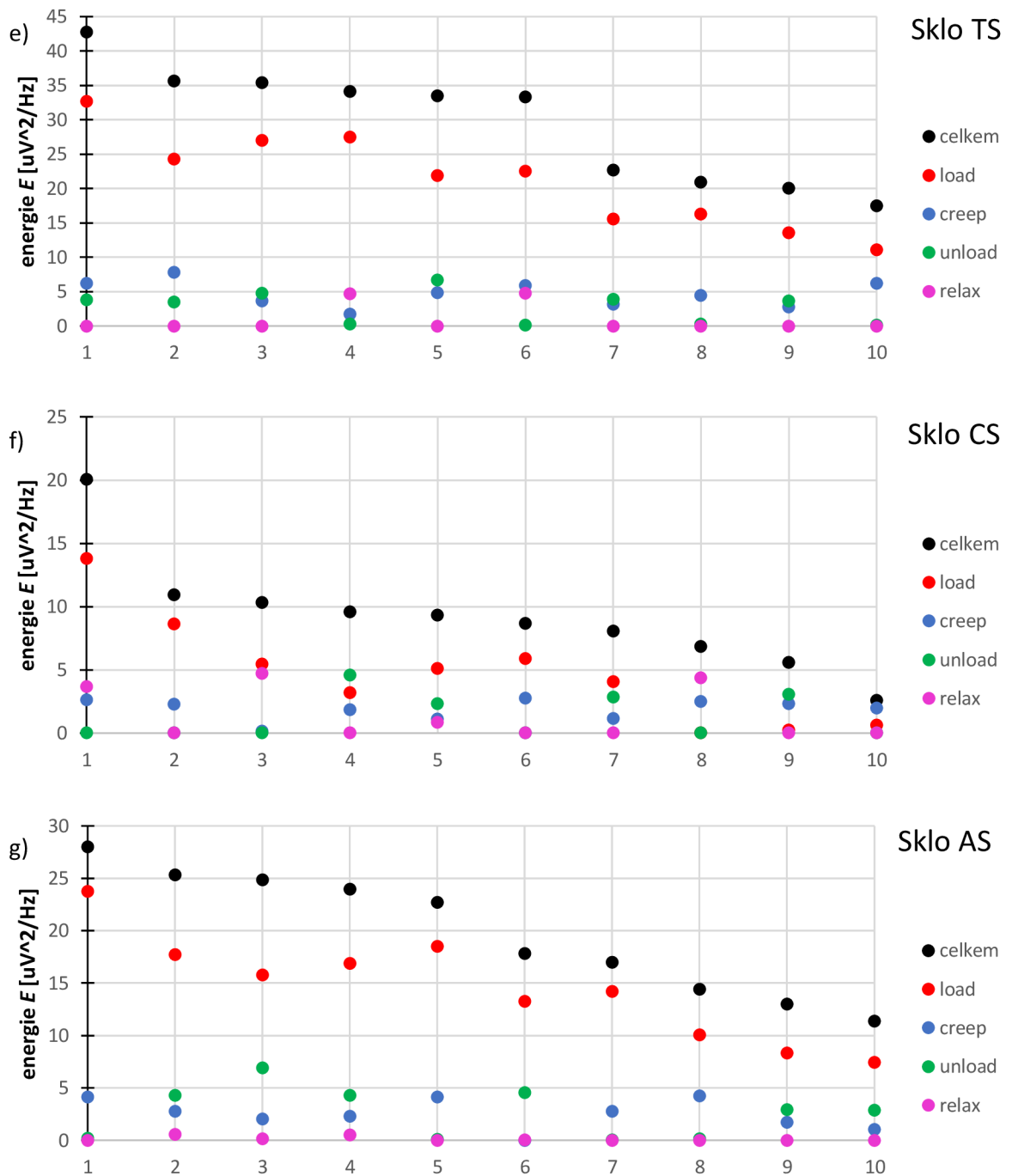
Obr. 37: Grafy pro sklo TS orig, CS orig a AS orig při indentaci 10N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE e) Graf zastoupení AE energií pro vzorek TS-orig (body seřazeny podle celkové energie) f) graf zastoupení.





Obr. 38: Grafy pro sklo TS orig, CS orig a AS orig při indentaci 15N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE e) Graf zastoupení AE energií pro vzorek TS-orig (body seřazeny podle celkové energie) f) graf zastoupení.





Obr. 39: Grafy pro sklo TS orig, CS orig a AS orig při indentaci 20N. a) Uvolněná energie b) počet událostí c) čas vzniku AE d) působící síla při vzniku AE e) Graf zastoupení AE energií pro vzorek TS-orig (body seřazeny podle celkové energie) f) graf zastoupení.

Z obr. 35a vyplývá, že TS sklo praská hlavně při odlehčování. Dále můžeme, že CS a AS sklo praská již při creepu.

Z obr. 36a je patrné, že TS sklo má nejméně energie AE. U TS skla se nejvíce energie uvolňuje během odlehčování. CS sklo praská převážně během creepu. AS sklo praská ze všech skel

nejvíce a převážná většina energie je u skla AS uvolněna během zatěžování (viz obr. 36a). Pro skla TS je potřeba nejvíce síly pro první prasknutí. U TS skla se objevuje velká odchylka u energie AE, jež je způsobena jedinou hodnotou, která nezapadá do skupiny naměřených dat. Dále je vidět, že hlavní množství energie bylo uvolněno při zatěžování, u kterého TS sklo praská zřídka (viz obr. 36e).

U TS byla energie nejvíce uvolněna při relaxaci, u CS skla bylo nejvíce energie AE uvolněno při creepu a u AS skla to bylo nejvíce energie uvolněno při zatěžování (viz obr. 37a). U TS, CS a AS skla sledujeme podobné množství uvolněné energie. U TS skla je ale pozorován menší počet událostí, u AS skla naopak největší počet událostí. TS sklo tedy praská méně často, za to každá událost uvolní více energie. U AS skla je tomu naopak. Sklo praská velice často, ale každá událost uvolní malé množství energie. CS sklo se se svým počtem událostí a množstvím energie AE pohybuje mezi AS a TS sklem (viz obr. 37a, 37b). U TS a CS skla dosáhly vady povrchu (praskliny) kritické délky potřebné k tomu, aby mohlo dojít k samovolné propagaci. Znamená to, že praskají při relaxaci (viz obr. 37a, 37b, 37c).

Z obr. 38a nemůžeme říci mnoho z důvodu zasaturování snímače. Z obr. 38b je vidět, že TS sklo praská nejen při relaxaci ale nyní i při zatěžování. CS sklo praská při creepu a AS sklo má největší počet událostí při zatěžování. V tomto případě praská sklo AS i při relaxaci, praskliny tedy dosáhly kritické délky a dochází k samovolné propagaci prasklin (viz obr. 38a, 38b, 38c). Z obr. 38d je vidět, že pro sklo TS je potřeba více síly pro první prasknutí než pro skla AS a CS. Pro sklo AS je potřeba z měřených skel energie nejméně.

Na obr. 39a jsou energie zasaturovány, takže nelze učinit závěr. Počet událostí u AS skla je větší než u skla TS a CS (viz obr. 39b). Z obr. 39d je vidět, že síla potřebná pro prasknutí TS skla je větší než pro skla AS a CS.

7 Závěr

Cílem této práce bylo využít AE generované při makro-indentaci zkoušce pro určení pevnosti skla, vzájemnému porovnání a určení podobných či rozdílných charakteristik. Bylo též pozorován vliv délky tvrzení na jednotlivé charakteristiky skla.

Pro měření byl použit NanoTest™, který nám umožnil mikro-indentaci pomocí, které mohl zkoumat tenkou vrstvu tvrzeného skla. AE byla zachycena pomocí piezoelektrického senzoru, ze kterého byl signál zesílen a následně zaznamenán pomocí ZEDO Deamon.

Z důvodů přílišného zesílení signálu došlo k přetečení senzoru a zasaturování snímače, které mohlo mít vliv na zkreslení některých výsledků. Po zpracování signálu, vyjádření si parametrů a jejich porovnání nám vyšli následující výsledky.

Bylo pozorováno, že AS sklo praskalo převážně při creepu a největší množství energie bylo uvolněno během zatěžování. Během zkoušky bylo zaznamenáno velké množství událostí, které každá měla menší množství energie než události u TS skla. Doba tvrzení měla u skla AS hlavně vliv na množství uvolněné energie a skoro žádný efekt na počet událostí.

U TS skla bylo pozorováno, že uvolňuje velké množství energie během menšího počtu událostí než u CS a AS skla. Největší množství energie bylo uvolněno během relaxaci. Dále bylo pozorováno, že TS sklo vyžaduje větší množství energie pro první prasknutí, že AS a CS sklo. Tvrzení mělo vliv na množství uvolněné energie a počet událostí. Obě hodnoty s rostoucí dobou klesají. Taktéž byl pozorován přesun největšího množství uvolněné energie zatěžování a creepu do odlehčování a relaxaci.

Pozorování u CS skla nám ukázala, že největší množství energie je uvolněno během creepu. CS sklo se svými vlastnostmi pohybovalo mezi sklem AS a TS. Bylo pozorováno, že CS sklo praská nejčastěji při creepu. S rostoucí dobou tvrzení klesl počet událostí a množství uvolněné energie.

Ukázalo se též, že sklo TS nezávisí jenom na maximu zatížení, ale i na rychlosti zatěžování. Čím docházelo k rychlejší indentaci, tím víc energie bylo uvolněno.

Výsledky ukazují, že TS sklo projevilo nejmenší množství energie a počet událostí. U všech skel kleslo množství uvolněné energie s rostoucí dobou tvrzení. Doba tvrzení měla vliv na počet událostí pouze u TS a CS skla.

K závěru jde tedy říci, že chemické tvrzení skla opravdu funguje a způsobí zvýšení tvrdosti skla. Využití NanoTest™, jako nedestruktivní zkoušky, se ukázalo být užitečné a přínosné. Tato práce by se dala dále rozvinout porovnáním naměřených dat a opticky pořízenými snímky samotných indentací.

Seznam použitých symbolů a zkratek

AE	<i>akustická emise</i>
σ	<i>napětí</i>
σ_{Th}	<i>teoretická pevnost skla</i>
σ_a	působící napětí
σ_b	napětí potřebné pro prasknutí skla
σ_{yy}	napětí na čele trhliny
$\sigma_R(x)$	přebytečné napětí
ε	<i>deformace</i>
E	Youngův modul pružnosti
γ_f	energie povrchu
r_0	rovnovážní vzdálenost mezi atomy materiálu
b, c	délky poloosy oválné vady
c^*	kritická délka trhliny
ρ	hustota
U_{el}	elastická deformační energie
Y	geometrický faktor
U_s	povrchová energie na jednotku délky praskliny
K_I	faktor intenzity napětí
K_{IC}	faktor kritického napětí
K_R	faktor intenzity přebytečného napětí
C_D	hloubka vrstvy s tlakovým napětím
T	tloušťka skla
H	<i>tvrdost</i>
H_V	tvrdost podle Vickerse
H_R	tvrdost podle Rockwella
H_B	tvrdost podle Brinella
H_K	tvrdost podle Koopa
H_{CH}	mikrotvrdost podle Berkoviche
γ	mez kluzu
C	<i>koeficient</i>
F	zátěžná síla
D	průměr kulového indentoru
d	průměr
l	délka podélné osy vtisku

E	konstanta závislá na druhu indentoru
P	zatížení
p_m	střední hodnota tlaku při indentaci
P_{max}	maximální zatížení
h_{max}	maximální hloubka vtisku
h	hloubka vtisku
h_r	hloubka vtisku indentoru po odlehčení
h_e	posunutí, vzniklé v závislosti na elastické zotavení
h_3	hloubka dosažená po částečném odlehčení indentoru
t	čas
u_l	podélné vychýlení
u_t	vychýlení příčné
c_l	rychlost šíření podélné vlny
c_t	rychlost šíření příčné vlny
Λ, μ	Laméovy koeficienty

Použitá literatura a zdroje

[1] NAZARČUK, Zinovij Teodorovyč, Valentyn Romanovyč SKAL'S'KYJ a Oleh Mykolajovyč SERHÏJENKO. *Acoustic Emission: Methodology and Application* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2017 [cit. 2020-12-01]. Foundations of Engineering Mechanics. ISBN 978-3-319-49350-3.

[2] SIKORSKI, Wojciech, ed. *Acoustic Emission - Research and Applications* [online]. Rijeka: InTech, 2013 [cit. 2020-12-01]. ISBN 978-953-51-1015-6. Dostupné z: doi:10.5772/50270

[3] RNDr. Miroslav Přibáň Ph.D. *Akustická emise (AE) - teorie a praxe provozních kontrol konstrukcí* [online]. 2012 [cit. 04.03.2021]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/40149651-Akusticka-emise-ae-teorie-a-praxe-provoznich-kontrol-konstrukci.html>

[4] FISCHER-CRIPPS, Anthony C. *Nanoindentation*. Springer, 2011. ISBN 978-1-4419-9871-2.

[5] Sani G, Limbach R, Dellith J, Sökmen İ, Wondraczek L. *Surface damage resistance and yielding of chemically strengthened silicate glasses: From normal indentation to scratch loading*. J Am Ceram Soc. 2021;104:3167–3186. ISSN 0002-7820. <https://doi.org/10.1111/jace.17758>

[6] Macrelli G, Ozben N, Kayaalp AC, Celikbilek Ersundu M, Sokmen İ. *Stress in ion exchanged soda-lime silicate and sodium aluminosilicate glasses: Experimental and theoretical comparison*. Int J Appl Glass Sci. 2020;11:730–742. <https://doi.org/10.1111/ijag.15787>

[7] Wang WH. The elastic properties, elastic models and elastic perspectives of metallic glasses. Prog Mater Sci (2011), doi:10.1016/j.pmatsci.2011.07.001

[8] R. ČTVRTLÍK, M. STRANYÁNEK, P. BOHÁČ a L. JASTRABÍK. *NanoTest™ NT 600 - and device for analyses of mechanical properties of materials. Materials Structure in Chemistry, Biology, Physics and Technology*. 2006;13:90-93. ISSN 1805-4382.

[9] UNNORSSON, Runar. Hit Detection and Determination in AE Bursts. SIKORSKI, Wojciech, ed. *Acoustic Emission - Research and Applications* [online]. InTech, 2013, 2013-03-06 [cit. 2021-8-4]. ISBN 978-953-51-1015-6. Dostupné z: doi:10.5772/54754

[10] 1913-03 - Inglis - *Stresses in A Plate Due To The Presence of Cracks and Sharp Corners* [online]. Scribd Inc. Dostupné z: <https://www.scribd.com/document/451364495/1913-03-Inglis-Stresses-in-a-plate-due-to-the-presence-of-cracks-and-sharp-corners>

[11] Zehnder A.T. (2013) *Griffith Theory of Fracture*. In: Wang Q.J., Chung YW. (eds) *Encyclopedia of Tribology*. Springer, Boston, MA. https://doi.org/10.1007/978-0-387-92897-5_259

[12] Bc. Stanislav Teplý. *Stanovení materiálových charakteristik metodou instrumentované indentace*. [online]. Praha, 2016 [cit. 06.08.2021]. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/66328?show=full>. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní.

[13] LOKILECH. *wikipedia* [online]. [cit. 8.8.2021]. Dostupný na WWW: <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=908099>

[14] LOKILECH. *wikipedia* [online]. [cit. 8.8.2021]. Dostupný na WWW: <https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=6547875>

[15] Bc. Tomáš Novotný. *Studium mechanických vlastností tenkýchvrstev* [online]. Brno, 2012 [cit. 06.08.2021]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/b2ea3/Novotny_Diplomova_prace.pdf. Diplomová práce. Masarykova univerzita. Přírodovědecká fakulta

[16] Tomáš Brzobohatý. *Současné trendy v metodách měření tvrdosti*. [online]. Brno 2010 [cit. 06.08.2021]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=27918. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

[17] Lukáš Václavek. *Vliv efektů pile-up a sink-in na vyhodnocení indentačních zkoušek*. [online]. Olomouc, 2016 [cit. 07.08.2021]. Dostupné z: <https://theses.cz/id/1nz3f5/19341022>. Bakalářská práce. Univerzita Palackého v Olomouci, Přírodovědecká fakulta.