

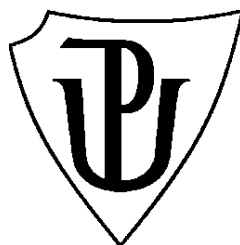
Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Společná laboratoř optiky UP a FZÚ AV ČR v Olomouci

# **Vliv efektů pile-up a sink-in na vyhodnocení indentačních zkoušek**

Bakalářská práce



Autor:	Lukáš Václavek
Studijní program:	B1701 Fyzika
Studijní obor:	Přístrojová fyzika
Forma studia:	Prezenční
Vedoucí práce:	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Rok odevzdání práce:	2016

## **Prohlášení**

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

V Olomouci .....

.....

## **Poděkování**

Chtěl bych poděkovat svému vedoucímu Mgr. Radimu Čtvrtlíkovi, Ph.D. za velikou ochotu, odborné rady, věnovaný čas a pomoc při psaní bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat také Mgr. Janu Tomáščíkovi za jeho vstřícnost a ochotu při zaškolování na konfokálním mikroskopu a za jeho odborné rady.

## **Bibliografická identifikace:**

<b>Jméno a příjmení autora</b>	Lukáš Václavek
<b>Název práce</b>	Vliv efektů pile-up a sink-in na vyhodnocení indentačních zkoušek
<b>Typ práce</b>	Bakalářská
<b>Pracoviště</b>	Společná laboratoř optiky UP a FZÚ AV ČR v Olomouci
<b>Vedoucí práce</b>	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
<b>Rok obhajoby práce</b>	2016
<b>Abstrakt</b>	<p>Tato bakalářská práce se zabývá zkoumáním vlivu pile-up a sink-in efektů na měření tvrdosti pomocí nanoindentace. V práci jsou porovnávány hodnoty tvrdosti získané z nanoindentační zkoušky s hodnotou určenou přímým optickým měřením promítnuté plochy vtisku různými metodami, které berou v úvahu pile-up a sink-in efekty. Měření bylo provedeno na různých typech materiálů pomocí sférického a Berkovichova indentoru.</p>
<b>Klíčová slova</b>	Indentace, nanoindentace, tvrdost, zbytkový vtisk, pile-up efekt, sink-in efekt, kontaktní plocha
<b>Počet stran</b>	84
<b>Počet příloh</b>	2
<b>Jazyk</b>	český

**Bibliographical identification:**

<b>Author's first name and surname</b>	Lukáš Václavek
<b>Title</b>	Effect of pile-up and sink-in on evaluation of the indentation test
<b>Type of thesis</b>	Bachelor
<b>Department</b>	Joint laboratory of optics UP and Institute of Physics of the Czech Academy of Sciences
<b>Supervisor</b>	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
<b>The year of presentation</b>	2016
<b>Abstract</b>	<p>This bachelor thesis deals with a research of influence of pile-up and sink-in effects on the measurement of hardness using the nanoindentation method. Hardness values obtained directly from nanoindentation experiments are compared with those calculated based on optical measurements of projected area of the residual indent. In the latter case the projected area takes into account also the pile-up and sink-in effects. The measurements were performed by various methods on different types of materials with Berkovich and spherical indenters.</p>
<b>Keywords</b>	Indentation, nanoindentation, hardness, residual indent, pile-up effect, sink-in effect, projected area
<b>Number of pages</b>	84
<b>Number of appendices</b>	2
<b>Language</b>	Czech

# Obsah

<b>ÚVOD</b> .....	<b>7</b>
<b>1 MECHANICKÝ KONTAKT</b> .....	<b>8</b>
1.1 ÚVOD .....	8
1.2 ELASTICKÝ KONTAKT .....	8
1.3 GEOMETRICKÁ PODOBNOST .....	12
1.4 ELASTICKO-PLASTICKÝ KONTAKT .....	13
1.4.1 Závislost tvrdosti na mezi kluzu.....	13
1.4.2 Indentační odezva materiálu.....	14
1.4.3 Teorie tvrdosti .....	15
1.5 INDENTACE V NANOMETROVÉ ŠKÁLE.....	17
<b>2 NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKA</b> .....	<b>18</b>
2.1 NANOINDENTAČNÍ TESTOVACÍ DATA.....	18
2.2 TYPY INDENTORŮ.....	18
2.3 INDENTAČNÍ TVRDOST A MODUL PRUŽNOSTI.....	20
2.3.1 Sfěrický indentor .....	21
2.3.2 Berkovich indentor .....	22
2.3.3 Vickers indentor .....	23
2.3.4 Cube corner indentor .....	23
2.3.5 Knoop indentor.....	24
2.4 REÁLNÉ INDENTORY .....	25
2.5 ZATĚŽOVACÍ KŘIVKY .....	26
<b>3 ANALÝZA NANOINDENTAČNÍCH DAT</b> .....	<b>28</b>
3.1 ÚVOD .....	28
3.2 METODA OLIVER-PHARR.....	28
<b>4 PILE-UP A SINK-IN EFEKT</b> .....	<b>32</b>
<b>5 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b> .....	<b>35</b>
5.1 PŘÍSTROJE .....	35
5.1.1 Nanoindentační přístroj NanoTest™ .....	35
5.1.2 Konfokální mikroskop LEXT OLS 3100 .....	35
5.2 VZORKY .....	36
5.3 POSTUP MĚŘENÍ.....	36
5.4 NAMĚŘENÁ DATA A JEJICH VYHODNOCENÍ.....	41
5.4.1 Sfěrický indentor .....	41
5.4.2 Berkovichův indentor .....	56
<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>72</b>
<b>SEZNAM POUŽITÝCH PRAMENŮ</b> .....	<b>73</b>
<b>SEZNAM SYMBOLŮ</b> .....	<b>75</b>
<b>PŘÍLOHA 1: KOMPLETNÍ NAMĚŘENÁ DATA PRO SFÉRICKÝ INDENTOR</b> .....	<b>77</b>
<b>PŘÍLOHA 2: KOMPLETNÍ NAMĚŘENÁ DATA PRO BERKOVICHŮV INDENTOR</b> .....	<b>82</b>

## Úvod

Vlivem neustálého pokroku lidského vývoje a s tím související objevování nových materiálů bylo potřeba tyto materiály nějak popisovat i z hlediska mechanických vlastností. Velice důležitá mechanická vlastnost je tvrdost, která vyjadřuje odpor materiálu proti vnikání tělesa (indentoru) do povrchu materiálu.

Historicky základní zkouška pro určení tvrdosti materiálu je Mohsova stupnice tvrdosti, která je založena na principu, že jedním materiálem lze rýt do druhého. Tato stupnice obsahuje 10 materiálů, kde nejtvrdějším je diamant. Postupem času se vyvinuly sofistikovanější metody určování tvrdosti. Ty jsou založeny na vtlačování tvarově definovaného tělesa do povrchu zkoumaného materiálu. Tyto metody se nazývají indentační zkoušky. Obecný vzorec při indentační zkoušce pro tvrdost je dán jako poměr mezi silou  $P$ , kterou působí indenter na povrch materiálu a plochou vtisku  $A$  po odejmutí indentoru, která vznikla při vnikání indentoru do povrchu materiálu.

Z důvodu potřeby určování tvrdosti u optických prvků nebo tenkých vrstev byla vynalezena nanoindentační zkouška. Tato metoda byla vynalezena v 70. letech 20. století. Pro nanoindentaci jsou specifické rozměry ovlivněné plochy materiálu, na kterou se během vtiskové zkoušky působí. Tyto rozměry jsou v řádech stovek nanometrů. Oproti klasickým vtiskovým zkouškám (jako jsou makroindentace a mikroindentace) se u nanoindentace neurčuje plocha vtisku na povrchu materiálu po odejmutí hrotu, ale plocha je určena pomocí vyjádření hloubky vtisku z nanoindentační křivky a ze známé geometrie indentoru. V průběhu zkoušky dochází k redistribuci materiálu v okolí indentoru. Tato přemístění materiálu mimo základní rovinu se označují jako pile-up a sink-in efekty. Tyto efekty přímo ovlivňují výslednou promítnutou plochu vtisku.

Cílem této práce je určení vlivu pile-up a sink-in efektů na hodnotu tvrdosti měřené pomocí nanoindentační zkoušky. Práce porovnává hodnoty tvrdosti získané pomocí různých přístupů pro různé materiály. První přístup je pomocí nanoindentační zkoušky, při které je plocha vtisku určena pomocí hloubky vtisku. Pro toto měření byly vtisky provedeny sférickým a Berkovichovým indentorem. Druhý přístup pomocí konfokálního mikroskopu určuje přímo reálnou promítnutou plochu vtisku.

# 1 Mechanický kontakt

## 1.1 Úvod

S vývojem tenkých vrstev došlo k potřebě je mechanicky charakterizovat. Výhodné pro tuto charakterizaci je použití metody indentace snímající hloubku vtisku. Hlavním cílem takové zkoušky je obvykle získat informaci o modulu pružnosti a tvrdosti materiálu z experimentálního snímání zátěže aplikované na indenter a hloubky vtisku. Toto snímání hloubky umožňuje nepřímé měření kontaktní plochy při plném zatížení, z níž lze posléze získat střední kontaktní tlak. Při znalosti kontaktní plochy a působící síly lze vypočítat tvrdost. Proces indentace při použití sférického nebo pyramidálního indentoru zahrnuje elasticko-plastické zatížení následované odlehčovací fází. Platnost výsledků tvrdosti a modulu závisí ve velké míře na postupu analýzy experimentálních dat. Tyto postupy nejsou zaměřeny pouze na získání hodnot modulu pružnosti a tvrdosti, ale také provádí korekci nevyhodnocených dat na různé systematické chyby, které byly identifikovány pro tento typ zkoušky. Síla působící na indenter je obvykle v řádech mN s rozlišením několika nN. Hloubka vtisku je v řádech desítek až stovek nm s rozlišením menším než desetina nm [1]. Tato kapitola se zabývá základními principy elastického a elasticko-plastického kontaktu mezi indentorem a vzorkem, a jejich vztahem k nanoindentaci.

## 1.2 Elastický kontakt

Elastická deformace tělesa je taková deformace, při které po odstranění zátěže dojde k návratu materiálu do původního tvaru. Napětí a deformace vznikající při kontaktu dvou elastických těles jsou zvláště důležité pro indentační testování. Nejlépe popsáný průběh tohoto kontaktu je popsán pro kontakt tuhé koule s rovným povrchem, jak je znázorněno na obr. č. 1. Popisem tohoto kontaktu se zabýval Hertz [2, 3]. Existuje závislost mezi zatížením indentoru  $P$  a poloměrem kontaktního kruhu  $a$ , a to ve tvaru:

$$a^3 = \frac{3}{4} \cdot \frac{P \cdot R}{E^*}, \quad (1)$$

kde  $E^*$  je redukovaný modul pružnosti indentoru a vzorku a je vyjádřen rovnicí:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_1^2)}{E_1}. \quad (2)$$



Modul  $E^*$  tedy zahrnuje jak příspěvek od vzorku, tak i indentoru. Pokud indentor i povrch vzorku mají zakřivení, pak  $R$  ve výše uvedených rovnicích je jejich relativní poloměr, který je dán rovnicí:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}. \quad (3)$$

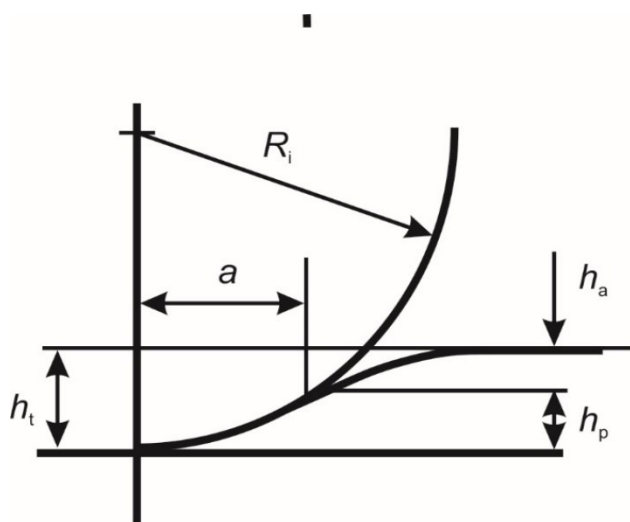
V rovnici (3) je poloměr indentoru vždy zvolen jako kladný, a poloměr vzorku je kladný, pokud střed křivosti je na opačné straně linie kontaktu mezi tělesy.

Důležité je, že tato deformace je lokální a Hertzovy rovnice popisují tuto deformaci a ne objemovou deformaci vzorku a napětí spojené s metodou uchycení vzorku. Průhyb  $h$  původního volného povrchu v blízkosti indentoru je dán rovnicí:

$$h = \frac{1}{E^*} \frac{3}{2} \frac{P}{4a} \left( 2 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad r \leq a. \quad (4)$$

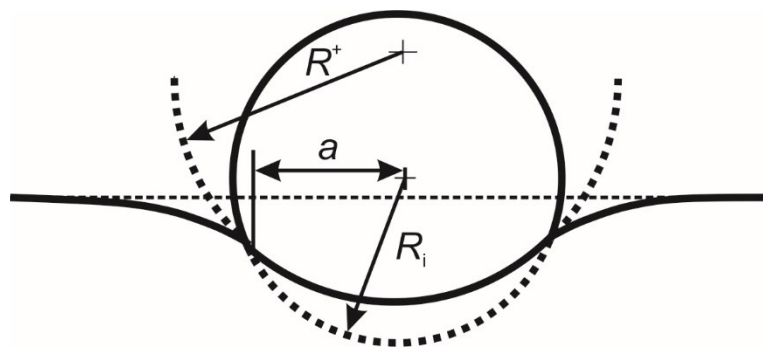
Z rovnice (4) vyplývá, že hloubka kontaktního kruhu pod volným povrchem vzorku je polovinou celkové elastické deformace. To znamená, že vzdálenost z volného povrchu vzorku ke kontaktnímu kruhu při plném zatížení je:

$$h_a = h_p = \frac{h_t}{2}. \quad (5)$$



Obrázek č. 1: Kontakt sférického indentoru s rovinným povrchem, převzato z [1]

Rovnice (1) až (4) platí pro tuhý indentor s poloměrem  $R$ . Pro netuhý indentor je odezva materiálu taková, jaká by odpovídala indentaci tuhým indentorem avšak o větším poloměru  $R^+$  (viz obr. č. 2).



Obrázek č. 2: Netuhý indentor, převzato z [1]

Tento poloměr může být vypočten z rovnice (1) a (2), kde  $E_i$  je zvoleno stejné jako pro tuhý indentor. Potom poloměr kontaktního kruhu  $a$  ekvivalentní tuhému indentoru o poloměru  $R^+$  je dán rovnicí [4]:

$$R^+ = \frac{4a^3 E}{3(1-\nu^2)P}. \quad (6)$$

Střední kontaktní tlak  $p_m$  je normalizační parametr mající skutečný fyzikální význam a je dán jako podíl mezi zatížením indentoru a průmětem kontaktní plochy:

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2}. \quad (7)$$

Kombinací rovnic (1) a (7) dostaneme:

$$p_m = \left(\frac{4E^*}{3\pi}\right) \frac{a}{R}. \quad (8)$$

Střední kontaktní tlak  $p_m$  je často označován jako indentační napětí a podíl  $a/R$  jako indentační deformace. Tento vztah mezi  $p_m$  a  $a/R$  naznačuje existenci napěťové deformační odezvy obdobné povahy jako při konvenční jednoosé tahové zkoušce. V obou případech plně elastická deformace dává lineární odezvu. Vzhledem k lokálnímu charakteru napěťového pole, indentační deformace poskytuje cennou informaci o elasticko-plastických vlastnostech zkoušeného materiálu, které nejsou dostupné při makroskopické zkoušce pomocí jednoosého tahu nebo tlaku.

Pro kuželový (konický) indentor platí podobné rovnice, kde poloměr kontaktního kruhu  $a$  je vztažen k zatížení  $P$  rovnicí [5]:

$$P = \frac{\pi a}{2} E^* a \cot \alpha. \quad (9)$$

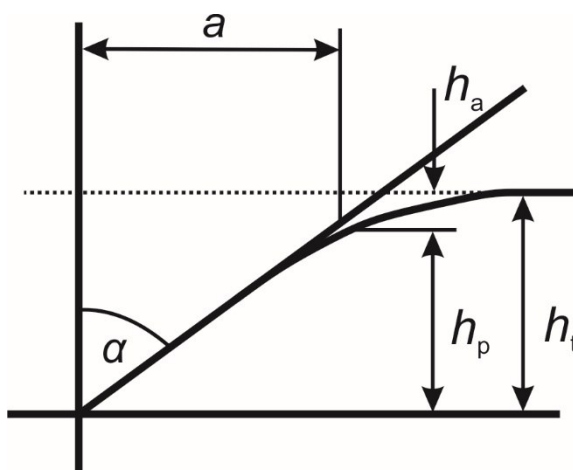
Hloubkový profil deformovaného povrchu v oblasti kontaktu je pro kuželový indentor dán rovnicí:

$$h = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{a}\right) a \cot \alpha \quad r \leq a, \quad (10)$$

kde  $\alpha$  je polo-úhel hrotu indentoru, viz obr. č. 3. Velikost  $\cot \alpha$  je hloubka vtisku  $h_p$  měřená od kontaktního kruhu. Dosazením rovnice (9) do rovnice (10) s  $r = 0$ , dostaneme rovnici:

$$P = \frac{2E^* \tan \alpha}{\pi} h_t^2, \quad (11)$$

kde  $h_t$  je hloubka vtisku indentoru měřená od původního volného povrchu vzorku.



Obrázek č. 3: Dotyk kuželového indentoru, převzato z [1]

V indentačních testech jsou nejvíce používány sférické a pyramidální indentory. Pro sférické indentory platí Hertzovy rovnice přímo [1]. Mezi nejčastěji používané typy pyramidálních indentorů patří čtyřstranný Vickersův indentor a třístěnný Berkovichův indentor.

Pro indentační zkoušku je zásadní kontaktní plocha, která je získána z rozměrů kontaktního obvodu. Pro sférický indentor je poloměr kontaktního kruhu dán rovnicí:

$$a = \sqrt{2R_i h_p - h_p^2} \approx \sqrt{2R_i h_p}, \quad (12)$$

kde  $h_p$  je hloubka kontaktního kruhu znázorněna na obr. č. 1. Jedná se o základní rovnici, jejíž aproximovaný tvar je použitelný za předpokladu malých deformací [1], kdy  $h_p \ll R_i$ . Pro kuželový indentor platí pro poloměr kontaktního kruhu rovnice:

$$a = h_p \tan \alpha. \quad (13)$$

V indentačních zkouškách a teoretických úvahách jsou pyramidální indentory obecně nahrazovány za kuželové indentory s takovým vrcholovým úhlem, který poskytuje stejný podíl plochy (průřez vs. skutečný povrch) a hloubky vtisku jako daný pyramidální indenter.

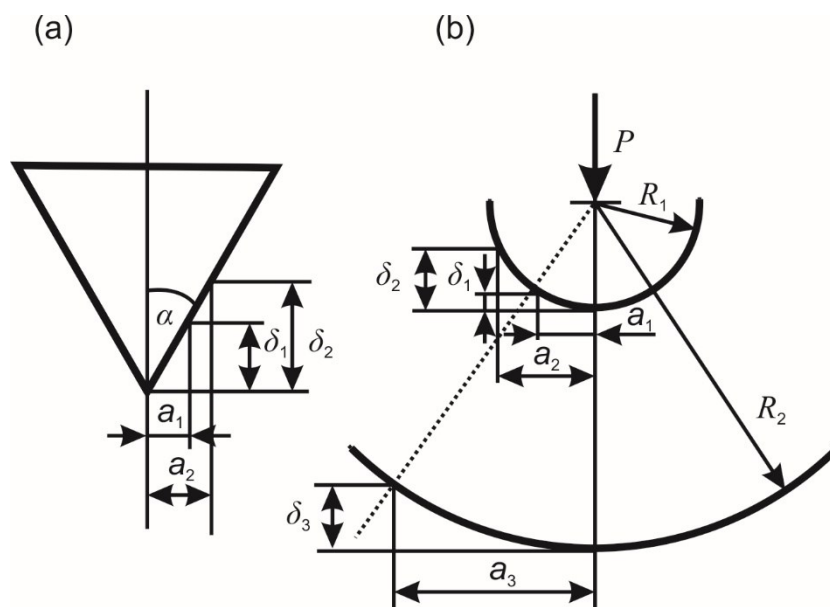
### 1.3 Geometrická podobnost

U pyramidálního nebo kuželového indentoru je buď poměr délky uhlopříčky a hloubky indentace, anebo poměr poloměru kontaktního kruhu a hloubky indentace  $a/\delta$  konstantní při zvyšování indentační zátěže (viz obr. č. 4). Indentace tohoto typu má vlastnost geometrické podobnosti. Význam tohoto je takový, že indentační deformace  $a/R$  v materiálu je konstantní a nezávisí na velikosti aplikovaného zatížení na indenter.

Pro sférický indenter toto neplatí, a poloměr kontaktního kruhu se zvyšuje rychleji než hloubka indentace při vzrůstajícím zatížení indentoru. Poměr  $a/\delta$  vzrůstá se vzrůstajícím zatížením, kde  $\delta$  je hloubka měřená od kontaktního kruhu, ne od původního volného povrchu. V tomto ohledu indentace sférickým indentorem nemá vlastnost geometrické podobnosti. Vzrůstající zatížení na sférický indenter je ekvivalentní zmenšování polo-úhlu hrotu kuželového indentoru. Obecně je možno získat geometrickou podobnost i v případě sférických indenterů, a sice za předpokladu použití sférických indenterů různých poloměrů. Pokud je indentační deformace  $a/R$  konstantní, potom je střední kontaktní tlak také konstantní a hovoříme opět o geometrické podobnosti.

Principu geometrické podobnosti je využíváno při měření tvrdosti. Například, vzhledem ke geometrické podobnosti se při měření tvrdosti používá diamantový pyramidální indenter. Díky geometrické podobnosti se získá hodnota tvrdosti, která je nezávislá na zatížení indentoru.

Velikost  $a/R$  u sférické indentace je ekvivalentní  $\cot \alpha$  pro kuželový indenter. Tabor [6] ukazuje, že deformace při Brinellově zkoušce tvrdosti je přibližně  $0,2a/R$ , čemuž odpovídá deformace při indentační zkoušce vykonané Vickersovým indentorem, která je přibližně rovna 8 % při úhlu  $\alpha = 68^\circ$ .



Obrázek č. 4: Geometrie kuželového (a) a sférického indentoru (b), převzato z [1]

## 1.4 Elasticko-plastický kontakt

Plastická deformace je taková deformace, při níž po uvolnění deformační síly nedochází k navrácení materiálu do původní polohy. Při indentační zkoušce dochází v mnoha materiálech ke vzniku obou deformací, jak elastické, tak i plastické. K plastické deformaci při indentaci křehkých materiálů dochází zejména při použití ostrých indentorů (Vickersova nebo Berkovichova pyramida). Ve tvárných materiálech dochází k plastické deformaci již při použití tupých indentorů, jako jsou sférický nebo válcový indentor.

Indentační zkoušky se běžně používají pro měření tvrdosti materiálu, ale mohou být použity pro měření ostatních mechanických vlastností pevných látek, například k měření pevnosti či lomové pevnosti. Díky vzniku plastické deformace lze u vzorku určit lomovou pevnost, vnitřní reziduální napětí a pevnost. Podle Hertze je absolutní hodnota tvrdosti nejmenší hodnota tlaku působícího na sférický indentor, který vyvolá trvalou deformaci ve středu kontaktní plochy [1].

### 1.4.1 Závislost tvrdosti na mezi kluzu

Statické indentační testy jsou založeny na aplikaci zatížení na sférický nebo pyramidální indentor. Experimenty ukazují, že hodnotu středního kontaktního tlaku  $p_m$  pod hrotem indentoru, která zůstane stejná i při zvětšování síly působící na indentor, lze přímo vztáhnout k tvrdosti. Proto lze určit tvrdost materiálu přímo z průmětu kontaktní plochy,

kteřá vznikla po vtlačení indentoru. Experimentálně lze ukázat, že  $p_m$  mezi indentorem a vzorkem je přímo úměrný mezi kluzu materiálu při stlačování, a platí rovnice:

$$H \approx C \cdot Y, \quad (14)$$

kde  $Y$  je mez kluzu nebo napětí potřebné k tečení materiálu. Střední tlak v indentační zkoušce je vyšší než mez kluzu jednoosé kompresní zkoušky, protože smyková část napětí je zodpovědná za plastické tečení materiálu. Tedy střední tlak je vyšší, než je požadovaný k iniciaci kluzu, ve srovnání s jednoosým kompresním napětím. Proto v rovnici (14) vystupuje konstanta  $C$ , která je závislá na materiálu vzorku, typu indentoru a ostatních experimentálních parametrech. Experimenty a teorie předpovídají hodnotu  $C \approx 3$  pro materiály s velkou hodnotou poměru  $E/Y$ , jako jsou například kovy. Pro malé hodnoty  $E/Y$ , které odpovídají sklům, je hodnota  $C \approx 1,5$ .

#### 1.4.2 Indentační odezva materiálu

Hodnota tvrdosti materiálu přímo souvisí se středním kontaktním tlakem  $p_m$  pod indentorem. Cenné informace o elastických nebo plastických vlastnostech materiálu mohou být získány při použití sférického indentoru, kdy střední kontaktní tlak neboli indentační napětí jsou vyneseny do grafu v závislosti na poměru  $a/R$ , což odpovídá indentační deformaci. Indentační napětíovou deformační odezvu v elasticko-plastické pevné látce můžeme obecně rozdělit na 3 oblasti, které jsou závislé na mezi kluzu  $Y$  určeném při jednoosé kompresní zkoušce [6]:

1.  $p_m < 1,1Y$  - Plně elastická odezva materiálu, žádný permanentní nebo reziduální vtisk v materiálu po odlehčení.
2.  $1,1Y < p_m < CY$  - Plastická deformace vzniká pod povrchem, ale je omezena okolním elastickým materiálem.
3.  $p_m = CY$  - Plastická deformační oblast se rozšiřuje až na povrch vzorku a dále roste do velikosti. Dochází ke zvětšování kontaktní plochy, přičemž střední kontaktní tlak je již konstantním, případně dochází k malému nárůstu při zvětšování zátěže na indentor. Hovoříme o plně vyvinuté plastické zóně, kde je již možno určovat tvrdost materiálu.

Hodnota konstanty  $C$  zaleží na materiálu a na geometrii indentoru.

V 1. oblasti během počáteční aplikace zátěže je odezva materiálu elastická a může být popsána rovnicí (8). Tato rovnice předpokládá lineární elasticitu a nebere v úvahu kluz

v materiálu. Pro čistě elastickou odezvu je maximum hlavního smykového napětí při indentaci sférickým indentorem při  $0,47 p_m$  a hloubce  $\approx 0,5a$  pod povrchem vzorku. Toto hlavní smykové napětí se nachází přímo pod indentorem [7]. Podle Tabora [6] může být použito jedno z Trescova nebo von Misesova kritéria definující smykové napětí v případě plastického tečení jako  $\tau \approx 0,5 Y$  a lze ukázat, že plastická deformace ve vzorku pod sférickým indentorem nastane poprvé při  $p_m \approx 1,1Y$ .

Teoretický rozbor ve 2. oblasti je obtížný z důvodu neurčitostí týkajících se velikosti a tvaru rozvíjející se plastické oblasti. Při velké indentační deformaci v oblasti 3 se zdá režim deformace závislý na typu indentoru a materiálu vzorku. Přítomnost volného povrchu má patrný efekt na plastickou deformaci ve vzorku a to takový, že za předpokladu žádného deformačního zpevnění dochází k malému nebo k žádnému růstu  $p_m$  při vzrůstajícím zatížení na indentor.

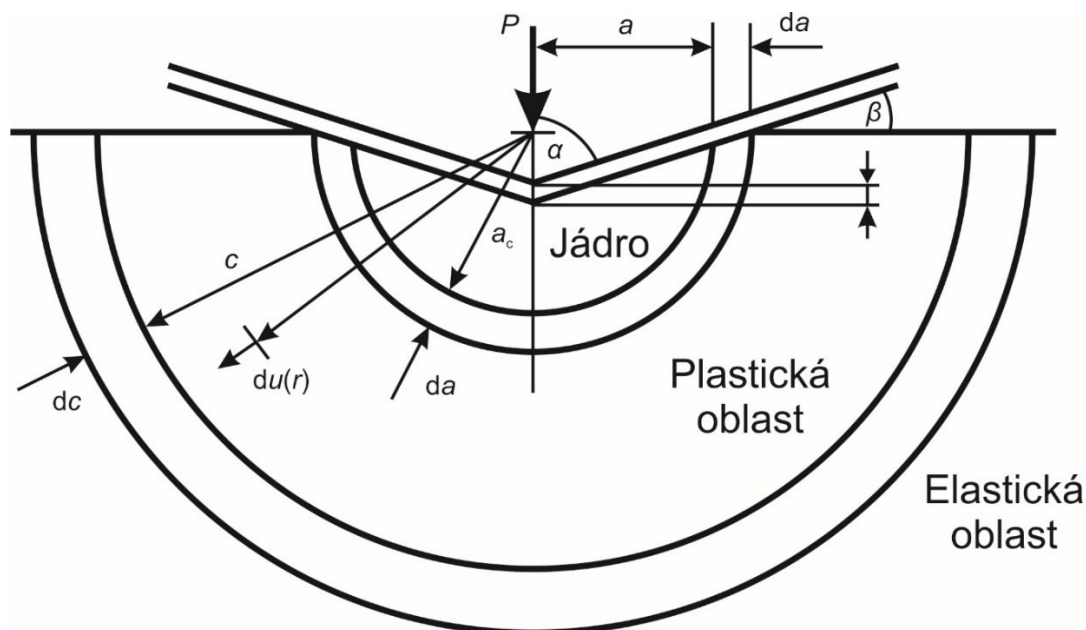
### 1.4.3 Teorie tvrdosti

Teoretické přístupy k tvrdosti mohou být obecně rozděleny do kategorií podle charakteristiky odezvy materiálu v závislosti na tvaru indentoru. Různé polo-empirické modely popisují experimentálně pozorovatelné jevy při hodnotách indentační deformace blízkých nebo rovných stavu plně rozvinuté plastické zóny. Tyto modely různě popisují odezvu materiálu na základě skluzových linií, elastického přesunu a radiálního stlačení.

Pro ostrý klín nebo kuželový indentor je obvykle pozorováno značné vzestupné tečení, a protože elastická deformace je zde zanedbatelná v porovnání s plastickou deformací, tak vzorek může být považován za čistě plastický. Je zahrnut stříhový mechanismus a vzniká nový povrch, který je vytvořen pod indentorem v důsledku vytlačení materiálu indentorem směrem vzhůru při plastické deformaci materiálu.

Pro tupé indentory je odezva vzorku elasticko-plastická. S tupými indentory Samuels a Mulhearn [8] zjistili, že plastická deformace při stavu plně rozvinuté plastické oblasti se jeví spíše jako výsledek stlačování namísto stříhu. V současnosti obecně přijímaný koncept vychází z Johnsonovy práce [9, 10], založené na expanzi nestlačitelného polo-sférického jádra. Tlak uvnitř jádra je přímo závislý na středním kontaktním tlaku. Jedná se o model tzv. „expandující dutiny“. V tomto modelu je kontaktní povrch indentoru uzavřen pomocí hydrostatického jádra o poloměru  $a_c$ , které je obklopeno polokulovou plastickou oblastí o poloměru  $c$ , jak je znázorněno na obr. č. 5. Přírůstek průniku indentoru  $dh$  vyvolá expanzi jádra  $da$ , objem indentorem posunutého materiálu je akomodován radiálním pohybem

materiálu na hranici jádra o  $du(r)$ . To způsobí zvětšení poloměru plastické oblasti  $dc$ . Pro geometricky podobné indentace jako například pomocí kuželového indentoru se poloměr plastické oblasti zvětšuje ve stejném poměru jako jádro, proto  $da/dc = a/c$ .



Obrázek č. 5: Schéma modelu expandující dutiny, převzato z [1]

Použitím těchto výsledků Johnson ukazuje, že tlak v jádře může být vypočítán podle rovnice:

$$\frac{p}{Y} = \frac{2}{3} \left[ 1 + \ln \left( \frac{(E/Y) \tan \beta + 4(1-2\nu)}{6(1-\nu^2)} \right) \right], \quad (15)$$

kde  $p$  je tlak v jádře a  $\beta$  je úhel sklonu mezi indentorem a povrchem vzorku, jak je vidět na obr. č. 5. Průměrný kontaktní tlak získáme z rovnice:

$$p_m = p + \frac{2}{3}Y . \quad (16)$$

Tato rovnice vede k hodnotě konstanty  $C$ . Pokud volný povrch vzorku začne ztelně ovlivňovat tvar plastické oblasti a plastický materiál již není elasticky ovlivňován, tak objem materiálu vytlačený indentorem je přemístěn tečením vzhůru kolem indentoru. Poté vzorek získá vlastnosti čistě plastické pevné látky, protože jakékoliv přítomné elastické napětí je mnohem menší než plastické tečení nenamáhaného materiálu.



## 1.5 Indentace v nanometrové škále

Potřeba měření indentace v nanometrové škále vzrostla na počátku 80. let 20. století z důvodu potřeby měření mechanických vlastností tvrdých tenkých vrstev a chování povrchu v malých hloubkách. Mikroindentační testy nebyly schopny působit dostatečně malými silami, aby byla hloubka vtisku do 10 % tloušťky tenké vrstvy z důvodu vyloučení vlivu substrátu na měřené vlastnosti tenké vrstvy. I přesto, kdyby byly schopny působit tak malou silou, tak by nejistota určení plochy vtisku byla vysoká. Například pro Vickersův indentor by při úhlopříčce vtisku 5  $\mu\text{m}$  byla nejistota až 20 %. Při použití optické metody nejistota dále vzrůstá se zmenšováním velikosti vtisku. Takže při měření úhlopříčky vtisku 1  $\mu\text{m}$  by byla nejistota až 100 %.

Vzhledem k tomu, že rozměry kontaktní plochy nejsou konvenčními metodami měřitelné, nanoindentační technika typicky používá měření hloubky vtisku indentoru. Při známé geometrii indentoru proto dokážeme určit velikost kontaktní plochy. Takový postup se nazývá hloubku snímající indentační zkouška, tento přístup je možné použít i při makroskopických zkouškách [11, 12]. Měření pomocí snímání hloubky má svá specifika a je třeba specifických kalibrací a korekcí. Pro tento typ měření, je potřeba určit polohu povrchu tělesa. To se obvykle provádí tak, že se provede prvotní vlačování velmi malou počáteční silou, přesto však může dojít k pronikání indentoru do povrchu tělesa. Toto prvotní pronikání musí být zahrnuto do analýzy výsledných dat. Korekce je potřeba provádět na skutečnou geometrii indentoru (nikoli ideální, kterou předpokládá teorie) a získat tzv. funkci geometrie hrotu (DAF funkce). Dále je třeba uvažovat ohyb zatěžovacího rámu přístroje a také hromadění materiálu okolo indentoru, tzv. pile-up efekt. Tyto efekty přispívají k chybám při analýze naměřených hloubek a následně i k chybám při stanovení tvrdosti a modulu pružnosti. Kromě toho velikost deformace při nanoindentaci je srovnatelná s velikostí materiálových chyb a dislokací.

Výsledky z nanoindentační zkoušky mohou poskytnout informaci o modulu pružnosti, tvrdosti, praskání, fázových transformacích, creepu, deformačním zpevnování či absorpci deformační energie. Velikost změněné plochy vzorku je velmi malá a zkouška může být v mnoha případech brána jako nedestruktivní. Protože rozsah deformace je velmi malý, je možné tuto techniku použít pro tenké povrchové vrstvy a modifikované povrchové vrstvy. Nanoindentační přístroje jsou typicky jednoduché k použití, jsou ovládané počítačem a nepotřebují vakuové komory nebo jiné drahé laboratorní zařízení.

## 2 Nanoindentační zkouška

### 2.1 Nanoindentační testovací data

Cílem většiny nanoindentačních zkoušek je získání elastického modulu a tvrdosti materiálu ze snímání hloubky vtisku při zatěžování a následném odlehčení indentoru. Konvenční měření tvrdosti zahrnuje přímé měření velikosti reziduálního plastického vtisku ve vzorku. V nanoindentační zkoušce je velikost reziduálního vtisku často jen několik mikrometrů, a kvůli tomu je obtížné tyto vtisky vyhodnocovat přímo pomocí optických technik. V nanoindentační zkoušce se proto měří hloubka vtisku od povrchu vzorku. Při známé geometrii indentoru je umožněno určit z hloubky vtisku velikost kontaktní plochy a následně spočítat tvrdost. Tento postup také umožňuje určení modulu pružnosti materiálu vzorku z měření tuhosti v kontaktu, což je poměr změny zatížení a hloubky. V této kapitole jsou shrnuty mechanismy indentačního testu a druhy indentorů používaných při tomto testování.

### 2.2 Typy indentorů

Nanoindentační zkoušky tvrdosti jsou obvykle prováděny sférickým nebo pyramidálním indentorem. Vickersův indentor je čtyřboká pyramida a využívá se hlavně při mikroindentaci. Berkovichův indentor je trojboká pyramida a zpravidla se používá v případech indentace v oblasti nano-mikro indentace. Vrcholový polo-úhel<sup>1</sup> je  $65,27^\circ$ , což poskytuje stejný poměr promítnuté plochy k hloubce jako Vickersův indentor. Původně byl Berkovichův indentor zkonstruován vrcholovým polo-úhlem  $65,03^\circ$ , který dával stejný poměr aktuální plochy povrchu k hloubce jako Vickersův indentor. V praxi nelze dosáhnout ideální pyramidy a špička indentoru se aproximuje koulí, jejíž efektivní poloměr u nového indentoru je typicky v rozmezí 50-100 nm. Používáním může tento poloměr vzrůst až na hodnoty cca 200 nm.

Knoopův indentor je čtyřstěnný pyramidální indentor se dvěma rozdílnými úhly ploch. Měření nestejných délek úhlopříček reziduálního vtisku je velmi užitečné pro vyšetřování anizotropie povrchu vzorku. Tento indentor byl původně vyvinut pro umožnění zkoušek

---

<sup>1</sup> Vrcholový polo-úhel je úhel mezi stěnou pyramidy a její výškou.

velmi tvrdých materiálů, kde delší uhlopříčka byla snadněji měřitelná v menší hloubce reziduálního vtisku.

Cube corner „roh krychle“ indenter je také používán v nanoindentačních zkouškách. Je podobný Berkovichovu indentoru, ale jeho vrcholový polo-úhel ploch je roven  $35,26^\circ$ .

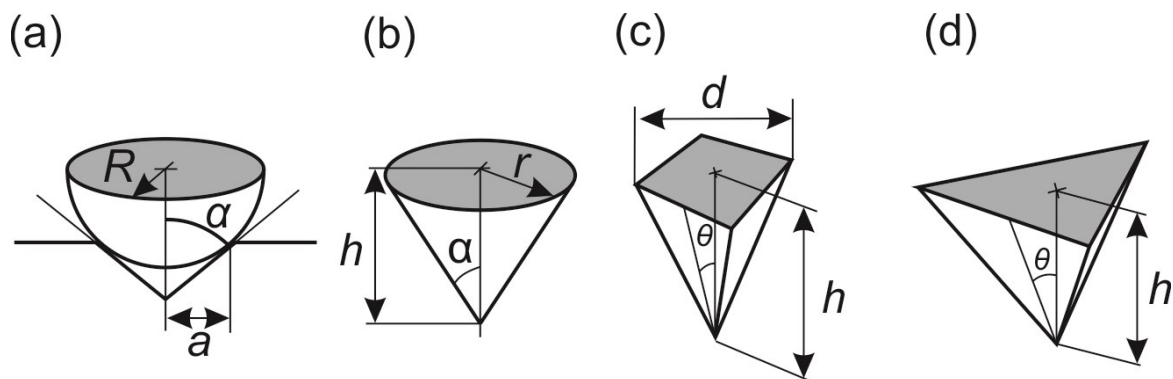
Kuželové indentory mají výhodu osově symetrie. Ekvivalentní promítnutou plochu kontaktu neboli průmět kontaktní plochy kuželových a pyramidálních indenterů získáme z rovnice:

$$A = \pi h_p^2 \tan^2 \alpha, \quad (17)$$

kde  $h_p$  je hloubka vtisku měřená od hrany kruhu nebo kontaktní plochy. Je výhodné, když se analýza nanoindentačních testovacích dat pořízených pyramidálním indenterem provádí pomocí osově symetrického kuželového indentoru s vrcholovým polo-úhlem, který může být určen pomocí rovnice (17). Pro Vickersův nebo Berkovichův indenter je promítnutá plocha kontaktu  $A = 24,5h^2$  a tím dostáváme velikost polo-úhlu rovnu  $70,3^\circ$ , která je ekvivalentní kuželovému indenteru. Tabulka č. 1 uvádí rovnice pro kontaktní plochu pro různé typy indenterů z hlediska hloubky vtisku  $h_p$ . Jednotlivé geometrie indenterů jsou znázorněny na obr. č. 6.

Tabulka č. 1: Seznam a vlastnosti indenterů, upraveno z [1]

Typ indenteru	Promítnutá plocha	Vrcholový polo-úhel $\theta$ [°]	Efektivní úhel kuželu $\alpha$ [°]	Rozdílový faktor $\epsilon$
Sféra	$A \approx 2\pi R h_p$	-	-	0,750
Berkovich	$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta$	65,27	70,30	0,750
Vickers	$A = 4h_p^2 \tan^2 \theta$	68,00	70,30	0,750
Knoop	$A = 2h_p^2 \tan \theta_1 \tan \theta_2$	$\theta_1 = 86,25$ $\theta_2 = 65,00$	77,64	0,750
Cube Corner	$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta$	32,26	42,28	0,750
Kužel	$A = \pi h_p^2 \tan^2 \alpha$	$\alpha$	$\alpha$	0,727



Obrázek č. 6: Obrázky indenterů s vyznačeným tvarem průmětu kontaktní plochy:  
 a) sférický, b) kuželový, c) Vickersův, d) Berkovichův

Sférické indentory jsou používány, protože tento typ indenteru zajišťuje hladký přechod z elastického na elasticko-plastický kontakt. Je vhodný zejména pro měření měkkých materiálů a pro replikaci kontaktního poškození, které vzniká v podmínkách provozu. Indentor je typicky vytvořen jako sféro-kuželový pro snadnější výrobu. Pro vtisk do povrchu vzorku se používá pouze samotná sférická špička indenteru v indentační zkoušce. Běžně jsou vyráběny diamantové sférické indentory s poloměrem 1-100  $\mu\text{m}$ .

### 2.3 Indentační tvrdost a modul pružnosti

Velikost indentační tvrdosti v kontextu středního kontaktního tlaku v kontaktu je získána podílem zatížení indenteru a průmětem kontaktní plochy. Střední kontaktní tlak při podmínce plně rozvinuté plastické oblasti je obvykle definován jako indentační tvrdost  $H_{IT}$  pro daný materiál vzorku. Pro extrémní případ plastické pevné látky a při malém elastickém zotavení materiálu, tak střední kontaktní tlak při stavu plně rozvinuté plastické oblasti reprezentuje odpor materiálu k permanentní deformaci. V případě podstatnějšiho elastického zotavení, jako například u keramik, u kterých je poměr  $E/H$  vysoký, odpovídá střední kontaktní tlak při plně rozvinuté plastické oblasti odporu materiálu ke kombinované elastické a plastické deformaci.

Při hloubku snímající technice používané při nanoindentaci mohou být elastické moduly vzorku určeny ze sklonu odlehčovací větve nanoindentační křivky. Moduly měřené tímto způsobem se formálně nazývají indentační moduly  $E_{IT}$  materiálu vzorku. V ideálním případě indentační moduly mají stejný význam jako Youngovy moduly, ale toto neplatí pro některé materiály. Hodnota indentačních modulů může být značně ovlivněna chováním materiálu, například pile-up efektem, který není započítán do analýzy nanoindentačních dat. Pile-up efekt obecně způsobí zvětšení reálné kontaktní plochy. Analýza ale počítá s plochou,

kteřá je menší než reálná plocha vtisku ovlivněná tímto efektem. Z tohoto důvodu je potřeba pozornosti při samotném vyhodnocování indentačních dat, tak i při porovnávání modulů materiálů získaných rozdílnými technikami.

### 2.3.1 Sférický indentor

Střední kontaktní tlak, a tím i indentační tvrdost pro vtisk vytvořený sférickým indentorem, je dán rovnicí:

$$p_m = H = \frac{P}{A} = \frac{4P}{\pi d^2}, \quad (18)$$

kde  $d$  je průměr kontaktního kruhu při plném zatížení (předpokládá se, že se rovná poloměru reziduálního vtisku na povrchu). V nanoindentační zkoušce je obvykle velikost reziduálního vtisku příliš malá, aby byla měřitelná běžnými technikami. Místo toho se měří hloubka vtisku od kontaktního kruhu tzv. plastická hloubka  $h_p$  znázorněná na obr. č. 1. Plocha kontaktu je dopočítána díky známé geometrii indentoru. Pro sférický indentor je průmět kontaktní plochy dán rovnicí:

$$A = \pi(2R_i h_p - h_p^2) \approx 2\pi R_i h_p. \quad (19)$$

Aproximace je vhodná v případě, kdy indentační hloubka je malá v porovnání s poloměrem indentoru.

Střední kontaktní tlak určený rovnicí (18) je založen na naměření promítnuté kontaktní plochy a označuje se jako Meyerova tvrdost  $H$ . Naproti tomu Brinellova tvrdost (BHN), tradiční pojetí tvrdosti, používá skutečnou plochu vtisku na povrchu a je popsána rovnicí:

$$BHN = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (20)$$

kde  $D$  je průměr indentoru. Brinellova tvrdost je obvykle prováděna při hodnotě indentačního napětí  $a/R = 0,4$ . Tato hodnota je v souladu s plně rozvinutou plastickou oblastí.

Použití skutečné plochy reziduálního vtisku v Brinellově zkoušce se původně považovalo jako vhodnější kvůli kompenzaci deformačního zpevnování materiálu během zkoušky. Nicméně obecně více uznávána je Meyerova tvrdost, protože má větší fyzikální význam. Meyer objevil, že existuje empirický vztah mezi průměrem reziduálního vtisku a aplikovaným zatížením, a tento vztah je nazýván Meyerovým zákonem:

$$P = kd^n, \quad (21)$$

kde jsou  $k$  a  $n$  materiálové konstanty vzorku. Bylo zjištěno, že hodnota  $n$  je nezávislá na poloměru indentoru a souvisí s koeficientem deformačního zpevnění  $\chi$  dle rovnice:

$$n = \chi + 2. \quad (22)$$

Bylo zjištěno, že hodnota  $n$  se pohybuje mezi hodnotami 2-2,5. Vyšší hodnoty odpovídají žíhaným materiálům, zatímco nižší hodnoty odpovídají kaleným materiálům. Meyer stanovil spodní limit platnosti indentačního napětí  $a/R = 0,1$  [1]. Pod touto hodnotou bylo pozorováno zvyšování hodnoty  $n$ .

### 2.3.2 Berkovich indentor

Berkovichův indentor [13] je běžně používán pro nanoindentační zkoušku, protože se při výrobě snadněji dosahuje ostrého bodu než v případě čtyřstěnné Vickersovy geometrie. To zajišťuje přesnější kontrolu nad indentačním procesem. Střední kontaktní tlak je obvykle stanoven z měření plastické hloubky indentace  $h_p$ . Kontaktní plocha je dána vztahem:

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta. \quad (23)$$

Dosažením  $\theta = 65,27^\circ$  dostaneme rovnici ve tvaru:

$$A = 24,494h_p^2 \approx 24,5h_p^2. \quad (24)$$

A tím pádem střední kontaktní tlak nebo tvrdost je dána vztahem:

$$H = \frac{P}{24,5h_p^2}. \quad (25)$$

Původní Berkovichův indentor byl navržen tak, aby měl stejný poměr skutečné povrchové plochy k indentační hloubce jako Vickersův indentor s úhlem ploch  $65,0333^\circ$ . Vzhledem k tomu, že je běžné používat střední kontaktní tlak jako definici tvrdosti v nanoindentaci, tak Berkovichovy indentory používané při indentačních zkouškách jsou navrhnuty tak, aby měly stejný poměr promítnuté plochy k indentační hloubce jako Vickersův indentor s úhlem ploch  $65,27^\circ$ . Pro oba typy indentorů, jak Vickersův, tak Berkovichův, je typické napětí v materiálu vzorku přibližně 8 % (viz kapitola 1.3).

### 2.3.3 Vickers indentor

Pro Vickersův diamantový pyramidální indentor (čtvercová pyramida s úhlem protilehlých stran  $136^\circ$ , úhlem hran  $148^\circ$  a vrcholovým polo-úhlem  $68^\circ$ ) je Vickersova tvrdost (HV) vypočítána za použití zatížení indentoru a skutečné povrchové plochy vtisku. Vickersova diamantová tvrdost je menší než střední kontaktní tlak o  $\approx 7\%$  a je dána rovnicí:

$$HV = \frac{2P}{d^2} \sin \frac{136^\circ}{2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad (26)$$

kde  $d$  je rovno délce úhlopříčky měřené od rohu k rohu reziduálního vtisku na povrchu vzorku. Tradičně je Vickersova tvrdost počítána pomocí rovnice (26) s  $d$  v mm a  $P$  v kfg (1kfg = 9,806N). Výsledná hodnota se nazývá Vickersova tvrdost a značí se  $HV$ . Střední kontaktní tlak nebo také Meyerova tvrdost, pro případ použití Vickersova indentoru, jsou nalezeny použitím promítnuté kontaktní plochy a platí pro ně rovnice:

$$p_m = H = 2 \frac{P}{d^2}. \quad (27)$$

Existuje přímý vztah mezi HV a Meyerovou tvrdostí  $H$ , a to ve tvaru:

$$HV = 94,5H, \quad (28)$$

kde  $H$  je vyjádřeno v jednotkách GPa. V hloubku snímající indentační zkoušce je kontaktní plocha nalezena určením plastické hloubky  $h_p$ . Promítnutá kontaktní plocha je dána vztahem:

$$A = 4h_p^2 \tan^2 68^\circ = 24,504h_p^2. \quad (29)$$

### 2.3.4 Cube corner indentor

Berkovichův a Vickersův indentor mají relativně velký vrcholový polo-úhel, což zajišťuje, že deformace více odpovídá modelu expandující dutiny než teorii skluzu hran, která je ekvivalentní v případě, že napětí pod indentorem jsou velmi silně stlačená. V některých případech je žádoucí, aby vtisk do vzorku probíhal stříhem, zejména když jsou zapotřebí úmyslné radiální a mediální praskliny pro měření lomové pevnosti (houževnatosti). Cube corner indentor má relativně ostrý vrcholový polo-úhel, proto může být využíván pro tento typ měření. I přes ostrost tohoto indentoru je stále možné provádět tímto indentorem nanoindentační zkoušku normálním způsobem. Výraz pro průmět kontaktní plochy je stejný jako pro Berkovichův indentor, kde v tomto případě je vrcholový polo-úhel  $\theta = 35,26^\circ$  a rovnice má tvar:

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta = 2,60h_p^2. \quad (30)$$

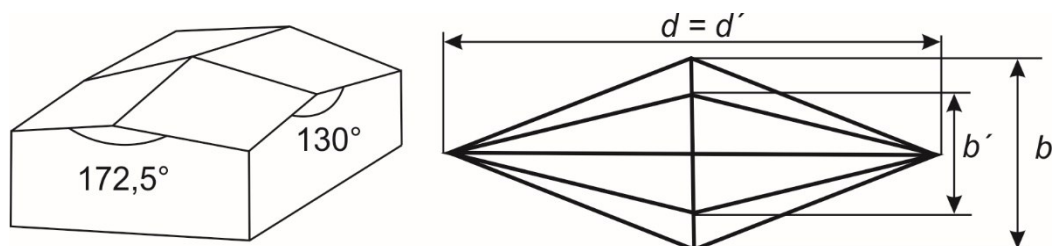
### 2.3.5 Knoop indentor

Knoopův indentor je podobný Vickersovu indentoru, ale v tomto případě má diamantová pyramida nestejně délkou hran. Výsledkem toho je, že vtisk má jednu úhlopříčku s délkou přibližně 7 krát delší než je druhá úhlopříčka [14]. Úhly opačných čelních stran pro Knoopův indentor svírají úhel  $172,5^\circ$  a  $130^\circ$ . Knoopův indentor je zvláště vhodný pro zkoušky velmi tvrdých materiálů, protože délka delší úhlopříčky reziduálního vtisku je snadněji měřitelná v porovnání s rozměry vtisků vytvořených Vickersovým nebo sférickým indentorem.

Jak je vidět na obr. č. 7, délka  $d$  delší úhlopříčky je použita k určení promítnuté plochy vtisku. Knoopovo číslo tvrdosti je založeno na promítnuté kontaktní ploše a je vypočítáno podle rovnice:

$$KHN = \frac{2P}{a^2 \left[ \cot \frac{172,5^\circ}{2} \tan \frac{130^\circ}{2} \right]}. \quad (31)$$

Pro indentaci ve vysoce elastických materiálech je pozorován značný rozdíl v délce krátké osové úhlopříčky při plném zatížení v porovnání s plným odlehčením.



Obrázek č. 7: Geometrie Knoopova indentoru, převzato z [1]

Poměr velikosti kratší úhlopříčky k delší úhlopříčce při plném zatížení je dán geometrií indentoru a pro Knoopův indentor je  $a/b = 1/7,11$ .



## 2.4 Reálné indentory

Hrot indentoru je nejčastěji vyroben z diamantu. Diamantové indentory jsou velmi tvrdé, ale také velmi křehké a mohou se snadno odštípnout nebo zlomit. Mechanické vlastnosti diamantu se liší v závislosti na orientaci při měření, vzhledem k povaze krystalické struktury diamantu. Hodnoty modulu pružnosti jsou uváděny v rozmezí 800 GPa až 1200 GPa [1] a jsou obvykle používány při analýze nanoindentačních testovacích dat s Poissonovým poměrem 0,07. Při vyhodnocování nanoindentačních dat je nejčastěji hodnota modulu rovna 1141 GPa.

Volba indentoru pro nanoindentační zkoušku je důležitá a závisí na tom, kterou informaci chceme získat z nanoindentační zkoušky. Typické napětí v materiálu vzorku pro geometricky podobné indentace vytvořené Vickersovým a Berkovichovým indentorem záleží pouze na efektivním konickém úhlu indentoru. Ostřejší úhel indentoru vytváří větší napětí. Podle Tabora [6] je typická deformace pro kuželové indentory dána rovnicí:

$$\varepsilon = 0,2 \cot \alpha . \quad (32)$$

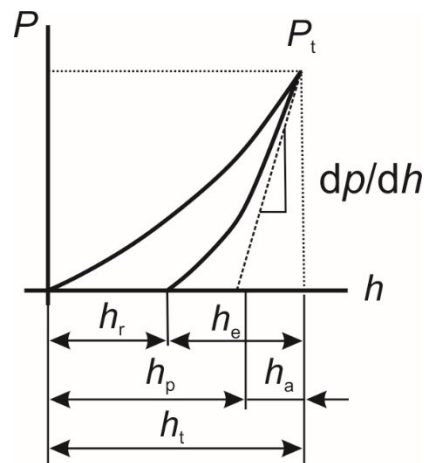
Což pro Berkovichův a Vickersův indenter dává hodnotu napětí okolo 8 %. Pokud je potřeba větší deformace, například pro vznik praskání nebo jiného jevu, tak je potřeba použít ostřejší hrot. Typická deformace pro cube corner indenter má hodnotu okolo 22 %. Indentace vytvořené ostrými indentory indukují plastickou deformaci od okamžiku kontaktu. Toho lze využít při testování velmi tenkých vrstev, kde je požadováno určit tvrdost této vrstvy nezávisle na substrátu. Sférické indentory nabízejí postupný přechod z elastické k elasticko-plastické odezvě materiálu. Typická deformace se mění s velikostí aplikovaného zatížení a je dána rovnicí:

$$\varepsilon = 0,2 \frac{a}{R} . \quad (33)$$

Je důležité, aby při měření tvrdosti pomocí sférického indentoru byla získána plně rozvinutá plastická oblast. V kovech to obvykle odpovídá hodnotě poměru  $a/R$  okolo 0,4 [1]. Měnicí se napětí během indentační zkoušky umožňuje pomocí sférického indentoru získání informací o elastických a elasticko-plastických vlastnostech vzorku spolu se všemi deformačně-zpevňujícími charakteristikami.

## 2.5 Zatěžovací křivky

Hlavním účelem nanoindentačních zkoušek je získání modulu pružnosti a tvrdosti materiálu vzorku z experimentálního záznamu zátěže na indentor a hloubky vtisku [1]. V typické zkoušce se zátěž aplikuje od nuly do maximální hodnoty a z maximální hodnoty do nuly, přitom se zaznamenává okamžitá hodnota zátěže a hloubky. Pokud nastane plastická deformace, potom zůstane reziduální vtisk v povrchu vzorku. Na rozdíl od běžných indentačních zkoušek tvrdosti, je velikost (tedy i promítnutá kontaktní plocha reziduálního vtisku) pro nanoindentační zkoušky příliš malá, aby byla přesně měřitelná pomocí běžných optických technik. Hloubka vtisku spolu se známou geometrií indentoru poskytuje nepřímé měření kontaktní plochy při plném zatížení, ze které může být stanoven střední kontaktní tlak a tím i tvrdost. Je-li zátěž indentoru odstraněna, tak se materiál pokusí získat zpět svůj původní tvar, ale tomu je zabráněno, protože proběhla plastická deformace. Nicméně je zde určitý stupeň zotavení v důsledku uvolnění elastického napětí v materiálu. Analýzou počáteční části elastického odlehčování lze získat elastické moduly zkoušeného materiálu.



Obrázek č. 8: Zatěžovací křivka, převzato z [1]

Tvar indentačních křivek pro nejběžnější typy indentorů je velmi podobný křivce na obr. č. 8. Pro sférický indentor je vztah mezi zatížením a hloubkou vtisku při zatěžování indentoru při elasticko-plastickém kontaktu dán rovnicí:

$$h = \frac{1}{2} \left( \frac{P}{\pi R_1 H} + \frac{3 \sqrt{P \pi H}}{4 \beta E^*} \right). \quad (34)$$

Pro elastické odlehčení máme rovnici ve tvaru:

$$h = \left[ \frac{3}{4 E^* R^{1/2}} \right]^{2/3} P^{2/3}. \quad (35)$$

Pro Berkovichův indentor je vztah mezi zatížením a hloubkou při elasticko-plastickém kontaktu dán rovnicí:

$$h = \sqrt{P} \left[ (3\sqrt{3}H \tan^2 \theta)^{-1/2} + \left[ \frac{2(\pi-2)}{\pi} \right] \frac{\sqrt{H\pi}}{2\beta E^*} \right]. \quad (36)$$

A při elastickém odlehčení dostaneme pro Berkovichův indentor rovnici ve tvaru:

$$h = \sqrt{P} \left( \frac{\pi}{2E^*} \right)^{1/2} \left( \frac{\pi}{3\sqrt{3}} \right)^{1/4} \frac{1}{\tan \theta'}, \quad (37)$$

kde v rovnici (35) a (37) jsou veličiny  $R'$  a  $\theta'$  kombinovaný poloměr a úhel indentoru a tvaru reziduálního vtisku na povrchu vzorku. Zajímavý význam mají druhé odmocniny aplikovaného zatížení v rovnicích (34) a (37), díky tomu lze hloubku vtisku aproximovat parabolou a tohoto je využito při modelování vtisku při analýze nanoindentčních dat. Ve většině případů metody analýzy spoléhají na předpoklad, že po elasticko-plastickém zatěžování následuje elastické odlehčení bez plastické deformace.

Indentační moduly jsou obvykle stanoveny ze sklonu odlehčovací křivky při maximálním zatížení. Rovnice (38) ukazuje, že redukovaný modul, zde označen jako  $E^*$ , je funkcí  $dP/dh$  a kontaktní plochy.

$$E^* = \frac{1}{2} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} \frac{dP}{dh}. \quad (38)$$

Indentační tvrdost je spočítána z indentačního zatížení, které je děleno průmětem kontaktní plochy. Průmět kontaktní plochy je určen pomocí hodnoty  $h_p$  (viz obr. č. 3) a známé geometrie indentoru (viz tabulka č. 1). Hodnota  $h_p$  je získána z analýzy nanoindentčních dat (viz obr. č. 8).

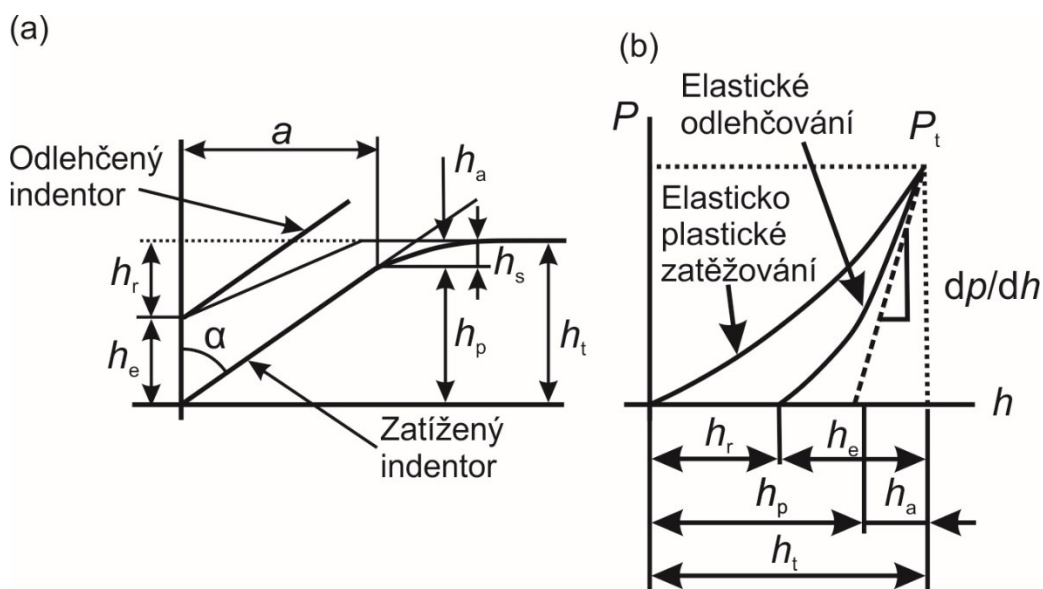
## 3 Analýza nanoindentačních dat

### 3.1 Úvod

Hodnota modulu pružnosti a tvrdosti materiálu vzorku při nanoindentační zkoušce se získává pomocí znalosti zatížení a měřením hloubky penetrace. Oproti klasickým měřením tvrdosti, kde se přímým optickým měřením určuje velikost reziduálního vtisku, je pro nanoindentaci kontaktní plocha získána výpočtem pomocí změřené hloubky vtisku a známé funkce tvaru indentoru. Z tohoto důvodu se někdy nanoindentační zkoušky označují jako indentační zkoušky snímající hloubku. Tato kapitola se bude zabývat analýzou nanoindentačních dat, která se používá k výpočtu tvrdosti a modulu testovaného vzorku. Existuje několik metod, které popisují tuto analýzu jako například metoda Dorner a Nix [15], metoda Oliver-Pharr [16] a další. Tato kapitola bude zaměřena na metodu Oliver-Pharr, protože bude použita při analýze naměřených dat.

### 3.2 Metoda Oliver-Pharr

Tato metoda analýzy nanoindentačních dat vznikla v roce 1992 a je popsána ve článku [16]. V roce 2004 byl vydán článek [17], který tuto metodu zpřesňuje. Metoda Oliver-Pharr je určena pro měření tvrdosti a modulu pružnosti materiálu z indentačních dat, které jsou ve tvaru závislosti posunutí na zátěži, získaných v průběhu jednoho cyklu zatěžování a odlehčování. Původně byla tato metoda určena pro indentace pomocí ostrých a geometricky podobných indentorů, jako například Berkovichovův indentor, ale tuto metodu je možné použít pro osově symetrické indentory včetně sférického indentoru. Schématické znázornění typických dat získaných pomocí Berkovichova indentoru je na obr. č. 9 (b), kde  $P$  označuje zatížení a  $h$  posunutí vzhledem k původnímu nedeformovanému povrchu. Během zatěžování se předpokládá elastická a plastická deformace a během odlehčování se předpokládá pouze elastická relaxace materiálu. Při těchto předpokladech není metoda použitelná pro materiály, kde dojde k plastické relaxaci materiálu během odlehčování.



Obrázek č. 9: Schémata s uvedenými hloubkami vtisku v: (a) vtisku (b) nanoindentační křivce, upraveno z [1]

Z nanoindentační křivky je potřebné určit tři důležité parametry a to: maximální zatížení  $P_t$ , maximální hloubku  $h_t$  a elastickou tuhost nebo také kontaktní tuhost  $S = dP/dh$ , která je definována jako sklon horní části odlehčovací křivky během počátečního stádia odlehčování. Přesnost měření tvrdosti a modulů závisí v podstatě na experimentálním měření těchto parametrů. Důležitá je také velikost konečné hloubky  $h_r$  permanentního vtisku po plném odlehčení indentoru.

Analýza použitá pro určení tvrdosti  $H$  a elastických modulů  $E$  vychází z metody Dornera a Nix [15]. Ale na rozdíl od této metody, která předpokládá lineární průběh odlehčovací křivky, experimentální data vykazují zřetelné zakřivení této křivky a obvykle se aproximují mocninou funkcí ve tvaru:

$$P = \alpha(h - h_r)^m, \quad (39)$$

kde  $\alpha$  a  $m$  jsou fitovací konstanty.

Postup použitý k měření tvrdosti  $H$  a modulu  $E$  je založen na odlehčovacím procesu. V těchto postupech je Berkovichův indentor nahrazen kuželovým indentorem s polo-úhlem  $\theta = 70,3^\circ$ , který dává stejný vztah hloubky a kontaktní plochy. Základním předpokladem je, že kontaktní kruh se zatlačí dovnitř vzorku (sink-in efekt). Tato podmínka omezuje použití této metody, protože nebere v úvahu pile-up efekt materiálu na hranici kontaktu, který se vyskytuje u některých elasticko-plastických materiálů. Za předpokladu, že pile-up je

zanedbatelný, tak elastické modely ukazují, že velikost sink-in hloubky  $h_s$ , která je zobrazena na obr. č. 9 (a) je dána vztahem:

$$h_s = \epsilon \frac{P_t}{S}, \quad (40)$$

kde  $\epsilon$  je konstanta závislá na geometrii indentoru. Pro kuželový indentor je  $\epsilon = 0,72$  a pro sférický indentor pro malé hloubky je  $\epsilon = 0,75$  [18]. Použití rovnice (40) k aproximaci vertikálního posunutí kontaktního obvodu vyplývá z geometrie znázorněné na obr. č. 9 (a), kde hloubka kontaktu mezi indentorem a vzorkem je dána rovnicí, kde  $h_p = h_t - h_s$ :

$$h_p = h_t - \epsilon \frac{P_t}{S}. \quad (41)$$

Zvolme  $f(d)$  jako funkci plochy, která popisuje promítnutou plochu indentoru jako vzdálenost  $\delta$  k hrotu indentoru, pak kontaktní plocha  $A$  je dána rovnicí:

$$A = f(h_p). \quad (42)$$

Funkce plochy je také nazývána funkcí tvaru indentoru. Tato funkce musí být velmi dobře kalibrována nezávislými měřeními, protože je potřeba brát v úvahu odchylku neideálního indentoru od teoretického tvaru indentoru. Tyto odchylky tvaru mohou být docela velké v blízkosti špičky Berkovichova indentoru, protože během výroby a používání dochází k zakulacení hrotu tohoto indentoru. Pro určení plochy je potřeba dobře znát reálný tvar indentoru. Jakmile je kontaktní plocha  $A$  určena, tak se tvrdost stanovuje pomocí rovnice:

$$H = \frac{P_t}{A} \quad (43)$$

Tato definice tvrdosti je založena na kontaktní ploše pod zatížením a je v souladu s Meyerovou koncepcí tvrdosti. Tato hodnota tvrdosti se tak může odchylovat od hodnot tvrdosti získaných pomocí klasických metod měření založených na optickém měření plochy reziduálního vtisku v případě výskytu významného elastického zotavení materiálu vzorku po odstranění zátěže. Nicméně toto platí zejména pro materiály s extrémně malou hodnotou poměru  $E/H$ .

Měření elastických modulů je založeno na vztahu kontaktní plochy a naměřené odlehčovací (kontaktní) tuhosti, a je popsáno rovnicí:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A}. \quad (44)$$

Redukovaný elastický modul  $E^*$ , který je popsán rovnicí (2) bere v potaz skutečnost, že elastické posunutí se vyskytuje v obou materiálech, a to jak v materiálu vzorku s Youngovým modulem  $E$  a Poissonovým poměrem  $\nu$ , tak i v indentoru s elastickými konstantami  $E_i$  a  $\nu_i$ .

Rovnice (44) je obecný vztah, který platí pro jakýkoliv osově symetrický indenter [19]. Tato rovnice byla původně odvozena pouze pro elastický kontakt, ale následně bylo prokázáno, že ji lze aplikovat i na elasticko-plastický kontakt [19]. Také bylo prokázáno, že malé odchylky tvaru osově symetrického indentoru nemají žádný efekt na výsledky, a tak není tato rovnice ovlivněna pile-up a sink-in efektem.

Pro sférický indenter lze použít tuto metodu bez jakékoliv modifikace pro stanovení tvrdosti a modulu pružnosti materiálu vzorku. Kontaktní hloubku lze stanovit pomocí rovnice (41). Je-li splněna podmínka Hertzova kontaktu, že hloubka vtisku je relativně malá k poloměru sférického indentoru, a použijeme-li pro poloměr  $R$  rovnici (3), vztah mezi zatížením a posunutím je dán rovnicí [10]:

$$P = \frac{4}{3}\sqrt{RE^*}(h - h_r)^{\frac{3}{2}}. \quad (45)$$

Hloubka, která se objevuje v rovnici (45) je  $h - h_r$  namísto  $h$ , protože posunutí je pouze z křivky elastického odlehčování, viz obr. č. 9 (b). Tuhost během odlehčování je získána derivací této rovnice podle  $h$ , takže získáme pro tuhost rovnici ve tvaru:

$$S = \frac{dP}{dh} = 2\sqrt{RE^*}(h - h_r)^{\frac{1}{2}}. \quad (46)$$

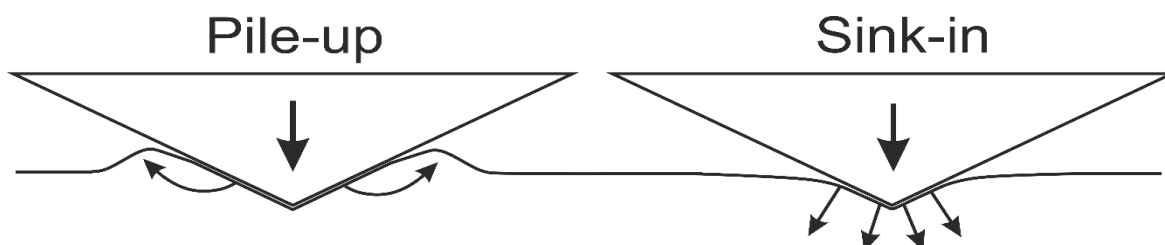
Dosazením  $h = h_t$  a substitucí rovnic (45) a (46) do rovnice (41) za předpokladu, že pro sféru je  $\epsilon = 0,75$ , dostáváme rovnici ve tvaru:

$$h_p = \frac{h_t + h_r}{2}. \quad (47)$$

Takže kontaktní hloubku získáme touto metodou jako aritmetický průměr maximální a reziduální hloubky vtisku. Tato hodnota je v souladu s metodou analýzy dat podle Fielda a Swaina získaných pomocí sférického indentoru [20, 21]. Kontaktní plochu a tvrdost je možné získat těmito dvěma způsoby, ale elastické moduly budou stejné, protože rovnici (44) je možné aplikovat na jakoukoliv geometrii indentoru. Tvrdost měřená sférickým indentorem nemusí být nezbytně stejná jako tvrdost měřená Berkovichovým indentorem.

## 4 Pile-up a sink-in efekt

Při indentaci elastických materiálů typicky dochází pod indentorem ke vtlačení povrchu vzorku dovnitř a směrem dolů pod indentor, a tím dojde k takzvanému sink-in efektu. Při opačném efektu, tedy v případě, kdy dojde k vytlačení povrchu nad rovinu vzorku a materiál je přemístěn směrem vzhůru, dojde k pile-up efektu, jak je znázorněné na obr. č. 10.

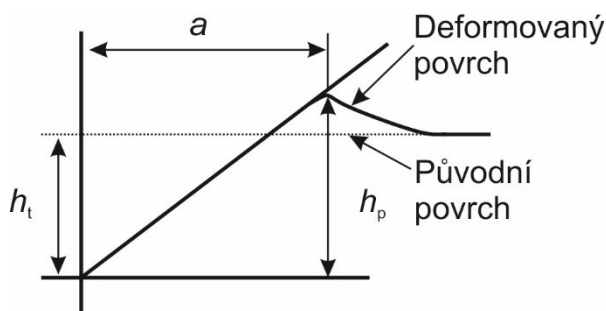


Obrázek č. 10: Přesun materiálu při daném efektu

Když kontakt zahrnuje elastickou i plastickou deformaci, tak může kolem indentoru dojít buď k sink-in efektu, nebo pile-up efektu. Při plně plastickém režimu lze pozorovat chování materiálu, které je závislé na poměru  $E/Y$  a deformačně zpevňovacích vlastnostech materiálu. Obecně mohou být mechanické vlastnosti pro typický vzorek popsány konvenčním vztahem závislosti napětí na deformaci, který obsahuje koeficient deformačního zpevnění:

$$\sigma = E\varepsilon \text{ při } \varepsilon \leq \frac{Y}{E} \text{ a}$$
$$\sigma = E\varepsilon^\chi \text{ při } \varepsilon \geq \frac{Y}{E} . \quad (48)$$

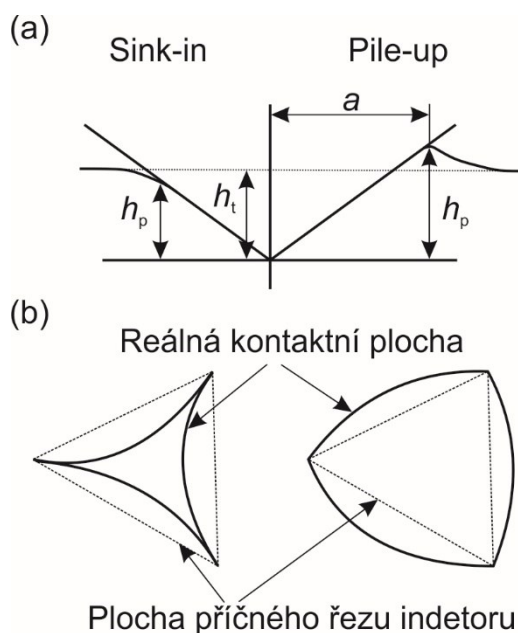
Stupeň pile-up a sink-in efektu závisí na poměru  $E/Y$  materiálu vzorku a koeficientu deformačního zpevnění  $\chi$ . Pile-up a sink-in efekt mohou být kvantifikovány tzv. pile-up parametrem, což je poměr mezi plastickou hloubkou  $h_p$  a celkovou hloubkou  $h_t$ , jak je vidět na obr. č. 11.



Obrázek č. 11: Deformace povrchu při pile-up efektu, převzato z [1]



Pro materiály, které se deformačně nezpevňují a mají velkou hodnotou  $E/Y$ , jako například zpevněné kovy, má plastická zóna tvar polokoule dosahující povrchu vzorku za poloměrem kontaktního kruhu. U těchto materiálů lze očekávat vznik pile-up efektu, protože k nejvýraznější plastické deformaci dochází v blízkosti indentoru. Pro materiály s malou hodnotou  $E/Y$ , jako například některé druhy skel a keramik, je plastická oblast uvnitř kontaktního kruhu a elastická deformace akomodující materiál indentace se šíří do větších vzdáleností od indentoru. U těchto materiálů je pravděpodobnější výskyt sink-in efektu.



Obrázek č. 12: Znárodnění daných efektů: a) v řezu, b) na povrchu v případě Berkovichova indentoru, převzato z [1]

Pro materiály, které vykazují deformační zpevnění jako například dobře žíhané kovy s  $n > 0$ , se účinně zvyšuje mez kluzu při zvětšování deformace. To během indentační zkoušky zapříčiní, že materiál v plastické oblasti se stává tím tvrdším, čím více se zvyšuje deformace. Z toho vyplývá, že vnější materiál na okraji plastické oblasti je měkčí a je náchylnější k plastické deformaci. Proto dojde k tomu, že se plastická oblast posouvá hlouběji do vzorku. Vzhledem k tomu, že i vzdálenější materiál od indentace je deformován, tak v blízkosti indentoru je pozorován sink-in efekt, protože se indentor vtlačuje hlouběji do materiálu.

To znamená, že pile-up efekt lze očekávat pro materiály, u kterých nedochází vlivem deformace ke zpevňování a je pro ně charakteristická velká hodnota poměru  $E/Y$ . Naopak sink-in efekt lze očekávat pro materiály, které se vlivem deformace zpevňují nebo se vlivem deformace nezpevňují, ale mají malou hodnotu poměru  $E/Y$ .

Analýza kontaktu s pile-up efektem pomocí metody konečných prvků ukázala, že skutečná kontaktní plocha může být podstatně větší než velikost, která by byla získána použitím metody analýzy indentačních dat metodou Oliver-Pharr, která byla popsána v předchozí kapitole. Účinek pile-up a sink-in efektu je znázorněn na obr. č. 12. Odchylka kontaktní plochy může být až 60 % [22]. Výskyt pile-up a sink-in efektu může mít škodlivý vliv na stanovení funkce plochy indentoru, pokud se vzorek použitý pro stanovení funkce plochy chová jinak než vzorek, který má být testován. Protože se materiály deformují elasticky, tak pile-up a sink-in efekty nemohou být modelovány [17].

Oliver a Pharr zavedl experimentálně měřitelný parametr efektů sink-in a pile-up, který může být použit pro stanovení chování zkoušeného materiálu [22]. Tento parametr je poměrem finální hloubky indentace  $h_r$  a hloubky indentace při maximálním zatížení  $h_t$ . Poměr  $h_r / h_t$  lze získat pomocí analýzy indentační křivky. Protože Berkovichův a kuželové indentory mají podobnou geometrii, tak poměr  $h_r / h_t$  není závislý na hloubce indentace. Hodnoty, kterých tento poměr může nabývat, jsou v intervalu  $0 \leq h_r / h_t \leq 1$  [17]. Spodní limit odpovídá plně elastické deformaci a horní limit odpovídá tuhé plastické deformaci materiálu. Velký vliv pile-up efektu je při poměru  $h_r / h_t$  blízkém hodnotě 1 a malé velikosti deformačního zpevnování. Při hodnotě  $h_r / h_t < 0,7$  je pile-up efekt nepozorovatelný bez ohledu na deformační zpevnování materiálu [17].

Vliv těchto efektů je možné také vyjádřit poměrem kontaktních ploch. Získání těchto ploch vyžaduje přímé měření kontaktní plochy  $A_{true}$ . Druhá plocha  $A_{af}$  je stanovena pomocí analýzy nanoindentačních dat a tvarové funkce hrotu.  $A_{af}$  je kontaktní plocha, kterou by měl vtisk bez vlivu pile-up efektu. Hodnota poměru  $A_{true}/A_{af} > 1$  indikuje výskyt pile-up efektu a hodnota  $A_{true}/A_{af} < 1$  indikuje výskyt sink-in efektu.

Chování materiálu pod sférickým indentorem je rozdílné od kuželových nebo pyramidálních indentorů. Při indentaci sférickým indentorem nevzniká u hrotu elastická singularita, která by produkovala velké napětí ve vzorku. Důsledkem toho je deformace při malém zatížení a posunutí ze začátku zcela elastická a poté se přemění na plastickou a to tím, jak se indenter vtlačuje více do materiálu vzorku.

## 5 Experimentální část

Experimentální část této práce se zabývá porovnáváním hodnot tvrdosti různých materiálů získaných pomocí nanoindentační zkoušky na přístroji NanoTest™ NTX (Micro Materials) s hodnotami tvrdosti získanými pomocí měření reziduálních vtisků na konfokálním mikroskopu LEXT OLS 3100 (Olympus). Měření na přístroji NanoTest™ NTX je založeno na měření hloubky během indentační zkoušky a následného dopočtení plochy vtisku ze známé geometrie vtisku. Tato metoda měření ale nepočítá s možností vytlačení materiálu směrem vzhůru, jak je tomu v případě pile-up efektu. Oproti tomu měření vtisků na konfokálním mikroskopu zohledňuje vliv pile-up a sink-in efektu. Cílem práce je porovnat hodnoty tvrdosti získané měřeními těmito dvěma rozdílnými způsoby.

### 5.1 Přístroje

#### 5.1.1 Nanoindentační přístroj NanoTest™

Je to zařízení, které se skládá z vlastního nanoindentačního přístroje doplněného o optický mikroskop a řídicího počítače. Mikroskop slouží k nalezení vhodného umístění indentační zkoušky na povrchu. Nanoindentační přístroj funguje na principu výkyvného raménka, na kterém je umístěn indentor. Vlastní vychylování je vytvářeno pomocí cívky a permanentního magnetu. Snímání polohy kyvadélka je měřeno pomocí deskového kondenzátoru. Počítač slouží k ovládání přístroje. Na počítači je možno v nanoindentačním softwaru nastavovat parametry zkoušky, a následně slouží k zaznamenávání dat a poté i k jejich vyhodnocení. Celý přístroj je umístěn na anti vibračním stole a je uzavřen v klimatizovaném boxu, ve kterém se udržuje stálá teplota (případně i vlhkost) z důvodu eliminace chyb způsobených vlivem vnějších podmínek. Tento přístroj nepotřebuje k provozu vakuum.

#### 5.1.2 Konfokální mikroskop LEXT OLS 3100

Konfokální mikroskop funguje na principu detekce světla pouze v ohniskové rovině. Díky tomu lze dosáhnout vyšší rozlišovací schopnosti oproti klasickému optickému mikroskopu. Toho se dosahuje pomocí průchodu laserového svazku přes bodovou clonu a objektiv, díky tomu je laserový svazek fokusován do bodu, jehož velikost odpovídá difrakční mezi. Odražený svazek putuje přes bodovou konfokální clonu na světelný detektor. Takto se

získá informace o jednom bodu. Aby bylo možné získat celý dvojrozměrný obraz, tak je laserový svazek rozmítán po povrchu vzorku. Mikroskop umožňuje snímání trojrozměrného obrazu. Toho je dosaženo postupným snímáním série dvojrozměrných obrazů, které jsou vytvořeny v různých výškách díky velice jemnému posuvu v horizontální ose. Složením těchto obrazů vznikne trojrozměrný obraz. Software následně umožňuje různá měření a analýzu nasnímaných snímků.

## 5.2 Vzorky

Byly zvoleny vzorky různých typů materiálů, jednotlivé vzorky s popisem jsou uvedeny v tabulce č. 2. U jednotlivých vzorků byla vyleštěna jedna strana, a následně byly vzorky nalepeny na podstavce, které slouží k umístění do nanoindentačního přístroje.

Tabulka č. 2: Seznam vzorků

Označení	Název	Popis materiálu
HV 280	Ocel HV 280	Ložisková ocel o tvrdosti HV 280
AISI 304	Ocel AISI 304	Potravinářská nerezová ocel, přesněji chrom niklová austenitická nestabilizovaná ocel, označení podle normy: ČSN 10088-1 1.4301,
PC	Polykarbonát	Termoplastický polymer Sumární vzorec: $(C_{16}O_3H_{14})_n$
FS2	Tavený křemen	Sklo: tavený křemen SiO <sub>2</sub> Kalibrační materiál
Ti	Titan	Čistý kov
CuN	Nežíhaná měď	Čistý kov
CuZ	Žíhaná měď	Žíhaný čistý kov

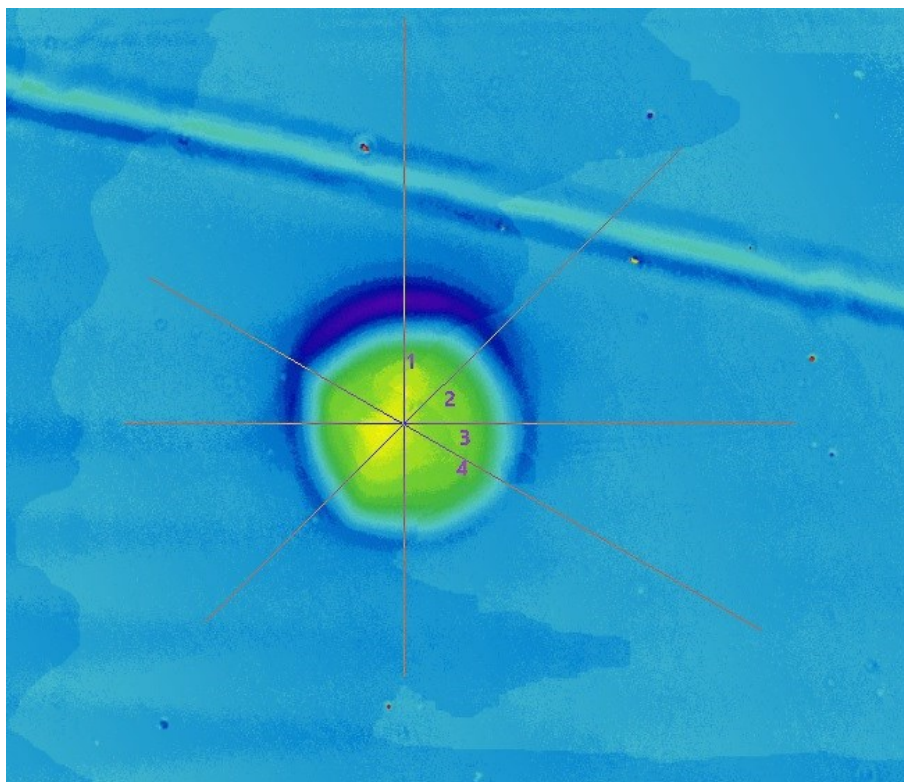
## 5.3 Postup měření

Na přístroji NanoTest<sup>TM</sup> NTX byly na jednotlivých vzorcích provedeny série nanoindentačních zkoušek s různými indentory a parametry testu. Parametry testu jsou doba zatěžování, doba výdrže při maximálním zatížení, doba odlehčování a maximální síla zatížení. Pro indentace byly zvoleny Berkovichův indenter a sférický Rockwellův indenter. Vždy bylo provedeno 5 měření pro jeden typ testu.

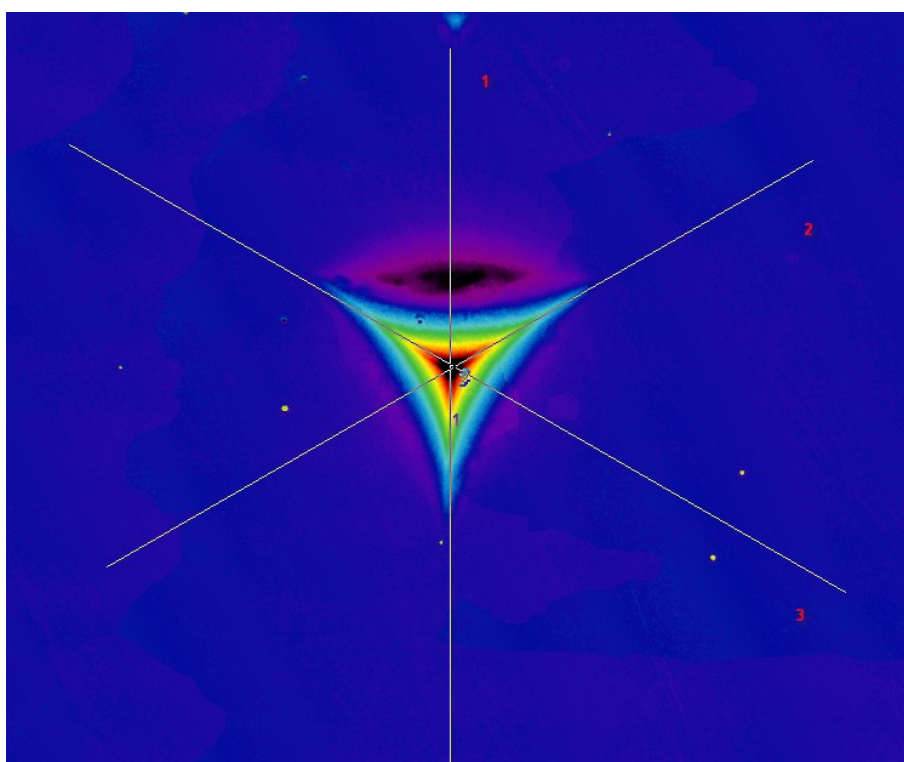
Pro jednotlivé experimenty lze zavést v případě klasického indentačního cyklu následující formát označení  $a-b-c$ , kde  $a$  udává dobu zatěžování,  $b$  dobu výdrže při maximální zatížení a  $c$  dobu odlehčování, jednotlivé doby jsou v sekundách. Toto značení platí pro klasický zatěžovací cyklus.

Pro cyklus s postupným zatěžováním (v průběhu testu dojde k zatěžování určitou silou a následnému částečnému odlehčení a poté zase k zatěžování, ale větší silou než v předchozí části a poté k částečnému odlehčení, tento postup se opakuje až do hodnoty maximálního zatížení a poté dojde k úplnému odlehčení) je dáno značení ve formátu  $a - b - c - d$ , kde  $a$ ,  $b$ ,  $c$  se shodují s popisem uvedeným výše a  $d$  je doba výdrže při odlehčení na 40 % maximálního zatížení v daném cyklu.

Poté proběhlo vlastní měření jednotlivých vtisků na konfokálním mikroskopu LEXT OLS 3100. Prvně byl vytvořen přehledový snímek měřených vtisků. Poté následovalo focení jednotlivých vtisků. Vždy bylo provedeno měření a analýza 3 reziduálních vtisků. V ovládacím softwaru LEXT OLS bylo zvoleno zvětšení tak, aby byl na snímcích dobře viditelný vtisk s dostatečně velkým okolím sloužícím jako referenční povrch pro vyhodnocení, které je uvedeno dále v textu. Vertikální krok byl zvolen 20 nm pro všechny vtisky. Jednotlivé vtisky byly vždy foceny v konfokálním módu mikroskopu. Vlastní měření vtisků bylo provedeno pomocí open source softwaru Gwyddion 2.44. Každý snímek byl vyrovnán pomocí programové funkce: Vyrovnání dat odečtením střední roviny. Vlastní měření bylo provedeno na profilech ve 4 směrech v případě vtisků sférickým indentorem a ve 3 směrech v případě vtisků vytvořených Berkovichovým indentorem. Směry v případě sférického indentoru byly zvoleny tak, aby byly posunuty o 45°. Pro Berkovichův indentor byly směry zvoleny tak, aby řez procházel vrcholem a byl kolmý na protilehlou hranu daného pomyslného trojúhelníku daného vtisku. Délka profilové přímky byla zvolena tak, aby profil obsahoval i rovinu povrchu vzorku. Směry a pořadí jednotlivých profilů jsou znázorněny na obr. č. 13 a obr. č. 14.

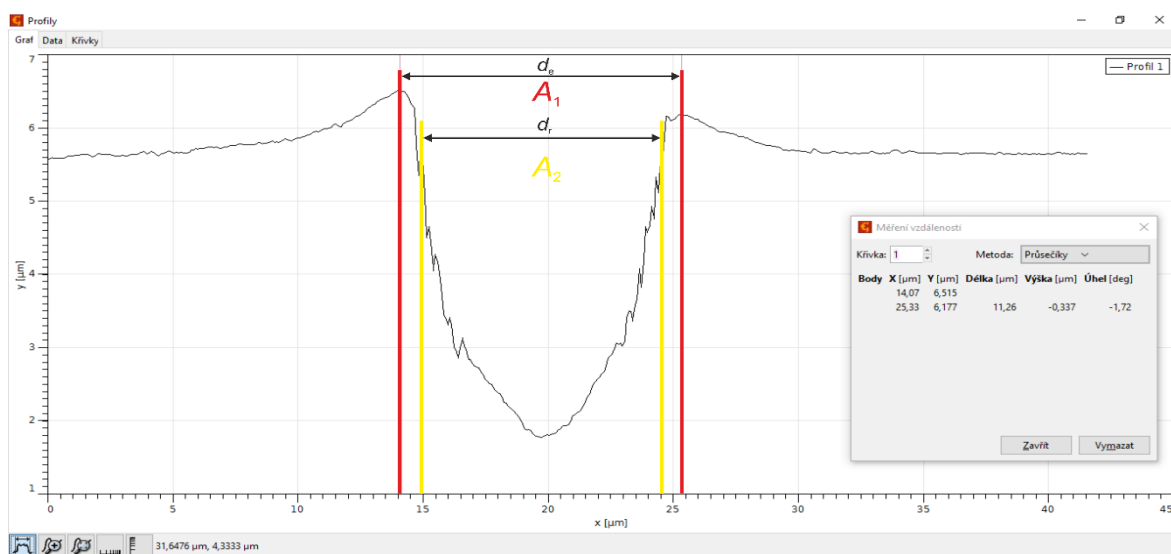


Obrázek č. 13: Označení jednotlivých směrů profilů v případě sférického indentoru

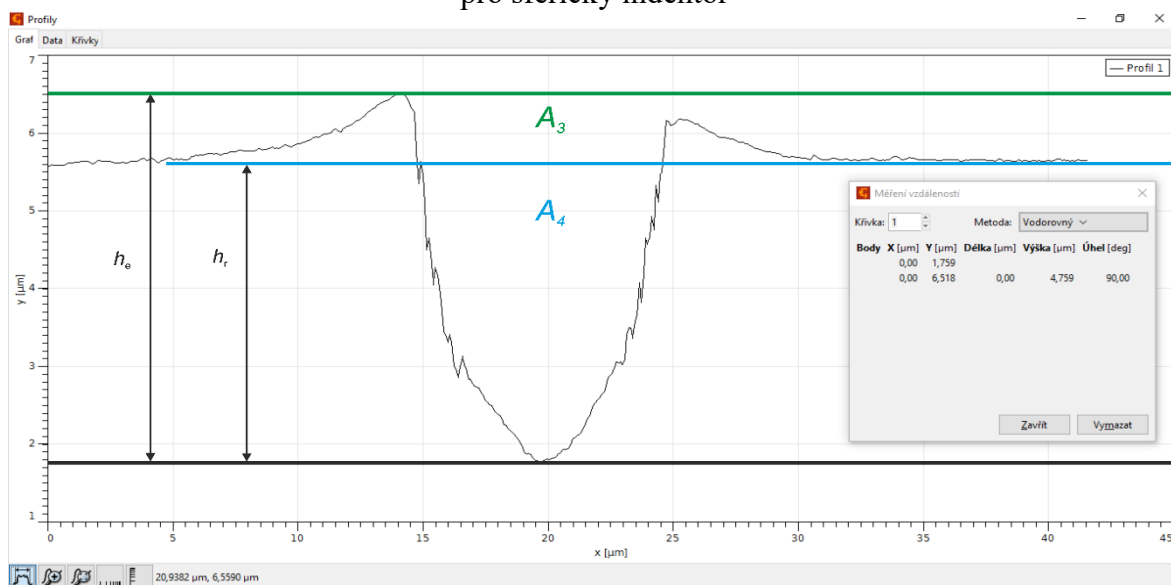


Obrázek č. 14: Označení jednotlivých směrů profilů v případě Berkovichova indentoru

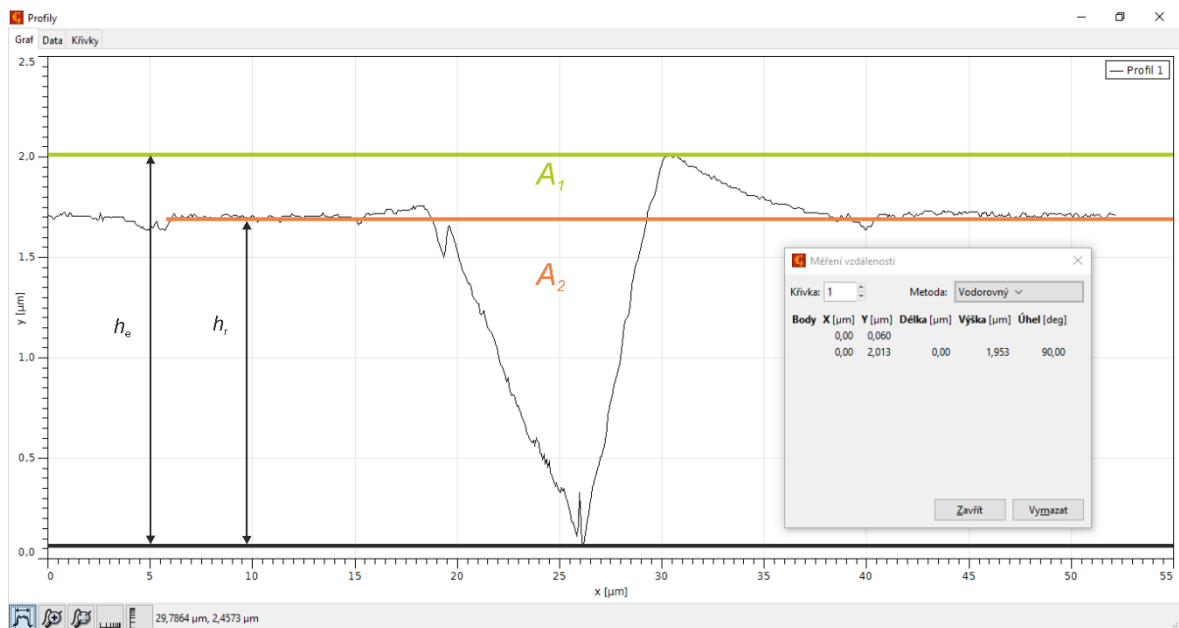
U vtisků vytvořených sférickým indentorem bylo měření provedeno dvěma způsoby. V prvním případě byl měřen průměr vtisku z profilů v daných směrech, a to ve dvou místech, a sice v místě maxima výšky vtisku (maxima pile-up efektu) a v místě roviny povrchu vzorku, jak je znázorněno na obr. č. 15. Ve druhém případě byla měřena hloubka vtisku z profilu v daných směrech od maxima pile-up efektu a od rovného povrchu vzorku. Toto měření je znázorněné na obr. č. 16. U vtisků vytvořených Berkovichovým indentorem byla měřena pouze hloubka vtisku z daných profilů. Byla měřena výška vtisku ve dvou místech, a to v místě maxima výšky vtisku (maxima pile-up) a v místě roviny povrchu vzorku, jak je znázorněno na obr. č. 17. Toto měření je stejné jako v případě sférických vtisků.



Obrázek č. 15: Způsob měření průměrů vtisku s přiřazeným označením ploch pro sférický indentor



Obrázek č. 16: Způsob měření hloubek vtisku s přiřazeným označením ploch pro sférický indentor



Obrázek č. 17: Způsob měření hloubek vtisku s přiřazeným označením ploch pro Berkovichův indentor

Následně z naměřených dat byla vypočtena hodnota promítnuté plochy vtisku. V případě měření průměrů vtisku sférickým indentorem byla plocha vtisku vypočtena z rovnice pro obsah kruhu. V případě měření hloubek vtisku byla plocha vypočtena dosazením hloubky vtisku do tvarové funkce tvaru indentoru (DAF funkce). Tato funkce byla stanovena při kalibraci daných indentorů na nanoindentačním přístroji a kalibračním vzorku z taveného křemene. Po určení jednotlivých ploch byla vypočtena tvrdost pomocí rovnice (43) pro jednotlivé vtisky a různě určenou plochu vtisku. Hodnota maximální síly je známá, protože je to jeden z parametrů nanoindentační zkoušky.



## 5.4 Naměřená data a jejich vyhodnocení

V této kapitole jsou uvedena naměřená data a jejich vyhodnocení. Kapitola je rozdělena do podkapitol podle zvoleného indentoru. Tvrdost uváděná v této kapitole je v souladu s konceptem Meyerovy tvrdosti.

Reziduální vtisky vytvořené při indentačních testech byly následně analyzovány pomocí konfokálního mikroskopu, přičemž byly vždy vybrány 3 vtisky vytvořené při stejných parametrech indentačního testu. U těchto vtisků proběhlo dané měření v profilu vtisku podle zvoleného indentoru.

### 5.4.1 Sférický indentor

Při určování plochy promítnuté plochy vtisku z hodnot průměrů byla použita rovnice pro plochu kruhu. Při určování plochy promítnuté plochy z hodnot hloubek vtisku byly využity rovnice funkce tvaru hrotu ve tvaru:

$$A = 54000 * h, \quad (49)$$

kteřá byla použita pro všechny materiály kromě CuN a CuZ. Pro tyto dva materiály je funkce tvaru hrotu ve tvaru:

$$A = 26000 * h + 3,14 * h^2 . \quad (50)$$

Použité značení promítnutých ploch vtisků pro sférický indentor:

- $A_1$  plocha s daným efektem určená pomocí měření průměru vtisku,
- $A_2$  plocha v rovině vzorku určená pomocí měření průměru vtisku,
- $A_3$  plocha s daným efektem určená pomocí měření hloubky vtisku,
- $A_4$  plocha v rovině vzorku určená pomocí měření hloubky vtisku,
- $A_5$  plocha určená pomocí hloubky  $h_p$  získaná při nanoindentační zkoušce,
- $A_6$  plocha určená pomocí hloubky  $h_r$  získaná při nanoindentační zkoušce.

Použité značení tvrdostí pro sférický indentor:

- $H_1$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_1$ ,
- $H_2$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_2$ ,
- $H_3$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_3$ ,
- $H_4$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_4$ ,
- $H_5$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_5$ , tato tvrdost odpovídá hodnotě tvrdosti získané při nanoindentační zkoušce,
- $H_6$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_6$ .

Měření byla provedena v daných směrech (viz kapitola 5.3). V tabulkách č. 3, 6, 9, 12, 15, 18 jsou uvedeny parametry indentační zkoušky, při kterých byly vtisky provedeny. Všechny naměřené hodnoty průměrů  $d$  a hloubek vtisků  $h$  pro sférický indenter jsou uvedeny v Příloze č. 1. Pro přehlednost jsou v tabulkách č. 4, 7, 10, 13, 16, 19 již uvedeny střední hodnoty změřených průměrů a hloubek vtisků a z nich vypočítané hodnoty promítnutých ploch vtisku pro jednotlivé typy měření a jednotlivé vtisky. V tabulkách č. 5, 8, 11, 14, 17, 20 jsou uvedeny hodnoty tvrdosti pro jednotlivé typy měření spolu se směrodatnou odchylkou.

Z naměřených dat pro sférický indenter je vidět, že u všech materiálů došlo k pile-up efektu. Ve všech případech materiálů je hodnota tvrdosti s daným efektem menší než hodnota tvrdosti určená z plochy v rovině vzorku, jak je vidět na grafech na obr. č. 18, 20, 22, 24, 26, 28 pro jednotlivé vzorky. Z toho vyplývá, že došlo k pile-up efektu, protože daná promítnutá plocha vtisku je větší než promítnutá plocha vtisku v rovině vzorku, jak je vidět v jednotlivých tabulkách pro daný vzorek.

U vzorku z polykarbonátu lze vidět na grafu na obr. č. 18, že tvrdost  $H_1$  je blízká k tvrdosti  $H_5$ , to znamená, že pile-up není moc výrazný. Pile-up efekt se zde projevil, protože lze vidět rozdíl mezi tvrdostí  $H_1$ , která je menší než tvrdost  $H_2$ . Zároveň jde vidět významný rozdíl mezi tvrdostmi  $H_1$  a  $H_2$ , které jsou výrazně menší než tvrdosti  $H_3$  a  $H_4$ . Z toho vyplývá výrazná hloubková relaxace vtisku, která je opodstatněná, protože se jedná o viskoelastický materiál, u kterého dochází k časové relaxaci. Tato relaxace byla pozorována díky časovému rozdílu několika týdnů mezi nanoindentačním měřením a měřením vtisků na konfokálním mikroskopu. To je také pozorováno na rozdílu tvrdosti  $H_4$  a  $H_6$ , kde  $H_4$  je výrazně větší tzn., že hloubka vtisku je výrazně menší než reziduální hloubka vtisku  $h_r$  určená při indentaci, což lze vidět v tabulce č. 4.

V případě kdyby nenastala relaxace hloubky, tak by měly být hodnoty tvrdostí  $H_4$  a  $H_6$  stejné, protože odpovídají hloubce vtisku od roviny povrchu. V případě měření pomocí průměru vtisku lze pozorovat na hodnotě  $H_1$  v tabulce č. 5, že pile-up efekt vzrůstá se zvětšující se dobou výdrže v zatěžovacím cyklu v případě vtisků Se, Sg, Sf.

U vzorku oceli AISI 304 z grafu na obr. č. 20 je tvrdost  $H_1$  menší než tvrdost  $H_5$ , z toho je patrný pile-up efekt. Není zde rozdíl mezi tvrdostmi  $H_4$  a  $H_6$ , takže zde nedošlo k relaxaci vtisku.

U vzorku z titanu lze vidět z grafu na obr. č. 22, že došlo k pile-up efektu, ale nedošlo k hloubkové relaxaci materiálu, protože tvrdosti  $H_4$  a  $H_6$  jsou podobné.

Vzorek z HV 280 byl problematický na měření, protože jeho povrch i přes elektrochemické leštění má větší drsnost. I u tohoto vzorku došlo k pile-up efektu, protože tvrdost  $H_1$  je menší než  $H_5$ , což lze vidět na grafu na obr. č. 24. Nejspíše došlo k částečné vertikální relaxaci vtisku, protože  $H_4$  je větší než  $H_2$  nebo  $H_6$ , přičemž poloměr vtisku zůstal stejný (celý vtisk se postupně posunul nahoru).

U vzorků z nežíhané a žíhané mědi byl překročen poměr  $a/R$  pro indentaci, který nemá být větší jak 0,4. Ale při indentaci těchto vzorků dosáhl hodnoty 1,36-1,57 pro CuN a 1,50-1,59 pro CuZ. Takže hodnoty tvrdosti nelze brát jako správné, protože hloubka indentace nesmí být srovnatelná nebo větší než poloměr vtisku. Z hodnoty tvrdostí na grafech na obr. č. 26 a obr. č. 28 lze vidět, že došlo k malé hloubkové relaxaci při porovnání tvrdostí  $H_4$  a  $H_6$ .

Z obr. č. 19, 21, 23, 25, 27, 29, na kterých jsou zobrazeny jednotlivé reprezentativní vtisky pro dané parametry zatěžovacího vtisku, je vidět, že vtisky nejsou rotačně symetrické, jak předpokládá teorie. To ukazuje na neideální geometrii hrotu a tedy nutnost kalibrace hrotu pro získání správné tvarové funkce hrotu. Také vzniká nesymetrie při vtlačování indentoru do materiálu, který neprobíhá kolmo, což je dáno konstrukčním řešením nanoindentčního přístroje nebo nerovnoběžností povrchu vzorku s upínací rovinou.

Tabulka č. 3: Parametry indentační zkoušky pro PC

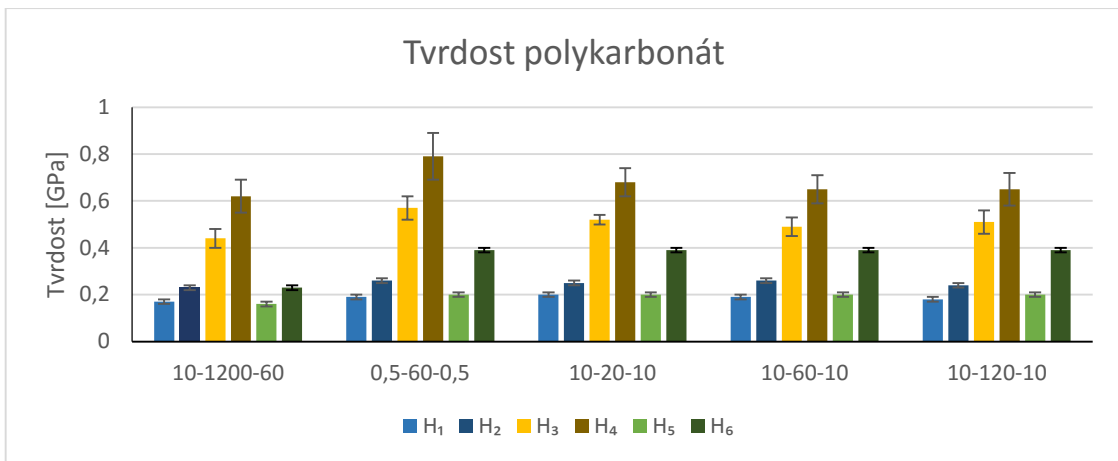
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Sc	10,0	10-1200-60	10,0	1200	60,0	-
Sn	10,0	0,5-60-0,5	0,5	60	0,5	-
Se	10,0	10-20-10	10,0	20	10,0	-
Sf	10,0	10-60-10	10,0	60	10,0	-
Sg	10,0	10-120-10	10,0	120	10,0	-

Tabulka č. 4: Naměřené hodnoty pro PC

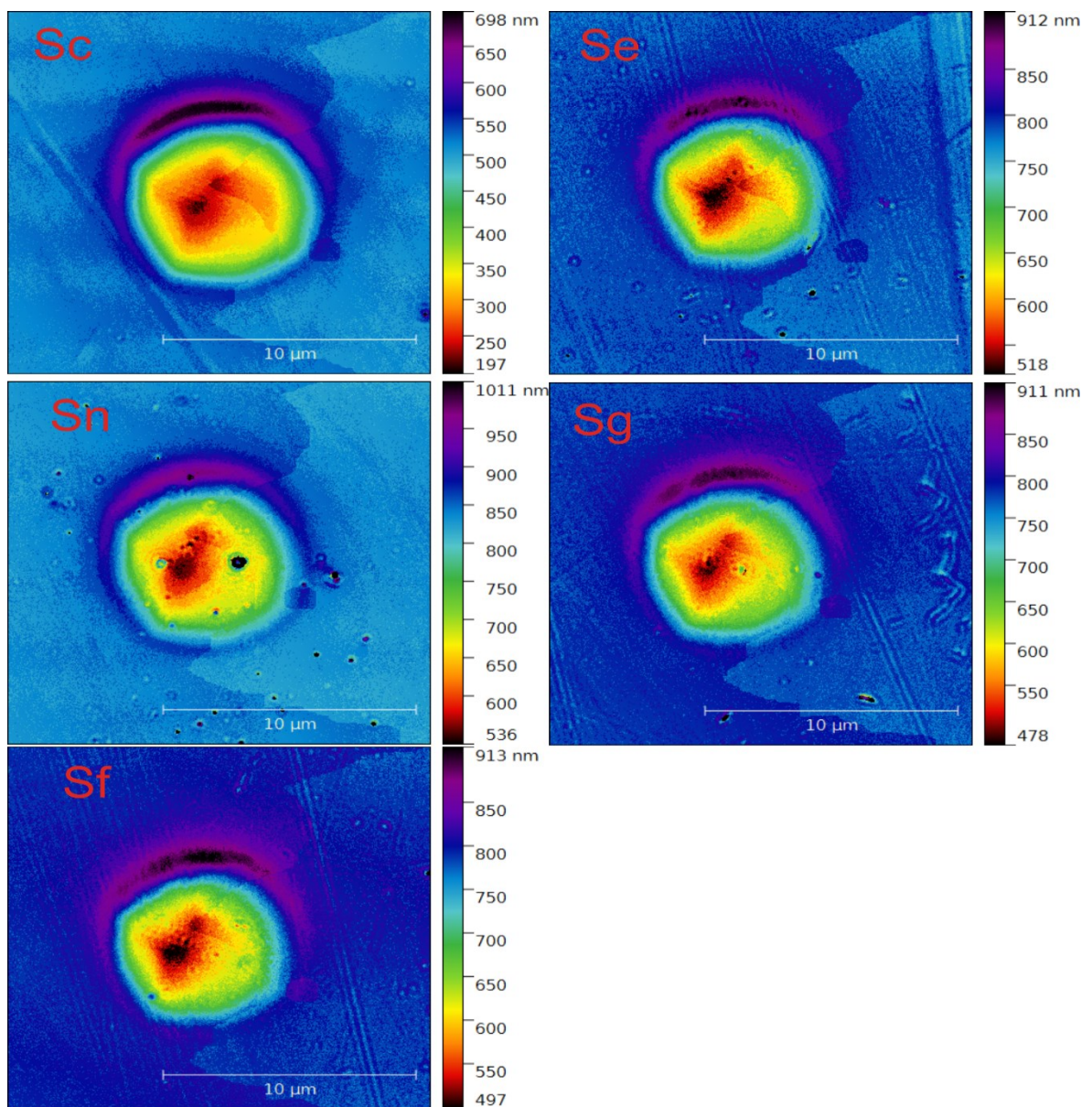
Vtisk	$\bar{d}_{ef}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{d}_{rp}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_5$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_6$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Sc2	8,61	58,24	7,39	42,83	383	20,68	270	14,55	1208	65,22	810	43,74
Sc3	8,45	56,02	7,40	42,95	415	22,41	289	15,62	1160	62,63	764	41,25
Sc4	8,69	59,28	7,39	42,83	474	25,61	353	19,04	1213	65,48	812	43,85
Sn1	8,28	53,79	7,10	39,62	330	17,81	221	11,95	926	50,02	462	24,93
Sn2	8,16	52,33	6,94	37,83	366	19,74	286	15,42	923	49,84	478	25,81
Sn3	8,43	55,75	7,02	38,70	290	15,65	207	11,19	924	49,91	495	26,73
Se1	8,10	51,50	7,00	38,46	343	18,54	243	13,12	872	47,08	458	24,73
Se2	8,08	51,28	7,31	41,91	381	20,56	305	16,48	872	47,10	459	24,81
Se3	8,06	51,02	7,02	38,73	345	18,60	272	14,66	871	47,06	459	24,77
Sf1	8,24	53,29	7,15	40,18	411	22,18	299	16,13	914	49,35	500	27,00
Sf2	8,22	53,07	7,01	38,57	403	21,78	315	17,00	913	49,31	499	26,97
Sf3	8,24	53,29	7,01	38,62	338	18,27	251	13,55	912	49,26	496	26,78
Sg1	8,41	55,52	7,17	40,35	414	22,36	314	16,93	949	51,23	535	28,89
Sg2	8,39	55,22	7,34	42,26	371	20,01	296	15,98	939	50,71	518	27,96
Sg4	8,30	54,04	7,33	42,20	323	17,42	248	13,41	945	51,03	527	28,44

Tabulka č. 5: Tvrdost pro PC

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]	$H_5$ [GPa]	$H_6$ [GPa]
Sc	10,0	10-1200-60	0,17±0,01	0,23±0,01	0,44±0,04	0,62±0,07	0,16±0,01	0,23±0,01
Sn	10,0	0,5-60-0,5	0,19±0,01	0,26±0,01	0,57±0,05	0,79±0,10	0,02±0,01	0,39±0,01
Se	10,0	10-20-10	0,20±0,01	0,25±0,01	0,52±0,02	0,68±0,06	0,21±0,01	0,40±0,01
Sf	10,0	10-60-10	0,19±0,01	0,26±0,01	0,49±0,04	0,65±0,06	0,20±0,01	0,37±0,01
Sg	10,0	10-120-10	0,18±0,01	0,24±0,01	0,51±0,05	0,65±0,07	0,20±0,01	0,35±0,01



Obrázek č. 18: Graf tvrdosti pro PC



Obrázek č. 19: Hloubkové snímky vtisků pro PC

Tabulka č. 6: Parametry indentační zkoušky pro AISI 304

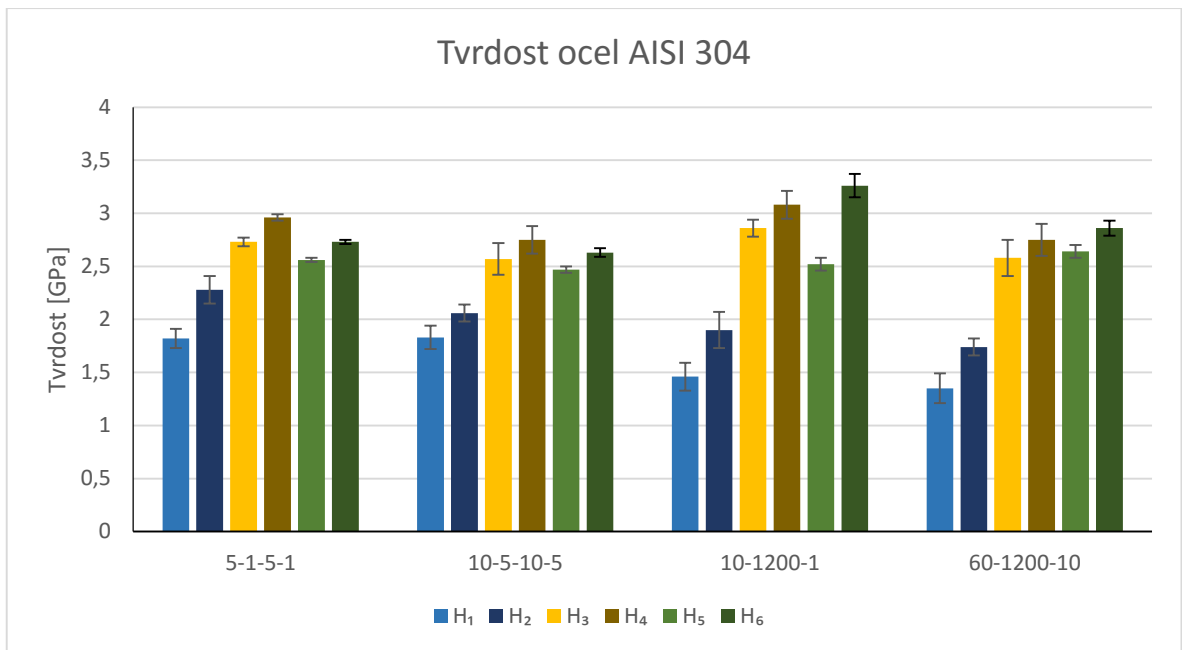
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
SVc	200,0	5-1-5-1	5	1	5	1
SVf	200,0	10-5-10-5	10	5	10	5
SMA	100,0	10-1200-1	10	1200	1	-
SMd	100,0	60-1200-10	60	1200	10	-

Tabulka č. 7: Naměřené hodnoty pro AISI 304

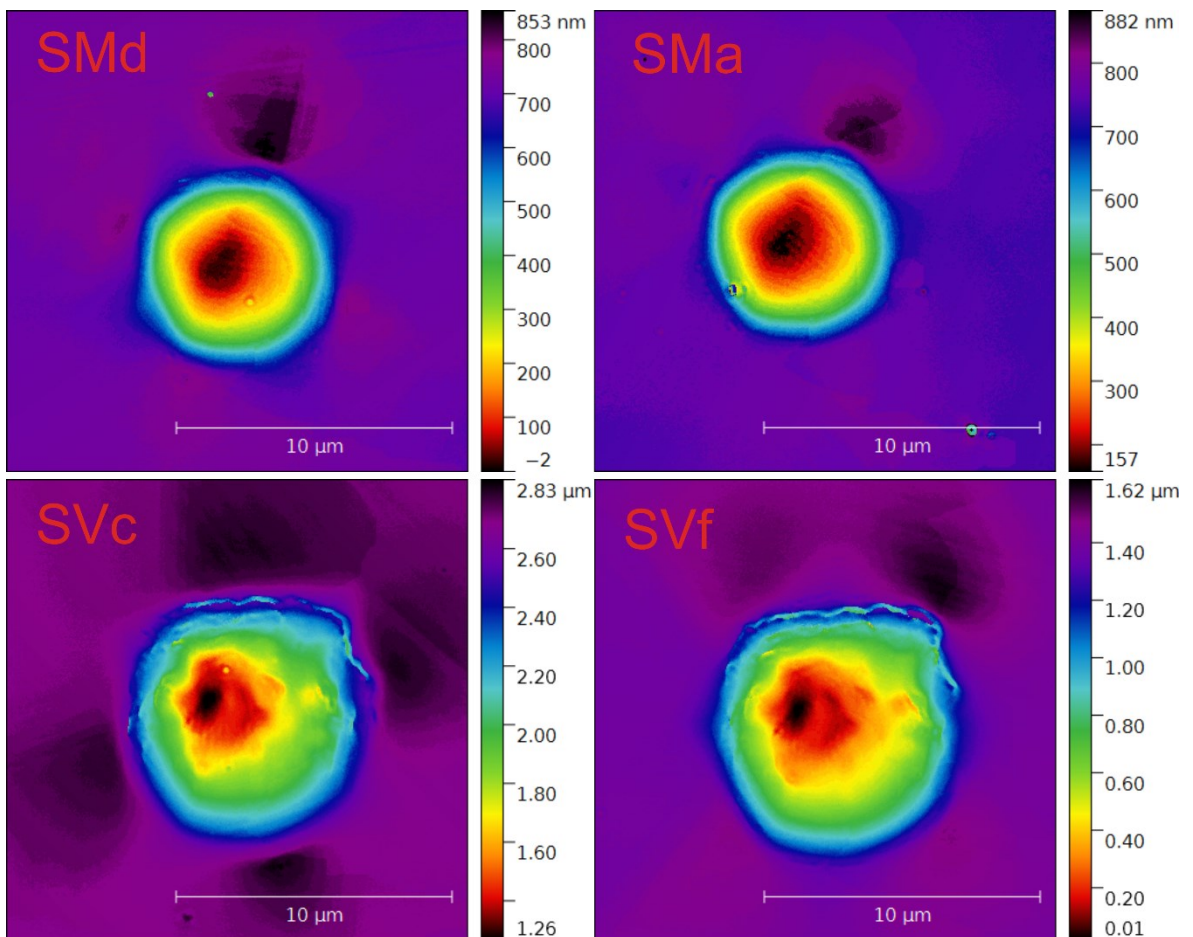
Vtisk	$\bar{d}_{ef}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{d}_{rp}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_5$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_6$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
SVc1	12,23	117,52	11,04	95,68	1330	71,79	1230	66,42	1442	77,89	1346	72,68
SVc2	11,78	108,90	10,38	84,58	1383	74,67	1259	68,00	1435	77,49	1355	73,15
SVc3	11,54	104,59	10,35	84,05	1356	73,20	1259	67,99	1468	79,28	1374	74,22
SVf1	11,80	109,37	11,13	97,29	1565	84,52	1443	77,92	1528	82,52	1441	77,80
SVf2	12,26	118,10	11,36	101,40	1391	75,10	1311	70,79	1481	79,98	1395	75,31
SVf3	11,37	101,53	10,85	92,50	1377	74,37	1298	70,07	1488	80,35	1391	75,12
SMA1	8,87	61,83	8,15	52,20	668	36,09	619	33,43	757	40,89	578	31,19
SMA2	9,91	77,17	8,68	59,17	647	34,92	618	33,35	712	38,47	544	29,37
SMA3	9,29	67,82	7,79	47,69	626	33,79	568	30,66	735	39,70	586	31,65
SMd1	9,11	65,11	8,30	54,11	656	35,41	626	33,82	681	36,77	628	33,89
SMd2	9,79	75,28	8,77	60,41	743	40,14	699	37,72	722	39,01	663	35,80
SMd3	10,36	84,26	8,65	58,70	760	41,01	702	37,89	701	37,88	651	35,18

Tabulka č. 8: Tvrdost pro AISI 304

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]	$H_5$ [GPa]	$H_6$ [GPa]
SVc	200,0	5-1-5-1	1,82±0,09	2,28±0,13	2,73±0,04	2,96±0,03	2,56±0,02	2,73±0,02
SVf	200,0	10-5-10-5	1,83±0,11	2,06±0,08	2,57±0,15	2,75±0,13	2,47±0,03	2,63±0,04
SMA	100,0	10-1200-1	1,46±0,13	1,90±0,17	2,86±0,08	3,08±0,13	2,52±0,06	3,26±0,11
SMd	100,0	60-1200-10	1,35±0,14	1,74±0,08	2,58±0,17	2,75±0,15	2,64±0,06	2,86±0,07



Obrázek č. 20: Graf tvrdosti pro AISI 304



Obrázek č. 21: Hloubkové snímky vtisků pro AISI 304

Tabulka č. 9: Parametry indentační zkoušky pro Ti

Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Sb	100,0	20-240-10	20	240	10	-
Sc	100,0	60-240-10	60	240	10	-
SLa	500,0	20-10-20	20	10	20	-

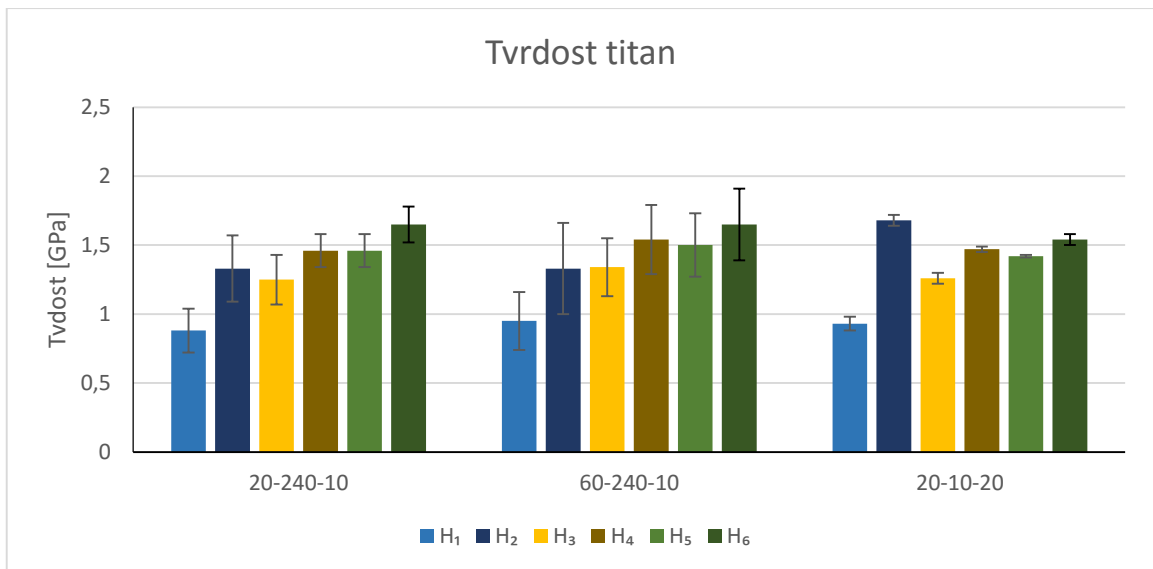
Tabulka č. 10: Naměřené hodnoty pro Ti

Vtisk	$\bar{d}_{ef}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{d}_{rp}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_5$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_6$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Sb1	10,85	92,46	8,93	62,63	1251	67,53	1152	62,18	1147	61,95	1024	55,32
Sb2	12,22	117,28	9,60	72,42	1519	82,01	1261	68,08	1276	68,92	1131	61,08
Sb3	13,44	141,92	11,15	97,60	1762	95,12	1405	75,88	1411	76,22	1242	67,06
Sc1	11,13	97,29	9,33	68,29	1298	70,08	1225	66,16	1246	67,28	1140	61,56
Sc2	13,84	150,39	12,08	114,66	1764	95,27	1476	79,69	1505	81,29	1371	74,01
Sc5	10,45	85,77	8,80	60,82	1208	65,22	996	53,78	1037	56,01	936	50,52
SLa1	25,70	518,75	19,65	303,26	7263	392,18	6213	335,48	6531	352,65	5868	316,86
SLa2	25,67	517,44	19,63	302,49	7747	418,34	6440	347,76	6632	358,10	5958	321,74
SLa3	27,13	577,87	19,20	289,53	7135	385,29	6293	339,80	6466	349,14	6245	337,24

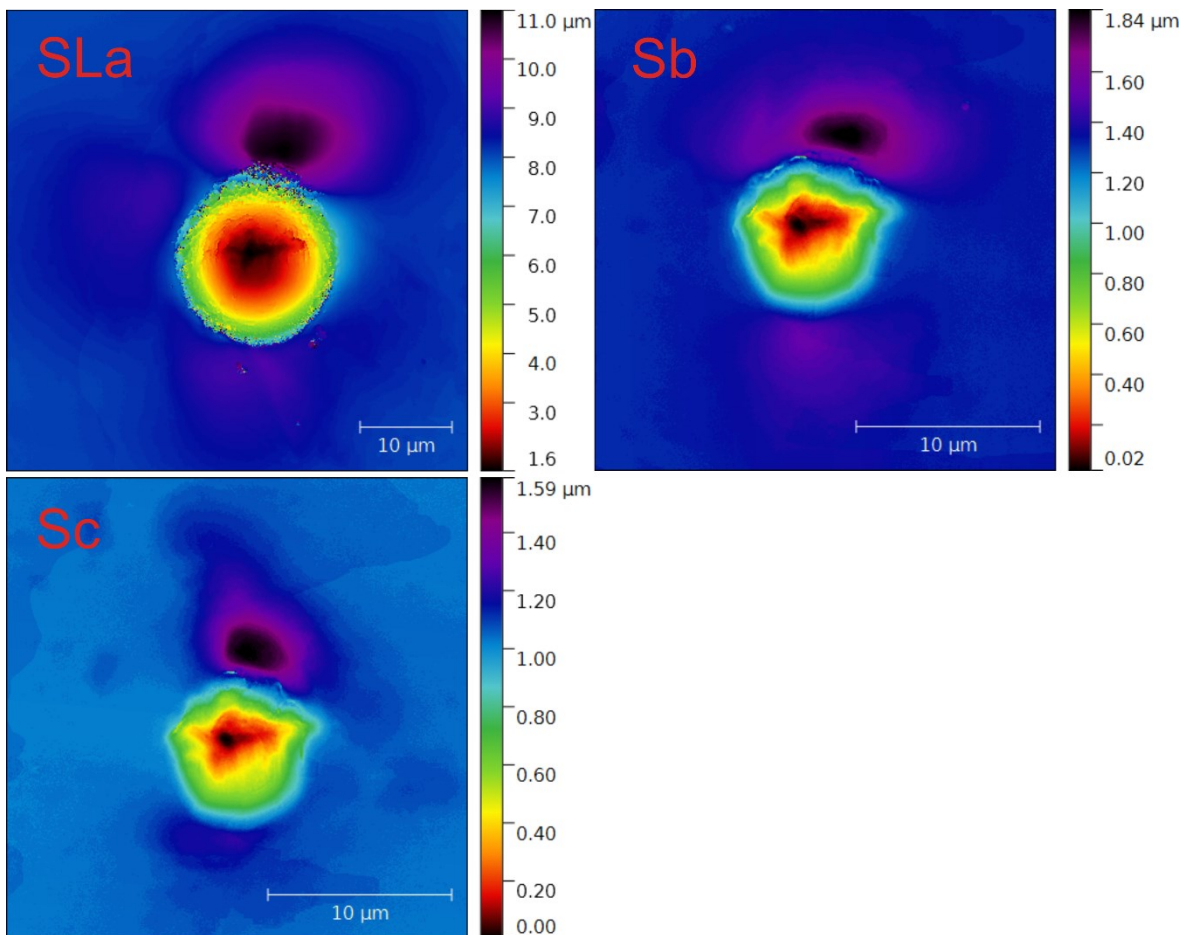
Tabulka č. 11: Tvrdost pro Ti

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]	$H_5$ [GPa]	$H_6$ [GPa]
Sb	100,0	20-240-10	0,88±0,16	1,33±0,24	1,25±0,18	1,46±0,12	1,46±0,12	1,65±0,13
Sc	100,0	60-240-10	0,95±0,21	1,33±0,33	1,34±0,21	1,54±0,25	1,50±0,23	1,65±0,26
SLa	500,0	20-10-20	0,93±0,05	1,68±0,04	1,26±0,04	1,47±0,02	1,42±0,01	1,54±0,04





Obrázek č. 22: Graf tvrdosti pro Ti



Obrázek č. 23: Hloubkové snímky vtisků pro Ti

Tabulka č. 12: Parametry indentační zkoušky pro HV 280

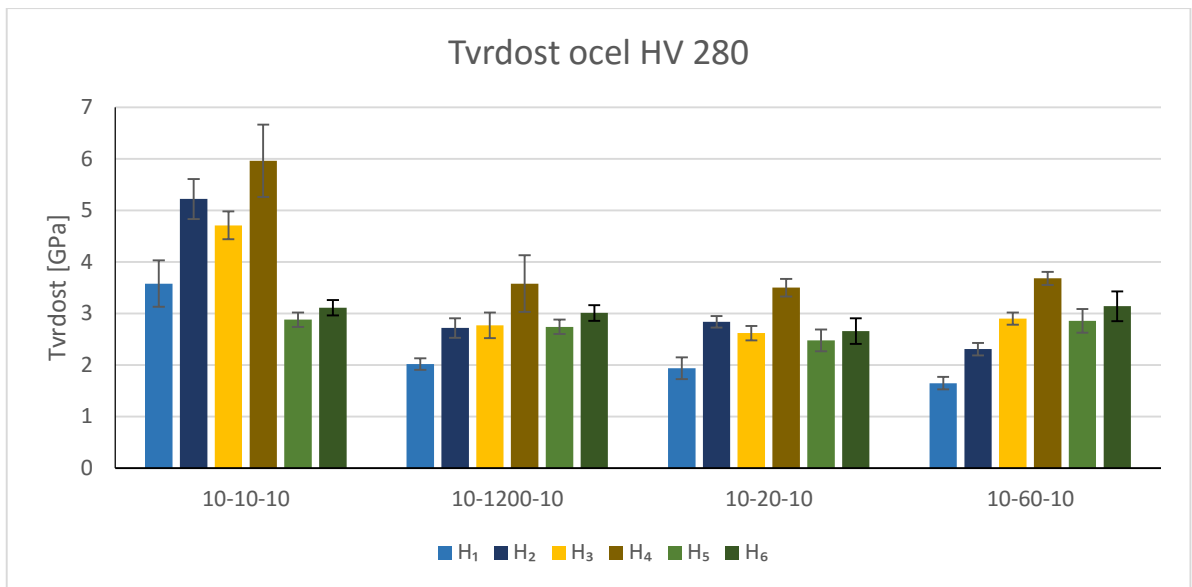
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Sa	200,0	10-10-10	10	10	10	-
Se	100,0	10-1200-10	10	1200	10	-
Sf	100,0	10-20-10	10	20	10	-
Sg	100,0	10-60-10	10	60	10	-

Tabulka č. 13: Naměřené hodnoty pro HV 280

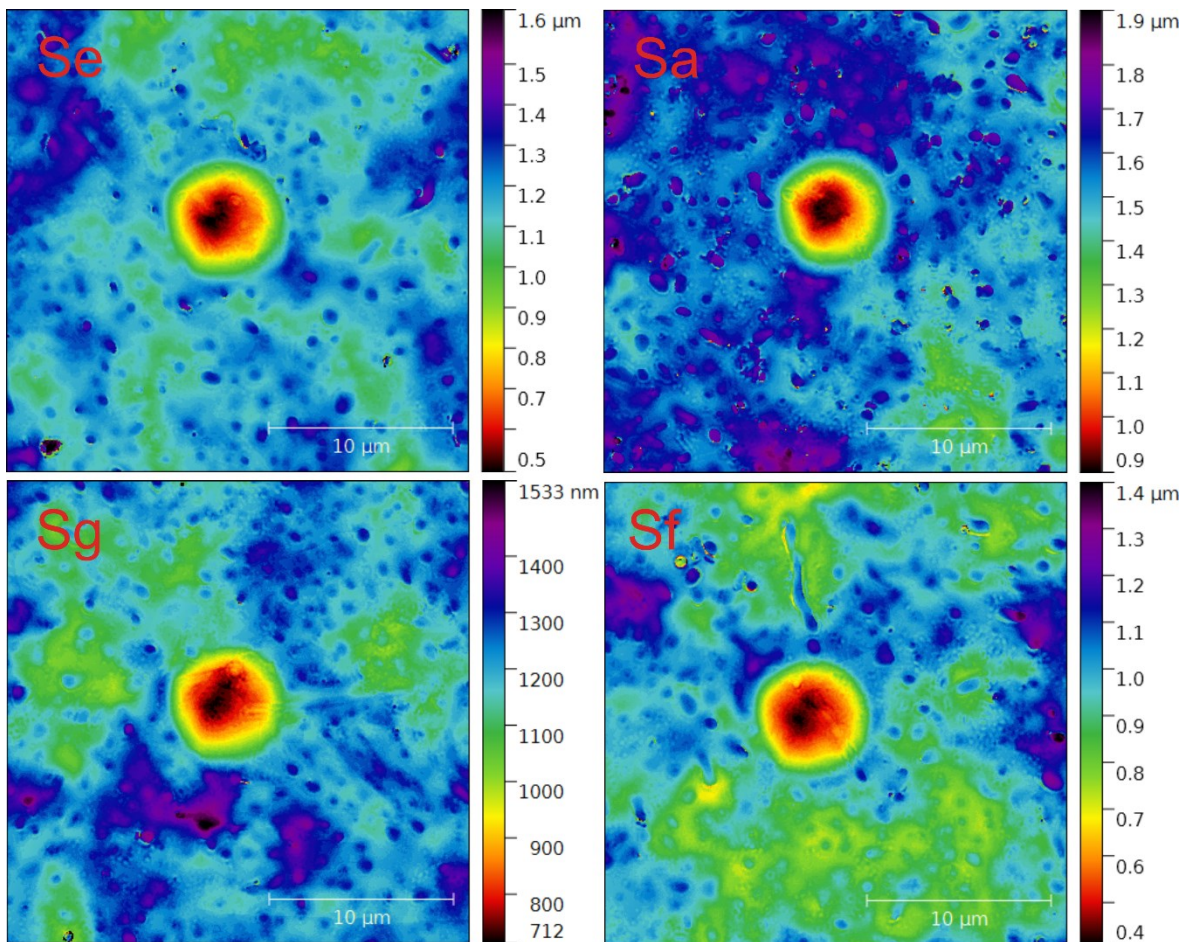
Vtisk	$\bar{d}_{ef}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{d}_{rp}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_5$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_6$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Sa1	8,28	53,85	6,71	35,34	843	45,50	673	36,34	1380	44,26	1275	68,82
Sa2	7,93	49,36	6,94	37,85	791	42,69	681	36,77	1261	68,11	1172	63,27
Sa3	9,25	67,13	7,36	42,49	733	39,58	533	28,78	1228	66,29	1139	61,49
Se1	7,95	49,61	6,75	35,81	678	36,61	485	26,16	726	39,20	663	35,82
Se2	7,69	46,45	6,61	34,34	598	32,27	452	24,41	650	35,10	591	31,93
Se3	8,23	53,13	7,20	40,72	743	40,10	656	35,42	653	35,28	598	32,32
Sf1	8,09	51,43	6,76	35,84	747	40,32	553	29,86	820	44,26	770	41,60
Sf2	7,63	45,75	6,52	33,41	723	39,04	543	29,34	769	41,53	715	38,59
Sf4	8,72	59,65	6,82	36,50	658	35,53	497	26,81	670	36,17	619	33,42
Sg1	8,38	55,12	7,18	40,49	654	35,29	513	27,69	684	36,93	633	34,19
Sg2	9,08	64,68	7,52	44,39	664	35,84	520	28,07	581	31,36	522	28,20
Sg3	8,97	63,23	7,61	45,48	604	32,62	480	25,92	689	37,21	629	33,96

Tabulka č. 14: Tvrdost pro HV 280

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]	$H_5$ [GPa]	$H_6$ [GPa]
Sa	200,0	10-10-10	3,58±0,45	5,22±0,39	4,71±0,27	5,96±0,70	3,49±0,73	3,11±0,15
Se	100,0	10-1200-10	2,02±0,11	2,72±0,19	2,77±0,25	3,58±0,55	2,74±0,14	3,01±0,15
Sf	100,0	10-20-10	1,94±0,21	2,84±0,11	2,62±0,14	3,50±0,17	2,48±0,21	2,66±0,25
Sg	100,0	10-60-10	1,65±0,12	2,31±0,12	2,9±0,12	3,68±0,13	2,86±0,23	3,14±0,29



Obrázek č. 24: Graf tvrdosti pro HV 280



Obrázek č. 25: Hloubkové snímky vtisků pro HV 280

Tabulka č. 15: Parametry indentační zkoušky pro CuN

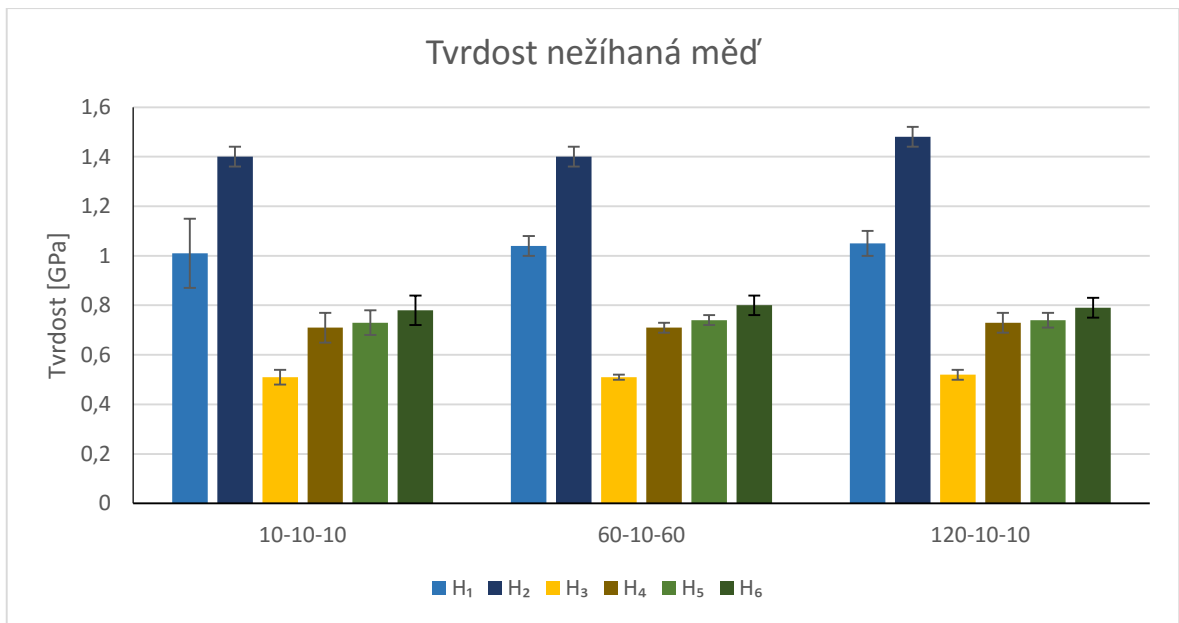
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Sa	100,0	10-10-10	10	10	10	-
Sc	100,0	60-10-60	60	10	60	-
Se	100,0	120-10-10	120	10	10	-

Tabulka č. 16: Naměřené hodnoty pro CuN

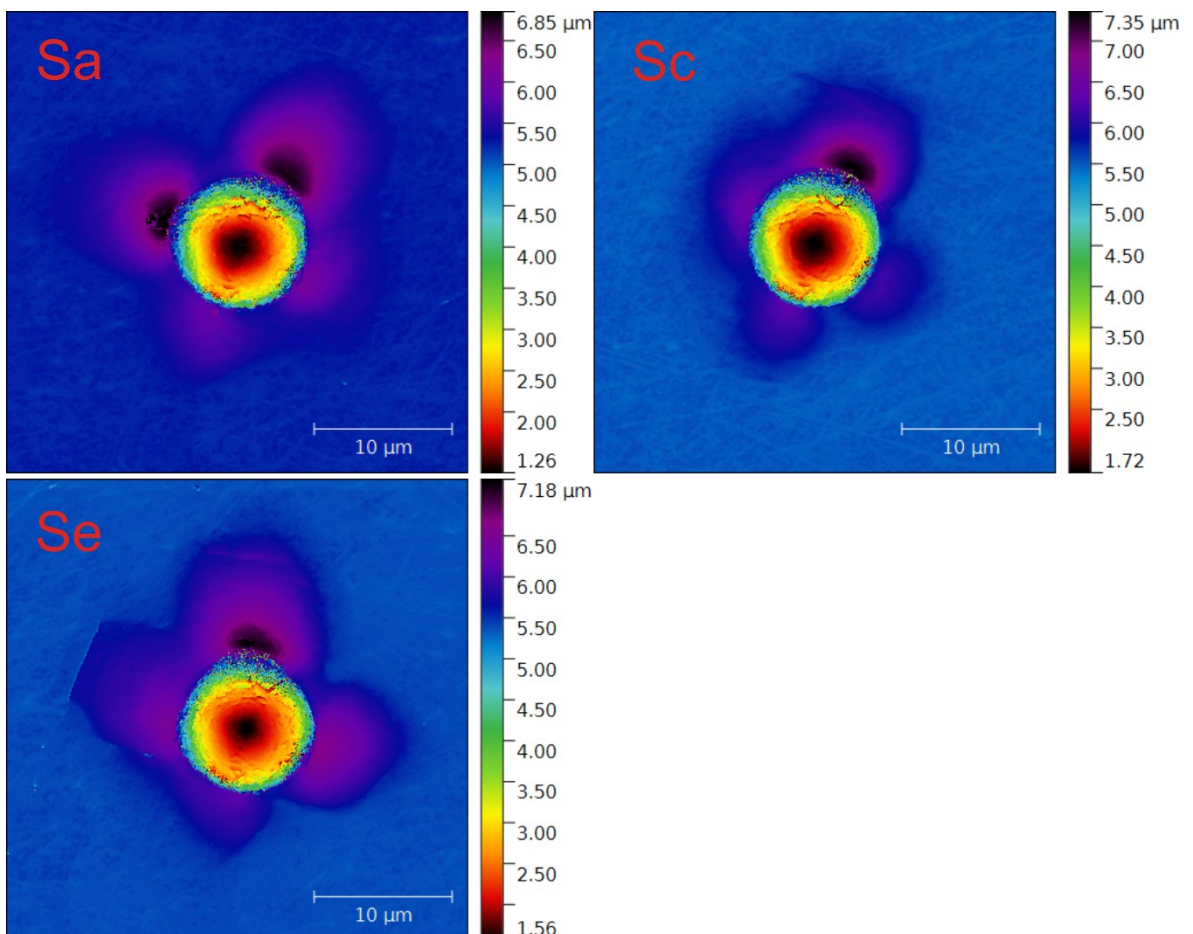
Vtisk	$\bar{d}_{ef}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{d}_{rp}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_5$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_6$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Sa1	11,68	107,10	9,68	73,52	4673	190,04	3810	144,64	3750	141,66	3569	132,79
Sa2	11,93	111,83	9,60	72,38	5033	210,38	4003	154,37	3809	144,57	3689	138,67
Sa3	10,31	83,44	9,35	68,66	4645	188,52	3423	125,78	3414	125,35	3190	114,88
Sc1	11,15	97,64	9,40	69,40	4821	198,31	3776	142,92	3674	137,92	3519	130,36
Sc2	11,28	99,98	9,48	70,51	4905	203,08	3802	144,23	3676	138,00	3468	127,93
Sc4	10,84	92,29	9,73	74,28	4697	191,41	3620	135,27	3516	130,23	3235	116,96
Se1	11,02	95,42	9,13	65,40	4746	194,14	3479	128,45	3477	128,36	3296	119,81
Se2	11,36	101,40	9,40	69,40	4886	202,01	3850	146,64	3800	144,13	3596	134,11
Se4	10,71	90,05	9,33	68,29	4552	183,39	3710	139,69	3610	134,80	3420	125,67

Tabulka č. 17: Tvrdost pro CuN

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]	$H_5$ [GPa]	$H_6$ [GPa]
Sa	100,0	10-10-10	1,01±0,14	1,40±0,04	0,51±0,03	0,71±0,06	0,73±0,05	0,78±0,06
Sc	100,0	60-10-60	1,04±0,04	1,40±0,04	0,51±0,01	0,71±0,02	0,74±0,02	0,80±0,04
Se	100,0	120-10-10	1,05±0,05	1,48±0,04	0,52±0,02	0,73±0,04	0,74±0,03	0,79±0,04



Obrázek č. 26: Graf tvrdosti pro CuN



Obrázek č. 27: Hloubkové snímky vtisků pro CuN

Tabulka č. 18: Parametry indentační zkoušky pro CuZ

Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Sa	100,0	10-10-10	10	10	10	-
Sc	100,0	60-10-60	60	10	60	-
Se	100,0	120-10-10	120	10	10	-

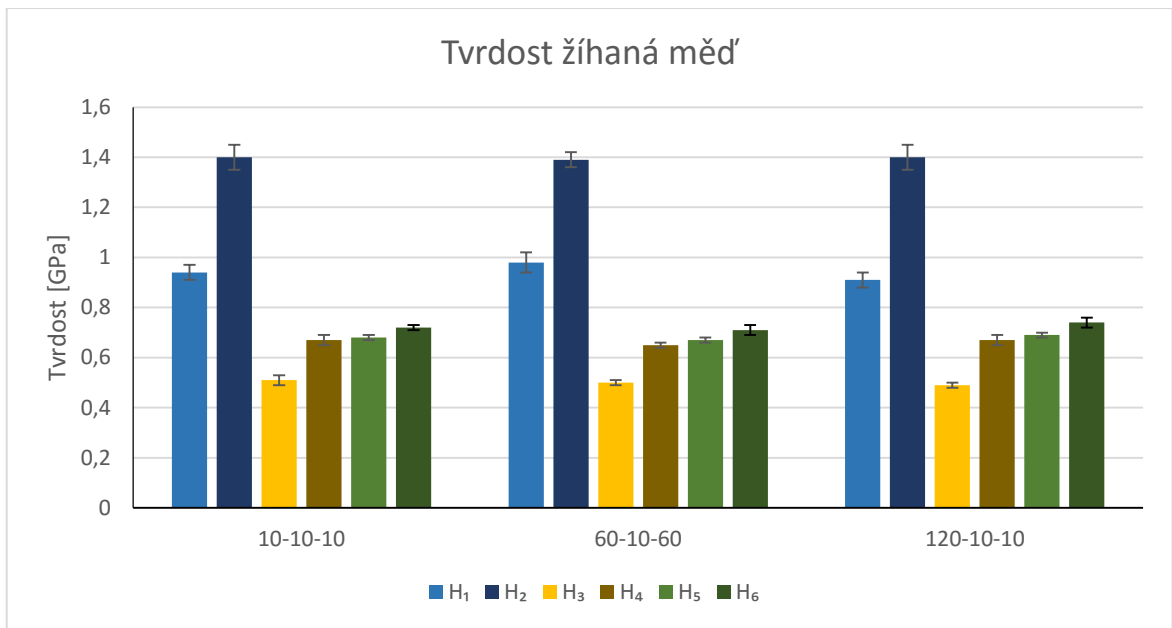
Tabulka č. 19: Naměřené hodnoty pro CuZ

Vtisk	$\bar{d}_{ef}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{d}_{rp}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_5$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_6$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Sa1	11,80	109,41	9,70	73,90	4933	204,68	4029	155,70	3922	150,25	3710	139,70
Sa2	11,44	102,83	9,30	67,93	4639	188,16	3861	147,21	3798	144,06	3646	136,55
Sa3	11,76	108,66	9,60	72,38	4883	201,80	3875	147,87	3895	148,93	3717	140,05
Sc1	11,72	107,84	9,43	69,77	4903	202,96	4050	156,82	3979	153,15	3805	144,39
Sc2	11,26	99,58	9,70	73,90	4855	200,24	3965	152,45	3884	148,34	3715	139,92
Sc3	11,18	98,12	9,63	72,76	4846	199,73	3981	153,28	3830	145,65	3631	135,79
Se1	12,08	114,66	9,80	75,43	5110	214,82	4015	155,01	3879	148,11	3658	137,14
Se2	11,62	106,05	9,43	69,77	4904	203,00	3840	146,15	3744	141,35	3523	130,58
Se3	11,80	109,31	9,43	69,77	4850	199,93	3841	146,20	3771	142,70	3632	135,83

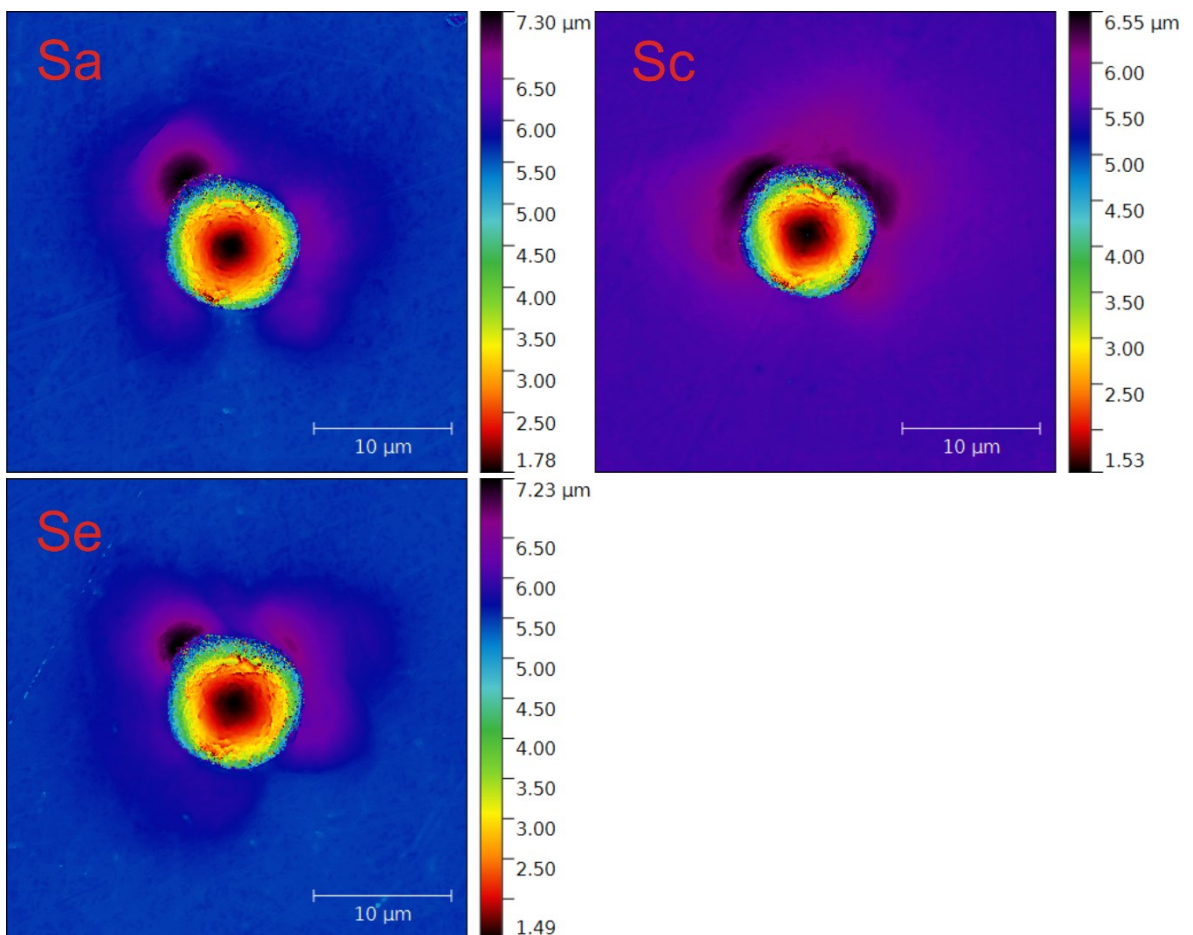
Tabulka č. 20: Tvrdost pro CuZ

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]	$H_5$ [GPa]	$H_6$ [GPa]
Sa	100,0	10-10-10	0,94±0,03	1,40±0,05	0,51±0,02	0,67±0,02	0,68±0,01	0,72±0,01
Sc	100,0	60-10-60	0,98±0,04	1,39±0,03	0,50±0,01	0,65±0,01	0,67±0,01	0,71±0,02
Se	100,0	120-10-10	0,91±0,03	1,40±0,05	0,49±0,01	0,67±0,02	0,69±0,01	0,74±0,02





Obrázek č. 28: Graf tvrdosti pro CuZ



Obrázek č. 29: Hloubkové snímky vtisků pro CuZ

#### 5.4.2 Berkovichův indentor

Při určování promítnuté plochy z hodnot hloubek vtisku byly využity rovnice funkce tvaru hrotu:

$$A = -18000 + 2000 * h + 25 * h^2, \quad (51)$$

kteřá byla použita pro všechny materiály kromě CuN a CuZ. Pro tyto dva materiály je funkce tvaru hrotu ve tvaru:

$$A = 1880 * h + 25,7 * h^2. \quad (52)$$

Použité značení promítnutých ploch vtisků pro Berkovichův indentor:

- $A_1$  plocha s daným efektem určená pomocí měření hloubky vtisku,
- $A_2$  plocha v rovině vzorku určená pomocí měření hloubky vtisku,
- $A_3$  plocha určená pomocí hloubky  $h_p$  získaná při nanoindentační zkoušce,
- $A_4$  plocha určená pomocí hloubky  $h_r$  získaná při nanoindentační zkoušce.

Použité značení tvrdostí pro Berkovichův indentor:

- $H_1$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_1$ ,
- $H_2$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_2$ ,
- $H_3$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_3$ , tato tvrdost odpovídá hodnotě tvrdosti získané při nanoindentační zkoušce,
- $H_4$  tvrdost získaná použitím hodnoty plochy  $A_4$ .

Měření byla provedena v daných směrech (viz kapitola 5.3), všechny naměřené hodnoty hloubek vtisků pro Berkovichův indentor jsou uvedeny v Příloze č. 2. V tabulkách č. 21, 24, 27, 30, 33, 36, 39 jsou uvedeny parametry indentační zkoušky, při kterých byly vtisky provedeny. Střední hodnoty změřených hloubek vtisků  $h$ , a z nich spočítané hodnoty promítnutých ploch vtisku pro jednotlivé typy měření jsou uvedeny v tabulkách č. 22, 25, 28, 31, 34, 37, 40. V tabulkách č. 23, 26, 29, 32, 35, 38, 41 jsou potom uvedeny hodnoty tvrdosti pro jednotlivé typy měření spolu se směrodatnou odchylkou, dále je v těchto tabulkách uvedeno maximální zatížení a zatěžovací cyklus pro dané série vtisků.



V případě indentací provedených pomocí Berkovichova indentoru také pozorujeme výskyt pile-up efektu u všech vzorků kromě vzorku z taveného křemene, jak lze vidět na rozdílu mezi tvrdostmi z daných výšek vtisku na grafech na obr. č. 30, 32, 34, 36, 38, 40, 42.

U vzorku z polykarbonátu je pile-efekt, protože tvrdost  $H_1$  je menší  $H_2$  což je možné vidět na grafu na obrázku č. 30. Také lze vidět výrazný rozdíl mezi tvrdostmi  $H_2$  a  $H_4$ , který je dán časovou hloubkovou relaxací materiálu. To je stejné jako v případě indentace sférickým indentorem. Samozřejmě je potřeba brát v úvahu i rozlišovací schopnost konfokálního mikroskopu, která je ve vertikálním směru 20 nm, protože vtisky jsou malé. Ale jak lze vidět v tabulce č. 22 tak rozdíly změřených hloubek jsou větší jak rozlišovací mez konfokálního mikroskopu. Lze také pozorovat výraznou elastickou relaxaci vtisku během odlehčování, protože tvrdost  $H_3$  je výrazně menší než  $H_4$ .

U vzorku oceli AISI 304 lze vidět na rozdílu mezi tvrdostmi  $H_1$ ,  $H_2$  malý pile-efekt a žádnou relaxaci materiálu, protože hodnoty tvrdostí  $H_2$ ,  $H_3$  a  $H_4$  jsou přibližně stejné. U vtisků Ba a Be lze vidět, že pile-up efekt je pouze na jedné straně, jak lze vidět na obr. č. 33.

U vzorku z titanu dochází k pile-up efektu a žádné hloubkové relaxaci jak lze vidět na grafu na obr. č. 34.

V případě vzorku taveného křemene jsou hodnoty tvrdostí velice podobné z toho lze usuzovat, že k pile-up efektu nedošlo. Z rozdílu tvrdosti  $H_3$  oproti ostatním tvrdostem je zřejmé, že došlo k velké elastické relaxaci během odlehčování. Toto je v souladu s obecně platnými teoretickými i empirickými poznatky.

U vzorku HV 280 je vidět na grafu na obr. č. 36 výrazný pile-up efekt. V případě vzorků z nežíhané a žíhané mědi je pozorován pile-up efekt, jak lze vidět na grafech na obr. č. 38 a obr. č. 40. Z hodnot tvrdostí z tabulek č. 38 a č. 41 lze určit, že pile-up efekt je větší v případě nežíhané mědi, protože má větší rozdíl mezi tvrdostmi  $H_1$  a  $H_3$  než u žíhané mědi. Při porovnání tvrdostí  $H_3$  je možné říci, že žíhaná měď je měkčí než nežíhaná měď.

Na obrázcích vtisků na obr. č. 31, 33, 35, 39, 41, 43 je vidět nesymetrie pile-up efektu. Tato nesymetrie vzniká při vtlačování indentoru do materiálu.

Tabulka č. 21: Parametry indentační zkoušky pro PC

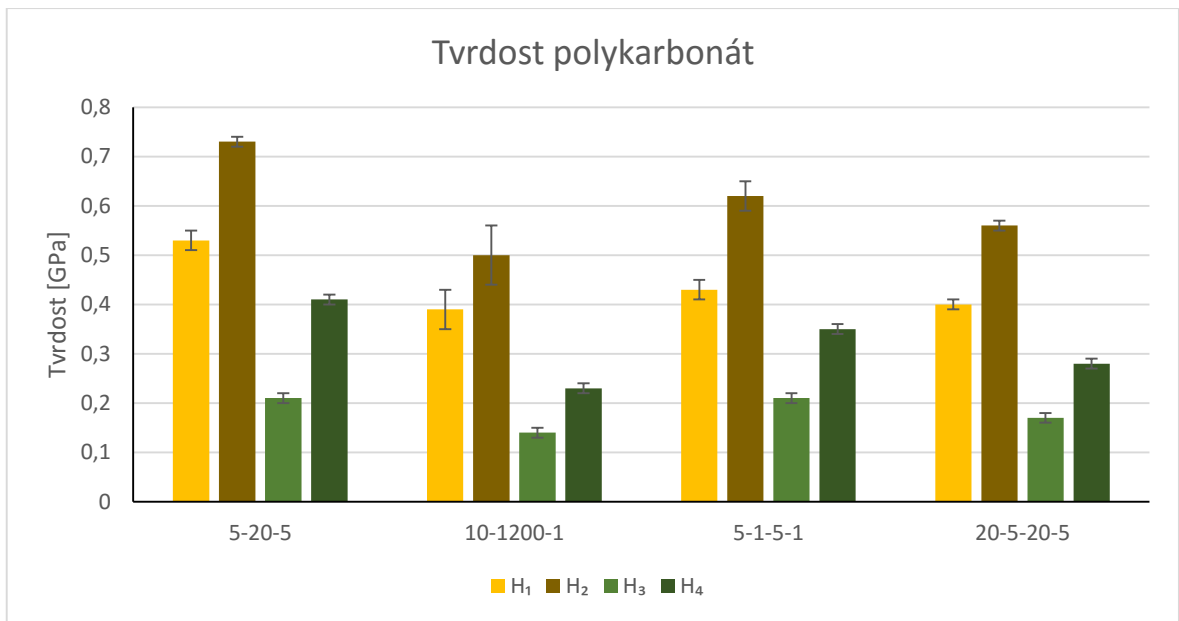
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Bb	10,0	5-20-5	5	20	5	-
Bf	10,0	10-1200-1	10	1200	1	-
BLb	50,0	5-1-5-1	5	1	5	1
BLf	50,0	20-5-20-5	20	5	20	5

Tabulka č. 22: Naměřené hodnoty pro PC

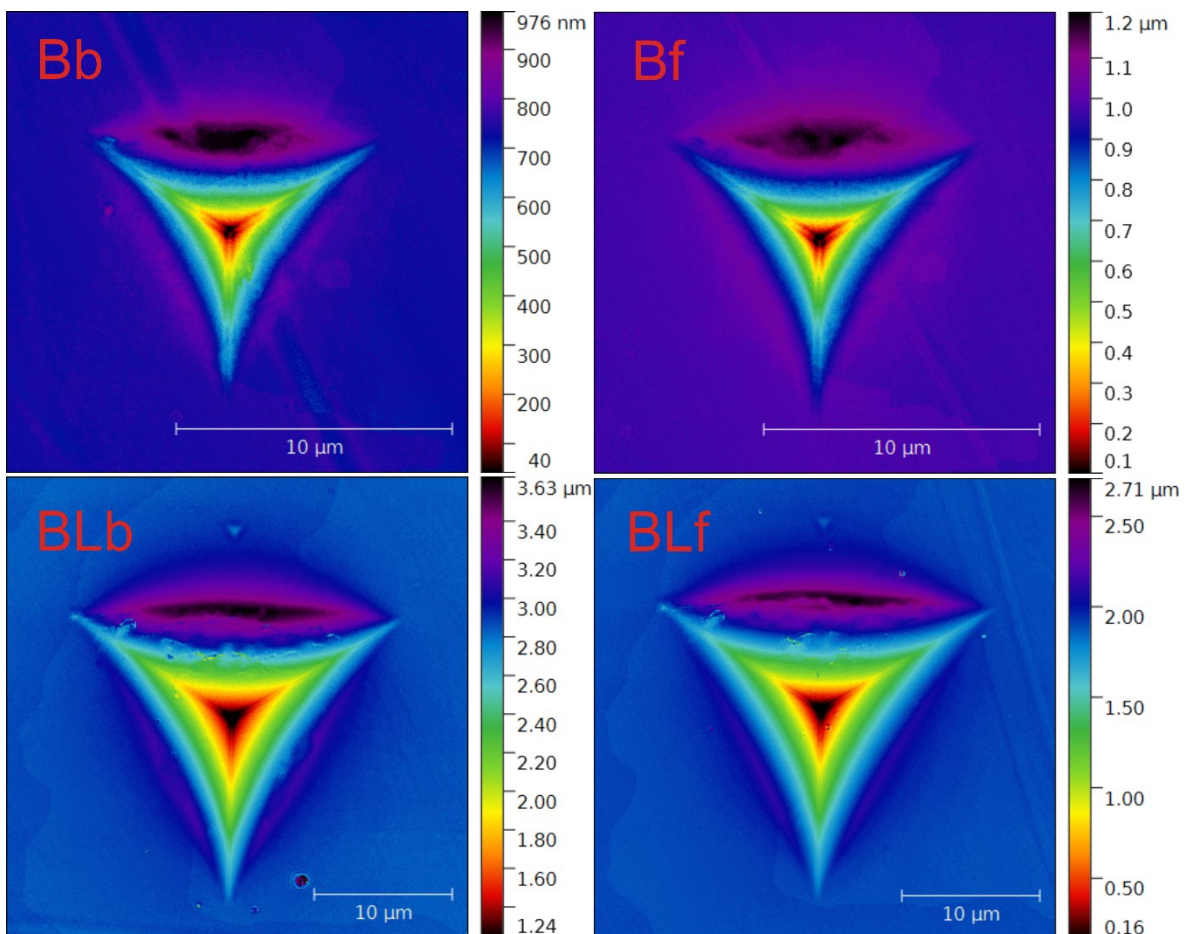
Vtisk	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Bb1	812	18,09	704	13,79	1349	48,19	948	24,32
Bb2	820	18,43	709	13,95	1346	47,97	946	24,22
Bb3	859	20,16	699	13,61	1345	47,91	945	24,18
Bf1	968	25,33	844	19,48	1683	74,12	1279	43,47
Bf2	915	22,73	801	17,62	1645	70,96	1244	41,13
Bf3	1043	29,28	931	23,51	1688	74,62	1283	43,69
Blb1	2030	107,06	1717	77,09	3066	241,09	2394	148,08
Blb2	2123	116,91	1808	85,32	3069	241,64	2368	144,95
Blb3	2176	122,71	1764	81,33	3072	242,02	2315	138,54
Blf1	2222	127,90	1863	90,51	3370	290,71	2627	177,72
Blf2	2176	122,71	1844	88,71	3374	291,33	2634	178,71
Blf3	2202	125,61	1850	89,21	3339	285,40	2599	174,06

Tabulka č. 23: Tvrdost pro PC

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Bb	10,0	5-20-5	0,53±0,02	0,73±0,01	0,21±0,01	0,41±0,01
Bf	10,0	10-1200-1	0,39±0,04	0,50±0,06	0,14±0,01	0,23±0,01
BLb	50,0	5-1-5-1	0,43±0,02	0,62±0,03	0,21±0,01	0,35±0,01
BLf	50,0	20-5-20-5	0,40±0,01	0,56±0,01	0,17±0,01	0,28±0,01



Obrázek č. 30: Graf tvrdosti PC



Obrázek č. 31: Hloubkové snímky vtisků pro PC

Tabulka č. 24: Parametry indentační zkoušky pro AISI 304

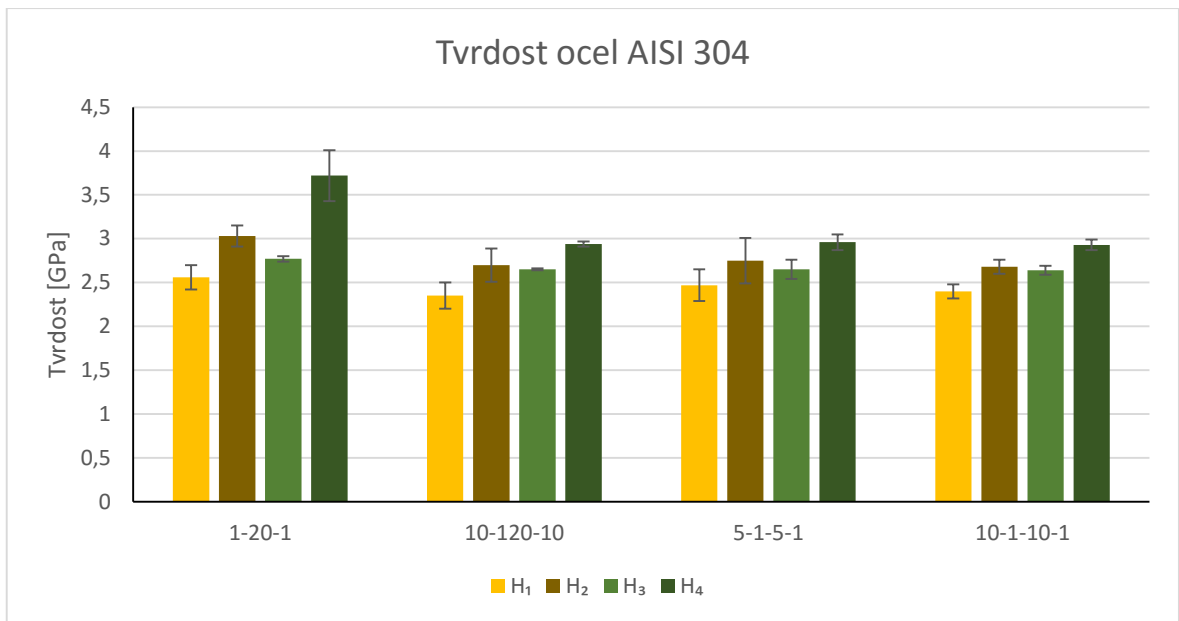
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Ba	100,0	1-20-1	1	20	1	-
Be	100,0	10-120-10	10	120	10	-
BLb	200,0	5-1-5-1	5	1	5	1
BLd	200,0	10-1-10-1	10	1	10	1

Tabulka č. 25: Naměřené hodnoty pro AISI 304

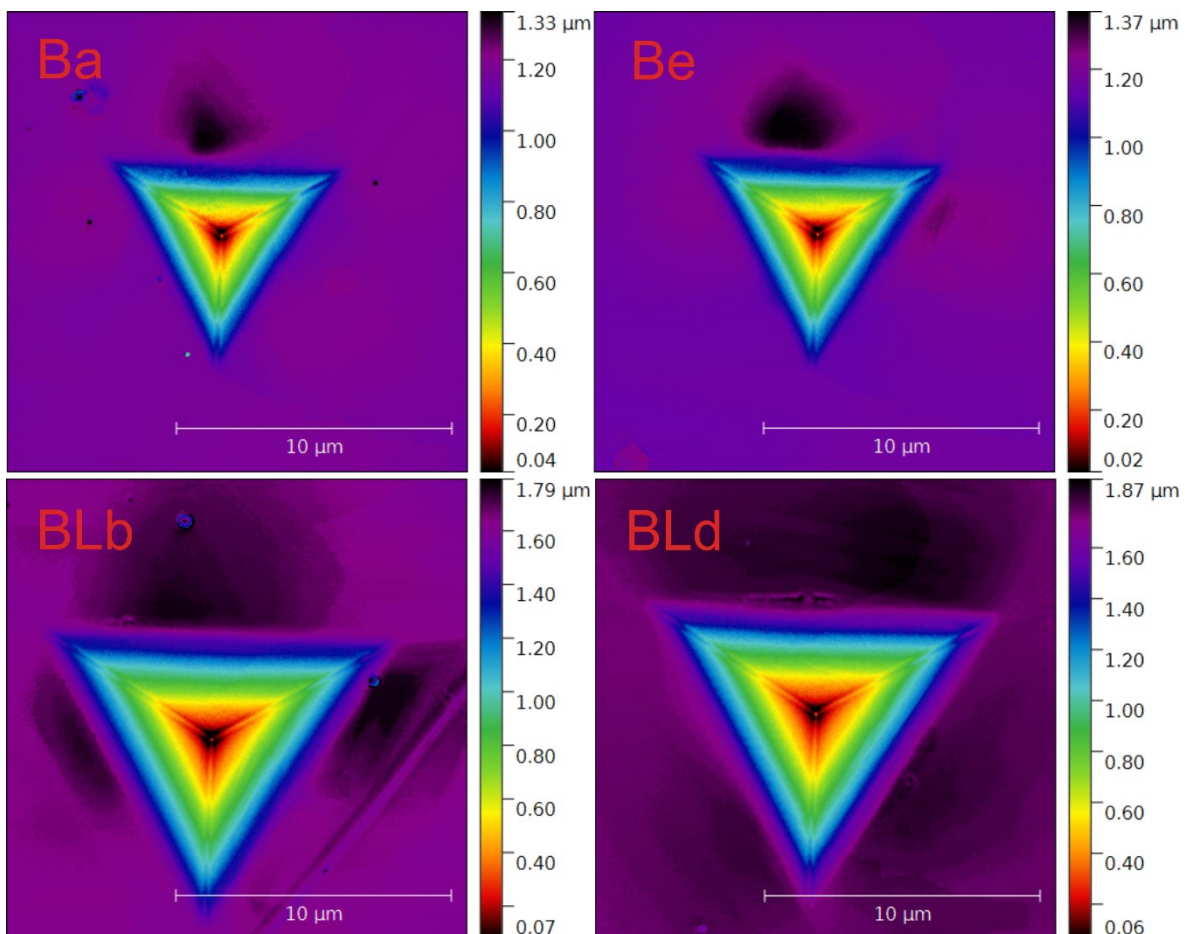
Vtisk	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Ba1	1261	42,26	1083	31,45	1172	36,69	1008	27,41
Ba2	1195	38,07	1138	34,63	1163	36,12	948	24,34
Ba3	1181	37,19	1109	32,95	1155	35,66	1044	29,34
Be1	1315	45,87	1230	40,24	1186	37,54	1137	34,55
Be2	1214	39,23	1124	33,81	1192	37,88	1123	33,78
Be3	1275	43,19	1184	37,42	1194	38,00	1125	33,85
BLb1	1836	87,93	1751	80,10	1742	79,29	1635	70,09
BLb2	1777	82,45	1705	76,04	1707	76,26	1610	67,97
BLb3	1681	73,99	1564	64,29	1653	71,57	1574	65,03
BLd1	1821	86,56	1721	77,44	1715	76,95	1629	69,59
BLd2	1787	83,39	1691	74,85	1712	76,64	1622	69,00
BLd3	1748	79,87	1657	71,91	1676	73,56	1590	66,35

Tabulka č. 26: Tvrdost pro AISI 304

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Ba	100,0	1-20-1	2,56±0,14	3,03±0,12	2,77±0,03	3,72±0,29
Be	100,0	10-120-10	2,35±0,15	2,70±0,19	2,65±0,01	2,94±0,03
BLb	200,0	5-1-5-1	2,47±0,18	2,75±0,26	2,65±0,11	2,96±0,09
BLd	200,0	10-1-10-1	2,40±0,08	2,68±0,08	2,64±0,05	2,93±0,06



Obrázek č. 32: Graf tvrdosti AISI 304



Obrázek č. 33: Hloubkové snímky vtisků pro AISI 304

Tabulka č. 27: Parametry indentační zkoušky pro Ti

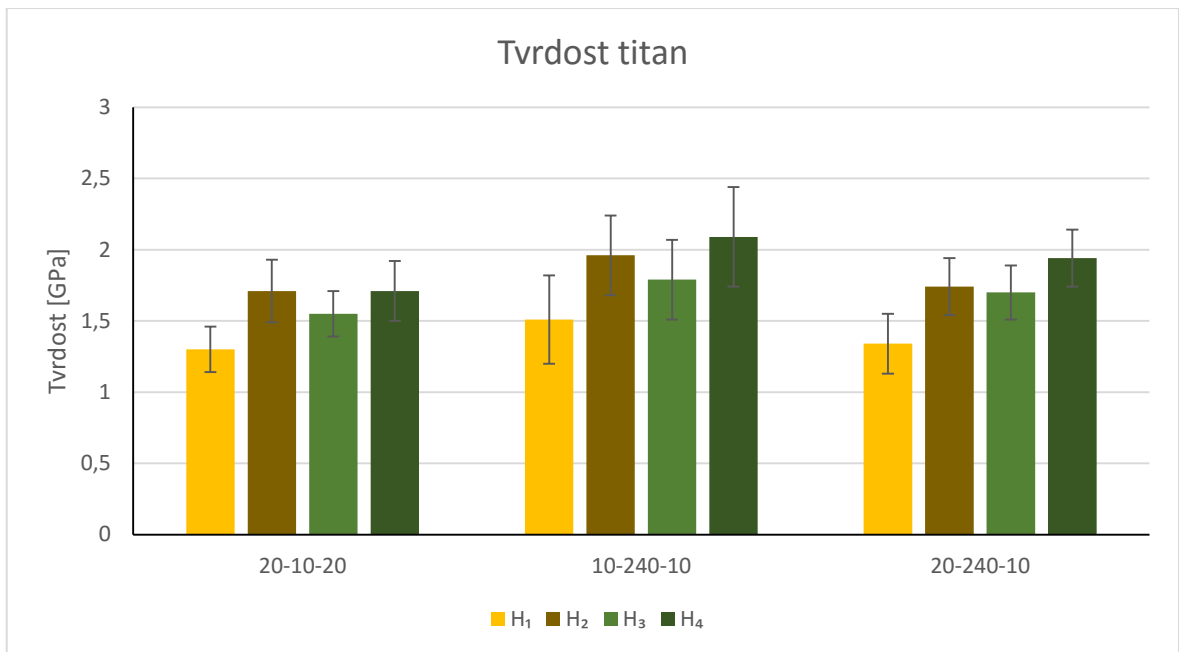
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Ba	500,0	20-10-20	20	10	20	-
Bb	100,0	10-240-10	10	240	10	-
Bc	100,0	20-240-10	20	240	10	-

Tabulka č. 28: Naměřené hodnoty pro Ti

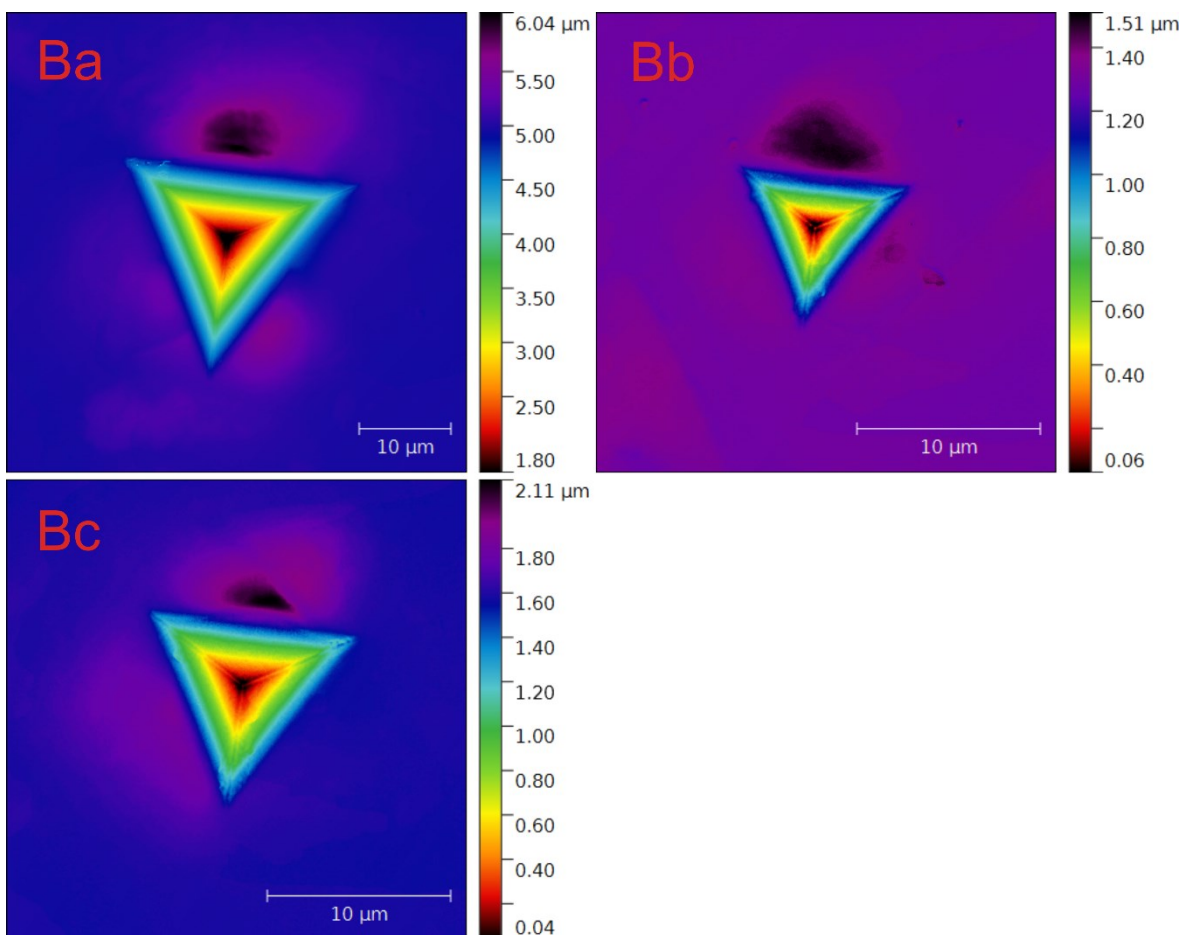
Vtisk	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Ba1	4185	446,21	3644	339,24	3791	366,84	3648	339,96
Ba2	3918	391,52	3436	302,01	3565	324,80	3407	296,99
Ba3	3607	332,46	3120	249,53	3336	284,90	3137	252,26
Bb1	1717	77,15	1463	56,44	1524	61,09	1407	52,31
Bb2	1391	51,16	1266	42,60	1313	45,68	1204	38,66
Bb3	1723	77,65	1473	57,15	1569	64,67	1459	56,10
Bc1	1528	61,43	1364	49,22	1388	50,91	1305	45,13
Bc2	1775	82,30	1534	61,88	1571	64,86	1471	57,01
Bc3	1815	85,97	1551	63,25	1541	62,42	1429	53,91

Tabulka č. 29: Tvrdost pro Ti

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Ba	500,0	20-10-20	1,30±0,16	1,71±0,22	1,55±0,16	1,71±0,21
Bb	100,0	10-240-10	1,51±0,31	1,96±0,28	1,79±0,28	2,09±0,35
Bc	100,0	20-240-10	1,34±0,21	1,74±0,20	1,70±0,19	1,94±0,20



Obrázek č. 34: Graf tvrdosti Ti



Obrázek č. 35: Hloubkové snímky vtisků pro Ti

Tabulka č. 30: Parametry indentační zkoušky pro FS2

Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Ba	500,0	20-10-20	20	10	20	-
Bc	100,0	20-240-10	10	240	10	-

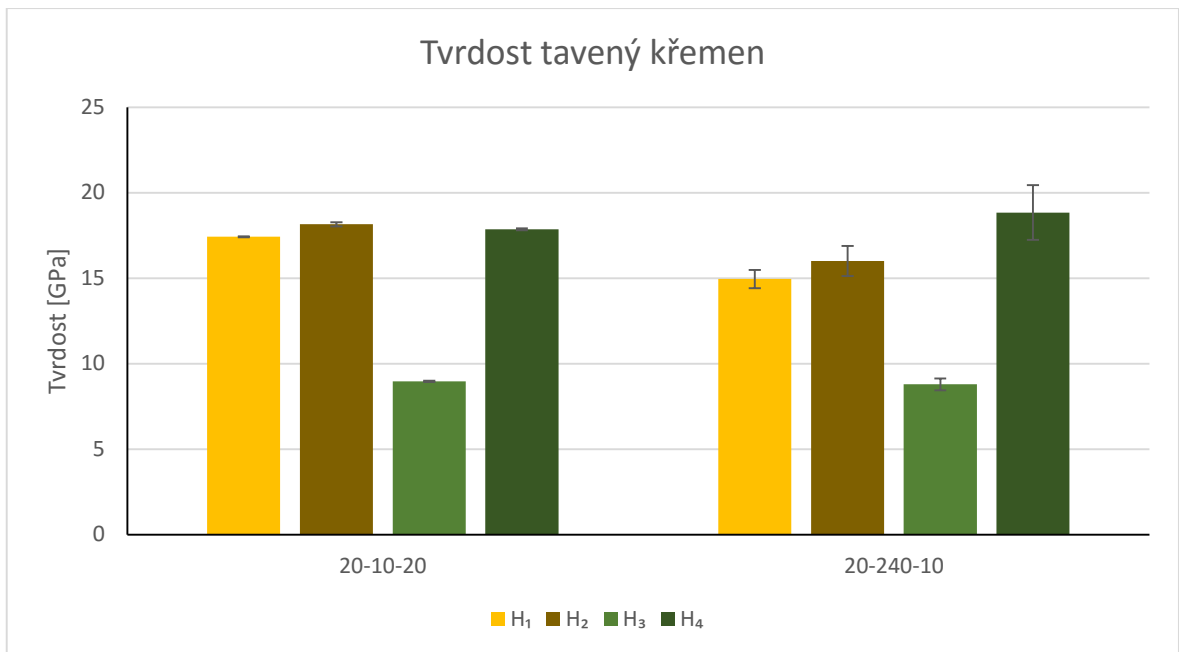
Tabulka č. 31: Naměřené hodnoty pro FS2

Vtisk	$\bar{h}_e$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_r$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Ba1	1034	28,78	1013	27,66	1452	55,56	1021	28,10
Ba2	1032	28,67	1006	27,28	1452	55,63	1017	27,86
Ba3	1032	28,67	1014	27,70	1459	56,13	1020	28,01
Bc1	489	6,95	475	6,56	637	11,41	431	5,49
Bc2	483	6,77	469	6,43	653	11,93	444	5,80
Bc3	467	6,38	444	5,80	620	10,85	399	4,75

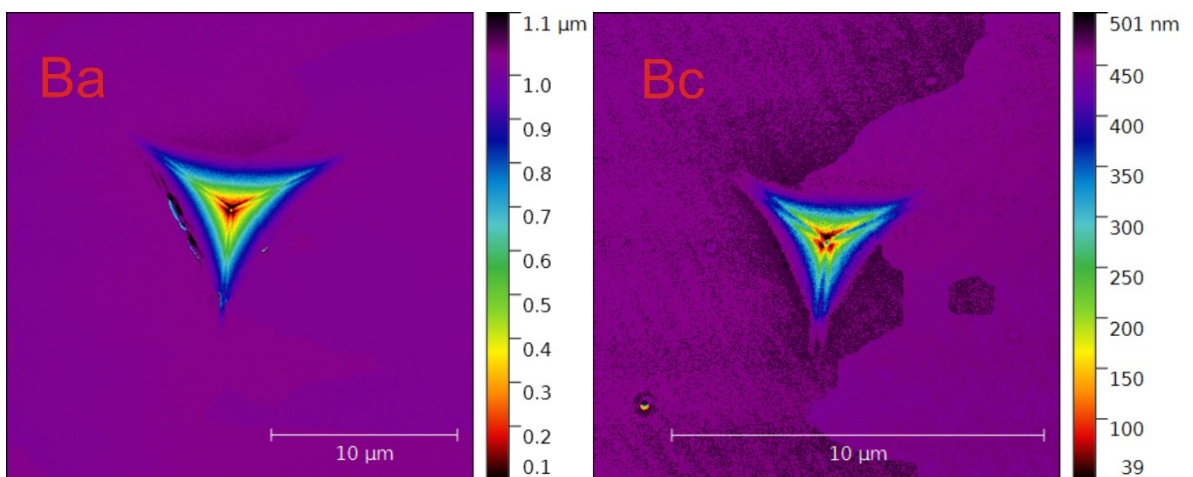
Tabulka č. 32: Tvrdost pro FS2

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Ba	500,0	20-10-20	17,42±0,03	18,15±0,13	8,97±0,04	17,86±0,06
Bc	100,0	20-240-10	14,95±0,54	16,01±0,88	8,79±0,34	18,84±1,60





Obrázek č. 36: Graf tvrdosti FS2



Obrázek č. 37: Hloubkové snímky vtisků pro FS2

Tabulka č. 33: Parametry indentační zkoušky pro HV 280

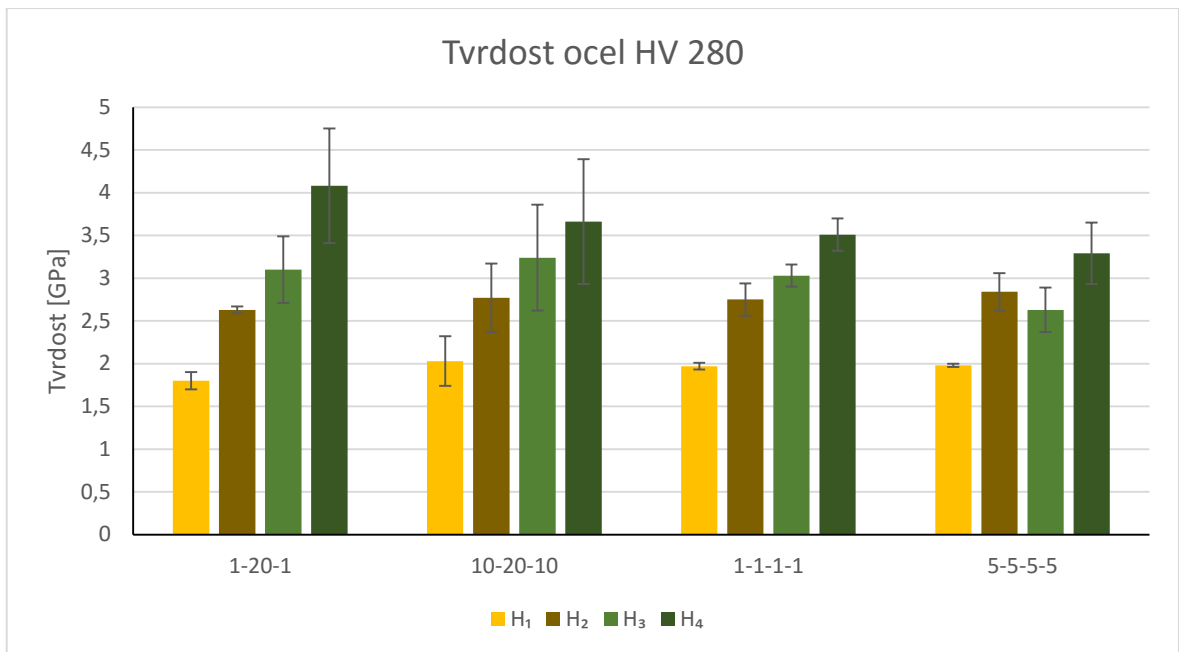
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Ba	100,0	1-20-1	1	20	1	-
Bc	100,0	10-20-10	10	20	10	-
BLa	200,0	1-1-1-1	1	10	1	1
BLc	200,0	5-5-5-5	5	5	5	5

Tabulka č. 34: Naměřené hodnoty pro HV 280

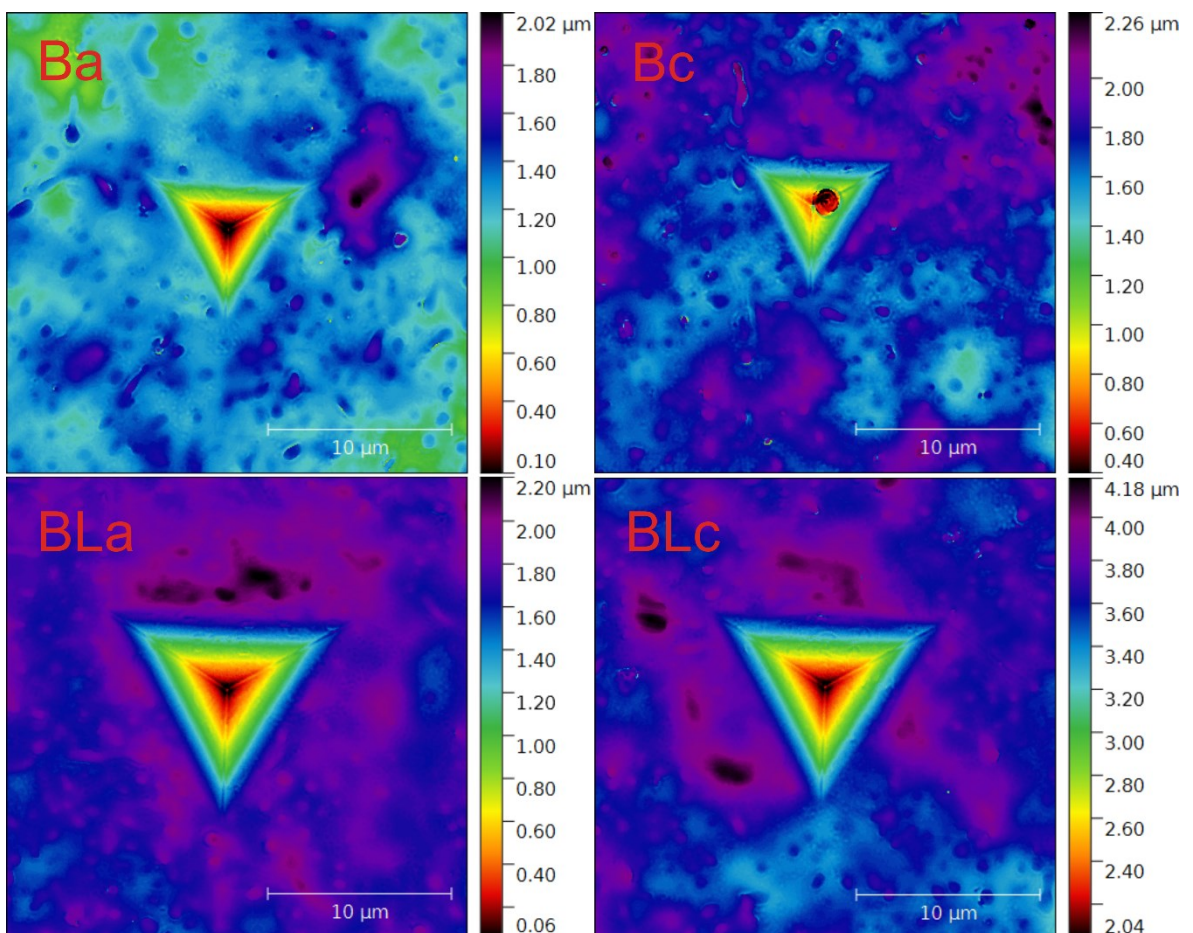
Vtisk	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Ba1	1505	59,64	1205	38,67	1030	28,57	870	20,64
Ba2	1453	55,67	1194	37,99	1073	30,90	938	23,85
Ba3	1406	52,24	1184	37,40	1207	38,80	1077	31,15
Bc1	1527	61,33	1292	44,30	1125	33,87	1062	30,31
Bc2	1285	43,83	1148	35,23	948	24,36	885	21,34
Bc3	1315	45,82	1076	31,06	1183	37,36	1115	33,30
BLa1	1950	98,94	1724	77,71	1593	66,59	1469	56,90
BLa2	1986	102,56	1699	75,55	1543	62,57	1424	53,53
BLa4	1999	103,85	1589	66,26	1627	69,44	1524	61,12
BLc1	1966	100,51	1675	73,50	1603	67,41	1421	53,29
BLc2	1963	100,21	1557	63,70	1816	86,09	1625	69,25
BLc3	1990	102,96	1699	75,55	1717	77,08	1538	62,18

Tabulka č. 35: Tvrdost pro HV 280

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Ba	100,0	1-20-1	2,56±0,14	3,03±0,12	2,77±0,03	3,72±0,29
Bc	100,0	10-20-10	2,35±0,15	2,70±0,19	2,65±0,01	2,94±0,03
BLa	200,0	1-1-1-1	2,47±0,18	2,75±0,26	2,65±0,11	2,96±0,09
BLc	200,0	5-5-5-5	2,40±0,08	2,68±0,08	2,64±0,05	2,93±0,06



Obrázek č. 38: Graf tvrdosti HV 280



Obrázek č. 39: Hloubkové snímky vtisků pro HV 280

Tabulka č. 36: Parametry indentační zkoušky pro CuN

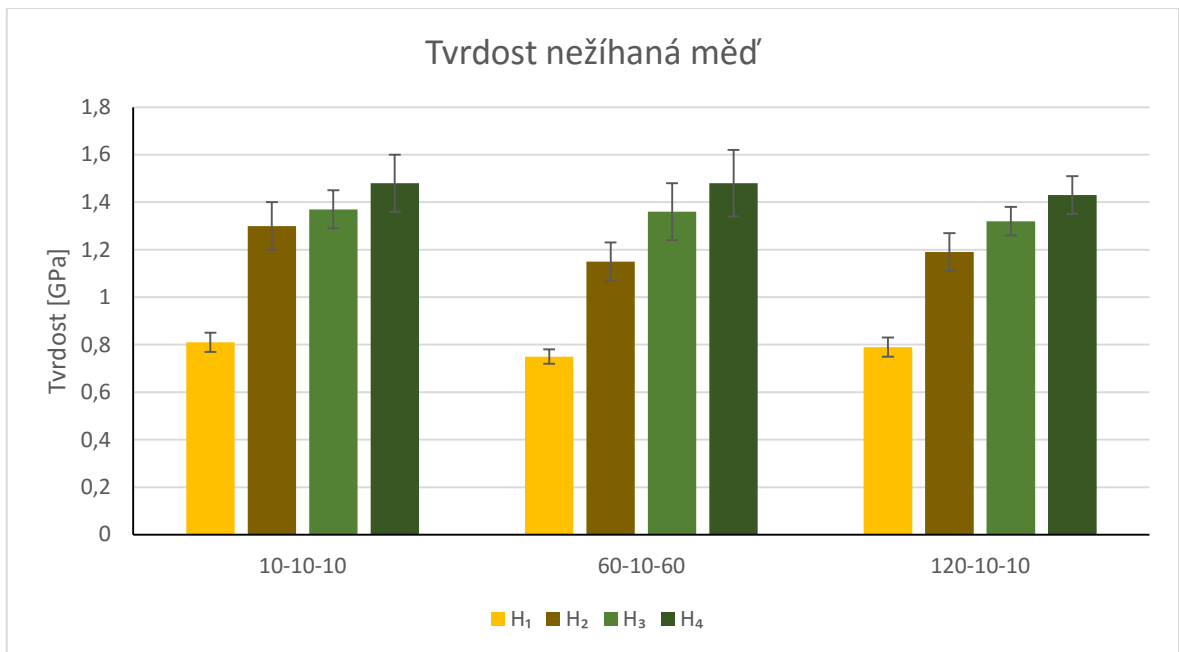
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Ba	100,0	10-10-10	10	10	10	-
Bc	100,0	60-10-60	60	10	60	-
Be	100,0	120-10-10	120	10	10	-

Tabulka č. 37: Naměřené hodnoty pro CuN

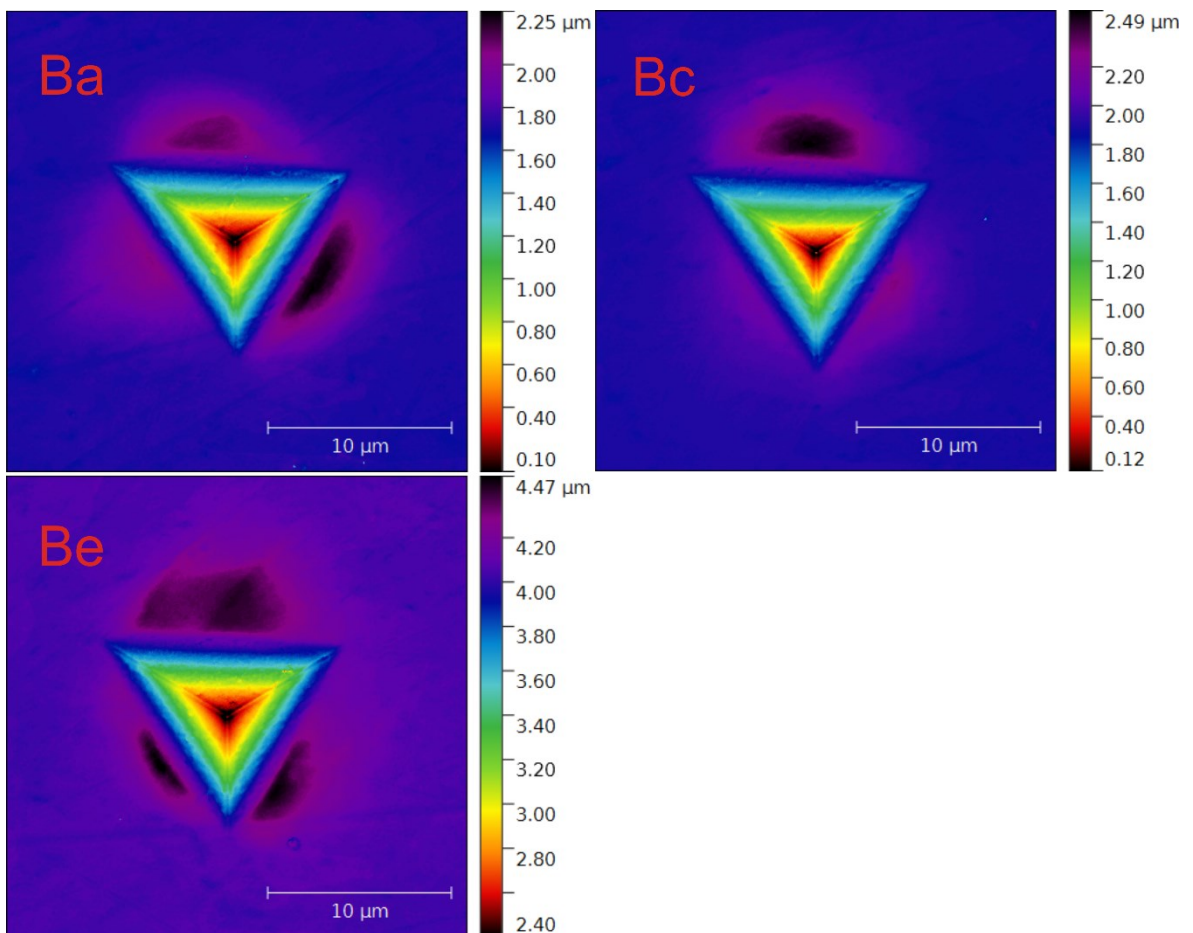
Vtisk	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Ba1	2110	118,35	1710	78,33	1674	75,19	1614	69,98
Ba2	2143	122,02	1778	84,56	1700	77,45	1648	72,93
Ba3	2225	131,41	1610	69,62	1586	67,65	1501	60,70
Bc1	2175	125,70	1721	79,38	1562	65,68	1491	59,93
Bc2	2264	135,95	1872	93,58	1696	77,12	1622	70,63
Bc3	2270	136,74	1815	88,11	1724	79,65	1667	74,53
Be1	2156	123,48	1739	81,02	1647	72,84	1588	67,82
Be2	2148	122,62	1720	79,26	1653	73,30	1573	66,52
Be3	2270	136,74	1866	92,99	1739	81,01	1683	75,92

Tabulka č. 38: Tvrdost pro CuN

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Ba	100,0	10-10-10	0,81±0,04	1,30±0,10	1,37±0,08	1,48±0,12
Bc	100,0	60-10-60	0,75±0,03	1,15±0,08	1,36±0,12	1,48±0,14
Be	100,0	120-10-10	0,79±0,04	1,19±0,08	1,32±0,06	1,43±0,08



Obrázek č. 40: Graf tvrdosti CuN



Obrázek č. 41: Hloubkové snímky vtisků pro CuN

Tabulka č. 39: Parametry indentační zkoušky pro CuZ

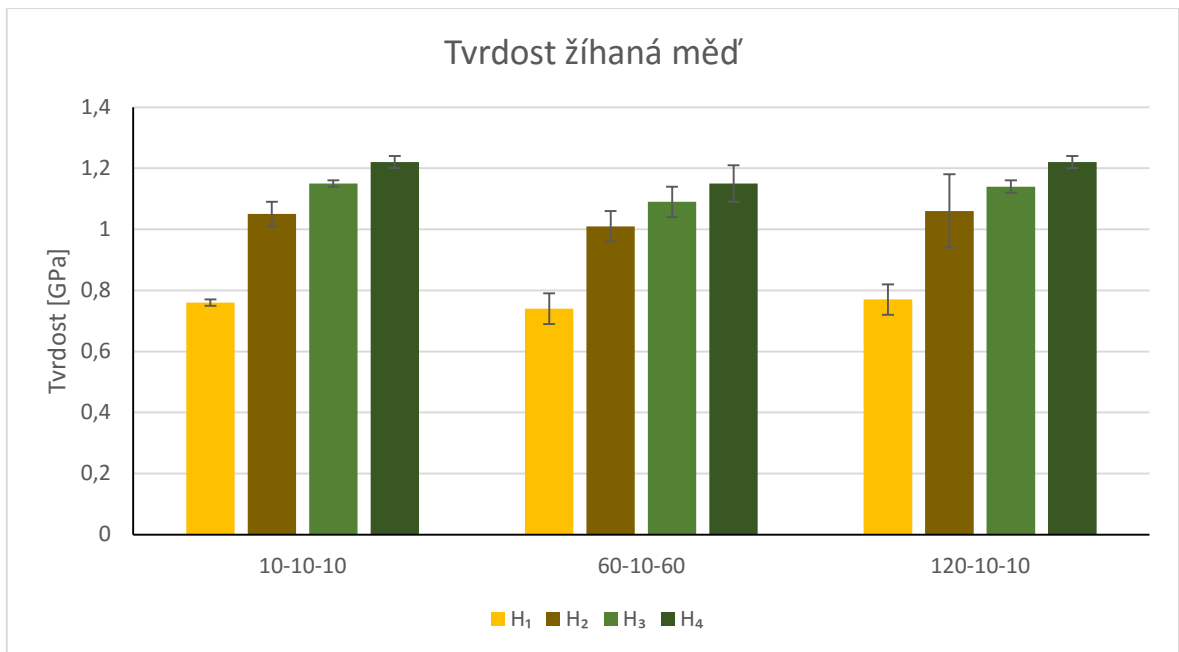
Vtisky	Maximální zatížení $P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	Doba zatěžování $a$ [s]	Doba výdrže $b$ [s]	Doba odlehčování $c$ [s]	Doba výdrže při odlehčování $d$ [s]
Ba	100,0	10-10-10	10	10	10	-
Bc	100,0	60-10-60	60	10	60	-
Be	100,0	120-10-10	120	10	10	-

Tabulka č. 40: Naměřené hodnoty pro CuZ

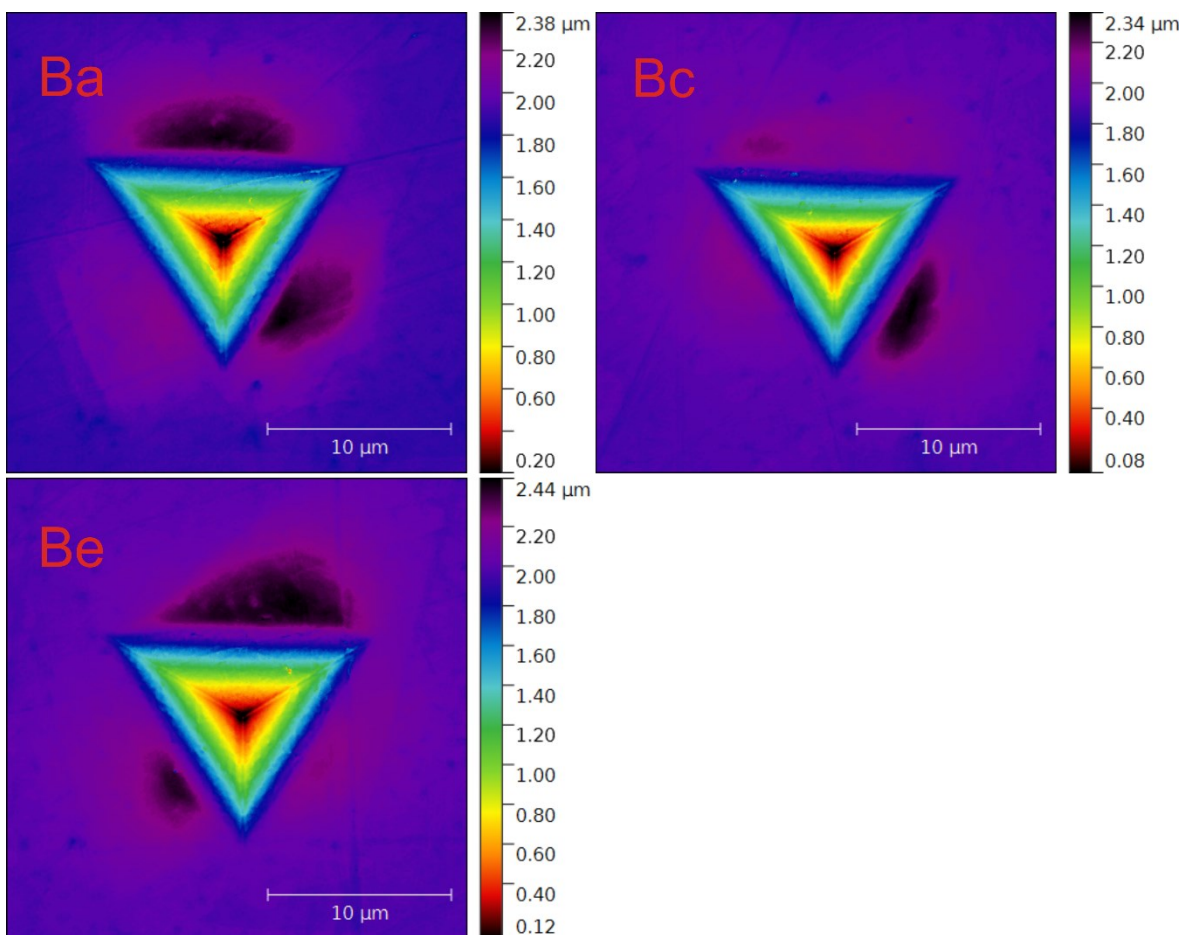
Vtisk	$\bar{h}_{ef}$ [nm]	$A_1$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$\bar{h}_{rp}$ [nm]	$A_2$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_p$ [nm]	$A_3$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$h_r$ [nm]	$A_4$ [ $\mu\text{m}^2$ ]
Ba1	2251	134,45	1942	100,58	1815	88,08	1769	83,74
Ba2	2226	131,57	1856	92,05	1801	86,70	1749	81,86
Ba3	2197	128,14	1875	93,84	1791	85,80	1739	80,95
Bc1	2301	140,36	2000	106,56	1909	97,23	1875	93,91
Bc2	2152	123,10	1869	93,29	1828	89,34	1773	84,13
Bc3	2339	144,96	1930	99,39	1816	88,18	1770	83,87
Be1	2131	120,71	1749	81,87	1795	86,17	1737	80,83
Be2	2308	141,20	1977	104,17	1828	89,33	1772	84,06
Be3	2223	131,14	1946	100,95	1805	87,15	1742	81,29

Tabulka č. 41: Tvrdost pro CuZ

Vtisky	$P_t$ [mN]	Zatěžovací cyklus	$H_1$ [GPa]	$H_2$ [GPa]	$H_3$ [GPa]	$H_4$ [GPa]
Ba	100,0	10-10-10	0,76±0,01	1,05±0,04	1,15±0,01	1,22±0,02
Bc	100,0	60-10-60	0,74±0,05	1,01±0,05	1,09±0,05	1,15±0,06
Be	100,0	120-10-10	0,77±0,05	1,06±0,12	1,14±0,02	1,22±0,02



Obrázek č. 42: Graf tvrdosti CuZ



Obrázek č. 43: Hloubkové snímky vtisků pro CuZ



## Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo určení vlivu pile-up a sink-in efektů na nanoindentační zkoušku. Z naměřených dat vyplývá, že pile-up efekt má vliv na vyhodnocení nanoindentační zkoušky. U všech vzorků, kromě vzorku z taveného křemene, byl tento efekt pozorován. Výsledná tvrdost, která je ovlivněna pile-up efektem je menší než tvrdost získaná vyhodnocením nanoindentačních dat z kontaktní hloubky. Sink-in efekt je automaticky započítán do analýzy dat metodou Oliver-Pharr. Tato metoda předpokládá pokles kontaktního kruhu pod původní volný povrch vzorku, což je sink-in efekt. V případě vzorku z taveného křemene nebyl pozorován žádný efekt, hodnoty tvrdosti se přibližně rovnaly, proto se tento materiál používá při kalibraci indentorů. Byla také pozorována možná závislost velikosti pile-up efektu na zvoleném zatěžovacím cyklu. U vzorku z polykarbonátu byla pozorována možná závislost, kdy při vzrůstající době výdrže se pile-up efekt zvětšoval, jak lze vidět na hodnotách tvrdosti  $H_1$ .

Zásadní pro tuto práci byla volba metodiky určování promítnuté plochy vtisku. Software konfokálního mikroskopu umožňuje různé metody měření a následné určení dané plochy. Jako například měření průměru vtisku z plošného snímku vtisku, ale tato metoda byla velice subjektivní z důvodu určení hranic vtisku s pile-up efektem. Software mimo jiného umožňuje i přímé měření plochy volbou polygonu, ale to také neumožňovalo určit plochy vtisku s pile-up efektem. Jako nejméně subjektivní se jeví v práci použitá metoda vyhodnocení hloubkového profilu vtisku. Touto metodou, z hloubkového profilu, byl měřen průměr vtisku, který se nejvíce blíží reálné promítnuté ploše vtisku pro sférický indentor. Pro Berkovichův indentor byla zvolena metoda měření hloubek vtisku. Tato metoda počítá s korigovaným tvarem funkce tvaru indentoru (DAF funkce). Metoda, která určuje promítnutou plochu vtisku pomocí funkce tvaru indentoru a změřené hloubky vtisku byla zvolena, protože software neumožňoval lepší metodu, kterou by bylo možné objektivně určit reálnou promítnutou plochu vtisku.

Obecně problém u Berkovichova indentoru je ten, že geometrie plochy vtisku, která je ovlivněna pile-up efektem, nemá jednoduchý geometrický tvar. Dále teorie předpokládá symetrii těchto efektů, ale při reálné nanoindentační zkoušce dochází ke vzniku pile-up efektu, který má výrazné maximum orientované k jedné straně. Tato nesymetrie je nejspíše dána konstrukcí nanoindentačního přístroje.

Na tuto práci by bylo možné navázat mnoha směry, jako například studiem vlivu volby parametru zatěžovacího cyklu na pile-up efekt nebo určení průběhu časové relaxace materiálu. Popřípadě vytvořením přesnější metody měření promítnuté plochy vtisku.



## Seznam použitých pramenů

- [1] Fischer-Cripps, A.C., *Nanoindentation. 2nd ed.* . 2004, New York: Springer-Verlag. 226.
- [2] Hertz, H., *On the contact of elastic solids.* J. Reine Angew. Math 92, 1881: p. 156-171.
- [3] Hertz, H., *On hardness.* Verh. Ver. Beförderung Gewerbe Fleisses 61, 1882.
- [4] Fischer-Cripps, A.C., *The use of combined clastic modulus in the analysis of depth sensing indentation data.*, J. Mater. Res. 16 11, 2001: p. 3050-3052.
- [5] Sneddon, I.N., *Boussinesq's problem for a rigid cone.* 1948, Proc. Cambridge Philos. Soc. 44. p. 492-507.
- [6] Tabor, D., *The Hardness of Metals.* 1951, Oxford: Clarendon Press.
- [7] Huber, M.T., *Contact of solids elastic bodies.* Ann. D. Physik, 1904. **14** 1: p. 153-163.
- [8] Samuels, L.E. and T.O. Mulhearn, *An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions.* J. Mech. Phys. Solids, 1957. **5**: p. 125-134.
- [9] Johnson, K.L., *The correlation of indentation experiments.* J. Mech. Phys. Solids 18, 1970: p. 115-126.
- [10] Johnson, K.L., *Contact Mechanics.* 1985, Cambridge University Press,,: Cambridge.
- [11] Ahn, J.H. and D. Kwon, *Derivation of plastic stress-strain relationship from ball indentations: Examination of strain definition and pileup effect.* J. Mater Res. **16** 11, 2001: p. 3170-3178.
- [12] Thurn, J., D.J. Morris, and R.F. Cook, *Depth-sensing indentation at macroscopic dimensions.* J. Mater Res. **17** 10, 2002: p. 2679-2690.
- [13] Berkovich, E.S., *Three-faceted diamond pyramid for micro-hardness testing.* Ind. Diamond Rev. **11**, 1951. **127**: p. 129-133.
- [14] F. Knoop, C.G.P., and W.B. Emerson, , *A sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurements.* Research Paper 1220, Journal of Research, National Bureau of Standards, 23 1, 1939.
- [15] Doerner, M.F. and W.D. Nix, *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments.* Journal of Materials Research, 1986. **1**(04): p. 601-609.
- [16] Oliver, W.C. and G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments.* 1992. p. 20.
- [17] *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements of methodology.* 2004. p. 18.
- [18] Sneddon, I.N., *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile.* International Journal of Engineering Science, 1965. **3**(1): p. 47-57.
- [19] Cheng, C.-M.C.a.Y.-T., *On the initial unloading slope in indentation of elastic-plastic solids by an indenter with an axisymmetric smooth profile.* Appl. Phys. Lett., 1997. **71**(2623).
- [20] Field, J.S. and M.V. Swain, *Determining the mechanical properties of small volumes of material from submicrometer spherical indentations.* Journal of Materials Research, 1995. **10**(01): p. 101-112.
- [21] Field, J. and M. Swain, *A simple predictive model for spherical indentation.* Journal of Materials Research, 1993. **8**(02): p. 297-306.

- [22] A., B. and P. G., *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*. J. Mater Res., 1998. **13**(4): p. 1049–1058.

## Seznam symbolů

$\alpha$	vrcholový polo-úhel kuželového indentoru
$\beta$	úhel mezi indentorem a povrchem vzorku, korekční faktor geometrie indentoru
$\delta$	vzdálenost bodu na ose indentoru v místě kontaktního kruhu a vrcholu indentoru
$\varepsilon$	deformace
$\epsilon$	korekční faktor při analýze dat metodou Oliver-Pharr
$\theta$	vrcholový polo-úhel daného indentoru
$\nu$	Poissonova konstanta
$\nu_i$	Poissonova konstanta indentoru
$\chi$	koeficient deformačního zpevnění
$a$	poloměr kontaktního kruhu
$A$	kontaktní plocha
$A_j$	změřená promítnutá plocha vtisku danou metodou, kde $j = 1, \dots, 6$ podle metody měření
$A_{af}$	kontaktní plocha získaná pomocí funkce tvaru indentoru při hloubce $h_t$
$A_{true}$	přímo měřená kontaktní plocha
$d$	délka úhlopříčky reziduálního vtisku, průměr reziduálního vtisku
$d_{ef}$	průměr sférického vtisku s daným efektem (v maximu pile-up)
$d_{rp}$	průměr sférického vtisku v rovině povrchu vzorku
$D$	průměr sférického indentoru
$E$	elastický modul, také Youngův modul pružnosti
$E^*$	redukovaný (kombinovaný) elastický modul
$E_i$	elastický modul indentoru
$E_{IT}$	indentační elastický modul
$h$	indentační hloubka, hloubka vtisku
$h_a$	hloubka kontaktního kruhu měřená od volného povrchu vzorku
$h_e$	elastická hloubka vtisku
$h_{ef}$	změřená hloubka vtisku s daným efektem (od maxima pile-up)
$h_p$	plastická hloubka vtisku
$h_r$	reziduální hloubka vtisku, změřená hloubka vtisku k rovině povrchu
$h_{rp}$	změřená hloubka vtisku k rovině povrchu
$h_s$	hloubka sink-in efektu
$h_t$	maximální hloubka vtisku při indentaci
$H$	tvrdost

$H_j$	změřená tvrdost danou metodou, kde $j = 1, \dots, 6$ podle metody měření
$H_{IT}$	indentační tvrdost
$n$	Meyerův index
$p_m$	střední kontaktní tlak
$P$	zatížení indentoru
$P_t$	maximální zatížení indentoru
$R, R_j$	poloměr sférického indentoru
$R^+$	ekvivalentní poloměr tuhého sférického indentoru
$R_1, R_2$	poloměr sférického indentoru v případě Hertzova elastického kontaktu
$S$	kontaktní tuhost $dP/dh$
$Y$	mez kluzu

## Příloha 1: Kompletní naměřená data pro sférický indentor

Tabulka č. 1: Naměřené hodnoty pomocí měření průměrů vtisku pro PC

Vtisk	Průměr s daným efektem					Průměr v rovině povrchu				
	$d_1$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_2$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_3$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_4$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\bar{d}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_1$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_2$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_3$ [ $\mu\text{m}$ ]	$d_4$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\bar{d}$ [ $\mu\text{m}$ ]
Sc2	8,68	8,54	8,48	8,74	8,61	7,33	7,43	7,39	7,39	7,39
Sc3	8,53	8,17	8,31	8,77	8,45	7,37	7,21	7,27	7,73	7,40
Sc4	8,69	8,62	8,60	8,84	8,69	7,39	7,42	7,30	7,43	7,39
Sn1	8,29	8,20	8,20	8,41	8,28	7,02	7,11	7,09	7,19	7,10
Sn2	8,29	7,71	8,13	8,52	8,16	6,95	6,83	6,95	7,03	6,94
Sn3	8,09	8,19	8,99	8,43	8,43	7,01	6,96	6,82	7,29	7,02
Se1	8,11	8,04	8,22	8,02	8,10	7,00	7,04	7,00	6,95	7,00
Se2	8,07	8,19	7,93	8,13	8,08	7,37	7,23	7,23	7,39	7,31
Se3	8,31	8,11	7,92	7,90	8,06	7,07	7,00	6,84	7,18	7,02
Sf1	8,11	8,16	8,11	8,57	8,24	6,96	6,96	7,21	7,48	7,15
Sf2	8,20	8,38	8,08	8,22	8,22	6,95	7,01	6,90	7,17	7,01
Sf3	8,30	8,00	8,19	8,46	8,24	7,03	6,98	6,95	7,09	7,01
Sg1	8,41	8,13	8,38	8,71	8,41	7,17	7,01	7,22	7,27	7,17
Sg2	8,36	8,52	8,11	8,55	8,39	7,30	7,14	7,06	7,84	7,34
Sg4	8,18	8,24	8,22	8,54	8,30	7,18	7,11	7,33	7,70	7,33

Tabulka č. 2: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro PC

Vtisk	Hloubka s daným efektem					Hloubka k rovině povrchu				
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Sc2	420	360	385	367	383	280	278	254	266	270
Sc3	452	420	403	385	415	280	302	292	283	289
Sc4	538	501	431	427	474	369	348	355	338	353
Sn1	370	302	302	345	330	225	217	223	220	221
Sn2	395	385	330	352	366	280	282	290	290	286
Sn3	298	276	312	273	290	193	226	202	208	207
Se1	407	350	288	328	343	250	247	235	240	243
Se2	423	348	382	370	381	319	300	312	290	305
Se3	379	314	355	330	345	276	268	272	270	272
Sf1	472	412	372	387	411	311	294	300	290	299
Sf2	423	415	372	403	403	322	316	312	309	315
Sf3	365	346	340	302	338	255	246	252	251	251
Sg1	452	410	372	422	414	323	311	316	304	314
Sg2	416	367	340	359	371	300	293	295	296	296
Sg4	362	306	298	324	323	255	245	252	241	248

Tabulka č. 3: Naměřené hodnoty pomocí měření průměrů vtisku pro AISI 304L

Vtisk	Průměr s daným efektem					Průměr v rovině povrchu				
	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]
SVc1	12,26	12,69	11,99	11,99	12,23	12,34	11,10	9,73	10,98	11,04
SVc2	11,99	11,93	12,31	10,87	11,78	10,57	10,77	10,08	10,09	10,38
SVc3	11,50	11,67	10,43	12,56	11,54	9,89	10,57	9,47	11,45	10,35
SVf1	10,84	13,16	10,89	12,31	11,80	9,98	12,84	9,66	12,04	11,13
SVf2	13,20	11,52	12,66	11,67	12,26	11,82	10,36	12,53	10,74	11,36
SVf3	10,89	11,77	11,21	11,61	11,37	10,62	10,94	10,75	11,10	10,85
SMA1	7,65	9,80	8,73	9,31	8,87	7,55	8,17	8,31	8,58	8,15
SMA2	9,07	9,56	10,49	10,53	9,91	7,85	9,52	9,84	7,51	8,68
SMA3	9,83	9,59	8,72	9,03	9,29	8,51	7,58	7,40	7,68	7,79
SMd1	10,32	8,77	9,27	8,06	9,11	7,78	8,96	8,83	7,63	8,30
SMd2	9,45	9,80	10,11	9,80	9,79	8,24	8,44	8,77	9,63	8,77
SMd3	10,95	10,25	10,15	10,08	10,36	8,34	8,58	8,90	8,76	8,65

Tabulka č. 4: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro AISI 304L

Vtisk	Hloubka s daným efektem					Hloubka k rovině povrchu				
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
SVc1	1447	1250	1314	1307	1330	1302	1183	1194	1241	1230
SVc2	1392	1454	1289	1396	1383	1267	1225	1251	1294	1259
SVc3	1427	1370	1305	1320	1356	1293	1277	1178	1288	1259
SVf1	1626	1618	1539	1478	1565	1551	1448	1423	1350	1443
SVf2	1362	1355	1439	1407	1391	1267	1346	1304	1327	1311
SVf3	1321	1378	1499	1311	1377	1257	1274	1387	1272	1298
SMA1	628	722	652	671	668	578	669	603	626	619
SMA2	670	635	613	669	647	613	648	595	614	618
SMA3	617	609	644	633	626	580	573	548	570	568
SMd1	693	632	670	628	656	626	633	651	595	626
SMd2	788	734	729	722	743	691	702	695	706	699
SMd3	754	732	713	839	760	694	701	682	730	702

Tabulka č. 5: Naměřené hodnoty pomocí měření průměrů vtisku pro Ti

Vtisk	Průměr s daným efektem					Průměr v rovině povrchu				
	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]
Sb1	10,56	10,93	12,09	9,82	10,85	8,48	9,41	8,66	9,17	8,93
Sb2	11,49	12,60	12,74	12,05	12,22	8,66	11,68	9,13	8,94	9,60
Sb3	11,71	11,57	16,54	13,95	13,44	9,08	15,51	9,46	10,54	11,15
Sc1	11,95	10,47	10,56	11,54	11,13	8,76	9,82	9,41	9,31	9,33
Sc2	12,50	15,51	14,86	12,59	13,87	9,57	15,35	12,76	10,65	12,08
Sc5	10,40	11,60	10,40	9,40	10,45	8,10	10,30	8,10	8,70	8,80
SLa1	24,90	23,10	28,50	26,30	25,70	18,50	21,00	19,70	19,40	19,65
SLa2	23,17	28,90	25,40	25,20	25,67	19,70	21,30	18,70	18,80	19,63
SLa3	28,10	29,70	25,80	24,90	27,13	18,60	20,30	18,70	19,20	19,20

Tabulka č. 6: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro Ti

Vtisk	Hloubka s daným efektem					Hloubka k rovině povrchu				
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Sb1	1280	1255	1272	1195	1251	1157	1179	1127	1143	1152
Sb2	1688	1321	1617	1449	1519	1230	1299	1258	1256	1261
Sb3	2497	1446	1641	1462	1762	1410	1431	1385	1395	1405
Sc1	1335	1302	1214	1340	1298	1242	1269	1143	1247	1225
Sc2	2462	1487	1600	1508	1764	1503	1446	1544	1410	1476
Sc5	1502	1063	1169	1097	1208	978	1019	944	1043	996
SLa1	8710	6450	6380	7510	7263	6290	6140	6080	6340	6213
SLa2	9178	6990	7810	7010	7747	6530	6380	6410	6440	6440
SLa3	7890	6600	7220	6830	7135	6380	6220	6250	6320	6293

Tabulka č. 7: Naměřené hodnoty pomocí měření průměrů vtisku pro HV 280

Vtisk	Průměr s daným efektem					Průměr v rovině povrchu				
	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]
Sa1	8,49	7,09	9,05	8,49	8,28	6,58	6,57	7,31	6,37	6,71
Sa2	7,77	7,37	8,46	8,11	7,93	6,99	6,95	6,76	7,07	6,94
Sa3	9,13	8,39	8,85	10,61	9,25	6,72	6,76	6,67	9,27	7,36
Se1	7,41	8,02	8,39	7,97	7,95	6,44	6,95	6,95	6,67	6,75
Se2	7,51	7,32	8,29	7,64	7,69	6,21	6,81	6,76	6,67	6,61
Se3	8,30	8,20	8,60	7,80	8,23	7,00	6,80	7,90	7,10	7,20

Tabulka č. 8: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro HV 280

Vtisk	Hloubka s daným efektem					Hloubka k rovině povrchu				
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Sa1	888	797	814	871	843	641	689	706	656	673
Sa2	747	775	862	778	791	692	689	663	680	681
Sa3	853	771	693	615	733	554	527	542	509	533
Se1	573	814	634	691	678	456	526	515	441	485
Se2	654	533	682	521	598	394	505	466	443	452
Se3	802	732	677	759	743	688	644	629	663	656
Sf1	643	715	824	805	747	525	626	615	446	553
Sf2	766	723	640	763	723	503	495	598	577	543
Sf4	628	636	673	695	658	523	509	503	451	497
Sg1	740	628	629	617	654	548	463	454	586	513
Sg2	735	761	607	552	664	542	523	525	489	520
Sg3	680	638	552	546	604	471	490	458	501	480

Tabulka č. 9: Naměřené hodnoty pomocí měření průměrů vtisku pro CuN

Vtisk	Průměr s daným efektem					Průměr v rovině povrchu				
	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]
Sa1	12,31	11,20	11,50	11,70	11,68	10,10	10,00	9,60	9,00	9,68
Sa2	13,30	11,51	11,81	11,11	11,93	9,30	9,80	9,70	9,60	9,60
Sa3	10,71	10,00	10,11	10,41	10,31	9,90	9,20	9,10	9,20	9,35
Sc1	10,92	10,93	11,53	11,22	11,15	8,80	9,70	9,60	9,50	9,40
Sc2	12,03	11,40	10,40	11,30	11,28	9,50	9,70	9,50	9,20	9,48
Sc4	11,24	10,60	10,81	10,71	10,84	10,30	9,10	10,30	9,20	9,73
Se1	10,11	11,14	11,40	11,44	11,02	9,00	9,10	9,20	9,20	9,13
Se2	11,05	11,00	11,40	12,00	11,36	9,00	9,50	9,60	9,50	9,40
Se4	11,32	10,91	10,30	10,30	10,71	9,50	9,40	9,20	9,20	9,33

Tabulka č. 10: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro CuN

Vtisk	Hloubka s daným efektem					Hloubka k rovině povrchu				
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Sa1	5000	4760	4730	4200	4673	3800	3810	3830	3800	3810
Sa2	4617	4925	5079	5510	5033	4020	4000	3980	4010	4003
Sa3	4995	4490	4615	4480	4645	3415	3435	3415	3426	3423
Sc1	4872	4954	4779	4678	4821	3774	3800	3754	3774	3776
Sc2	5120	5245	4730	4525	4905	3786	3797	3817	3807	3802
Sc4	5620	4154	5015	4000	4697	3610	3620	3630	3620	3620
Se1	4430	5100	4655	4800	4746	3465	3490	3465	3495	3479
Se2	5650	4463	4897	4535	4886	3877	3830	3840	3853	3850
Se4	5046	4585	4215	4360	4552	3733	3692	3713	3703	3710

Tabulka č. 11: Naměřené hodnoty pomocí měření průměrů vtisku pro CuZ

Vtisk	Průměr s daným efektem					Průměr v rovině povrchu				
	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]	$d_1$ [μm]	$d_2$ [μm]	$d_3$ [μm]	$d_4$ [μm]	$\bar{d}$ [μm]
Sa1	11,83	12,24	11,40	11,74	11,80	9,50	9,80	9,90	9,60	9,70
Sa2	11,73	11,30	11,42	11,32	11,44	9,40	9,50	9,20	9,10	9,30
Sa3	12,25	12,00	11,10	11,70	11,76	9,60	9,80	9,60	9,40	9,60
Sc1	11,47	11,90	11,50	12,00	11,72	9,10	9,30	9,70	9,60	9,43
Sc2	11,24	11,60	11,00	11,20	11,26	9,80	10,10	9,50	9,40	9,70
Sc3	10,84	10,94	11,60	11,33	11,18	9,50	9,60	9,70	9,70	9,63
Se1	13,50	11,53	11,52	11,78	12,08	9,50	9,70	9,70	10,30	9,80
Se2	11,91	11,21	11,94	11,42	11,62	9,40	9,40	9,40	9,50	9,43
Se3	11,93	11,91	11,32	12,03	11,80	9,40	9,30	9,60	9,40	9,43



Tabulka č. 12: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro CuZ

Vtisk	Hloubka s daným efektem					Hloubka k rovině povrchu				
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$h_4$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Sa1	4728	5210	4831	4964	4933	4021	4041	4031	4021	4029
Sa2	4523	4421	4677	4933	4639	3856	3887	3846	3856	3861
Sa3	5240	4710	4626	4954	4883	3877	3867	3877	3877	3875
Sc1	5660	4523	4954	4475	4903	4056	4021	4068	4056	4050
Sc2	5000	5120	4380	4920	4855	3970	4000	3950	3940	3965
Sc3	4636	4974	4697	5077	4846	3990	3970	3990	3975	3981
Se1	4487	5325	4846	5780	5110	4010	4020	4010	4020	4015
Se2	4655	4475	5600	4885	4904	3840	3850	3830	3841	3840
Se3	4583	4320	5015	5480	4850	3840	3850	3830	3845	3841

## Příloha 2: Kompletní naměřená data pro Berkovichův indentor

Tabulka č. 1: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro PC

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Bb1	945	747	744	812	732	696	685	704
Bb2	935	759	766	820	709	720	697	709
Bb3	1007	792	779	859	722	699	677	699
Bf1	1073	927	903	968	862	847	823	844
Bf2	1019	866	859	915	821	795	787	801
Bf3	1170	974	986	1043	974	893	926	931
Blb1	2291	1889	1910	2030	1654	1752	1744	1717
Blb2	2426	1974	1969	2123	1967	1708	1749	1808
Blb3	2523	2000	2005	2176	1821	1718	1754	1764
Blf1	2482	2062	2123	2222	1872	1872	1846	1863
Blf2	2497	2021	2010	2176	1897	1826	1810	1844
Blf3	2585	2036	1985	2202	1949	1810	1790	1850

Tabulka č. 2: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro AISI 304L

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Ba1	1220	1218	1345	1261	1051	1094	1103	1083
Ba2	1285	1146	1154	1195	1179	1116	1119	1138
Ba3	1289	1125	1128	1181	1125	1094	1108	1109
Be1	1395	1313	1238	1315	1255	1231	1203	1230
Be2	1299	1160	1182	1214	1138	1110	1124	1124
Be3	1392	1203	1231	1275	1209	1173	1171	1184
BLb1	1846	1850	1812	1836	1785	1744	1723	1751
BLb2	1744	1757	1829	1777	1709	1709	1696	1705
BLb3	1750	1672	1621	1681	1603	1569	1521	1564
Bld1	1932	1737	1795	1821	1723	1713	1726	1721
Bld2	1805	1809	1747	1787	1716	1682	1675	1691
Bld3	1757	1730	1757	1748	1685	1641	1644	1657

Tabulka č. 3: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro Ti

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Ba1	4709	3880	3966	4185	3667	3692	3573	3644
Ba2	4523	3651	3579	3918	3436	3405	3467	3436
Ba3	4342	3077	3402	3607	3188	3043	3128	3120
Bb1	1856	1781	1515	1717	1484	1456	1450	1463
Bb2	1477	1347	1350	1391	1272	1279	1248	1266
Bb3	1843	1644	1682	1723	1467	1460	1491	1473
Bc1	1662	1422	1501	1528	1378	1350	1364	1364
Bc2	2077	1620	1628	1775	1538	1538	1526	1534
Bc3	2034	1791	1620	1815	1564	1547	1543	1551

Tabulka č. 4: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro FS2

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Ba1	1034	1036	1032	1034	1005	1017	1017	1013
Ba2	1032	1034	1030	1032	1001	1005	1011	1006
Ba3	1034	1030	1032	1032	1009	1015	1017	1014
Bc1	486	493	489	489	480	473	471	475
Bc2	492	479	477	483	484	460	464	469
Bc3	464	473	465	467	452	441	439	444

Tabulka č. 5: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro HV 280

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Ba1	1391	1720	1405	1505	1190	1231	1193	1205
Ba2	1406	1594	1359	1453	1120	1286	1175	1194
Ba3	1621	1364	1234	1406	1145	1258	1149	1184
Bc1	1517	1547	1517	1527	1188	1316	1372	1292
Bc2	1385	1158	1312	1285	1141	1128	1175	1148
Bc3	1285	1268	1391	1315	1087	1036	1104	1076
BLa1	2090	1880	1880	1950	1722	1697	1752	1724
BLa2	2137	1889	1932	1986	1726	1645	1726	1699
BLa4	2000	2081	1915	1999	1620	1573	1573	1589
BLc1	1987	2098	1812	1966	1761	1688	1577	1675
BLc2	2256	1829	1803	1963	1534	1590	1547	1557
BLc3	2026	1882	2062	1990	1708	1733	1656	1699

Tabulka č. 6: Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro CuN

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Ba1	2081	2235	2013	2110	1714	1701	1714	1710
Ba2	2185	1935	2308	2143	1769	1779	1785	1778
Ba3	2299	2120	2256	2225	1615	1607	1607	1610
Bc1	2278	2026	2222	2175	1726	1718	1720	1721
Bc2	2449	2098	2244	2264	1872	1876	1868	1872
Bc3	2631	1944	2236	2270	1810	1821	1815	1815
Be1	2128	2171	2168	2156	1744	1739	1735	1739
Be2	2120	2179	2145	2148	1714	1726	1720	1720
Be3	2504	2051	2256	2270	1880	1855	1863	1866

Tabulka č. 7 Naměřené hodnoty pomocí měření hloubek vtisku pro CuZ

Vtisk	Hloubka s daným efektem				Hloubka k rovině povrchu			
	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]	$h_1$ [nm]	$h_2$ [nm]	$h_3$ [nm]	$\bar{h}$ [nm]
Ba1	2272	2241	2240	2251	1944	1949	1933	1942
Ba2	2333	2085	2261	2226	1855	1859	1855	1856
Ba3	2090	2300	2200	2197	1855	1889	1880	1875
Bc1	2497	2251	2154	2301	2005	2000	1995	2000
Bc2	2081	2060	2316	2152	1876	1868	1863	1869
Bc3	2405	2267	2344	2339	1933	1928	1930	1930
Be1	2124	2184	2085	2131	1750	1744	1752	1749
Be2	2393	2286	2244	2308	1983	1978	1970	1977
Be3	2094	2286	2288	2223	1953	1944	1940	1946