



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

SMALL PUNCH TEST KŘEHKÝCH MATERIÁLŮ

SMALL PUNCH TEST BRITTLE MATERIALS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Martin Saňka

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Josef Zapletal, Ph.D.

BRNO 2024

Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Martin Saňka**
Studijní program: Základy strojního inženýrství
Studijní obor: Základy strojního inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Josef Zapletal, Ph.D.**
Akademický rok: 2023/24

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Small Punch Test křehkých materiálů

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Práce se bude zabývat řešeršní činností s úvodem k metodice určení základních mechanických charakteristik se zaměřením na nekonvenční metodu Small Punch Test (SPT). Následně bude řešeno rozdělení metod SPT, analýza křivek síla–přemístění a možnosti korelace na materiálové parametry stanovené konvenční zkouškou v tahu. Dále budou řešena specifika metody SPT na křehkých materiálech jako jsou keramiky, popřípadě materiál připravené metodami studené kinetické depozice.

Cíle bakalářské práce:

1. Úvod do problematiky
2. Rešerše obecných metod SPT
3. Analýza křivek síla – přemístění a možnosti korelace na konvenční materiálové parametry
4. Rešerše specifík testování a analýzy dat při SPT křehkých materiálů

Seznam doporučené literatury:

[1] Wena Li, Kang Yang, Shuo Yin, Xiawei Yang, Yaxin Xu, Rocco Lupoi,
Solid-state additive manufacturing and repairing by cold spraying: A review,
Journal of Materials Science & Technology, Volume 34, Issue 3, 2018, Pages 440-457, ISSN
1005-0302,

<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.09.015>.

[2] R.N. Raelison, Y. Xie, T. Sapanathan, M.P. Planche, R. Kromer, S. Costil, C. Langlade,

Cold gas dynamic spray technology: A comprehensive review of processing conditions for various technological developments till to date, Additive Manufacturing, Volume 19, 2018, Pages 134-159, ISSN 2214-8604,

<https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.07.001>.

[3] LUCAS. G. E. The development of small specimen mechanical test techniques. Journal of Nuclear Materials, 1983.

[4] MATOCHA, K. Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů. VŠB, 2010. ISBN 978-80-248-2223-5.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2023/24

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá popisem metod materiálové zkoušky miniaturních vzorků „Small Punch Test“. V rámci práce byly popsány základní postupy zkoušek, interpretace jejich výsledků a metod odběru vzorků. V práci byly popsány uznávané metody korelace výsledků testu s parametry získanými z konvenčních materiálových zkoušek a vyhodnocení vzorků po zkoušce. Dále se práce zabývá hodnocením mechanických vlastností křehkých materiálů pomocí zkoušky „Small Punch Test“, kde byl popsán statistický přístup získání jejich charakteristické pevnosti a upřesnění postupu stanovení lomové houževnatosti.

Klíčová slova

Small Punch Test, miniaturní vzorky, mechanické vlastnosti, křehké materiály

Abstract

Bachelor's thesis is focused on description of methods for material testing of miniature samples called „Small Punch Test“. Thesis describes the basic test procedures, interpretation of their results and sample removal techniques. Recognized methods of correlating test results with parameters obtained from conventional material tests and after test sample evaluation were described in the thesis. Furthermore, the thesis deals with the evaluation of mechanical properties of brittle materials using the „Small Punch Test“, where a statistical approach to obtaining their characteristic strength and specifying the procedure for determining the fracture toughness was described.

Keywords

Small Punch Test, miniature samples, mechanical properties, brittle materials

Bibliografická citace

SAŇKA, Martin. *Small Punch Test křehkých materiálů* [online]. Brno, 2024 [cit. 2024-05-24]. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/158814>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Josef Zapletal.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci na téma *Small Punch Test křehkých materiálů* vypracoval samostatně pod vedením Ing. Josefa Zapletala, Ph.D. a s použitím informačních zdrojů uvedených v seznamu.

V Brně dne 24. května 2024

.....

Martin Saňka

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat především vedoucímu práce Ing. Josefu Zapletalovi, Ph.D. za vstřícný přístup a cenné rady při tvorbě bakalářské práce. Také bych chtěl poděkovat všem blízkým za pevnou podporu.

1 Úvod	10
2 Cíle práce	11
3 Small punch test	12
3.1 Small punch creep test	14
4 Vzorky	16
4.1 Odběr materiálu	16
4.1.1	16
4.1.2 Odběr materiálu na principu elektrojiskrového řezání	17
4.2 Úprava vzorků	17
5 Korelace výsledků SPT a SPC na konvenční materiálové zkoušky	18
5.1 Mez kluzu R_p	18
5.2 Mez pevnosti R_m	20
5.3 Tranzitní teplota	24
5.4 Lomová houževnatost	26
5.5 Korelace creepových vlastností	28
6 Vyhodnocení zkušebního tělesa po zkoušce	29
6.1 Konečná tloušťka vzorku h_t	29
6.2 Fraktografie	29
7 SPT křehkých materiálů	32
7.1 Keramika	33
7.1.1 Charakteristická pevnost	34
7.1.2 Lomová houževnatost	38
8 Závěr	40
9 Zdroje	41
10 Seznam použitých zkratk a symbolů	44

1 Úvod

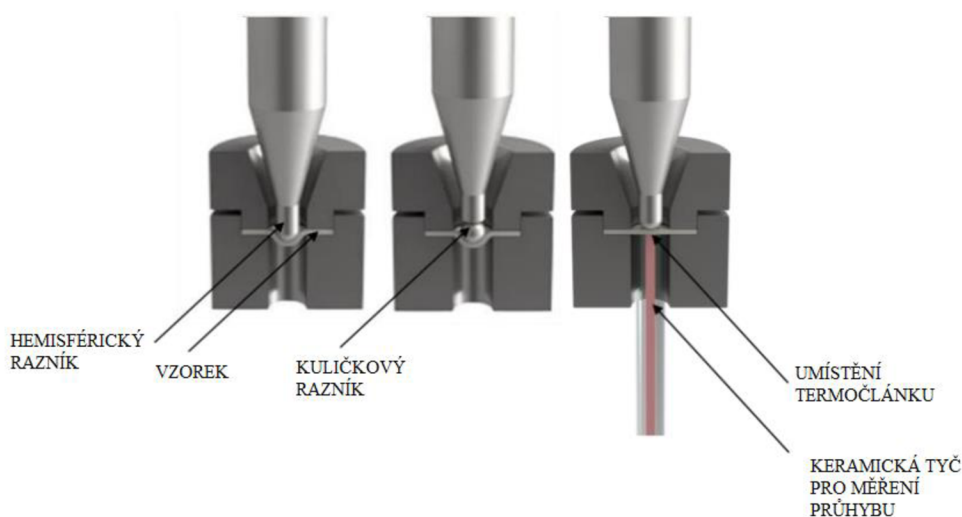
V dlouhodobém provozu jsou zařízení vystavena několika vlivům spojeným s degradačními procesy zhoršujícími mechanické vlastnosti komponent. Současné trendy s bezpečnostními předpisy a novými opatřeními pro ochranu životního prostředí dělají praktickou a ekonomicky výhodnou alternativu k výstavbě nových zařízení právě prodloužení životnosti těch stávajících. K efektivnímu zjištění možnosti a samotné realizace takové modernizace zařízení je zapotřebí znalost jeho zbytkové životnosti. Tato informace se standardními technikami, jako jsou například tahové zkoušky, získává velmi obtížně zejména kvůli invazivitě odběru materiálu pro vzorky, což vede k odstavení nebo závažnému poškození komponentů a zamezuje plynulost provozu zařízení [1]. Za účelem předejít těmto komplikacím bylo potřeba vyvinout přímý test zbytkových mechanických vlastností s minimálním odběrem materiálu. Metoda Small Punch Test se projevila jako účinné a ekonomicky efektivní řešení pro tento účel. Metoda byla vyvinuta začátkem 80. let 20. století v USA pro účely vývoje slitin, použitých na jaderných elektrárnách, kde velký počet kandidátských materiálů, metalurgických a zkušebních podmínek vyzývalo k miniaturizaci vzorků [2]. Zároveň byla metoda v Japonsku dále posunuta určením přesnější korelačních vztahů zvláště pro studie degradace materiálu ozářením [3]. Metodě ovšem přes léta chybí mezinárodní standardizace. Jednotlivé provedení zkušebních postupů v pracích vytvořených na téma Small Punch Test se kvůli tomu od sebe často liší, což přináší další překážky vývoji metody a její širší adopce. V posledních letech ale díky společnému úsilí mnoha výzkumných skupin vznikly pokusy o standardizaci postupů formou národních standardů pro testování kovových materiálů, jako je Americký standard ASTM E3205:2020 [4] a Evropská norma EN 10371:2021 [5]. Navzdory standardizaci pouze pro kovové materiály si metoda našla i další využití, jako například testování polymerů [6], keramik [7], nebo například degradace ultravysokomolekulárního polyethylenu (UHMWPE) pro kloubní náhrady [8].

2 Cíle práce

1. Úvod do problematiky
2. Rešerše obecných metod SPT
3. Analýza křivek síla - přemístění a možností korelace na konvenční materiálové parametry
4. Rešerše specifik testování a analýzy dat při SPT křehkých materiálů

3 Small punch test

Princip Small Punch Testu neboli SPT spočívá v protlačování razníku zakončeném hemisférickou plochou, nebo kuličkou, přes kotoučový vzorek, dokud neprorazí střed miniaturního zkušebního tělesa. Vzorek je upevněn mezi spodní opěrnou a horní přitlačnou matricí. Zatížení vzorku probíhá hladce, bez rázů, v kolmém směru na povrch vzorku a se stálým posuvem 0,2-2,0 mm/min. Deformaci vzorku pak měříme extenzometrem buď v kontaktu se spodní částí vzorku, kde získáme deflexi (u), nebo připevněný na razník pro získání posuvu (v) [5].

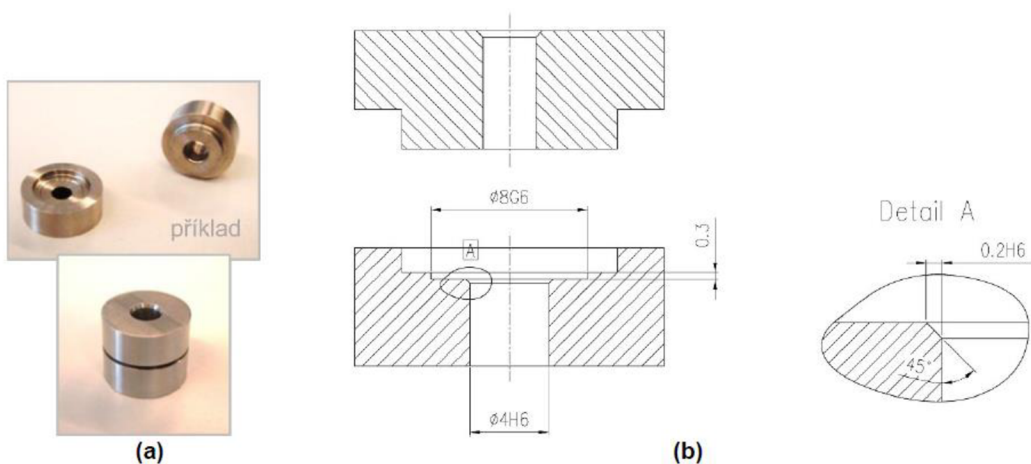


Obr. 1 Schéma Small Punch Testu upraveno dle [5]

Rozměry komponentů sestavy se odvíjí od velikosti použitých vzorků:

Tabulka 1 rozměry zkušební sestavy [5]

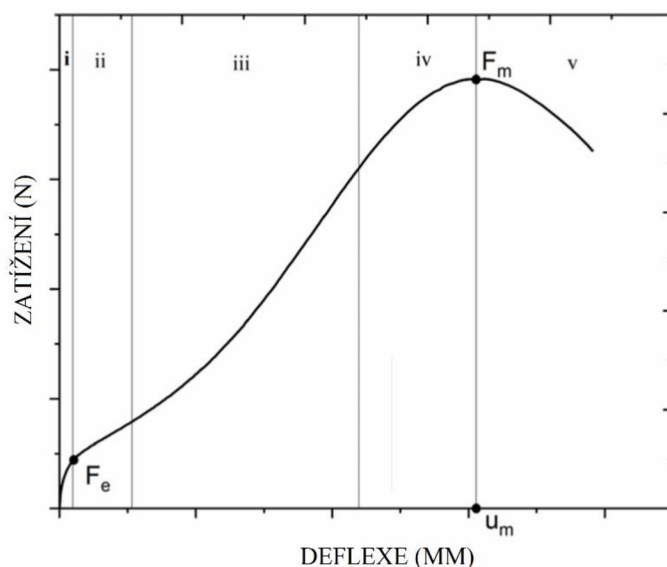
Vzorek	Průměr otvoru spodní opěrné matrice [mm]	Poloměr zakončení razníku [mm]	Délka zkosení spodní opěrné matrice [mm]
Standardní	4	1,25	0,2
Miniaturní	1,75	0,5	0,2



Obr. 2 příklad držáku vzorku (a) a jeho výkresu (b) [9]

Malé rozměry zkoušky vedou ke snadnému ovlivnění přesnosti výsledků. Proto se při použití metody SPT musí dbát na dodržení všech postupů zkoušky jako například kontroly přesnosti a opotřebení komponent, teploty a složení testovacího prostředí, nebo třeba kalibrace měřících zařízení [5].

Výsledná data získaná při SPT jsou zatížení razníku (F), jeho posun (v), nebo deflexe (u). Z těchto dat poté můžeme vytvořit závislostní křivku síla posuv $F-v$, nebo síla deflexe $F-u$. Toto však znamená, že ziskem z testu nejsou přímá data, jako například u tahové zkoušky, ale soubor dat, který slouží k výpočtu těchto vlastností a následné korelaci k výsledkům z konvenčních materiálových zkoušek [5].



Obr. 3 typická křivka z dat získaných při SPT upraveno dle [10]

Charakteristický záznam průběhu zatížení na posun razníku může být, podobně jako u standardní tahové zkoušky, rozdělen na 5 oblastí viz Obr. 3.

Oblast I je charakteristická makro-plastickou deformací vzorku v důsledku vysokého počátečního kontaktního napětí. Převládá elastická deformace, tím pádem odtižením zkušebního vzorku v této oblasti nevyvolá žádnou makroskopickou trvalou deformaci

Oblast II, označovaná jako plastický ohyb, je charakteristická odklonem od lineariry spojeným s šířením zplastizované oblasti přes tloušťku vzorku a následně v radiálním směru. Dochází k poklesu rychlosti zatěžování vysvětlen tzv. Membránovým efektem při změně úhlu styku razníku s deformovaným vzorkem.

Oblast III začínající inflexním bodem je definovaná přechodem od plastického ohybu k membránovému protahování díky zpevňování materiálu.

Oblast IV je určena tvorbou hrdla v kontaktu razníku se vzorkem, podobnému jako je tvorba krčku u tahové zkoušky. Oblast je zakončena nejvyšším naměřením zatížením F_m

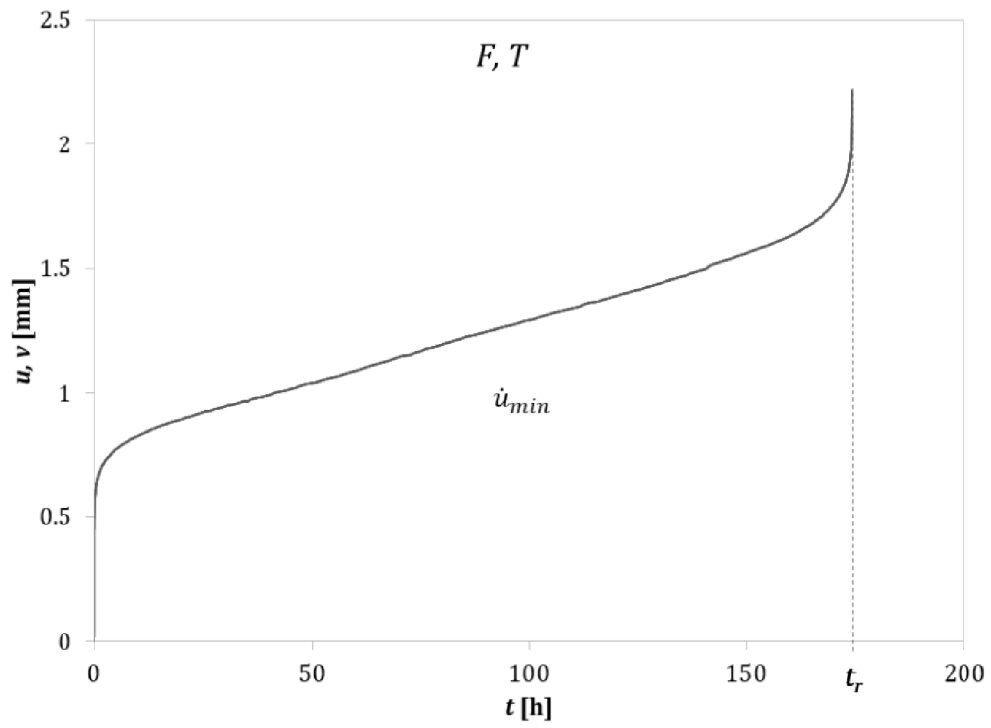
Oblast V reprezentuje strmý pokles zatížení díky iniciaci trhliny a jejím růstem [1].

3.1 Small punch creep test

Creepovou penetrační zkoušku krátce SPC provádíme na sestavě podobné klasické SPT, kdy razník zakončený hemisférickou plochou, nebo kuličkou protlačujeme za zvýšené teploty a konstantní síly přes miniaturní kotoučový vzorek, do proražení tělesa. Deformaci vzorku pak měříme extenzometrem buď v kontaktu se spodní částí vzorku, kde získáme deflexi (u), nebo připevněný na razník pro získání posunu (v).

Malé rozměry zkušebních vzorků vedou k jednoduchému ovlivnění výsledků, proto je zásadní provádět zkoušky v inertním prostředí, aby se zabránilo oxidaci nebo korozi povrchů tělesa vystavených zvýšené teplotě. Materiály horní a dolní matrice držáku vzorku by také měly mít stejné nebo velmi podobné hodnoty součinitele teplotní roztažnosti, jak testovaný materiál, z důvodu minimalizace tepelného namáhání při testu [9].

Získaná data mají formu křivky posun-čas $v(t)$ a ekvivalentní napětí-čas do lomu $\sigma(t_r)$, ze kterých poté korelujeme na jednoosý stav.



Obr. 4 typická křivka posun-čas získaná při SPC [5]

4 Vzorky

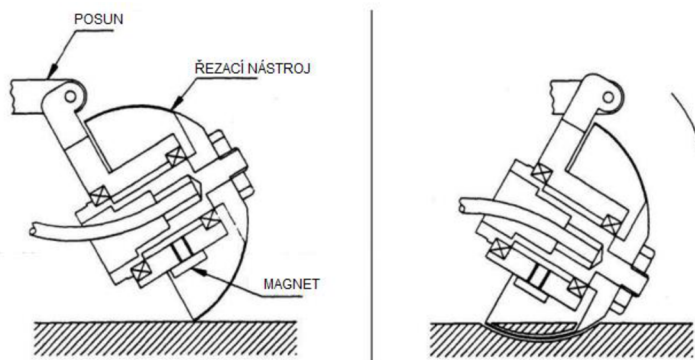
4.1 Odběr materiálu

Nedestruktivnost odběru zkušebního materiálu z povrchu zařízení je jedna z největších předností metody Small Punch Test. K dosažení této vlastnosti je zapotřebí, aby materiál z vnějšího a/nebo vnitřního povrchu posuzovaného zařízení byl odebrán bez porušení jeho integrity, provozní spolehlivosti a nutnosti následných oprav. Pro tento způsob byla vyvinuta specializovaná odběrová zařízení pracující na dvou principech [1]:

1. Mechanické odbroušení
2. Elektrojiskrového řezání

4.1.1 Odběr materiálu na principu mechanické odbrušování

Materiál je odebírán z povrchu součásti pomocí tenké rotující frézy většinou půlkruhovitěho tvaru. Nástroj odebírá mezivrstvu mezi vzorkem a součástí rotací frézy kolem své osy a postupným posouváním do záběru rotací kolmo na svou osu, viz Obr. 5. Tento proces může trvat v závislosti na materiálu až 3 hodiny. Získaný vzorek nabývá pak závisle na typu nástroje tvaru „lodičky“ nebo kulového vrchlíku o tloušťce 3-4 mm a šířky/průměru 25 mm [11]. Pro vzorky daných velikostí je důležité zajistit absenci tepelných a deformačních vlivů na mechanické vlastnosti materiálu, což vede právě k pomalým posuvům do záběru a potřebě intenzivního chlazení vodou. Ze získaného vzorku materiálu je možno poté připravit až 4 disky o průměru 8 mm a tloušťce 0,5 mm pro penetrační testy viz Obr. 6 [1].



Obr. 5 Schéma rotační frézy s brusnými hranami upraveno dle [5]



Obr. 6 Vzorky pro penetrační testy odebrané ze zkušebního materiálu [12]

4.1.2 Odběr materiálu na principu elektrojiskrového řezání

Metoda odběru je založena na principu selektivního odtavování malých částic materiálu sérii výbojů mezi komponentem, napojeným na anodu a nástrojem, jako katodou. Elektroda ve tvaru části kruhu se pomalu přisouvá do materiálu a výboji elektroerozivně odbourává materiál s minimálním vlastním pnutím v místě odběru. Výsledný vzorek má typický tvar kulového vrchlíku délky 30 mm a tloušťky až 6 mm. Mezi hlavní přednosti metody patří nízká cena, snadná obsluha a nenáročné přizpůsobení specifickým potřebám odběru vzorků [12].

4.2 Úprava vzorků

Zkušební vzorky pro zjištění mechanických a creepových vlastností mají standardně tvar kruhového kotouče o průměru 8 mm a tloušťky 0,5 mm. Pro přesnost zkoušky je potřeba eliminovat vliv poškození povrchu vzorku jeho úpravou (+miniaturní dodělat). Vzorek je z připraveného materiálu obroben minimálně na požadovanou tloušťku $h_0 + 0,1$ mm. Poté je vzorek broušen z obou stran papírem s velikostí abrazivních částic P320 a následným dokončením P1200, aby bylo dosaženo konečné tloušťky s tolerancí maximálně 1 %. Protože zkušební vzorek je během zkoušky upnut, tolerance jeho průměru není kritická, ale přesto by měla dosahovat podobné přesnosti, aby bylo zajištěno dostatečné upnutí [5].

Použití jiných tvarů vzorků je přípustné za předpokladu, že jsou splněny požadavky na tloušťku a povrchovou úpravu, a lze je řádně upnout. Pro získání makroskopických vlastností materiálu musí být obsažen ve vzorku reprezentativní objemový prvek. Proto by měl vzorek obsahovat nejméně 5 zrn v průřezu tloušťky [5].

5 Korelace výsledků SPT a SPC na konvenční materiálové zkoušky

5.1 Mez kluzu R_p

Přechod mezi elastickými a plastickými podmínkami v SP testu lze charakterizovat pomocí síly F_e . Tato síla je potřebná právě pro odhad meze kluzu R_p . Sílu F_e získáme jako sílu f_A v bodě A, který získáme prodloužením, čistě plastické a čistě elastické části na křivce v záznamu. Metodu pro získání křivek volíme podle druhu měřených hodnot.

Pro deflexi (u) použijeme bilineární metodu. Bilineární funkci $f(u)$ proložíme od počátku křivky přes body A a B takto [5]:

$$f(u) = \frac{f_A}{u_A} u; \text{ pro } 0 < u < u_A \quad (1)$$

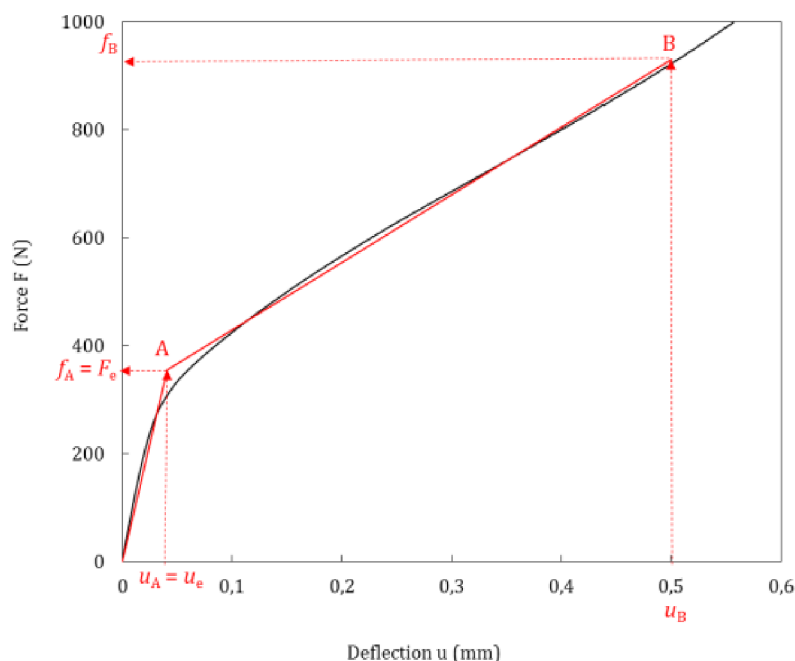
$$f(u) = \frac{f_B - f_A}{u_B - u_A} (u - u_A) + f_A; \text{ pro } u_A < u < u_B \quad (2)$$

kde f_A hodnota síly v bodě A
 u_A hodnota deflexe vzorku v bodě A
 f_B hodnota síly v bodě B
 u_B hodnota deflexe vzorku v bodě B
 u hodnota deflexe vzorku

Za hodnotu deflexe vzorku v bodě B u_B je doporučeno dosadit původní tloušťku vzorku.

Parametry f_B , f_A a u_A získáme jejich variací a minimalizací chyb skrz funkci:

$$err = \int_0^{u_B} [F(u) - f(u)]^2 du \quad (3)$$



Obr. 7 Aproximace F_e bilineární funkcí $f(u)$

Alternativně při získání posunutí (v) použijeme proložení trilineární funkce z počátku křivky přes body 0, A a B následovně [5]:

$$f(v) = 0; \text{ pro } 0 < v < v_A \quad (4)$$

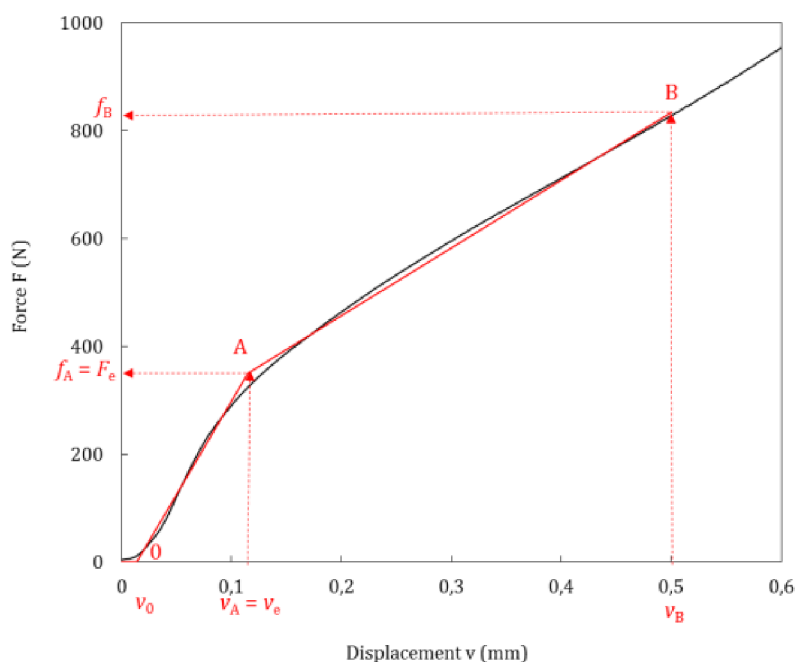
$$f(v) = \frac{f_A}{v_A - v_0} (v - v_0); \text{ pro } v_0 < v < v_A \quad (5)$$

$$f(v) = \frac{f_B - f_A}{v_B - v_A} (v - v_A) + f_A; \text{ pro } v_A < v < v_B \quad (6)$$

kde v_A hodnota posunutí razníku v bodě A
 v_B hodnota posunutí razníku v bodě B
 v_0 hodnota posunutí razníku, pro překonání vlivu tvrdosti materiálu
 v hodnota posunutí razníku

Podobně jako u deflexe za posunutí v_B je doporučeno dosadit původní tloušťku vzorku a zbytek parametrů f_A, f_B, v_0 a v_A pomocí funkce minimalizování chyb:

$$err = \int_0^{v_B} [F(v) - f(v)]^2 dv \quad (7)$$



Obr. 8 Aproximace F_e pomocí trilineární funkce

Jelikož mez kluzu $R_{p0,2}$ představuje předěl mezi plastickým a elastickým chováním, získaná hodnota F_e je ideální pro korelaci výsledků SPT s hodnotami $R_{p0,2}$ normalizovanými hodnotami jednoosých tahových zkoušek. Je nutné podotknout, že normalizovaná zkouška tahem má jednoosý stav napětí, zatímco SPT má stav napětí víceosý.

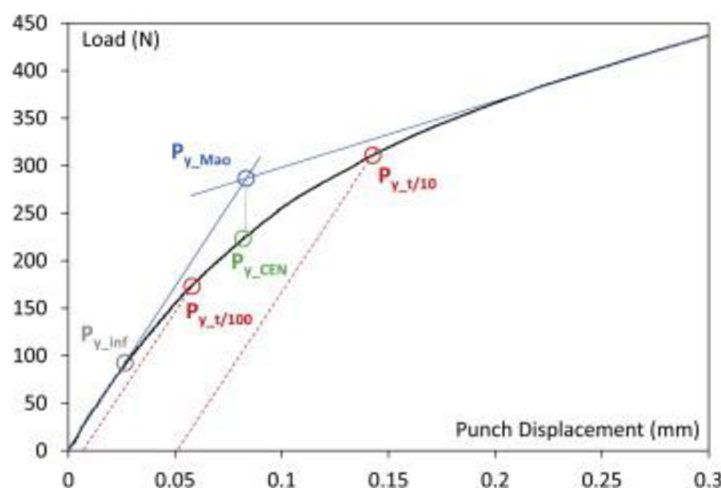
V případě testování anizotropních materiálů je poté získána hodnota $R_{p0,2}$ reprezentativní pro nejslabší směr z rovin zkušební vzorku. Většina empirických vztahů pro získání hodnoty $R_{p0,2}$ se řídí strukturou rovnice [9]:

$$R_{p0,2} = \beta_{Rp0,2} \cdot \frac{F_e}{h_0^2} \quad (7)$$

kde $\beta_{Rp0,2}$ korelační koeficient
 F_e síla na přechodu plastické a elastické oblasti
 h_0 původní tloušťka vzorku

Korelační koeficient $\beta_{Rp0,2}$ je závislý na počátečním rozměru zkušební vzorku, konstrukčním provedení testovacího zařízení a druhu měřené hodnoty. Při použití měřicího zařízení s rozměry pro standardní vzorek z tabulky 1. nabývá $\beta_{Rp0,2}$ hodnoty 0,510 pro deflexi (u) a 0,479 pro posunutí (v). Hodnoty jsou nastavené pro oceli s rozsahem meze kluzu od 200 do 1000 MPa.

Alternativně, jak ukazuje práce [13], se jako jednodušší, ale stejně validní korelace výsledků projeví metoda určení síly pro výpočet F_e podobně jako u konvenční tahové zkoušky bodem zkržení křivky SPT s přímkou rovnoběžnou s počátečním sklonem a jejím posunutím o $h_0/10$ viz Obr. 9. Za korelační koeficient $\beta_{Rp0,2}$ poté dosadíme hodnotu 0,346.

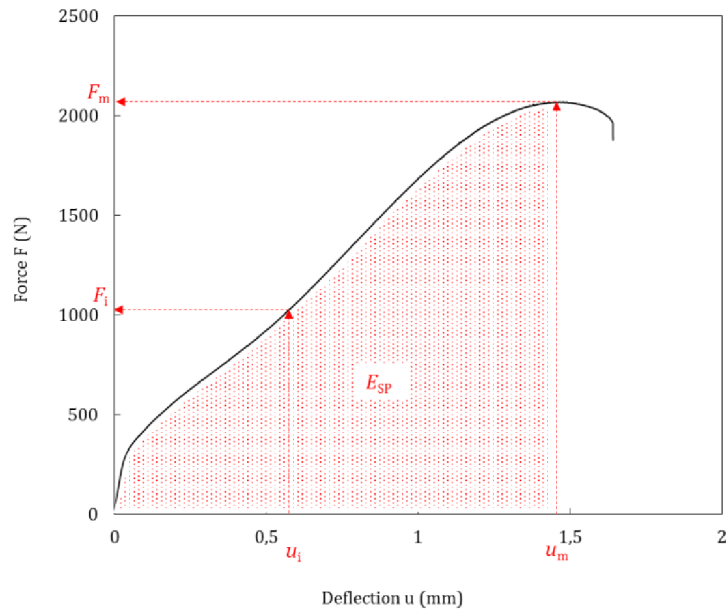


Obr. 9 Rozdílné metody určení síly F_e [13]

5.2 Mez pevnosti R_m

Hodnoty, které budeme dále používat v korelačních vztazích meze pevnosti jsou poměrně jednodušší na získání. Sílu F_m získáme jako maximální naměřenou sílu v celém průběhu testu. K síle F_m poté koresponduje deflexe u_m , nebo prodloužení v_m , podle druhu měřených dat.

Síla F_i představuje sílu na počátku plastické nestability. Její hodnota se ze získaných dat odečte na základě deflexe, nebo posuvu podle tabulky 2 rozebranou dále v kapitole.



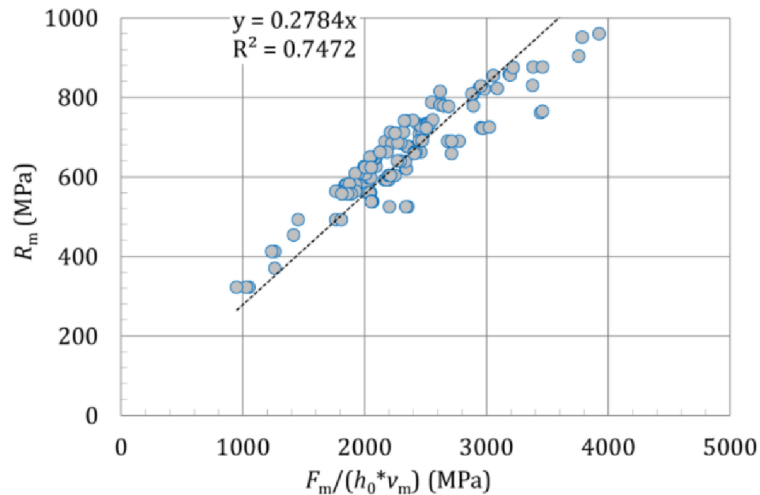
Obr. 10 příklad určení F_m , u_m , F_i a u_i [5]

Korelační vztahy pro mez pevnosti podle normy vypadají velice podobně vztahům pro mez kluzu. První vztah narozdíl od předešlého vztahu dělí sílu pro výpočet hodnotou původní šířky vzorku vynásobenou deflexí při dosažení maximální síly u_m . Toto vyjádření lépe reprezentuje širší škálu materiálů, jelikož většina z nich vykazuje před dosažením maximálního zatížení tvorbu hrdla. Maximální zatížení poté působí na sníženou tloušťku, což je mnohem lépe reprezentováno právě zahnutím parametru deflexe při maximálním zatížení u_m [13]. Vztah pro korelaci při použití maximální síly při testu F_m :

$$R_m = \beta_{Rm} \cdot \frac{F_m}{(h_0 \cdot u_m)} \quad (8)$$

kde β_{Rm} korelační koeficient
 F_m maximální dosažená síla při testu

Korelační faktor β_{Rm} je stejně, jako předtím závislí na parametrech zkušební sestavy, zejména na poloměru zakončení razníku, průměru otvoru ve spodní opěrné matici, provedení zkosení a tloušťce vzorku. Univerzální hodnota koeficientu se kvůli rozmanitosti použitých rozměrů součástí testu v minulosti hledá obtížně. Norma nám dává rozmezí $0,19 \leq \beta_{Rm} \leq 0,32$, s příkladem pokusu o nalezení obecnější hodnoty v práci [14], která po simulaci a testování širší škály materiálů a teplot dostala hodnotu $\beta_{Rm} = 0,278$.



Obr. 11 korelace R_m z jednoosých tahových zkoušek a hodnot získaných z testů SPT podle rov. (8) [14]

Podle stejné práce [14] je však maximální síla F_m silně závislá na vlivu deformačního zpevnění materiálu, a proto nevhodná pro přesný odhad R_m . Obecně u materiálů s identickou mezí pevnosti R_m se hodnoty F_m výrazně zvyšují s rostoucím rovnoměrným přetvořením, zatímco deflexe (u) při maximální síle zůstávají v podobném rozmezí. Tento jev je způsoben skutečností, že při SPT plastická deformace ve vzorku při maximální síle je mnohem významnější než při standardní tahové zkoušce.

V normě se proto zavedl i druhý, obecně přesnější vztah při použití síly F_i :

$$R_m = \beta_{Rm} \cdot \frac{F_i}{h_0^2} \quad (9)$$

Jelikož síla F_i představuje sílu na počátku plastické nestability při deflexi u_i , uvolňuje tento korelační vztah od větší závislosti na tažných vlastnostech zkoušeného materiálu. Autor práce se u vztahu vrátil k formě dělení h_0^2 , pouze aby získaný koeficient β_{Rm} zůstal bezrozměrný. Na základě dat získaných v práci [14] norma udává korelační faktory β_{Rm} a hodnoty pro výpočet F_i v závislosti na parametrech zkoušky.

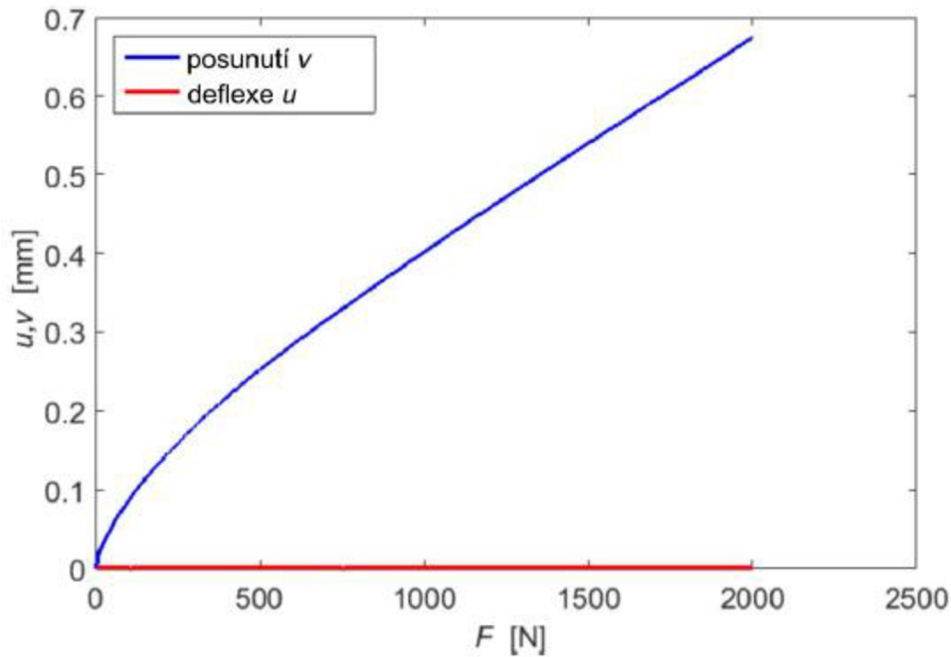
Tabulka 2 parametry pro rovnici (9) v závislosti na geometrii SPT a druhu měřených hodnot [5]

Vzorek	Poloměr zakončení razníku [mm]	Průměr otvoru spodní opěrné matrice [mm]	Zkosení spodní opěrné matrice	Tloušťka a vzorku [mm]	Měřené hodnoty	deflexe/posunutí [mm]	β_{Rm}
Standardní	1,25	4,0	0,2 x 45°	0,5	Deflexe	0,552 (u_i)	0,19 2
Standardní	1,25	4,0	0,2 x 45°	0,5	Posunutí	0,645 (v_i)	0,17 9
Miniaturní	0,5	1,75	0,2 x 45°	0,25	Deflexe	0,282 (u_i)	0,20 5
Miniaturní	0,5	1,75	0,2 x 45°	0,25	Posunutí	0,320 (v_i)	0,19 7

Při použití dat posuvu razníku (v) namísto deflexe (u) pro charakterizaci meze pevnosti materiálu potřebujeme získat posuv razníku na jeho špičce, která je v přímém kontaktu se vzorkem. Pohyb tohoto bodu však nelze měřit přímo, a naměřená hodnota posuvu (v_{ref}) koresponduje k posuvu referenčního bodu na razníku ve vzdálenosti L_p , od špičky. Poddajnost tlačné tyče a razníku, označená jako C_p , způsobuje, že při testu pod tlakem se tyto části stlačí a tím zkreslí měřenou hodnotu posuvu. Výsledná hodnota posuvu musí být poté pro další výpočty korigována podle rovnice [9]:

$$v = v_{ref} - F(v_{ref}) \cdot C_p \quad (10)$$

Hodnotu korekčního faktoru poddajnosti C_p podle normy určíme experimentálně nebo numericky. Pro experimentální určení C_p nahradíme vzorek tvrdým materiálem a provedeme zkoušku stejně jako u standardního vzorku do maximálního zatížení u něho standardně pozorovaného.



Obr. 12 Typické hodnoty poddajnosti C_p zkušební sestavy [9]

Numericky spočítáme poddajnost sestavy C_p z následujícího vztahu [5]:

$$C_p = \frac{4}{\pi E_y} \cdot \frac{L_p}{D_p^2} \quad (11)$$

kde E_y modul pružnosti v tahu razníku
 L_p vzdálenost referenčního bodu od špičky
 D_p průměr razníku

Pokud je razník složen z více částí, pak výslednou poddajnost získáme součtem jejich hodnot jednotlivých součástí.

5.3 Tranzitní teplota

Potřeba stanovit teplotu přechodu chování materiálu z houževnatého na křehké neboli tranzitní teplotu či DBTT na špatně dostupných materiálech byl jedním z prvních vlivů pro stanovení SPT. Zavedená korelace výsledků z SPT s konvenční zkouškou Charpyho kladivem je tedy široce přijatá ve tvaru [9]:

$$T_{sp} = \alpha \cdot T_{cvn} \quad (12)$$

kde T_{sp} tranzitní teplota zjištěna pomocí SPT
 T_{cvn} tranzitní teplota zjištěna na Charpyho kladivu
 α korelační faktor

Korelační faktor α určuje norma jako 0,42 pro standardní vzorek a 0,38 pro miniaturní vzorek.

Tranzitivní teplotu podle SPT (T_{sp}) získáme provedením testu pro několik vzorků při škále teplot od kryogenních až po vysokoteplotní. Ze získaných dat pak vypočítáme energii spotřebovanou na vytvoření trhliny E_{sp} . Celkovou spotřebovanou energii E_{sp} spočítáme jako plochu pod naměřenou křivkou do bodu maximální naměřené síly F_m pomocí integrálu [9]:

$$E_{sp} = \int_0^{u_m} F(u) du \quad (13)$$

Získanou energii poté zkoriguje pomocí maximální síly F_m :

$$E_n = \frac{E_{sp}}{F_m} \quad (14)$$

Spojením výsledků pro různé teploty získáme závislost $E_n(T)$. Pro tuto závislost vytvoříme křivku hyperbolického tangentu ve formě [9]:

$$E_n(T) = A + B \cdot \tanh\left[\frac{T - T_{sp}}{C}\right] = \frac{E_{US} + E_{LS}}{2} + \frac{E_{US} - E_{LS}}{2} \cdot \tanh\left[\frac{T - T_{sp}}{C}\right] \quad (15)$$

kde E_{US} nejvyšší dosažená zkorigovaná energie

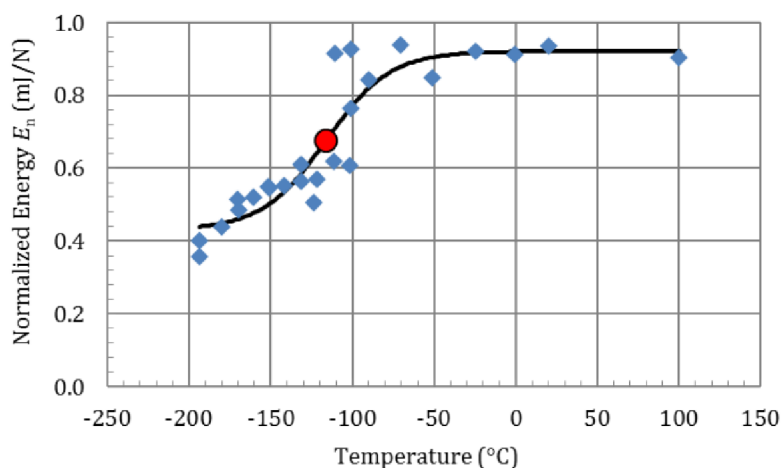
E_{LS} nejnižší dosažená zkorigovaná energie

A, B, C statistické parametry

Koeficienty a výslednou teplotu T_{sp} získáme použitím metody nejmenších čtverců:

$$\sum_{i=1}^N \left[A + B \cdot \tanh\left[\frac{T_i - T_{sp}}{C}\right] - E_n(T_i) \right]^2 \rightarrow Min \quad (16)$$

Norma určuje minimální počet vzorků $N = 12$, z toho alespoň 3 na vyšší energetické rovině.



Obr. 13 Ukázka vyhodnocených dat pomocí tanh pro ocel X10CrWMoVNb 9-2 [5]

Alternativně T_{sp} můžeme získat analýzou vzorků po jejich prasknutí. Po jednotlivých testech je změřena tloušťky vzorku h_f v místě trhliny. Naměřené hodnoty pak společně s původní tloušťkou vzorku h_0 dosadíme do rovnice pro lomové namáhání [9]:

$$\varepsilon_f = \ln\left(\frac{h_0}{h_f}\right) \quad (17)$$

Úpravou rovnice (15) poté získáme vztah pro křivku:

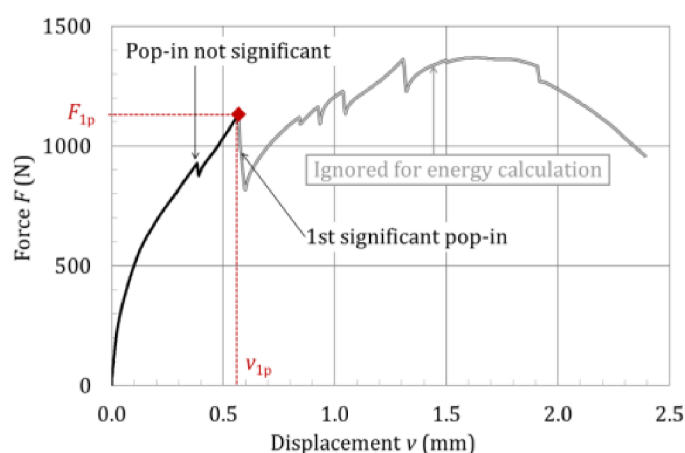
$$\varepsilon_f(T) = A_\varepsilon + B_\varepsilon \cdot \tanh\left[\frac{T - T_{sp,\varepsilon}}{C_\varepsilon}\right] = \frac{\varepsilon_{US} + \varepsilon_{LS}}{2} + \frac{\varepsilon_{US} - \varepsilon_{LS}}{2} \cdot \tanh\left[\frac{T - T_{sp,\varepsilon}}{C_\varepsilon}\right] \quad (15)$$

kde ε_{US} nejvyšší dosažená deformace
 ε_{LS} nejnižší dosažená deformace
 $A_\varepsilon, B_\varepsilon, C_\varepsilon$ Statistické koeficienty

Koeficienty a výslednou teplotu $T_{sp,\varepsilon}$ pak opět získáme použitím metody nejmenších čtverců do rovnice:

$$\sum_{i=1}^N \left[A_\varepsilon + B_\varepsilon \cdot \tanh\left[\frac{T_i - T_{sp,\varepsilon}}{C_\varepsilon}\right] - \varepsilon_f(T_i) \right]^2 \rightarrow Min \quad (16)$$

Při testování vzorků z křehkých materiálů se můžou na naměřené křivce projevit nespojitě poklesy zatížení způsobené iniciací a následným zastavením trhliny. V případě výskytu tohoto tzv. pop-in jevu je doporučeno nahradit um v rovnici (13) za deflexi při prvním výrazném poklesu zatížení u_{1p} a F_m v rovnici (14) za sílu při prvním výrazném poklesu zatížení F_{1p} . Menších poklesů zatížení se může projevit na křivce více, proto norma stanovuje výrazný pokles zatížení jako ten, který sníží zatížení minimálně o 10% maximální síly dosažené při testu [9].



Obr. 14 ukázka vyhodnocení křivky při výskytu pop-in jevu [5]

5.4 Lomová houževnatost

Neexistuje žádný jediný parametr pro kvantifikaci lomové houževnatosti kovových materiálů pomocí standardních postupů. Zvolený parametr pro charakterizaci lomové houževnatosti závisí na obecném chování (tvárná, křehká nebo přechodová oblast), specifické fázi procesu lomu (iniciace trhliny, nestabilita, tvárné trhání) a triaxialitě čela trhliny (rovinná napjatost, rovinná deformace). Kromě toho existují 3 způsoby vyjádření lomové houževnatosti, kterým při korelaci s SPT věnujeme zvláštní pozornost: napětový přístup pomocí K , energetický přístup s J nebo čistě geometrický způsob pomocí δ [9].

Jelikož všechny standardní lomové zkoušky používají vzorky opatřené trhlinou, doporučuje se pro přesnější korelaci mezi lomovou houževnatostí a zkouškami SP použít i u SPT vzorky s vrubem.

Pro odhad ekvivalentní lomové deformace ε_f se používá široce přijatý vztah navržený Chakrabartym [15] ve tvaru:

$$\varepsilon_f = \ln \left(\frac{h_0}{h_f} \right) \quad (17)$$

kde ε_f lomová deformace
 h_0 původní tloušťka zkušebního tělesa
 h_f Konečná tloušťka zkušebního tělesa přiléhající oblasti lomu

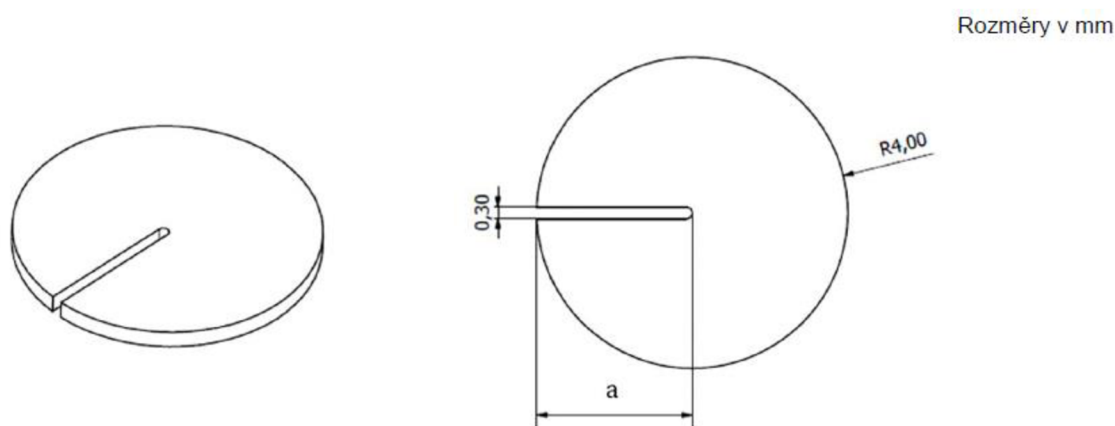
Stejně jako u jiných vlastností byl stanoven lineární vztah s lomovou houževnatostí testováním specifických materiálů, jako například různé třídy slitin CrMo [16] a uhlíkových ocelí [17] použitím rovnice ve tvaru:

$$J_{Ic} = K \cdot \varepsilon_f - J_0 \quad (18)$$

kde J_{Ic} Lomová houževnatost při rovinné deformaci určená z J-integrálu
 K, J_0 materiálově závislé empirické koeficienty

Hodnoty koeficientů K, J_0 souvisí s materiálovými vlastnostmi a rozměry vzorků SP. Jejich hodnoty pro různé materiály je potřeba najít v literatuře jako například [3, 13, 16, 17].

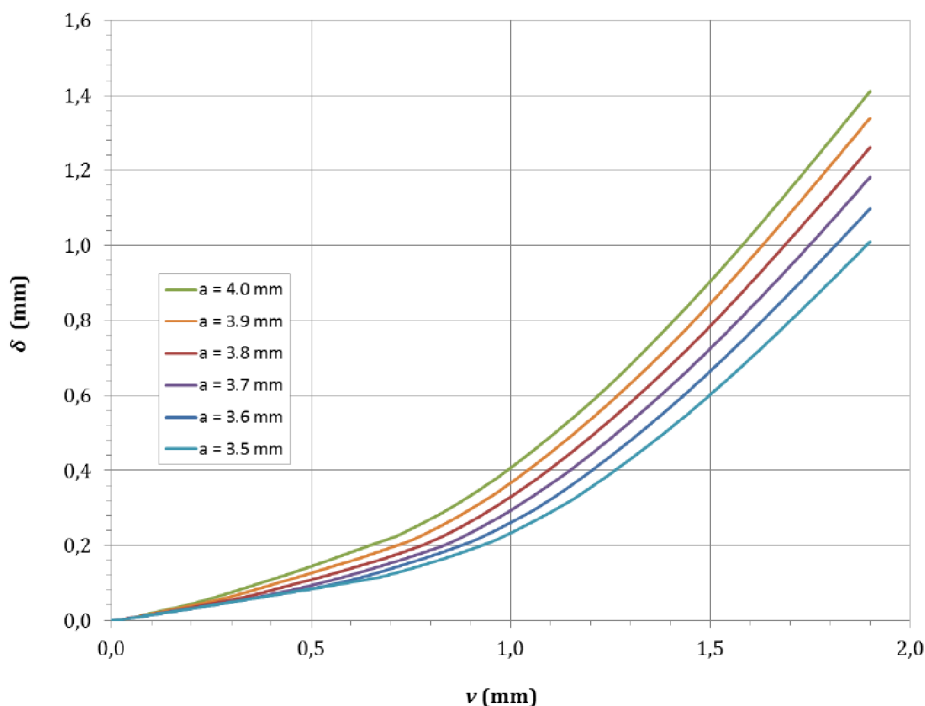
Alternativně při použití vrubového vzorku jak podle [18] s bočním vrubem s čelem přibližně ve středu zkušebního tělesa viz Obr. 15 vzorek vykazuje chování blízké chování vzorku s trhlinou.



Obr. 15 Vrubové zkušební těleso [5]

U takového vzorku lze sledovat vývoj trhliny během zkoušky například pomocí endoskopické kamery. Rozevření vrubu v bodu iniciace trhliny vykazuje shodu s δ v okamžiku iniciace trhliny u standardních lomových vzorků. Při předpokladu, že posunutí (v) odpovídající iniciaci trhliny je při maximální síle (v_{\max}) lze pomocí křivek na Obr. 16 toto posunutí korelovat s iniciací trhliny δ_{Ic} . Poté lze δ_{Ic} konzervativně vyjádřit prostřednictvím J_{Ic} pomocí rovnice ve tvaru [5]:

$$J_{Ic} = R_{p0,2} \cdot \delta_{Ic} \quad (19)$$



Obr. 16 Odhad δ u vrubového zkušební tělesa z posunutí v [5]

5.5 Korelace creepových vlastností

Hlavním problémem a zdrojem chyb při korelaci dat z SPC zkoušek pro odhad jednoosých vlastností je převod aplikované síly F (N) na ekvivalentní jednoosé napětí σ (MPa). Pro hrubý odhad konverze můžeme použít Chakrabartyho rovnici pro membránové napětí [15]:

$$\Psi = \frac{F}{\sigma} \quad (19)$$

Poměr Ψ pro standardní vzorek činí $\Psi=1,890$ N/MPa a pro miniaturní $\Psi=0,368$ N/MPa. Tento poměr nezůstává konstantní, ale je závislý na teplotě a napětí v průběhu zkoušky. Hrubý odhad proto není vhodný pro stanovení creepových vlastností materiálu, ale lze použít pro plánování zkušebních matic. Evropská norma [5] proto zavádí optimalizovaný převod síly na napětí založený na datovém fondu obsahujícího 97 jednoosých creepových zkoušek a 159 zkoušek SPC v rozpětí teplot 550 °C až 700 °C a zatížení 300 N až 900 N.

$$\Psi = \frac{F}{\sigma} = 1,916 \cdot v_{min}^{0,6579} \quad (20)$$

kde v_{min} posun v místě nejnižší rychlosti posunu

Ze stejné souboru dat se poté odvodila optimalizovaná rovnice pro ekvivalentní minimální rychlost deformace $\dot{\epsilon}(1/h)$:

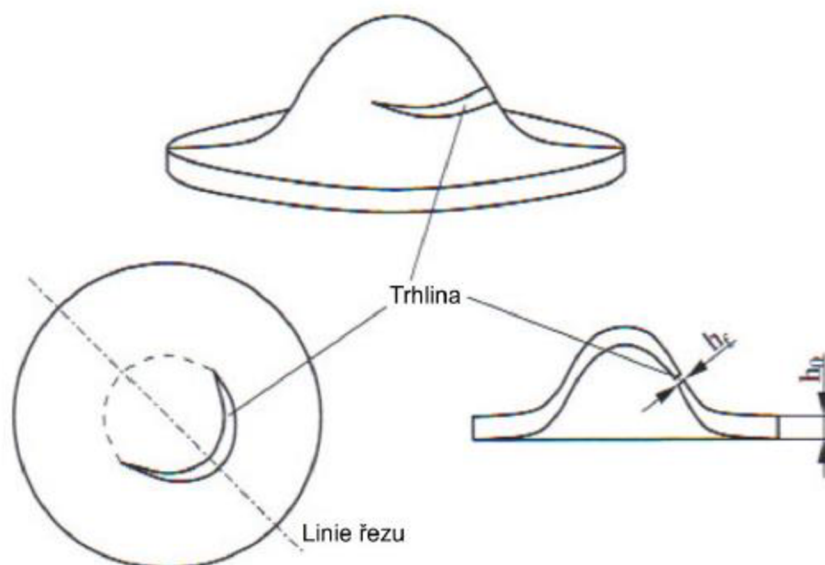
$$\dot{\epsilon}_{min} = 0,3922 \cdot u_{min}^{-1,191} \quad (21)$$

Získané minimální rychlosti deformace se poté použijí pro určení parametrů Monkman-Grant nebo Nortonova creepového zákona [5].

6 Vyhodnocení zkušebního tělesa po zkoušce

6.1 Konečná tloušťka vzorku h_f

Zkušební těleso je pro určité postupy, jako například odhad lomové houževnatosti, potřeba po ukončení zkoušky analyzovat. Jako například pro zjištění hodnoty konečné tloušťky zkušebního tělesa přiléhající oblasti lomu h_f . Pro získání této hodnoty potřebujeme po zkoušce vzorek dělit pomocí vysoce přesné pily, nebo elektrojiskrovým obráběním v pozici lomu, viz Obr. 17 [9].

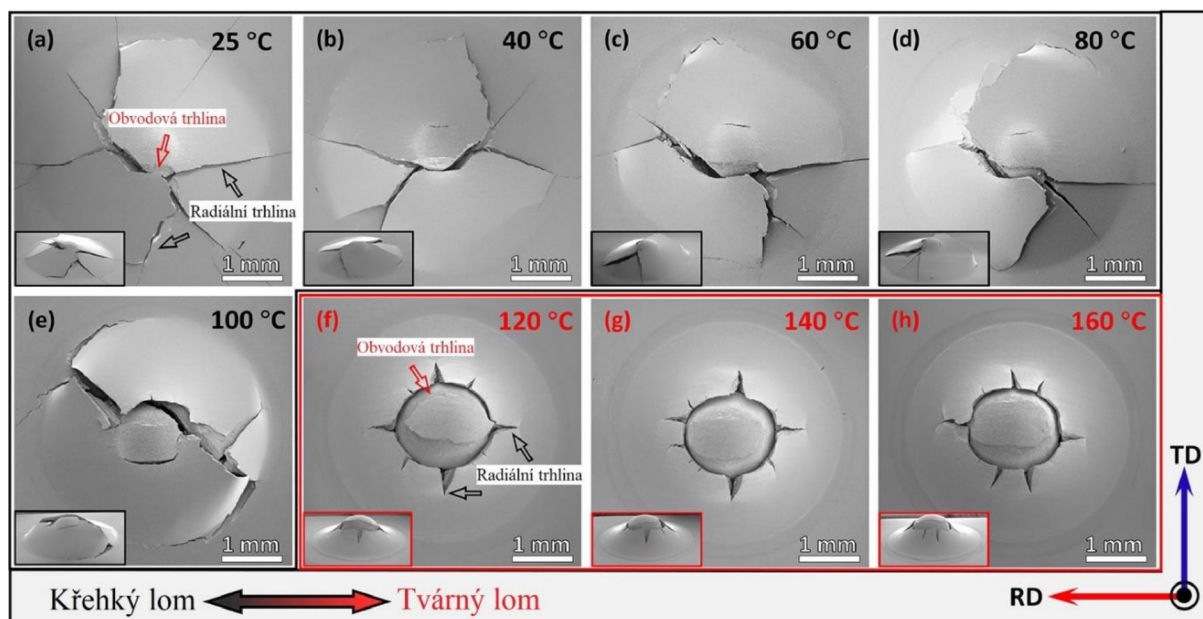


Obr. 17 Schématický náčrt prasklého vzorku SPT [9]

Alternativně se dají použít nedestruktivní techniky jako například 3D optická mikroskopie nebo rentgenová počítačová tomografie. Jelikož tyto metody analyzují vzorek pod různými úhly výsledky měření h_f jsou poté přesnější a spolehlivější [9].

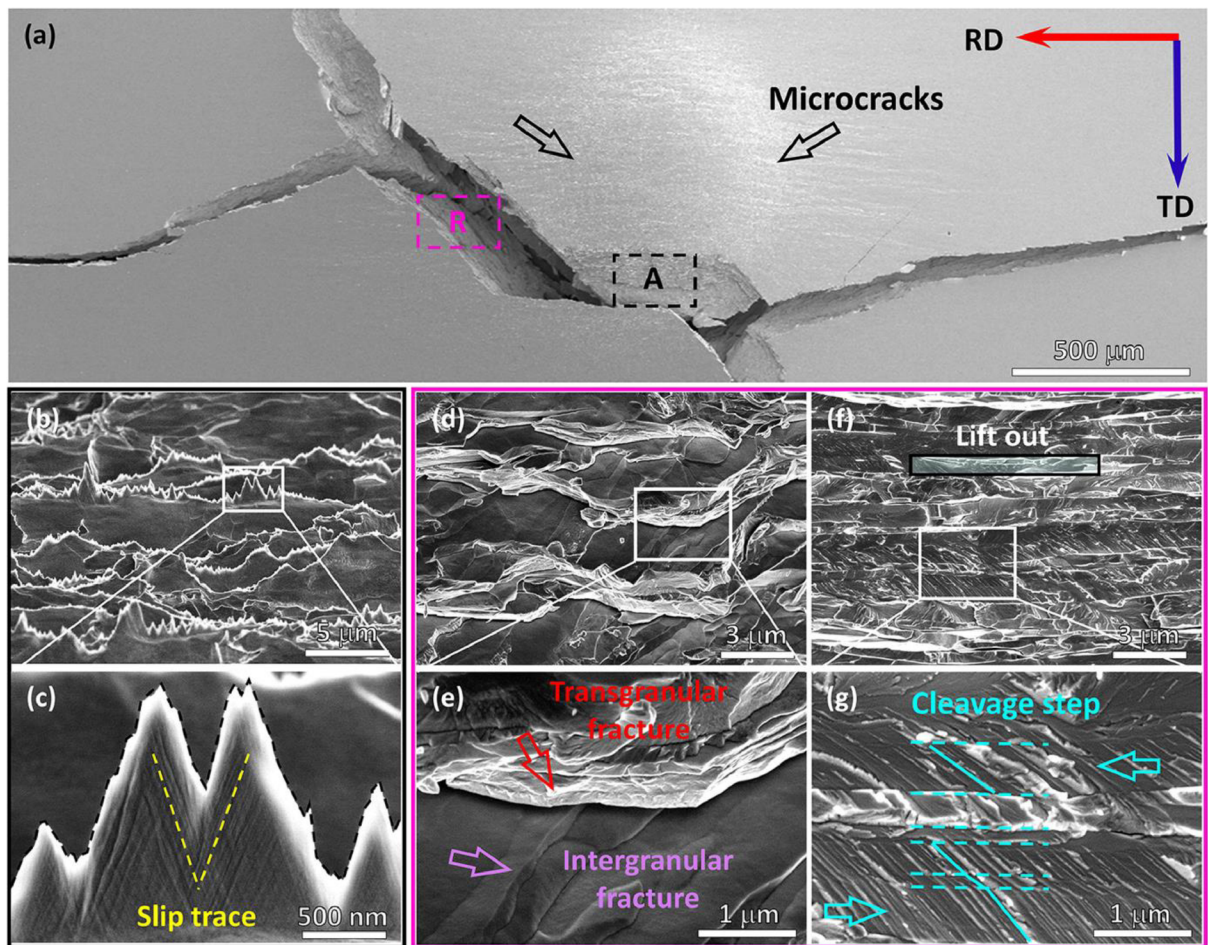
6.2 Fraktografie

Další formou vyhodnocení vzorku po zkoušce je elektronová mikroskopie hlavních ploch vzorku a povrchu trhliny lomu, pro bližší analýzu jednotlivých mechanik selhání vzorku. Nejčastější používanou metodou mikroskopie pro vzorky SPT je rastrovací elektronová mikroskopie (SEM) s detektory sekundárních elektronů. Výstupy mikroskopie touto metodou jsou černo-bílé snímky s rozlišením několik mikrometrů.



Obr. 18 SEM snímky lomových povrchů válcovaného wolframu po SPT při různých teplotách upraveno dle [18]

Obrázek 18 ukazuje typické lomové povrchy vzorků po zkoušce SPT, pro zjištění DBTT, při různých teplotách ukazující dobrý kontrast mezi typickým vzhledem lomu mezi křehkými a tvárnými materiály. Vzorky 18(a) až (e), testovány pod teplotou DBTT pro daný materiál, vykazují hvězdicový tvar lomu díky radiálním trhlinám, typickým pro křehké materiály. Oproti tomu pro vzorky 18(f) až (h) testované nad DBTT jsou výraznější trhliny obvodové znamenající kuželovitý lom typický pro tvárné materiály [18].

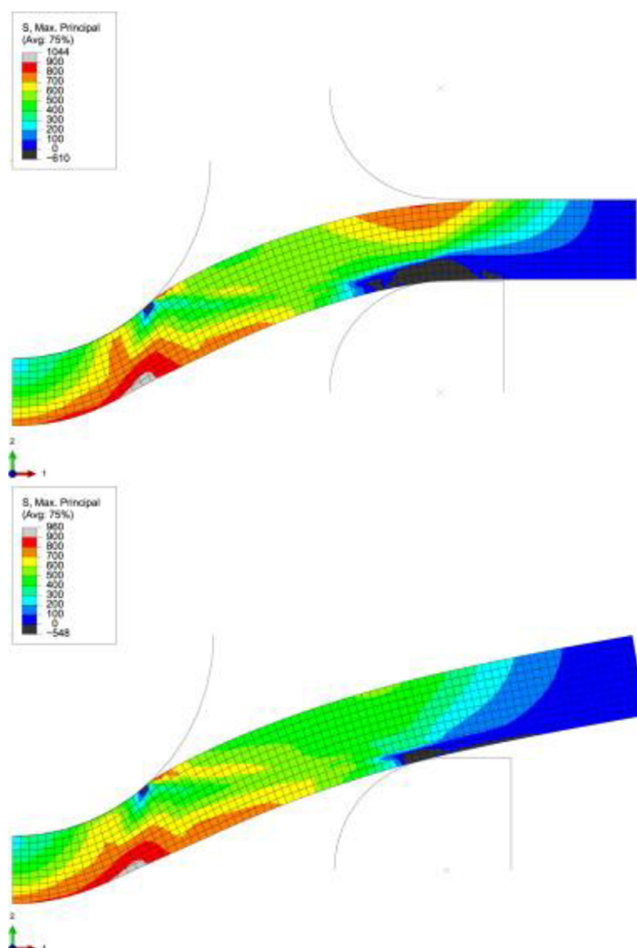


Obr. 19 Morfologie lomu vzorku válcovaného wolframu za pokojové teploty (25 °C) [18]

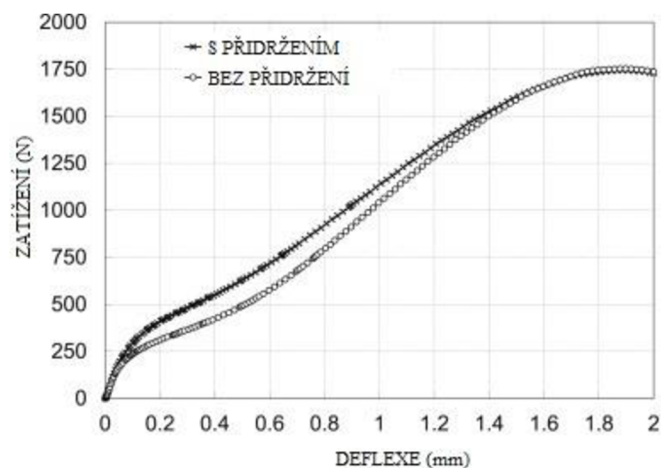
Jako příklad analýzy mikroskopie lomu vzorku jsem si vybral válcovaný wolfram díky přítomnosti více morfologických jevů v křehkém lomu jednoho vzorku. Obr. 19 ukazuje povrch lomu válcovaného wolframu po SPT při teplotě 25 °C. Podél trhliny můžeme najít dva typy lomových ploch, jmenovitě obvodová trhlina označená jako A a radiální jako R. Snímek 19(b) a (c) ukazuje zvětšení oblasti A zaměřenou na sřížné jazýčky, ve tvaru trojúhelníku, se zbytky skluzových stop charakteristické pro tvárný lom. Zbytek snímků ukazuje morfologii povrchu radiální trhliny. Na snímku 19(e) si můžeme všimnout jak transkrystalického lomu na vrchní části, tak delaminaci vrstev lamel wolframu [18].

7 SPT křehkých materiálů

Standardní zkoušky Small Punch Testu jsou upevněny kvůli stabilitě mezi horní a dolní maticí po dobu testu. Práce [19] však ukazuje, že použití horní matice pro upevnění, oproti její absenci má své nevýhody, a to zvláště při zkoušení materiálu s křehkým lomem. Upínání horní maticí vnáší nedefinovaná napětí na horní straně vzorku, která zkreslují měření, jak je vidět na Obr. 20 a 21. Navíc by bylo ovlivněno nebo dokonce zabráněno šíření radiálních štěpných trhlin v závislosti na upínacím tlaku, nebo mezeře mezi vzorkem a držákem.



Obr. 20 MKP simulace vlivu horní matice na rozložení napětí ve vzorku při posuvu 1 mm u SPT. [19]



Obr. 21 simulace vlivu přidržení horní maticí na průběh SPT upraveno dle [19]

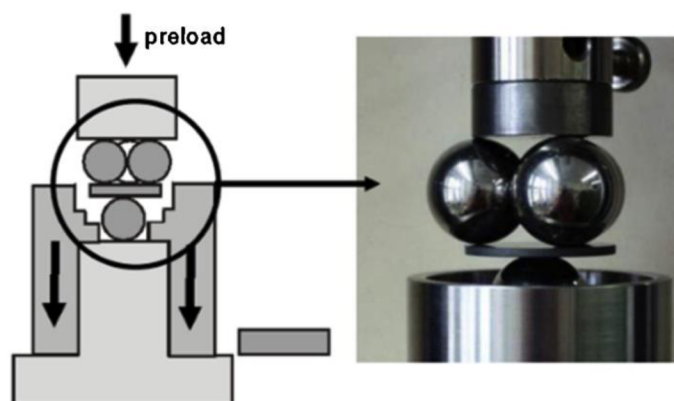
Pro testování křehkých materiálů se tedy bere jako adekvátní použití konfigurace SPT bez horní matice [7, 20, 26, 28]

7.1 Keramika

Keramika je ze své podstaty křehká s nízkou lomovou houževnatostí. Keramické součásti se lhávají v tahu kvůli vadám, které vznikají během zpracování nebo obrábění. V optimalizovaných materiálech jsou takové vady tak malé, že je nelze detekovat současnými nedestruktivními vyhodnocovacími technikami. V keramických materiálech vznikají dva druhy vad. Vnitřní defekty, jako jsou hranice zrn, póry, aglomeráty nebo vměstky, jsou distribuovány v objemu komponent. Vnější vady, spojené s lisováním nebo obráběním, se nacházejí na povrchu. Vzhledem k tomu, že rozložení vad je určeno metodou zpracování, hledá se pevnostní charakterizace „jako zhotovených“ součástí. Zkušební vzorky mají tedy být zpracovány podobně jako předpokládaný způsob výroby. Je důležité si uvědomit, že kvůli velikosti, tvaru a orientaci vad jsou různé, pevnost materiálu se může značně lišit mezi jednotlivými vzorky, a proto pro popis takových materiálů jsou povinné statistické přístupy [7].

Keramické součásti v provozu jsou často biaxiálně zatěžovány. Tento napěťový stav je z hlediska detekce defektů závažnější než jednoosý stav. Navíc biaxiální ohybové testování kotoučů ve srovnání s testy jednoosým tahem nebo ohybem představuje výhody, jako skutečnost, že je charakterizována velká plocha povrchu vzhledem k objemu vzorku a bez okrajových defektů nebo třeba snadnost přípravy vzorku, jelikož mnoho keramických komponentů jako např. rezistory nebo části PZT mají tvar kotoučů nebo tyčí, ze kterých se snadno získávají. Rovněž tímto minimalizujeme potřebný objem materiálu a potřebu obrábění zkušebních vzorků bez ohrožení spolehlivosti dat [7].

Vzhledem k těmto skutečnostem se specificky pro testování keramických materiálů nezávisle na SPT vyvinul velmi podobný test miniaturních vzorků „kulička na tři kuličky“ dále B3B, který se skládá ze systému čtyř kuliček, kde tři kuličky působí jako podpěry pro vzorek ve tvaru disku a čtvrtá kulička působí zatížení na opačnou stranu vzorku [22].



Obr. 22 zjednodušené schéma testu B3B [20]

Bylo prokázáno, že metoda B3B poskytuje přesné hodnoty pevnosti pro různé keramické materiály [22, 23, 24]. Podobnost zkoušek vedla k porovnání metod B3B a SPT pro testování keramických materiálů. V práci [20] byla poté na této podobnosti prokázána validita metody SPT pro charakterizaci keramických materiálu.

7.1.1 Charakteristická pevnost

Při vývoji a výrobě materiálů se hledá odezva součástí na skutečné podmínky zatížení při použití z výsledků laboratorních testů. Weibulova analýza umožňuje vypočítat pravděpodobnosti selhání při specifických napěťových stavech v použití ze statistické analýzy pevnostních hodnot získaných pomocí jednoduchých geometrií vzorků a stavů napětí. Kromě toho je Weibulova distribuce pevnosti použitelná pro srovnání mezi laboratorními výsledky z různých zkušebních konfigurací a velikostí vzorků [7].

Na základě hypotézy nejslabšího článku, kde selhání nastane, jakmile jedna z vzájemně se neovlivňujících vad v objemu materiálu začne narůstat je rozdělení pravděpodobnosti sil popsáno Weibullovou funkcí. Pravděpodobnost P_f , že keramická součást selže při tahovém napětí σ je dána distribuční funkcí vyjádřenou rovnicí:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (22)$$

kde σ_0 napětí pro pravděpodobnost selhání 63,2 %
 m Weibullův modul

Úpravou rovnice pro infinitezimální objem dV získáme:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad (23)$$

Parametr σ_0 lze popsat jako Weibullovu charakteristickou pevnost vzorku s jednotkovým objemem zatíženým rovnoměrným jednoosým tahem, nezávislá na napjatosti nebo geometrii vzorku.

Pomocí úpravy rovnice (23) navržené Johnsem a Tuckerem [25] můžeme získat efektivní objem V_{eff} jako:

$$V_{eff} = \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{max}} \right)^m dV \quad (24)$$

kde σ_{max} maximální napětí při porušení

Po dosažení efektivního objemu získáme rovnici:

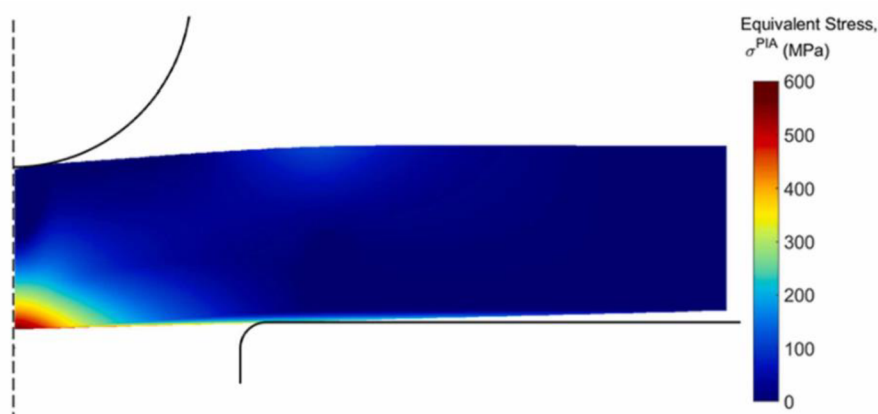
$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_\theta} \right)^m \cdot V_{eff} \right] \quad (25)$$

V_{eff} lze definovat jako velikost ekvivalentního jednoosého tahového vzorku, který má stejnou pravděpodobnost selhání jako zkušební vzorek nebo součást. Pomocí této definice můžeme získat vztah mezi σ_0 a σ_θ [7]:

$$\sigma_0 = (V_{eff})^{\frac{1}{m}} \cdot \sigma_\theta \quad (26)$$

Hlavní překážkou při pevnostních zkouškách keramiky je pak výpočet efektivního objemu, pro který je nutné znát rozložení napětí v objemu vzorku pro uvažovanou zkoušku.

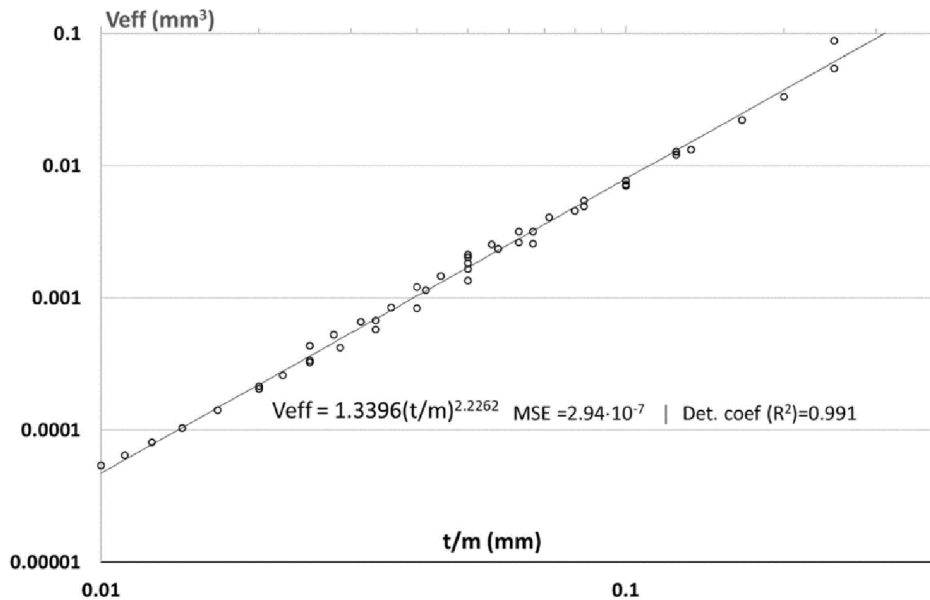
Pro konvenční zkoušky, jako je tah nebo ohyb ve 3–4 bodech, jsou známy analytické výrazy souvisejících rozložení napětí ve vzorcích. Výpočet efektivního objemu pro tyto zkoušky je poté přímočarý. Naopak, numerické analýzy, jako jsou ty prováděné metodami konečných prvků (MKP), jsou potřebné pro zkoušky, jako je SPT nebo B3B, kde nelze analyticky popsat rozložení napětí ve vzorcích [7].



Obr. 23 MKP model rozdělení ekvivalentního napětí [7]

V práci [7] bylo analýzou výsledků simulace MKP několika konfigurací testů pro různé šířky pomocí metody střední kvadratické chyby ustanoven jednoduchý vztah efektivního objemu V_{eff} pro standardní geometrii SPT jako funkce šířky vzorku t a Weibullova modulu m :

$$V_{eff} = 1,3396 \left(\frac{t}{m} \right)^{2,2262} \quad (27)$$



Obr. 24 Závislost V_{eff} na poměru t/m z metody střední kvadratické chyby [7]

Pro samotný výpočet σ_θ a m potřebujeme nejprve určit experimentální hodnoty pevnosti σ_f rovnicí:

$$\sigma_f = f \cdot \frac{F_{1p}}{t^2} \quad (28)$$

kde F_{1p} síla při prvním výrazném poklesu zatížení
 f faktor proporcionality

Jako nejvhodnější vztah pro určení faktoru proporcionality f byl v práci [20] určen návrh podle Timoshenka [21]:

$$f = (1 + \nu) \left[0,485 \ln \left(\frac{R_a}{t} \right) + 0,52 \right] + 0,48 \quad (29)$$

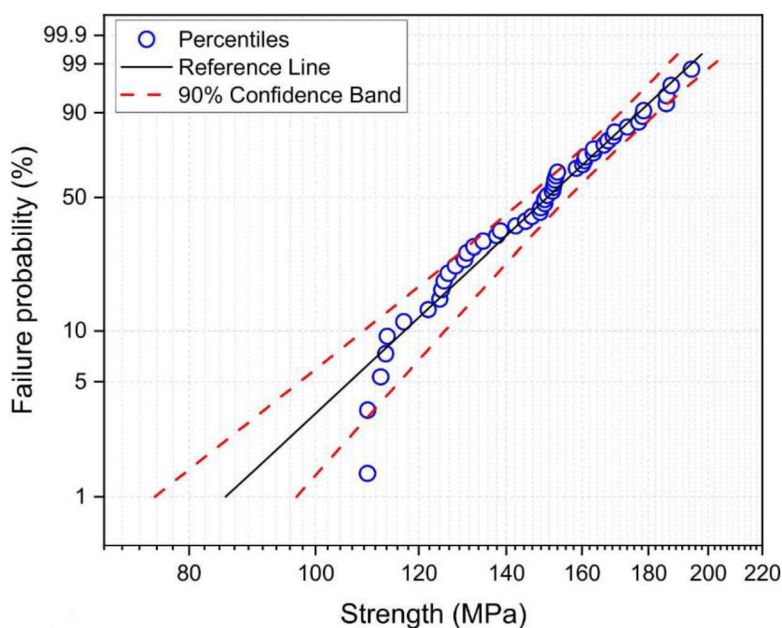
kde R_a poloměr otvoru spodní opěrné matrice
 ν_p poissonův poměr

Experimentální hodnoty pevnosti σ_f poté seřadíme vzestupně a dosazením do rovnice (30) přidělíme každé z hodnot pravděpodobnost poruchy:

$$P_f(\sigma_i) = \frac{i - 0,5}{n} \quad (30)$$

kde σ_i experimentální hodnota pevnosti
 i pořadí vzorku
 n celkový počet vzorků

Hodnoty σ_0 a m poté z daných dat můžeme určit analyticky pomocí principu maximální věrohodnosti. Uvedená práce testovala až přibližně 50 vzorků pro jeden materiál [7].



Obr. 25 Weibullovo rozložení hodnot σ_0 pro Al₂O₃ [7]

Pomocí hodnot materiálové vlastnosti σ_0 je možné korelovat hodnoty charakteristické pevnosti materiálu vystaveného libovolnému známému rozložení napětí. Zejména je možné vypočítat hodnoty pro jakýkoliv zkušební postup, jakmile je známa hodnota efektivního objemu pro daný test.

Pomocí rovnice (26) je možné najít vztah mezi efektivními objemy a charakteristickými pevnostmi pro zkoušku 3, nebo 4 bodovým ohybem [7]:

$$\frac{\sigma_{3BO}}{\sigma_0} = \left(\frac{V_{eff0}}{V_{eff3BO}} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (31)$$

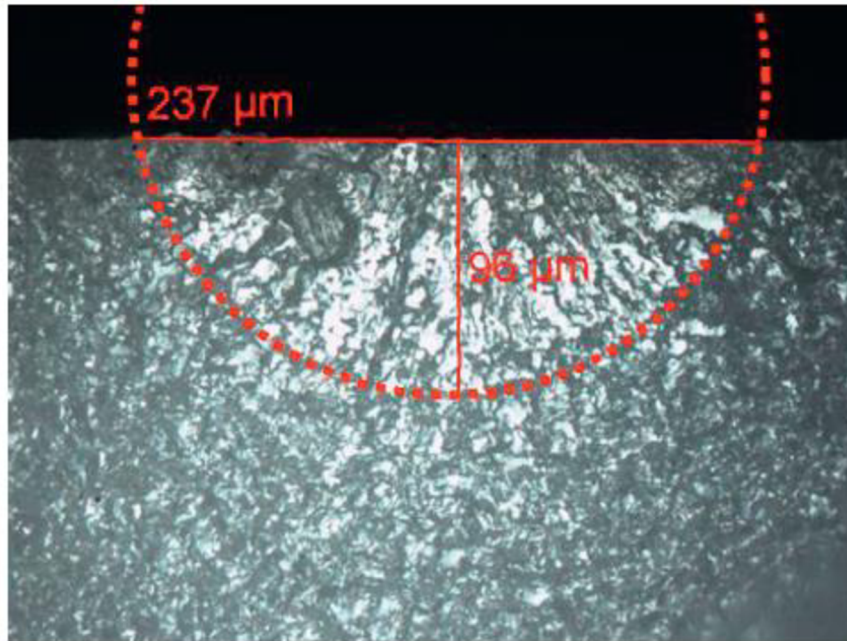
$$\frac{\sigma_{4BO}}{\sigma_0} = \left(\frac{V_{eff0}}{V_{eff4BO}} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (32)$$

kde V_{eff0} referenční jednotka objemu
 $\sigma_{3BO}, \sigma_{4BO}$ přepočtová vnitřní pevnost pro zkoušku 3 a 4 bodovým ohybem
 V_{eff3BO}, V_{eff4BO} efektivní objem pro zkoušku 3 a 4 bodovým ohybem

7.1.2 Lomová houževnatost

Snahu o určení lomové houževnatosti u keramických materiálů můžeme zaznamenat v práci [26], kde byl použit postup před testem zavedení ostré povrchové trhliny pomocí indentoru Vickers. Tyto testy ukázaly, že miniaturní disky jako vzorky mají pro stanovení lomové mechaniky potenciál, ačkoli v dané práci byly výsledné hodnoty lomové houževnatosti asi o 25% nižší, než u standardního testu vzorku s rovným vrubem (SEVNB).

V nové metodě původně určenou pro testy B3B [28], a dále ověřenou pro SPT [27], se vytvoří povrchová trhlina ve středu disku na povrchu opačném k zatěžovací kouli pomocí indentoru Knoop. Pod vtiskem je materiál plasticky deformován, což způsobuje zbytková napětí. Tato napětí pak rázně ovlivňuje výsledky, jako se stalo u předešlé metody. K odstranění těchto zbytkových pnutí je třeba odbrousit povrchovou vrstvu vzorku obsahující plasticky deformovanou zónu. Podle normy ČSN EN ISO 18756 [29] lze odhadnout požadovanou minimální tloušťku této povrchové vrstvy, která má být odstraněna.



Obr. 26 povrch lomu vzorku AL2O3 s naměřenou velikostí vtisku [27]

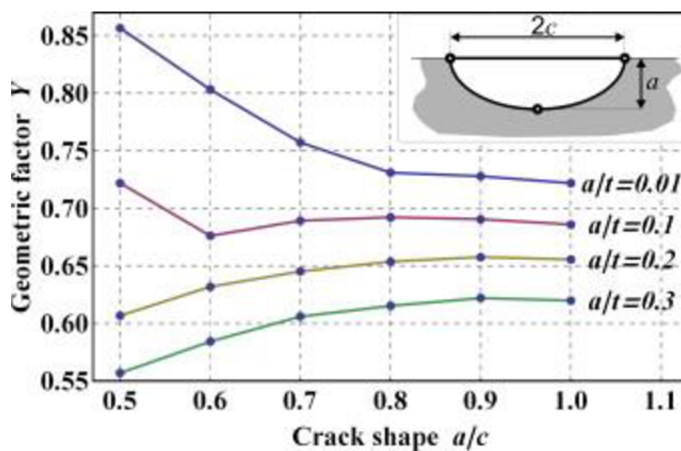
Pro výpočty lomové houževnatosti K_{Ic} je trhlina předpokládána jako poloeliptická, kde a je hloubka trhliny a $2c$ je její šířka na povrchu. Vztah pro výpočet je poté následující:

$$K_{Ic} = \sigma_f Y \sqrt{a\pi} \quad (33)$$

Kde Y je geometrická funkce závislá na rozměrech trhliny, vzorku a Poissonově konstantě materiálu. Jeho hodnota byla v práci [28] vypočítána pomocí MKP jako funkce čtyř bezrozměrných parametrů:

$$Y = Y\left(\frac{a}{c}, \frac{a}{t}, \frac{t}{R_a}, \nu_p\right) \quad (34)$$

kde c šířka trhliny



Obr. 27 Hodnoty faktoru Y jako funkce tvaru trhliny a její hloubky za předpokladu $t/R_a = 0,3$ a $\nu_p = 0,3$ [28]

8 Závěr

Tato práce se zabývá studiem zkoušky miniaturních vzorků Small Punch Test. Cílem práce bylo charakterizovat metodu SPT, její postupy a možné korelace výsledků na konvenční materiálové parametry. Dalším cílem práce bylo poté upřesnit použití těchto metod pro testování křehkých materiálů. Na základě komplexní rešerše zde uvedených vědeckých prací a z nich vyplívajících standardů můžeme vyvodit tyto hlavní závěry:

- Metoda Small Punch Test si našla uplatnění pro testování široké škály materiálů, jako jsou nejen různorodé kovy a jejich slitiny, ale například i polymery, nebo keramiky.
- Analýzou získaných křivek SPT můžeme výsledky korelovat na ty, získané konvenční tahovou zkouškou. Dále můžeme uspokojivě predikovat tranzitní chování, creepovou odezvu a v neposlední řadě lomovou houževnatost.
- V pracích zabývajících se křehkými materiály lze najít trend absence přitlačení testovaného vzorku horní maticí z důvodu nedefinovaných stavů napjatosti v místě upevnění, které by zkreslovalo výsledky.
- Z důvodu nepředvídatelnosti charakteru vad v křehkých materiálech je doporučeno pro jejich charakterizaci provést komplexní statickou analýzu ve formě Weibullova rozložení
- Pro co nejpřesnější odhad lomové mechaniky u křehkých materiálů z miniaturních vzorků je k vytvoření trhliny doporučeno použít indentor Knoop.

9 Zdroje

- [1] MATOCHA, Karel. *Hodnocení mechanických vlastností konstrukčních ocelí pomocí penetračních testů*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, katedra materiálového inženýrství, 2010. ISBN 978-80-248-2223-5
- [2] LUCAS, G.E. The development of small specimen mechanical test techniques. Online. *Journal of Nuclear Materials*. 1983, roč. 117, s. 327-339. ISSN 00223115. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(83\)90041-7](https://doi.org/10.1016/0022-3115(83)90041-7). [cit. 2024-05-23].
- [3] MAO, Xinyuan a TAKAHASHI, Hideaki. Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk (ϕ 3 mm) „Small Punch Test“s. Online. *Journal of Nuclear Materials*. 1987, roč. 150, č. 1, s. 42-52. ISSN 00223115. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(87\)90092-4](https://doi.org/10.1016/0022-3115(87)90092-4). [cit. 2024-05-23].
- [4] ASTM E3205-20, *Standard Test Method for Small Punch Testing of Metallic Materials*.
- [5] EN 10371:2021, *Metallic materials. Small punch test method*
- [6] RODRÍGUEZ, C.; CUESTA, I.I.; MASPOCH, M.LL. a BELZUNCE, F.J. Application of the miniature small punch test for the mechanical characterization of polymer materials. Online. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 2016, roč. 86, s. 78-83. ISSN 01678442. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.10.001>. [cit. 2024-05-24].
- [7] RODRÍGUEZ, Cristina; QUINTANA, Covadonga; BELZUNCE, Javier a BAUDÍN, Carmen. Strength of advanced ceramics by the Small Punch Test. Proposal of a simple empirical equation for the Weibull effective volume. Online. *Journal of the European Ceramic Society*. 2022, roč. 42, č. 16, s. 7620-7630. ISSN 09552219. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.08.016>. [cit. 2024-05-23].
- [8] KURTZ, Steven M.; FOULDS, Jude R.; JEWETT, Charles W.; SRIVASTAV, Sanjeev a EDIDIN, Avram A. Validation of a small punch testing technique to characterize the mechanical behaviour of ultra-high-molecular-weight polyethylene. Online. *Biomaterials*. 1997, roč. 18, č. 24, s. 1659-1663. ISSN 01429612. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(97\)00124-5](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(97)00124-5). [cit. 2024-05-23].
- [9] ČSN EN 10371, *Kovové materiály - Metoda penetrační SP zkoušky*.
- [10] PANDEY, Aishwary Vardhan; KARTHIK, V.; SHAIK, Abdul Rahman; KOLHATKAR, Ashish a R., Divakar. Estimation of UTS from small punch test using an improved method. Online. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2022, roč. 200, s. 23-34. ISSN 03080161. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2022.104818>. [cit. 2024-05-23].
- [11] KUMAR, K.; MADHUSOODANAN, K. a RUPANI, B. B. Miniature Specimen Technique as an NDT Tool for Estimation of Service Life of Operating Pressure Equipment. Online. *BARC Newsletter*. 2007, roč. 285, s. 92-102. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/242161809_Miniature_Specimen_Technique_as_an_NDT_Tool_for_Estimation_of_Service_Life_of_Operating_Pressure_Equipment. [cit. 2024-05-23].
- [12] CWA 15627:2007, *Small Punch Test Method for Metallic Materials*.
- [13] GARCÍA, T.E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F.J. a SUÁREZ, C. Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. Online. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, roč. 582, s. 708-717. ISSN 09258388. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.009>. [cit. 2024-05-23].

- [14]ALTSTADT, E.; HOUSKA, M.; SIMONOVSKI, I.; BRUCHHAUSEN, M.; HOLMSTRÖM, S. et al. On the estimation of ultimate tensile stress from small punch testing. Online. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2018, roč. 136, s. 85-93. ISSN 00207403. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2017.12.016>. [cit. 2024-05-23].
- [15]CHAKRABARTY, J. A theory of stretch forming over hemispherical punch heads. Online. *International Journal of Mechanical Sciences*. 1970, roč. 12, č. 4, s. 315-325. ISSN 00207403. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0020-7403\(70\)90085-8](https://doi.org/10.1016/0020-7403(70)90085-8). [cit. 2024-05-23].
- [16]GUAN, Kaishu; HUA, Li; WANG, Qiongqi; ZOU, Xiaohui a SONG, Ming. Assessment of toughness in long term service CrMo low alloy steel by fracture toughness and small punch test. Online. *Nuclear Engineering and Design*. 2011, roč. 241, č. 5, s. 1407-1413. ISSN 00295493. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2011.01.031>. [cit. 2024-05-23].
- [17]BUDZAKOSKA, E.; CARR, D. G.; STATHERS, P. A.; LI, H.; HARRISON, R. P. et al. Predicting the J integral fracture toughness of Al 6061 using the small punch test. Online. 2007, roč. 30, č. 9, s. 796-807. ISSN 8756-758X. Dostupné z: <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2007.01153.x>. [cit. 2024-05-23].
- [18]BRUCHHAUSEN, M.; ALTSTADT, E.; AUSTIN, T.; DYMACEK, P.; HOLMSTRÖM, S. et al. European standard on small punch testing of metallic materials. Online. *Ubiquity Proceedings*. 2018, roč. 1, č. S1. ISSN 2631-5602. Dostupné z: <https://doi.org/10.5334/up-roc.11>. [cit. 2024-05-23].
- [19]RASCHE, Stefan a KUNA, Meinhard. Improved small punch testing and parameter identification of ductile to brittle materials. Online. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2015, roč. 125, s. 23-34. ISSN 03080161. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2014.09.001>. [cit. 2024-05-23].
- [20]QUINTANA, C.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F.J.; CABALLERO, A.C. a BAUDÍN, C. Ceramic materials characterization using miniature mechanical tests: comparison between B3B and SPT tests. Online. *Journal of the European Ceramic Society*. 2019, roč. 39, č. 14, s. 4113-4121. ISSN 09552219. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceram-soc.2019.06.019>. [cit. 2024-05-23].
- [21]TIMOSHENKO, S a WOINOWSKY-KRIEGER, s. *Theory of plates and shells*. 2nd. McGraw-hill, 1959. ISBN 0-07-064779-8.
- [22]BÖRGER, Andreas; SUPANCIC, Peter a DANZER, Robert. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc. Online. *Journal of the European Ceramic Society*. 2002, roč. 22, č. 9-10, s. 1425-1436. ISSN 09552219. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00458-7](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00458-7). [cit. 2024-05-23].
- [23]DANZER, Robert; HARRER, Walter; SUPANCIC, Peter; LUBE, Tanja; WANG, Zhonghua et al. The ball on three balls test—Strength and failure analysis of different materials. Online. *Journal of the European Ceramic Society*. 2007, roč. 27, č. 2-3, s. 1481-1485. ISSN 09552219. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.05.034>. [cit. 2024-05-23].
- [24]ZIELKE, H.; ABENDROTH, M. a KUNA, M. Determining fracture mechanical properties for brittle materials using the ball on three balls test combined with numerical simulations. Online. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 2016, roč. 86, s. 19-24. ISSN 01678442. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.09.001>. [cit. 2024-05-23].
- [25]JOHNSON, C.A. a TUCKER, W.T. *Engineered Materials Handbook Volume 4: Ceramics and Glasses*. Vol. 4. ASM International, 1991.

- [26] RASCHE, Stefan; BERMEJO, Raul; KUNA, Meinhard a DANZER, Robert. *Determination of mechanical properties of brittle materials by using the small punch test and the ball on three balls test*. Online. In: 18th European Conference on Fracture: Fracture of Materials and Structures from Micro to Macro Scale. January 2010. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/288663048_Determination_of_mechanical_properties_of_brittle_materials_by_using_the_small_punch_test_and_the_ball_on_three_balls_test/citations. [cit. 2024-05-23].
- [27] RASCHE, Stefan; STROBL, Stefan; KUNA, Meinhard; BERMEJO, Raul a LUBE, Tanja. Determination of Strength and Fracture Toughness of Small Ceramic Discs Using the Small Punch Test and the Ball-on-three-balls Test. Online. *Procedia Materials Science*. 2014, roč. 3, s. 961-966. ISSN 22118128. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.06.156>. [cit. 2024-05-23].
- [28] STROBL, Stefan; RASCHE, Stefan; KRAUTGASSER, Clemens; SHAROVA, Eugenia a LUBE, Tanja. Fracture toughness testing of small ceramic discs and plates. Online. *Journal of the European Ceramic Society*. 2014, roč. 34, č. 6, s. 1637-1642. ISSN 09552219. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2013.12.021>. [cit. 2024-05-23].
- [29] ČSN EN ISO 18756, *Jemná keramika (speciální keramika, speciální technická keramika) - Stanovení lomové houževnatosti monolitické keramiky při pokojové teplotě metodou ohybu s povrchovou trhlinkou (SCF)*.

10 Seznam použitých zkratek a symbolů

UHMWPE	Ultravysokomolekulární polyethylen
SPT	Small punch test
SPC	Small punch creep
DBTT	Ductile-brittle transition temperature
SEM	Scanning electron microscope
MKP	Metoda konečných prvků
PZT	Piezoelektrická keramická vlákna
B3B	Ball on three balls
SEVNB	Single edge V-notch beam
u	Deflexe vzorku [mm]
v	Posunutí kuličky/hrotu razníku [mm]
F	síla aplikovaná na vzorek [N]
F_m	Maximální síla v průběhu zkoušky [N]
F_a	Hodnota síly v bodě A [N]
F_b	Hodnota síly v bodě B [N]
u_a	hodnota deflexe vzorku v bodě A [mm]
u_b	hodnota deflexe vzorku v bodě B [mm]
v_a	hodnota posunutí razníku v bodě A [mm]
v_b	hodnota posunutí razníku v bodě B [mm]
R_p	Smluvní mez kluzu [MPa]
F_e	Síla na přechodu plastické a elastické oblasti [N]
$\beta_{Rp0,2}$	Korelační koeficient pro odhad R_p
h_0	Původní tloušťka vzorku [mm]
R_m	Mez pevnosti v tahu [MPa]
u_m	Hodnota deflexe při dosažení maximální síly [mm]
v_m	Hodnota posunutí razníku při dosažení maximální síly [mm]
β_{Rm}	Korelační koeficient pro odhad R_m
F_i	Síla odpovídající deflexi u_i , nebo posunutí v_i pro odhad R_m [N]
v_{ref}	Posuv referenčního bodu na razníku [mm]
C_p	Poddajnost tlačné tyče a razníku [mm/N]
E_y	Modul pružnosti v tahu razníku [GPa]
L_p	Vzdálenost referenčního bodu od špičky [mm]
D_p	Průměr razníku [mm]
T_{sp}	Tranzitní teplota zjištěna pomocí SPT [°C]
α	Korelační faktor mezi T_{sp} a T_{cvn}
T_{cvn}	Tranzitní teplota zjištěna na Charpyho kladivu [°C]
E_{sp}	Energie penetrační zkoušky [mJ]
E_n	Energie penetrační zkoušky normalizovaná F_m [mm]
E_{US}	Nejvyšší dosažená zkorigovaná energie [mJ]
E_{LS}	Nejnižší dosažená zkorigovaná energie [mJ]
A, B, C	Statistické parametry tanh funkce $E_n(T)$ [K]

h_f	konečná tloušťka zkušebního tělesa přiléhající oblasti lomu [mm]
ε_{US}	Nejvyšší dosažená deformace
ε_{LS}	Nejnižší dosažená deformace
$A_\varepsilon, B_\varepsilon, C_\varepsilon$	Statistické parametry tanh funkce $\varepsilon_f(T)$ [K]
$T_{sp,\varepsilon}$	Tranzitivní teplota určená z lomové deformace [°C]
F_{1p}	Síla při prvním výrazném poklesu zatížení [N]
u_{1p}	Hodnota deflexe při prvním výrazném poklesu zatížení [mm]
ε_f	Efektivní lomová deformace
J_{Ic}	Lomová houževnatost při rovinné deformaci určená z J-integrálu [N/mm]
K, J_0	Materiálově závislé empirické koeficienty
δ_{Ic}	Rozevření vrubu v bodu iniciace trhliny [mm]
Ψ	Poměr síly a napětí u SPC [N/MPa]
σ	Ekvivalentní jednoosé napětí [MPa]
v_{min}	Posun v místě nejnižší rychlosti posunu [mm]
ε_{min}	Odhadová minimální rychlost jednoosé deformace, odpovídající minimální rychlosti posunu u SPC [1/h]
P_f	Pravděpodobnost selhání součástí při tahovém napětí σ [%]
σ_θ	Napětí pro pravděpodobnost selhání 63,2 % [MPa]
σ_0	Charakteristická pevnost [MPa]
m	Weibullův modul
V_{eff}	Efektivní objem [mm ³]
t	Šířka vzorku [mm]
σ_f	Experimentální hodnoty pevnosti [MPa]
f	Faktor proporcionality
ν_p	Poissonův poměr
R_a	Poloměr otvoru spodní opěrné matrice [mm]
σ_i	Seřazené experimentální hodnoty pevnosti [MPa]
n	Celkový počet vzorků
V_{eff0}	Referenční jednotka objemu [mm]
σ_{3BO}	Přepočtová vnitřní pevnost pro zkoušku 3 bodovým ohybem [MPa]
σ_{4BO}	Přepočtová vnitřní pevnost pro zkoušku 4 bodovým ohybem [MPa]
V_{eff3BO}	Efektivní objem pro zkoušku 3 bodovým ohybem [mm ³]
V_{eff4BO}	Efektivní objem pro zkoušku 4 bodovým ohybem [mm ³]
K_{Ic}	Lomová houževnatost [MPa]
Y	Geometrický faktor
a	Hloubka trhliny [mm]
c	Šířka trhliny [mm]

