

**Krzysztof ROKOSZ, Tadeusz HRYNIEWICZ, Sławomir RZADKIEWICZ**POLITECHNIKA KOSZALIŃSKA, WYDZIAŁ MECHANICZNY,  
ul. Raclawicka 15/17, 75-620 Koszalin**Badania porównawcze nanotwardości i zredukowanego modułu Younga  
wybranych materiałów****Prof. nzw. dr hab. inż. Krzysztof ROKOSZ**

Skończył Wydział Elektroniki Politechniki Koszalińskiej (2001). W styczniu 2006 obronił pracę doktorską na Wydziale Mechanicznym Politechniki Koszalińskiej, a w kwietniu 2013 uzyskał stopień doktora habilitowanego. Współpracuje z NTNU Trondheim (Norwegia), VŠB-TU Ostrava (Czechy), Montanuniversität Leoben (Austria), Hochschule Wismar (Niemcy). Zainteresowania naukowe: korozja, spektroskopia XPS, elektropolerowanie, biomateriały.



e-mail: rokosz@tu.koszalin.pl

**Prof. dr hab. inż. Tadeusz HRYNIEWICZ**

Skończył Wydział Mechaniczny Politechniki Szczecińskiej (1968). W latach 1968-1971 odbył staż w przemyśle. W okresie 1980 – 81 przebywał na stypendium Fulbrighta w University of California, Berkeley. Doktorat oraz habilitację otrzymał na Politechnice Wrocławskiej. W 2010 otrzymał naukowy profesora nauk technicznych. Zainteresowania naukowe: korozja elektrochemia powierzchni, biomateriały, magneto-elektropolerowanie.



e-mail: Tadeusz.Hryniewicz@tu.koszalin.pl

**Streszczenie**

W artykule przedstawiono badania twardości i zredukowanego modułu Younga próbek tytanu Ti i jego stopów Ti-13Nb-13Zr, Ti-24Nb-4Zr-8Sn, niobu Nb i stali nierdzewnej 0H17N14M2. Badania wykonano w VŠB-TU Ostrava (Czechy) nanoindenterem TI 950 TriboIndenter firmy Hysitron. Wyniki przedstawiono w formie wykresów słupkowych oraz w formie tabelarycznej zawierającej przedziały uzyskanych wartości badanych własności mechanicznych materiałów.

**Słowa kluczowe:** Nanotwardość, zredukowany moduł Younga, moduł sprężystości, nanoindentacja.

**Comparative studies of nanohardness  
and reduced Young's modulus  
of the selected materials****Abstract**

The article presents the studies of reduced Young's modulus and hardness of titanium and its alloys, niobium and stainless steel samples, conducted in VŠB-TU Ostrava (Czech Republic) with using nanoindenter Hysitron TI 950 TriboIndenter. The samples by abrasive polishing using Struers Tegra Pol 35 were prepared. Mechanical treatment was carried out by setting the force of 10 N and the rotation speed of 200 min<sup>-1</sup>, and using abrasive papers successively a grain size of 320, 800, 1000 and 1200 μm. Diamond polishing paste of grain size from 3 to 1 μm to get best surface were used. Measurements showed, that the highest nanohardness revealed niobium (8.11 GPa), the lowest austenitic steel 00H17N14M2 (3.69 GPa). The highest value of reduced Young's modulus was measured for austenitic steel 00H17N14M2 (194.94 GPa), the lowest for titanium alloy Ti-13Nb-13Zr (89.19 GPa). In addition, it was found that the alloy structure and its composition influence the values of the hardness and reduced Young's modulus.

**Keywords:** Nanohardness, reduced Young's modulus, modulus of elasticity, nanoindentation.

**1. Wstęp**

Rozwój nowych technologii skutkuje powstawaniem nowych materiałów konstrukcyjnych, których duży procent stanowią

**Mgr inż. Sławomir RZADKIEWICZ**

Skończył Wydział Elektroniki Wojskowej Akademii Technicznej (1996). Od 2012 doktorant w Zakładzie Elektrochemii i Technologii Powierzchni na Wydziale Mechanicznym Politechniki Koszalińskiej. Zainteresowania naukowe: korozja, spektroskopia XPS, elektropolerowanie przy dużych gęstościach prądów, nanoindentacja, biomateriały.



e-mail: rzadkiewicz@gmail.com

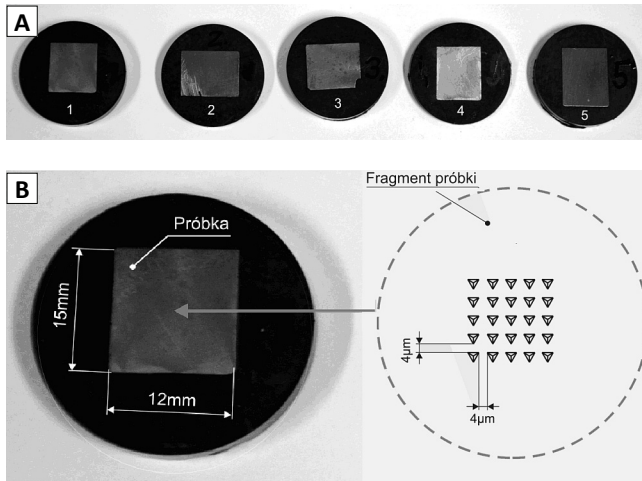
metale ich stopy. Materiały takie jak tytan, niob oraz ich stopy [1-2], jak również stal nierdzewna [3-5], dzięki swoim właściwościom są wykorzystywane w różnych gałęziach przemysłu oraz medycynie. Rodzaj metalu, jego czystość, skład chemiczny jego stopu, ich struktura oraz obróbka wykończająca znacząco wpływają na właściwości użytkowe, korozyjne [3-4] oraz mechaniczne metalu [6-8]. Różnorodność cech i właściwości skutkuje coraz częściej potrzebą przeprowadzania dodatkowych szczegółowych badań, które pozwolą na określenie własności stopów pod względem dopasowania do funkcji jakie będą pełniły [7-9].

Standardową współczesną techniką stosowaną do charakteryzacji materiałów w skali nano jest nanoindentacja [10-11]. Zazwyczaj głównym celem takich badań jest uzyskanie wartości modułu sprężystości i twardości badanego materiału. Podczas nanoindentacji mierzona jest siła i przemieszczenie sondy (włgębnika), a na podstawie uzyskanych wyników tworzona jest krzywa zależności siły i przemieszczenia.

Celem prezentowanego artykułu jest zbadanie nanotwardości oraz zredukowanego modułu Younga dla polerowanego mechanicznie niobu, tytanu i jego stopów (Ti-13Nb-13Zr, Ti-24Nb-4Zr-8Sn) oraz austenicznej stali stopowej 00H17N14M2 (AISI 316L) na podstawie wyników nanoindentacji. W dostępnej literaturze autorzy nie znaleźli punktów odniesienia odnośnie nanotwardości oraz zredukowanego modułu Younga, a są one użyteczne, na przykład, podczas analizy wpływu obróbek chemicznych, elektrochemicznych, jak i elektromechanicznych na właściwości mechaniczne pasywnych warstw wierzchnich, jako punkty odniesienia. Przedstawiona w artykule analiza wyników nanotwardości oraz zredukowanego modułu Younga, obejmuje m.in. wartości średnie oraz rozstępy danych pomiarowych otrzymanych na identycznie przygotowanych próbkach. Wyniki przeprowadzonych badań mają służyć charakterystyce wybranych materiałów metalowych, głównie właściwości ich warstwy wierzchniej.

**2. Metodyka****2.1. Badane materiały**

Próbki materiałów (Rys. 1A) Ti, Nb, Ti-13Nb-13Zr, Ti-24Nb-4Zr-8Sn oraz 0H17N14M2 przygotowano w VŠB-TU Ostrava (Czechy) w postaci prostopadłościanów o wymiarach 12×15×1 mm (rys. 1B). Próbki zatopiono w żywicy epoksydowej, wyszlifowano i wypolerowano przy użyciu urządzenia Struers Tegra Pol 35 (rys. 2). Szlifowanie przeprowadzono ustalając siłę nacisku 10 N i prędkość obrotową 200 min<sup>-1</sup> oraz wykorzystując kolejno papiery ściernie o wielkości ziarna 320, 800, 1000 i 1200 μm. Polerowanie próbek wykonano diamentową pastą z wielkością ziarna od 3 μm do 1 μm.



Rys. 1. Próbkę przygotowane do badań nanoindentacyjnych: 1 – Ti, 2 – Ti-13Nb-13Zr, 3 – Ti-24Nb-4Zr-8Sn, 4 – 00H17N14M2, 5 – Nb (A). Wymiary próbki i miejsce nanoindentacji (B) [11]  
 Fig. 1. Samples prepared for nanoindentation in order from left to right: 1 - Ti, 2 - Ti-13Nb-13Zr, 3 - Ti-24Nb-4Zr-8Sn, 4 - 00H17N14M2, 5 - Nb (A). Dimensions of the sample and nanoindentation site (B) [11]

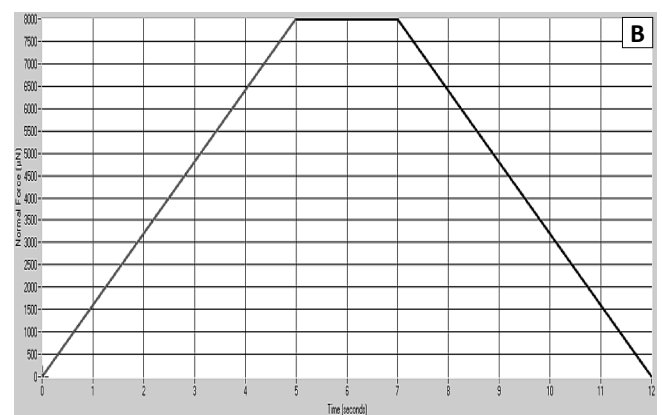


Rys. 2. Struers Tegra Pol 35 urządzenie do szlifowania i polerowania próbek, VŠB-TU Ostrava (Czechy) [11]  
 Fig. 2. Struers Tegra Pol 35 machine for grinding and polishing of samples, VSB-TU Ostrava (Czech Republic) [11]

## 2.2. Stanowisko pomiarowe

Badanie nanotwardości oraz zredukowanego modułu Younga zostały przeprowadzone w VŠB-TU Ostrava (Czechy) z wykorzystaniem nanoindentera TI 950 TriboIndenter (rys. 3A) firmy Hysitron, sprzężonego z komputerem wyposażonym w oprogramowanie TriboScan Version 9.2.6.0.

Badanie nanoindentacyjne prowadzono w dwudziestu pięciu punktach pomiarowych dla każdej z próbek z krokiem co 4 µm. Do badań zastosowano zmienną w czasie siłę w przedziale od 0,1 µN do 8000 µN z krokiem 1600 µN/s, której wykres przedstawiono na rys. 3B.



Rys. 3. Stanowisko pomiarowe TI 950 TriboIndenter firmy Hysitron VŠB-TU Ostrava (Czechy) (A). Wykres rozkładu siły w trakcie badania nanoindentacyjnego (B) [11]

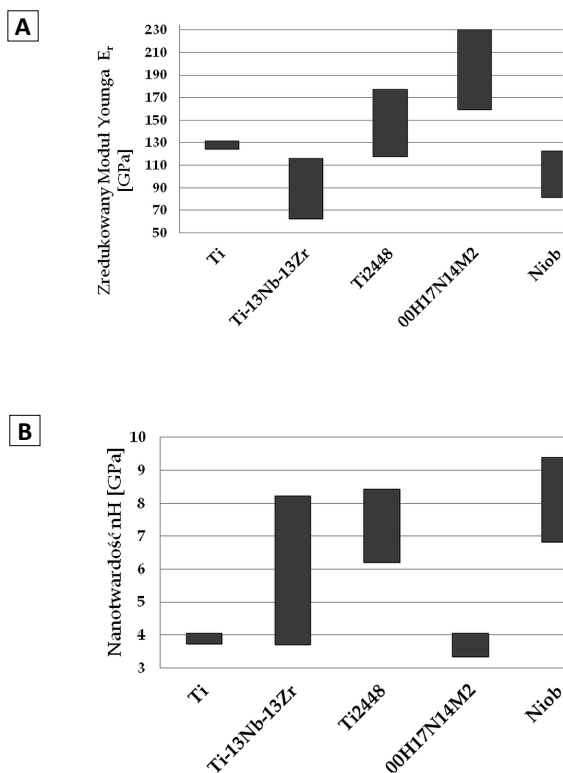
Fig. 3. Nanoindenter Hysitron TI 950 TriboIndenter VSB-TU Ostrava (Czech Republic). Plot of used force distribution during nanoindentation (B) [11]

## 3. Wyniki

Wartości zredukowanego modułu Younga oraz nanotwardości otrzymane podczas nanoindentacji próbek przedstawiono w tab. 1 oraz w postaci wykresów słupkowych na rys. 4.

Tab. 1. Zestawienie wyników badań zredukowanego modułu Younga  $E_r$  oraz nanotwardości  $nH$  [11]  
 Tab. 1. Results of the reduced Young's modulus  $E_r$  and nanohardness  $nH$  [11]

	Zredukowany moduł Younga $E_r$ , GPa		Wartość średnia $E_r$ , GPa	Nanotwardość $nH$ , GPa		Wartość średnia $nH$ , GPa
Ti	131,55	124,39	4,04	3,72	3,88	127,97
Ti-13Nb-13Zr	116,15	62,23	8,22	3,69	5,96	89,19
Ti-24Nb-4Zr-8Sn	176,93	117,46	8,42	6,21	7,32	147,2
00H17N14M2	230,38	159,5	4,04	3,34	3,69	194,94
Nb	122,54	81,52	9,4	6,82	8,11	102,03



Rys. 4. Zestawienie wyników badań zredukowanego modułu Younga  $E_r$  (A). Zestawienie wyników badań nanotwardości  $nH$  (B) [11]

Fig. 4. The reduced Young's modulus  $E_r$  (A) and nanohardness  $nH$  (B) [11]

## 4. Dyskusja

Zmierzone wartości zredukowanego modułu Younga próbki tytanu zawierały się w przedziale 124,39–131,55 GPa, a jego wartość średnia wyniosła 127,97 GPa. Nanotwardość tytanu w trakcie badania zawierała się w przedziale 3,72–4,04 GPa, a jej wartość średnią wyliczono na poziomie 3,88 GPa. Dla próbki Ti-13Nb-13Zr wprowadzenie pierwiastków stopowych: 13% niobu, 13% cyrkonu, wpłynęło na obniżenie wartości zredukowanego modułu Younga do 62,23–116,15 GPa i wartości średniej 89,19 GPa w stosunku do czystego tytanu. Nanotwardość dla Ti-13Nb-13Zr znalazła się w przedziale 3,69–8,22 GPa, a średnia wartość wyniosła 5,96 GPa, co jest wyższym wynikiem w porównaniu z badaniem czystego Ti. W stopie Ti-24Nb-4Zr-8Sn dodanie 24% niobu, 4% cyrkonu i 8% cyny zmieniło zredukowany moduł Younga  $E_r$  do wartości z przedziału 117,46–176,93 GPa, a wartość średnia dla tego materiału wyniosła 147,2 GPa.

Nanotwardość stopu Ti-24Nb-4Zr-8Sn znalazła się w przedziale 6,21–8,42 GPa, co pozwala na wyliczenie wartości średniej równej 7,32 GPa. Najwyższe wartości zredukowanego modułu Younga  $E_r$  spośród badanych materiałów zmierzono dla stopowej stali austenitycznej 00H17N14M2 i zawierały się one w przedziale 159,50–230,38 GPa, wartość średnia 194,94 GPa. Nanotwardość próbki stali 00H17N14M2 wyniosła 3,34–4,04 GPa, a wartość średnia 3,69 GPa. Wartości  $E_r$  niobu zawierały się w przedziale 81,52–122,54 GPa, a średnia wartość wyniosła 102,03 GPa. Największą nanotwardość spośród badanych materiałów zmierzono dla niobu, mieściła się ona w przedziale 6,82–9,4 GPa, a wartość średnia wyniosła 8,11 GPa.

## 5. Wnioski

Badania porównawcze nanotwardości i zredukowanego modułu Younga wybranych materiałów pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

1. Największą nanotwardość z badanych materiałów ma niob, 6,82–9,4 GPa, wartość średnią 8,11 GPa, a najmniejszą stal stopowa austenityczna 00H17N14M2 3,34–4,04 GPa, wartość średnią 3,69 GPa.
2. Najwyższą wartość zredukowanego modułu Younga ma stal stopowa austenityczna 00H17N14M2 159,50–238 GPa, wartość średnią 194,94 GPa, natomiast najniższą – stop tytanu Ti-13Nb-13Zr 62,23–116,15 GPa, wartość średnią 89,19 GPa.
3. Wprowadzenie pierwiastków stopowych zmienia wartości zredukowanego modułu Younga i nanotwardości materiałów.

Autorzy dziękują firmie BerlinerLuft, a szczególnie dr inż. Bogusławowi Lackowskiemu za udostępnienie próbek z austenitycznej stali stopowej 00H17N14M2 (AISI 316L), profesorowi H. R. Zschommler-Sandim'owi z Universidade de São Paulo (Brazylia) za przysłanie próbek niobu, profesorowi Frédéric Prima, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris, (Francja), za próbki tytanu i jego stopów oraz doc. dr hab. Janowi Valičkowi z VŠB-TU Ostrava (Czechy) za umożliwienie przygotowania próbek i wykonania badań nanoindentacyjnych w TU Ostrava, oraz inż. Marcinowi Mikielowi za pomoc w wykonaniu badań.

## 6. Literatura

- [1] Jedynek B., Mierzwińska-Nastalska E.: Tytan – właściwości i zastosowanie w protetyce stomatologicznej. Dental Forum, 2013.
- [2] Hryniewicz T., Rokosz K., Zschommler-Sandim H. R.: SEM/EDX and XPS Studies of Niobium after Electropolishing, Applied Surface Science, Vol. 263, s. 357–361, 2012.
- [3] Rokosz K.: Polerowanie elektrochemiczne stali w polu magnetycznym. Wyd. Uczeln. Politechniki Koszalińskiej, Koszalin, 2012.
- [4] Hryniewicz T., Rokicki R., Rokosz K.: Chapter 11. Magneto-electropolished Titanium Biomaterial. W Biomaterials Science and Engineering, InTech, ed. Rosario Pignatello, s. 227-248, 2011.
- [5] Hryniewicz T., Rokicki R., Rokosz K.: Surface characterization of AISI 316L biomaterials obtained by electropolishing in a magnetic field. Surface & Coatings Technology, Vol. 202(9), s. 1668-1673, 2008.
- [6] Hryniewicz T., Rokosz K., Valiček J., Rokicki R.: Effect of magneto-electropolishing on nanohardness and Young's modulus of titanium biomaterial. Materials Letters, Vol. 83, s. 69–72, 2012.
- [7] Rokosz K., Hryniewicz T., Valiček J., Harničárová M., Vyležik M.: Badania nanoindentacji biomateriału stali AISI 316L po polerowaniu elektrolitycznym w polu magnetycznym i całorocznym zanurzeniu próbek w roztworze Ringera (Nanoindentation measurements of AISI 316L biomaterial samples after annual immersion in Ringer's solution followed by electrochemical polishing in a magnetic field). PAK, Vol. 58(5), s. 460-463, 2012.
- [8] Hryniewicz T., Rokosz K.: Magnetopolerowanie: stan badań 2012, Prace Naukowe Szkoły Naukowej Obróbek Erozyjnych, Zeszyt nr 18, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Vol. 18, s. 43-50, 2012.
- [9] Hryniewicz T., Rokosz K., Rokicki R.: Magnetic Fields for Electropolishing Improvement: Materials and Systems. International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy, Vol. 4, s. 98-108, 2014.
- [10] Fischer-Cripps A.C.: Nanoindentation. (3rd Edition), Springer-Verlag N.Y., New York, 2011.
- [11] Mikiel M.: Badania porównawcze nanotwardości i zredukowanego modułu Younga wybranych materiałów. Praca inżynierska: Surface Electrochemistry Division, Wydział Mechaniczny, Politechnika Koszalińska, Koszalin, 2013.

otrzymano / received: 05.04.2014

przyjęto do druku / accepted: 02.09.2014

artykuł recenzowany / revised paper