



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MECHANIKY TĚLES, MECHATRONIKY A BIOMECHANIKY

INSTITUTE OF SOLID MECHANICS, MECHATRONICS AND BIOMECHANICS

## VÝPOČTOVÉ MODELOVÁNÍ NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S BERKOVIČOVÝM INDENTOREM

COMPUTATIONAL MODELLING OF THE NANOINDENTATION WITH BERKOVICH INDENTER

### DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Lukáš Fiala

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jaroslav Kovář

BRNO 2023



# Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky
Student:	<b>Bc. Lukáš Fiala</b>
Studijní program:	Inženýrská mechanika a biomechanika
Studijní obor:	Inženýrská mechanika
Vedoucí práce:	<b>Ing. Jaroslav Kovář</b>
Akademický rok:	2022/23

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

## Výpočtové modelování nanoindentační zkoušky s Berkovičovým indentorem

### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Při nanoindentační zkoušce dochází k vtiskávání indentoru do zkoušeného materiálu. Cílem je určení závislosti síly na posuvu indentoru (tzv. indentační křivka), a to při posuvech v řádek desítek či stovek nanometrů. Z této závislosti je možné určovat lokální mechanické vlastnosti zkoušeného materiálu, a to zejména modul pružnosti a tvrdost zkoušeného vzorku. Rozvoj zkušebních metod vede k potřebě výpočtového modelování pro lepší pochopení procesu indentace. Numerické výpočty pomocí metody konečných prvků umožňují analyzovat vlivy, které mohou ovlivnit výsledky experimentu, jako je například otupení indentoru.

Při nanoindentační zkoušce je nejčastěji používán Berkovičův indentor. Ukazuje se, že teorie používaná pro analytické výpočty, která byla odvozena za předpokladu indentace elastického poloprostoru ideálně tuhým kuželovým indentorem, není v případě náhrady teoretického kuželového indentoru za reálný Berkovičův zcela přesná, byť je velmi často používána.

Práce bude zaměřena na výpočtové modelování nanoindentace pomocí metody konečných prvků v softwaru ANSYS a následném zpracování výsledků v běžně používaném softwaru (Matlab, Excel, Maple...). Výsledky numerického výpočtu budou porovnány s výsledky získanými pomocí zjednodušených analytických vztahů. Jednotlivé rozdíly mezi teorií a výsledky numerických výpočtů budou vysvětleny, čímž bude výpočtový model následně verifikován.

**Cíle diplomové práce:**

- 1) Provést rešerši týkající se nanoindentace
- 2) Vytvořit výpočtový model nanoindentační zkoušky s Berkovičovým indentorem
- 3) Provést deformačně–napěťovou analýzu indentační zkoušky wolframu s uvažováním ideálního Berkovičova indentoru bez uvažování plastické deformace
- 4) Provést deformačně–napěťovou analýzu indentační zkoušku wolframu s ideálním Berkovičovým indentorem s uvažováním plastické deformace a posouzení použitelnosti Oliver–Pharr analýzy a nutnost její korekce
- 5) Posoudit vliv otupení indentoru na výsledky indentační zkoušky

**Seznam doporučené literatury:**

OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, 7(06), 1564-1583. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.1992.1564

OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* [online]. 2004, 19(01), 3-20, ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3

SHIM, S., W.C. OLIVER a G.M. PHARR. A comparison of 3D finite element simulations for Berkovich and conical indentation of fused silica. *International Journal of Surface Science and Engineering* [online]. 2007, 1(2/3), ISSN 1749-785X. Dostupné z: doi:10.1504/IJSURFSE.2007.015028

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2022/23

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Jindřich Petruška, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## **ABSTRAKT**

Tato diplomová práce se zabývá výpočtovým modelováním nanoindentační zkoušky wolframu s Berkovičovým indentorem. V úvodu práce je provedena rešerše týkající se nanoindentační zkoušky a Oliver-Pharr analýzy. Další část práce je věnována deformačně-napětové analýze nanoindentační zkoušky s použitím lineárně-elastického modelu materiálu wolframu a porovnání výsledků získaných s diamantovým a s dokonale tuhým indentorem. U následujícího výpočtového modelu jsou již uvažovány plastické deformace. S využitím výpočtového modelu s elasto-plastickým modelem materiálu jsou provedeny citlivostní analýzy vlivu rozměrů vzorku a indentoru a vlivu velikosti penetrace na výsledky určené pomocí Oliver-Pharr analýzy. Dále je na tomto modelu posouzena platnost korekčních faktorů nalezených v literatuře a stanovena jejich přesná hodnota. Poslední část práce se zabývá analýzou vlivu otupení indentoru na výsledky nanoindentační zkoušky a porovnáním různých přístupů určení průmětu kontaktní plochy.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

nanoindentační zkouška, Berkovičův indenter, Oliver-Pharr analýza, otupení indentoru, wolfram

## **ABSTRACT**

This diploma thesis deals with computational modelling of the nanoindentation of tungsten with Berkovich indenter. In the beginning of thesis, research about nanoindentation test and Oliver-Pharr analysis is performed. The next part of thesis deals with deformation-stress analysis of the nanoindentation test with the linear-elastic model of material of tungsten and with comparison of results obtained with a diamond indenter and with an ideal rigid indenter. In the following model, plastic deformation is already considered. On the computational model with elasto-plastic model of material a sensitivity analysis of the influence of specimen and indenter dimensions and the influence of the penetration on results determined using the Oliver-Pharr analysis is performed. Furthermore, the applicability of the correction factors which were founded in the literature is assessed on this model and their exact value is determined. The last part of the work deals with the analysis of the influence of blunting of the indenter on results of the nanoindentation test and the comparison of different approaches for determining the projection of the contact surface.

## **KEYWORDS**

nanoindentation test, Berkovich indenter, Oliver-Pharr analysis, blunting of the indenter, tungsten



## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

FIALA, Lukáš. Výpočtové modelování nanoindentační zkoušky s Berkovičovým indentorem [online]. Brno, 2023 [cit. 2023-05-05]. Dostupné z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/148215>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky. Vedoucí práce Jaroslav Kovář.





## **PODĚKOVÁNÍ**

Na tomto místě bych rád poděkoval Ing. Jaroslavu Kovářovi za ochotu, cenné rady a čas věnovaný při konzultacích. Dále bych rád poděkoval své rodině a přítelkyni za podporu při studiu.

## **PROHLÁŠENÍ AUTORA O PŮVODNOSTI PRÁCE**

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci na téma *Výpočtové modelování nanoindentační zkoušky s Berkovičovým indentorem* vypracoval samostatně, pod odborným vedením Ing. Jaroslava Kováře a s použitím odborné literatury a zdrojů, které jsou citovány v seznamu použitých zdrojů.

.....

Podpis autora



# OBSAH

<b>1</b>	<b>ÚVOD.....</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>ANALÝZA PROBLÉMU A FORMULACE CÍLŮ DIPLOMOVÉ PRÁCE.....</b>	<b>14</b>
2.1	Popis problémové situace.....	14
2.2	Formulace problému.....	14
2.3	Cíle diplomové práce.....	14
<b>3</b>	<b>REŠERŠE.....</b>	<b>15</b>
3.1	Nanoindentační zkouška.....	15
3.2	Oliver-Pharr analýza.....	17
3.3	Parametr geometrie indentoru $\epsilon$ .....	19
3.4	Korekční faktor $\beta$ .....	19
3.5	Pile-up a sink-in.....	20
3.6	Indentory.....	22
3.7	Otupení Berkovičova indentoru.....	26
<b>4</b>	<b>VÝPOČTOVÝ MODEL NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S LINEÁRNĚ-ELASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU.....</b>	<b>27</b>
4.1	Geometrie výpočtového modelu.....	27
4.2	Materiál vzorku a indentoru.....	28
4.3	Okrajové podmínky.....	28
4.4	Kontakt.....	29
4.5	Sít' konečných prvků.....	29
4.6	Analýza výsledků získaných z výpočtového modelu nanoindentací zkoušky s lineárně-elastickým modelem materiálu wolframu.....	31
4.6.1	Výpočtový model s diamantovým indentorem.....	31
4.6.2	Výpočtový model s dokonale tuhým indentorem.....	36
4.6.3	Analýza napětí u výpočtového modelu nanoindentací zkoušky s lineárně-elastickým modelem materiálu wolframu.....	38
<b>5</b>	<b>VÝPOČTOVÝ MODEL NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S ELASTO- PLASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU WOLFRAMU BEZ ZPEVNĚNÍ.....</b>	<b>39</b>
5.1	Materiál vzorku a indentoru.....	39
5.2	Geometrie a sít' konečných prvků.....	39
5.3	Kontakt a okrajové podmínky.....	41

5.4	Analýza výsledků získaných z výpočtového modelu nanoindentační zkoušky s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu bez zpevnění.....	41
<b>6</b>	<b>VÝPOČTOVÝ MODEL NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S ELASTO-PLASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU WOLFRAMU.....</b>	<b>44</b>
6.1	Výpočtový model s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu s rozměry danými normou.....	44
6.1.1	Materiál vzorku a indentoru.....	44
6.1.2	Sít' konečných prvků.....	45
6.1.3	Okrajové podmínky a kontakt.....	47
6.1.4	Výsledky získané z výpočtového modelu nanoindentační zkoušky s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu a s rozměry danými normou.....	47
6.2	Citlivostní analýza vlivu rozměrů vzorku a indentoru na výsledný modul pružnosti.....	51
6.3	Ověření kvality sítě konečných prvků výpočtového modelu nanoindentační zkoušky..	57
6.4	Citlivostní analýza vlivu faktoru penetrace na výsledný modul pružnosti.....	58
6.5	Výpočtový model nanoindentační zkoušky s E-PL modelem materiálu, s dostatečně velkými rozměry a s dokonale tuhým indentorem.....	61
<b>7</b>	<b>KOREKCE ROZMĚRŮ VÝPOČTOVÉHO MODELU NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S LINEÁRNĚ-ELASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU WOLFRAMU.....</b>	<b>63</b>
7.1	Výpočtový model s diamantovým indentorem.....	64
7.2	Výpočtový model s dokonale tuhým indentorem.....	65
<b>8</b>	<b>ANALÝZA Vlivu OTUPENÍ INDENTORU NA VÝSLEDKY NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY.....</b>	<b>67</b>
8.1	Materiál, geometrie, okrajové podmínky a kontakt.....	67
8.2	Sít' konečných prvků.....	68
8.3	Deformačně-napěťová analýza výsledků získaných z výpočtových modelů nanoindentační zkoušky s otupěným indentorem.....	70
8.4	Analýza výsledků získaných z výpočtových modelů s otupěnými indentory.....	72
<b>9</b>	<b>ZÁVĚR.....</b>	<b>78</b>
<b>10</b>	<b>SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....</b>	<b>80</b>
<b>11</b>	<b>SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN.....</b>	<b>83</b>
<b>12</b>	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ.....</b>	<b>85</b>
<b>13</b>	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>88</b>

# 1 ÚVOD

Na určování mechanických vlastností materiálů jako je například Youngův modul pružnosti, mez kluzu, tvrdost atd., se používá velké množství zkoušek. Mezi nejběžnější patří například tahová zkouška, zkouška rázem v ohybu, únavové zkoušky a zkoušky tvrdosti. Často je ale nutné stanovit mechanické vlastnosti povlaků a tenkých vrstev, což není při použití běžných zkoušek možné nebo je to velmi obtížné. Z toho důvodu se v posledních desetiletích rozšířila tzv. nanoindentační zkouška. Její princip je velmi podobný jako u běžných zkoušek tvrdosti, kdy se těleso o určité geometrii, nazývané indentor, vtlačuje do vzorku. Velikosti posuvů se u této zkoušky pohybují v řádu desítek nebo stovek nanometrů.

Při nanoindentační zkoušce lze použít více druhů indentorů, například Vickersův, Berkovičův, kuželový, Knoopův atd. Vzhledem k velmi malým posuvům je důležitá co nejvyšší ostrost špičky indentoru. Kvůli tomu je nejběžněji používaným indentorem u nanoindentační zkoušky Berkovičova trojboká pyramida. Vlivem výrobních nepřesností ale není nikdy dosaženo dokonalého tvaru indentoru, což může mít zásadní vliv na výsledky.

Cílem nanoindentační zkoušky je zpravidla stanovení modulu pružnosti a tvrdosti materiálu vzorku, přičemž v průběhu zkoušky je měřena závislost síly na posuvu indentoru. Na výpočet modulu pružnosti z této závislosti se nejčastěji používá tzv. Oliver-Pharr analýza, jejíž odvození bylo provedeno za předpokladu vtlačování dokonale tuhého kuželového indentoru do elastického poloprostoru. Při skutečné nanoindentační zkoušce je ale používán Berkovičův indentor, který je zpravidla diamantový a testovaný materiál může vykazovat i plastické deformace. Předpoklady Oliver-Pharr analýzy tedy nejsou splněny a výsledky je nutné korigovat pomocí korekčního faktoru  $\beta$ .

Na analýzu vlivů, které mohou ovlivnit výsledky nanoindentační zkoušky je možné využít výpočtové modelování pomocí metody konečných prvků. V rámci této diplomové práce bude vytvořeno několik výpočtových modelů, u kterých budou použity různé modely materiálu wolframu. Pro jednotlivé výpočtové modely bude ověřena platnost Oliver-Pharr analýzy a u modelu odpovídajícímu skutečné nanoindentační zkoušce bude stanovena hodnota korekčního faktoru  $\beta$  tak, aby bylo dosaženo přesné hodnoty modulu pružnosti odpovídající hodnotě zadané do modelu materiálu.

Při určování mechanických vlastností materiálu pomocí nanoindentační zkoušky se běžně provádí více vpichů do jednoho vzorku. Aby nebyly výsledky ovlivněny sousedícími vpichy, popřípadě volnými hranami vzorku, je minimální vzdálenost mezi vpichy a od okrajů vzorku uvedena v normách. Použitelnost těchto rozměrů při vytváření geometrie u výpočtového modelování bude v práci ověřena.

## 2 ANALÝZA PROBLÉMU A FORMULACE CÍLŮ DIPLOMOVÉ PRÁCE

### 2.1 Popis problémové situace

Základem nanoindentační zkoušky je vtlačení indentoru do zkoušeného vzorku materiálu. Při vtlačování se měří závislost síly na posuvu indentoru, kde posuvy jsou v řádu desítek či stovek nanometrů. Cílem zkoušky je určení mechanických vlastností zkoušeného materiálu, a to zejména modulu pružnosti a tvrdosti.

Oliver-Pharr analýza, která se běžně používá při výpočtu těchto veličin byla odvozena pro dokonale tuhý, rotačně symetrický kuželový indenter. Nejběžněji používaným indentorem při nanoindentaci je ale Berkovičova trojboká pyramida, z čehož vyplývá, že odvozená analýza není zcela přesná. Reálný indenter navíc není dokonale tuhý, ale zpravidla diamantový, což přináší do výpočtu další nepřesnosti. Oliver-Pharr analýza byla dále odvozena za předpokladu indentace elastického poloprostoru, odpovídajícímu například tvrdým keramikám. U materiálů vykazujících plastické deformace je ale tento předpoklad porušen, což může výrazně ovlivnit výsledky zkoušky.

Výpočtové modelování pomocí metody konečných prvků se používá na analyzování vlivů ovlivňujících výsledky experimentu, kterými mohou být například porušené předpoklady Oliver-Pharr analýzy. Jedním z důležitých vlivů je nedokonalý tvar indentoru způsobený nepřesnostmi při výrobě a opakovaným používáním.

### 2.2 Formulace problému

Porovnání výsledků získaných pomocí výpočtového modelování nanoindentační zkoušky vzorku z wolframu pomocí metody konečných prvků s výsledky získanými pomocí zjednodušených analytických vztahů a následné vysvětlení a korekce zjištěných rozdílů.

### 2.3 Cíle diplomové práce

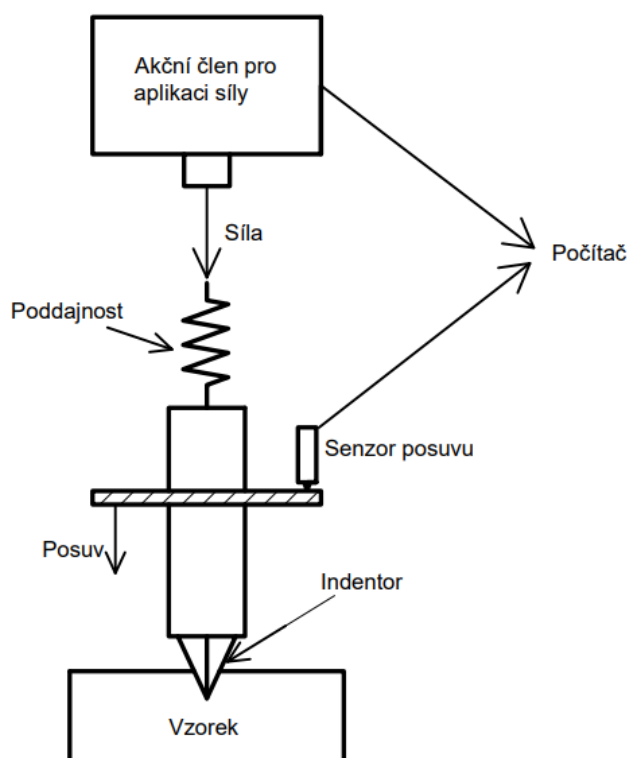
- 1) Provést rešerši týkající se nanoindentace
- 2) Vytvořit výpočtový model nanoindentační zkoušky s ideálním Berkovičovým indentorem
- 3) Provést deformačně-napětíovou analýzu indentační zkoušky wolframu s uvažováním ideálního Berkovičova indentoru bez uvažování plastické deformace
- 4) Provést deformačně-napětíovou analýzu indentační zkoušky wolframu s ideálním Berkovičovým indentorem s uvažováním plastické deformace a posouzení použitelnosti Oliver-Pharr analýzy a nutnost její korekce
- 5) Posoudit vliv otupení indentoru na výsledky indentační zkoušky

## 3 REŠERŠE

### 3.1 Nanoindentační zkouška

Nanoindentační zkouška je relativně nová metoda používaná na určování mechanických vlastností materiálů tenkých vrstev a povlaků. Průběh zkoušky je podobný jako u klasických zkoušek tvrdosti, ale hloubky vtisků se u nanoindentační zkoušky pohybují v řádu desítek či stovek nanometrů. Zatížení jsou také výrazně nižší než u klasických zkoušek tvrdosti. Pomocí nanoindentační zkoušky se nejčastěji určuje tvrdost a modul pružnosti.

Základem nanoindentační zkoušky je vtlačení indentoru o známé geometrii do zkušební vzorku a následné odlehčení. Existuje několik různých tvarů indentorů použitelných při nanoindentační zkoušce, které budou popsány později v kapitole 3.6. Během vtlačování se měří závislost zatížení na posuvu indentoru, tzv. indentační křivka. Z této křivky lze určit tvrdost a modul pružnosti i bez nutnosti měřit rozměry vtisku ve vzorku, což je velkou výhodou u otisků velmi malých rozměrů [1].

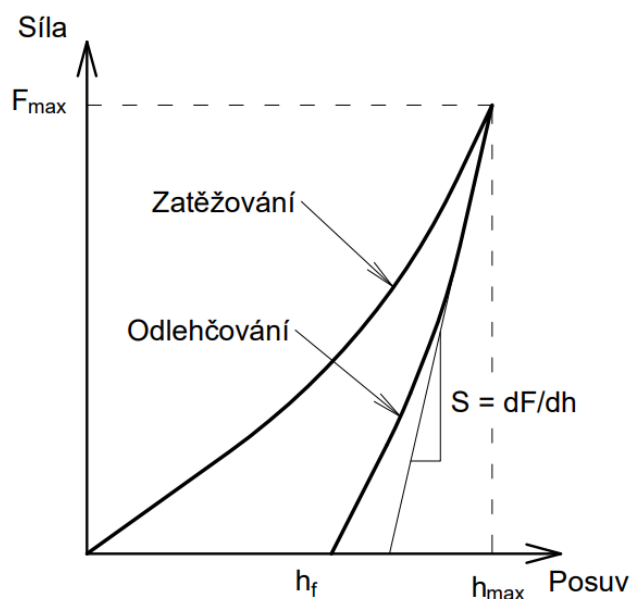


Obr. 3-1 Schéma zkušebního zařízení [1]

Nanoindentační zařízení (obr. 3-1) má tři základní součásti: indentor, akční člen pro aplikaci síly a senzor na měření posuvu indentoru. Běžně používaným způsobem ovládní zátěže je pomocí elektromagnetického pole. Na jednom konci hřídele je indentor a na druhém konci je buď elektromagnet nebo permanentní magnet. Nad koncem s magnetem je umístěna cívka. Když je do cívky přiváděn proud, tak generuje magnetické pole, které reaguje s magnetem a hřídel je tlačena směrem ke vzorku. Zatížení je úměrné proudu přiváděnému do cívky [2]. Tento způsob zatěžování je levný na výrobu, ale cívka se vlivem elektrického odporu zahřívá. Dalším způsobem zatěžování je elektrostatické zatěžování pomocí kondenzátoru s pevnými a pohyblivými deskami. Při tomto způsobu již nedochází k zahřívání, ale je možné ho použít pouze pro malé zatížení, přibližně do 30 mN [2]. Posledním často používaným způsobem zatěžování je pomocí roztažnosti piezoelektrického keramického prvku. Prvek se roztahuje v závislosti na velikosti napětí, které jím prochází. Výhodou je, že se dá pomocí řídicího systému s uzavřenou smyčkou eliminovat vliv teploty a vlhkosti. Nevýhodou je vysoká cena [2].

Existuje několik druhů senzorů na měření posuvu indentoru. Mezi nejběžnější patří kapacitní snímače, lineární proměnné diferenciální transformátory (LVDT) a laserové interferometry [1]. Při měření posuvu indentoru může docházet k chybě z důvodu poddajnosti rámu zkušebního stroje. Před provedením zkoušky je tedy nutné provést kalibraci poddajnosti.

Nejdůležitější veličiny, které jsou určovány z měření jsou maximální zatížení  $F_{max}$ , maximální hloubka vtisku  $h_{max}$  a počáteční kontaktní tuhost  $S$ . Tyto hodnoty jsou vyznačeny ve schématickém průběhu jednoho cyklu zatížení a odlehčení na obrázku 3-2. Další veličinou zobrazenou na obrázku je finální hloubka vtisku  $h_f$ . Tato veličina odpovídá hloubce vtisku, který zůstane ve vzorku po úplném odlehčení.



Obr. 3-2 Schématický průběh zatížení a odlehčení [3]



## 3.2 Oliver-Pharr analýza

Na určování modulu pružnosti a tvrdosti z naměřených dat se používá analýza zavedená od W. C. Olivera a G. M. Pharra [3]. Tato analýza vychází ze Sneddonova řešení kontaktu [4] mezi dokonale tuhým kuželovým indentorem a ideálně elastickým poloprostorem. Na Sneddona navazovali se svou prací Doerner a Nix [5], kteří odvodili rovnice pro určování tvrdosti a modulu pružnosti. Doerner a Nix předpokládali lineární průběh odlehčovací křivky, což neodpovídá skutečnosti, jak je zřejmé z obrázku 3-2. V současnosti používaná Oliver-Pharr analýza je rozšířením metody navržené od Doenera a Nixe.

Oliver a Pharr experimentálně zjistili, že odlehčovací křivku lze proložit pomocí následující mocninné funkce [3]:

$$F = \alpha \cdot (h - h_f)^m \quad (1)$$

kde  $\alpha$  a  $m$  jsou parametry charakterizující odlehčovací křivku. V tomto případě je  $h_f$  parametrem, který se určuje pomocí proložení křivky. Parametry získané proložením odlehčovací křivky rovnicí (1) se využívají při určení kontaktní tuhosti, která je dána sklonem odlehčovací křivky při počáteční fázi odlehčování [6]. Hodnotu kontaktní tuhosti lze určit dosazením těchto parametrů do rovnice (2), která vychází z derivace rovnice (1) podle hloubky vtisku a dosazením její maximální hodnoty, tedy:

$$S = \left. \frac{dF}{dh} \right|_{h=h_{max}} = \alpha \cdot m \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (2)$$

Další základní rovnicí, kterou využívá Oliver-Pharr analýza [3] pro určování kontaktní tuhosti vyjadřuje vztah mezi kontaktní plochou a efektivním modulem pružnosti:

$$S = \beta \cdot \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot E_{eff} \cdot \sqrt{A_c} \quad (3)$$

kde  $\beta$  je korekční faktor,  $A_c$  je průmět kontaktní plochy do nedeformované roviny povrchu vzorku a  $E_{eff}$  je efektivní modul pružnosti, který vyjadřuje vztah mezi moduly pružnosti a Poissonovými poměry materiálů vzorku a indentoru, podle rovnice [3]:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{(1 - \mu_s^2)}{E_s} + \frac{(1 - \mu_i^2)}{E_i} \quad (4)$$

kde index  $s$  je pro vzorek a index  $i$  pro indentor. Z rovnice (3) lze pak vyjádřit finální rovnici pro efektivní modul pružnosti:

$$E_{eff} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}} \cdot \frac{1}{\beta} \quad (5)$$

Jak již bylo zmíněno dříve, Oliver-Pharr analýza vychází ze Sneddonova řešení kontaktu předpokládajícího indentaci elastického poloprostoru ideálně tuhým indentorem [3]. Dále Oliver-Pharr analýza předpokládá, že Berkovičův indentor, který se běžně používá při nanoindentaci zkoušce, lze nahradit kuželovým indentorem s vrcholovým polo-úhlem  $\varphi = 70,3^\circ$ . Tento kužel byl použit, protože má stejnou závislost plochy průřezu na hloubce jako Berkovičův indentor a lze ho lépe analyticky řešit [7]. Za těchto předpokladů byl odvozen vztah pro kontaktní hloubku vtisku  $h_c$  [3]:

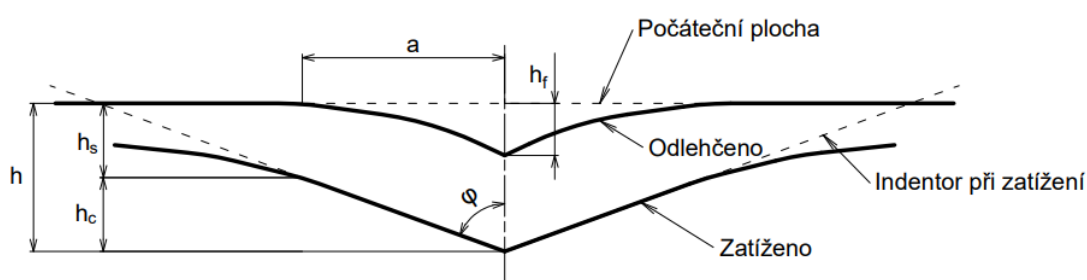
$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{F_{max}}{S} \quad (6)$$

kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku,  $\varepsilon$  je konstanta závisající na geometrii indentoru,  $F_{max}$  je maximální zatížení a  $S$  je kontaktní tuhost. Celkovou hloubku vtisku lze rozdělit na kontaktní hloubku  $h_c$  (někdy označovanou jako plastická hloubka) odpovídající hloubce, kdy je indentor v kontaktu s materiálem vzorku a na hloubku  $h_s$  odpovídající prohnutí počáteční plochy vzorku na obvodu kontaktu [8]. Hloubka  $h_s$  odpovídá druhému členu v rovnici (6). Schéma průřezu geometrie s vyznačenými hloubkami je na obrázku 3-3. Průmět kontaktní plochy  $A_c$ , který je nutné znát pro výpočet modulu pružnosti i tvrdosti je roven tzv. funkci plochy (rovnice 7), někdy označované jako tvarová funkce indentoru. Aby bylo dosaženo přesných výsledků, tak v této funkci musí být zahrnuta i odchylka geometrie skutečného indentoru od ideálního tvaru. Proto se na její určení používá nezávislé měření, které bude popsáno dále v kapitole 3.7.

$$A_c = F(h_c) \quad (7)$$

Z průmětu kontaktní plochy a maximálního zatížení lze vypočítat tvrdost testovaného materiálu podle rovnice:

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} \quad (8)$$



Obr. 3-3 Schématické zobrazení hloubek vtisku při nanoindentaci [3]

### 3.3 Parametr geometrie indentoru $\varepsilon$

Hodnoty parametru  $\varepsilon$  závisí na parametru  $m$ , a tedy na sklonu odlehčovací křivky. Hodnoty  $m$  a  $\varepsilon$  pro základní geometrie indentorů jsou zapsány v následující tabulce:

Tab. 3-1 Hodnoty parametru  $\varepsilon$  a  $m$  pro různé indentory [3]

Tvar indentoru	$m$	$\varepsilon$
Plochý	1	1
Sféra	1,5	0,75
Kužel	2	0,72
Rotační paraboloid	1,5	0,75

Standardní a doporučenou hodnotou se stalo  $\varepsilon = 0,75$ , protože pro malé hloubky vtisku odpovídá i sférickému indentoru a z experimentů se ukázalo, že z důvodu otupení a plastické deformaci v okolí hrotu dobře odpovídá i Berkovičovu indentoru [8], pro který jsou hodnoty parametru  $m$  zpravidla v rozmezí od 1,2 do 1,6. Na výpočet přesné hodnoty koeficientu  $\varepsilon$  se používá rovnice (9)[9].

$$\varepsilon = m \cdot \left( 1 - \frac{2 \cdot \Gamma\left(\frac{m}{2 \cdot (m-1)}\right)}{\sqrt{\pi} \cdot \Gamma\left(\frac{1}{2 \cdot (m-1)}\right)} \cdot (m-1) \right) \quad (9)$$

kde  $\Gamma$  je gama funkce. Pro hodnoty  $m = 1,2 \div 1,6$  jsou hodnoty  $\varepsilon$  v rozmezí od 0,74 do 0,79.

### 3.4 Korekční faktor $\beta$

Korekční faktor  $\beta$  lze rozdělit na dvě části. První část se označuje jako  $\beta_{\text{tvarová}}$  a používá na zpřesnění výsledků získaných jiným než kuželovým indentorem, protože jak bylo již zmíněno, Oliver-Pharr analýza byla odvozena pro rotačně symetrický kuželový indentor. Druhá část je označována jako  $\beta_{\text{radiální}}$  a vyjadřuje vliv radiálních posuvů materiálu při indentaci, který byl v původním odvození analýzy zanedbán.

Rozdíl mezi Berkovičovým a kuželovým indentorem je způsoben rozdílnou plastickou deformací pod špičkou a pod hranami indentoru [10]. Pro korekci Berkovičova indentoru bylo odvozeno již několik různých hodnot faktoru  $\beta_{\text{tvarová}}$ . Jako první stanovil korekční faktor R. B. King [11] v roce 1987 jako  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,034$ . Tato korekce byla stanovena na základě rozdílné kontaktní tuhosti způsobené rozdílnou geometrií. Jako další stanovily hodnotu faktoru J. J. Vlassak a W. D. Nix [12] jako  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,058$ , kteří vycházeli z rozdílných hodnot modulu pružnosti při výpočtu pomocí kuželového a Berkovičova indentoru.

Korekci radiálních posuvů se zabýval A. C. Hay [13], který odvodil následující rovnici:

$$\beta_{radiální} = \pi \frac{\frac{\pi}{4} + 0,015483073 \cdot \cot g(\varphi) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot \mu)}{4 \cdot (1 - \mu)}}{\left(\frac{\pi}{2} - 0,83119312 \cdot \cot g(\varphi) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot \mu)}{4 \cdot (1 - \mu)}\right)^2} \quad (10)$$

kde  $\mu$  je Poissonův poměr materiálu vzorku a  $\varphi$  je vrcholový polo-úhel indentoru. Výslednou hodnotu korekčního faktoru lze vypočítat jako:

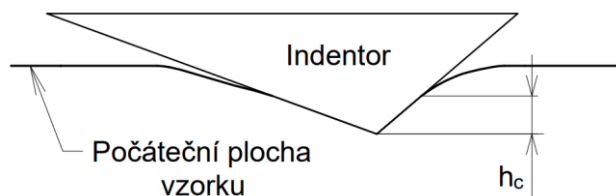
$$\beta_{celk} = \beta_{tvarová} \cdot \beta_{radiální} \quad (11)$$

Určováním celkového korekčního faktoru  $\beta_{celk}$  se zabýval P. L. Larsson [14], který uvažoval vliv radiálního posuvu i rozdílnou geometrii Berkovičova indentoru a odvodil následující rovnici vycházející z Poissonova poměru vzorku.

$$\beta_{celk} = 1,2034 \cdot (1 - 0,21 \cdot \mu - 0,01 \cdot \mu^2 - 0,41 \cdot \mu^3) \quad (12)$$

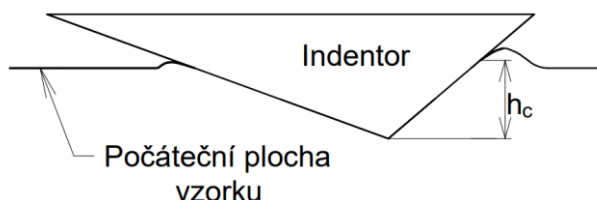
### 3.5 Pile-up a sink-in

U materiálů vykazujících čistě elastický kontakt dojde při indentaci vždy k propadnutí materiálu v okolí indentoru (tzv. sink-in). Jak vypadá sink-in v řezu je na obrázku 3-4.



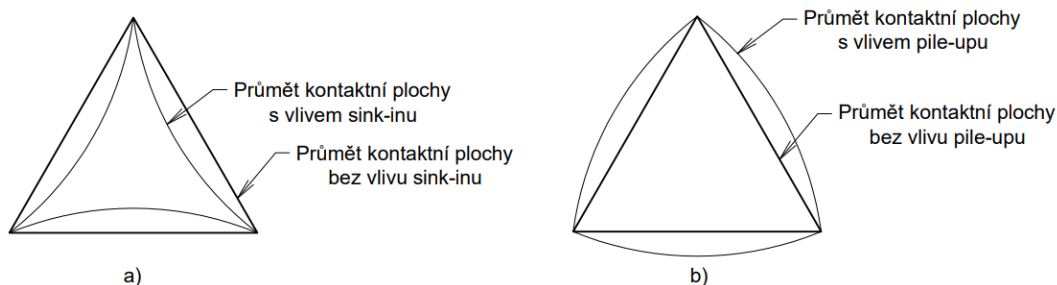
Obr. 3-4 Schématické zobrazení propadnutí materiálu v okolí indentoru

Oliver-Pharr analýza vycházející ze Sneddonova řešení, které předpokládalo pouze elastický kontakt, dokáže přesně určit modul pružnosti tvrdých keramik, pro které je sink-in dominující [6]. Problém nastává při indentaci elasto-plastického materiálu, který může vykazovat sink-in, ale může také dojít ke hromadění materiálu v okolí indentoru (tzv. pile-up). Jak vypadá pile-up v řezu je na obrázku 3-5.



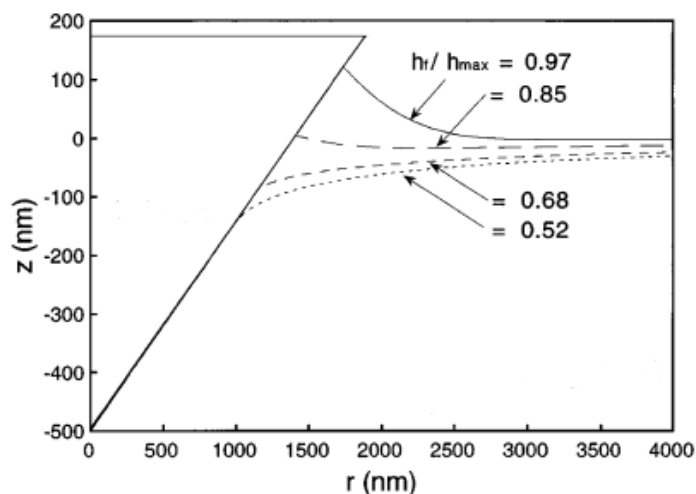
Obr. 3-5 Schématické zobrazení nahromadění materiálu v okolí indentoru

Průmět kontaktní plochy je ovlivněn vznikem pile-upu i sink-inu (obr. 3-6). Průmět kontaktní plochy lze určit z výpočtového modelu vytvořeného pomocí metody konečných prvků pomocí Oliver-Pharr analýzy, anebo přímo z uzlů, které jsou v kontaktu. U materiálů vykazujících pile-up může být plocha vypočítaná pomocí Oliver-Pharr analýzy až o 60 % menší [6] než skutečná plocha, což způsobuje velké rozdíly ve vypočtených modulech pružnosti a tvrdosti z rovnic (5) a (8).



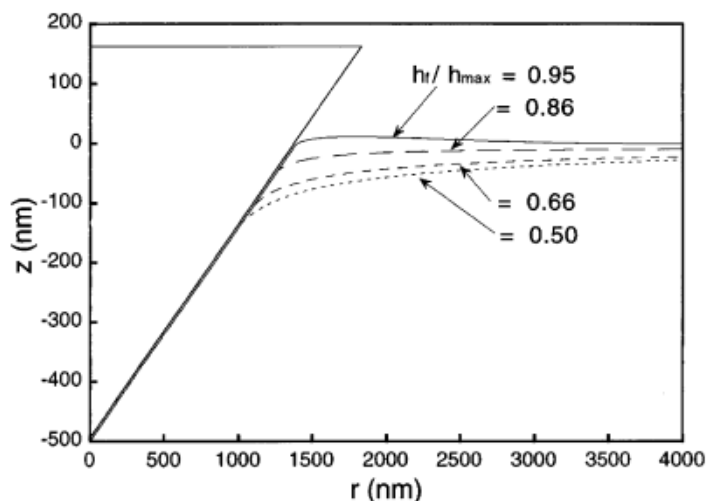
Obr. 3-6 Vliv a) sink-inu a b) pile-upu na průmět kontaktní plochy

Vytvoření pile-upu tedy znehodnocuje výsledky získané pomocí Oliver-Pharr analýzy a je nutné před jejím použitím provést kontrolu na pile-up. O tom, jestli se pile-up vytvoří rozhoduje poměr mezi konečnou hloubkou vtisku a maximální hloubkou vtisku  $h_f/h_{max}$ . Hodnoty tohoto poměru leží v rozmezí od 0 do 1. Nulový poměr odpovídá čistě elastickému materiálu a poměr rovný jedné odpovídá čistě plastickému chování. Z výpočtů pomocí metody konečných prvků bylo zjištěno, že limitní hodnotou je  $h_f/h_{max} = 0,7$  [6]. Pokud je poměr vyšší než 0,7, tak dojde k vytvoření pile-upu a pokud nižší, tak bude docházet k propadnutí materiálu (obr. 3-7). Tohle však platí pouze pro elasto-plastické materiály bez zpevnění.

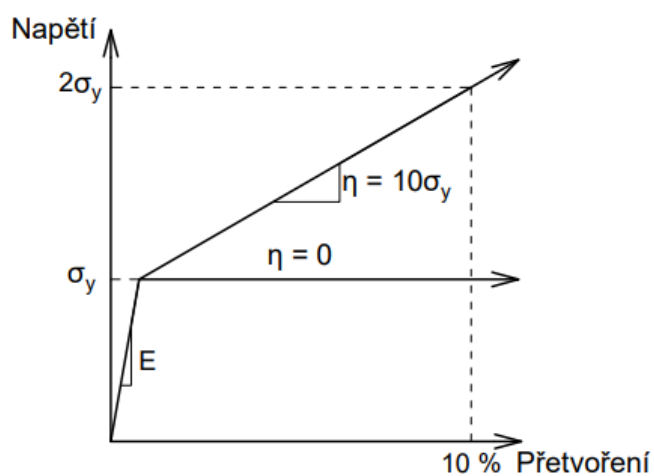


Obr. 3-7 Chování materiálu bez zpevnění pro různé poměry  $h_f/h_{max}$  při nanoindentaci [6]

U materiálu vykazujícího deformační zpevnění se při plastické deformaci zvyšuje jeho mez kluzu, a tím se materiál stává „tvrdší“. Pod špičkou indentoru téměř ihned nastává plastická deformace a materiál pod indentorem má tedy vyšší mez kluzu než materiál ve větší vzdálenosti od indentoru. Díky tomu se při indentaci více deformuje vzdálenější („měkčí“) materiál a dochází k propadnutí materiálu pod indentorem, tedy k sink-in efektu [2]. Pro elasto-plastické materiály vykazující zpevnění  $\eta = 10\sigma_y$ , je zobrazeno chování plochy vzorku pro různé poměry  $h_f/h_{max}$  na obrázku 3-8. Míra zpevnění odpovídající této rovnici vyjadřuje, že při 10% přetvoření se napětí zvýší na dvojnásobek meze kluzu  $\sigma_y$  (obr. 3-9), což přibližně odpovídá chování velkého množství kovů [6].



Obr. 3-8 Chování materiálu se zpevnění pro různé poměry  $h_i/h_{max}$  při nanoindentaci [6]



Obr. 3-9 Grafické zobrazení zpevnění materiálu z obrázku 3-8 [6]

### 3.6 Indentory

Mezi nejběžněji používané indentory patří Berkovičův, Vickersův, kuželový, sférický, Knoopův a cube-corner. Kontaktní hloubka  $h_c$ , a tedy i průmět kontaktní plochy  $A_c$  jsou závislé na geometrii indentoru. S výjimkou sférického indentoru lze indentory nahradit kuželovým indentorem s odpovídajícím vrcholovým úhlem tak, aby měl stejný poměr průmětu plochy ku hloubce jako původní indenter. V tabulce 3-2 jsou vypsány efektivní vrcholové polo-úhly kuželu, vztahy pro výpočet průmětu kontaktní plochy ideálních indentorů a definiční úhly pro jednotlivé indentory. U kuželového indentoru je v tabulce 3-2 vepsán obecný úhel  $\varphi$ , za který se zpravidla dosazují úhly z posledního sloupce tabulky. Nejběžnějším materiálem používaným na výrobu indentorů je diamant, kvůli jeho vysoké tvrdosti.

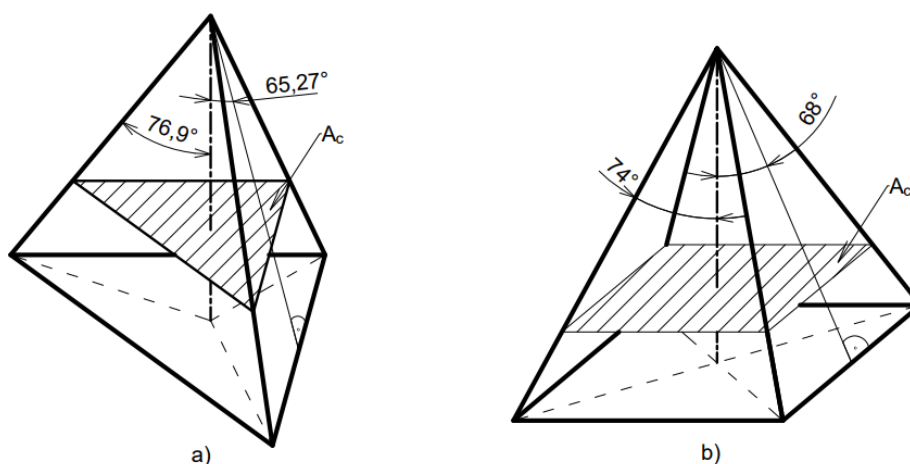
Tab. 3-2 Vzorce pro průměty kontaktních ploch, definiční úhly a efektivní kuželové vrcholové polo-úhly pro různé typy indentorů [2]

Typ indentoru	Průmět kontaktní plochy ideálního indentoru [ $\mu\text{m}^2$ ]	Definiční úhel [°]	Efektivní kuželový vrcholový polo-úhel [°]
Sféra	$A \approx 2 \cdot \pi \cdot R \cdot h_c$	–	–
Berkovič	$A = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(\theta)$	65,27	70,3
Vickers	$A = 4 \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(\theta)$	68	70,3
Knoop	$A = 2 \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}(\theta_1) \cdot \text{tg}(\theta_2)$	$\theta_1 = 86,25$ $\theta_2 = 65$	77,64
Cube-corner	$A = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(\theta)$	35,26	42,28
Kuželový	$A = \pi \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(\theta)$	$\varphi$	–

## Berkovičův indentor

Berkovičův indentor má tvar trojboké pyramidy (obr. 3-10a) a je nejběžněji používaným indentorem na měření mechanických vlastností při malých hloubkách indentace. Vhodnost na použití při malých posuvech je způsobena tím, že se jeho hrany potkávají v jednom bodě i při velmi malých velikostech indentoru. Naproti tomu, při výrobě Vickersova indentoru vždy vzniká vlivem výrobních nepřesností na vrcholu indentoru čára. Původní Berkovičův indentor měl úhel mezi stěnami o osou 65,03°, což odpovídalo stejnému poměru plochy povrchu ku hloubce vtisku jako u Vickersova indentoru. Aktuálně se používá trojboká pyramida s úhlem mezi stěnami o osou 65,27°, která má stejný poměr průřezu ku hloubce vtisku jako Vickersův indentor [2]. Průmět kontaktní plochy lze vypočítat pomocí rovnice z tabulky 3-2 jako:

$$A = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(\theta) = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(65,27) = 24,494 \cdot h_c^2 \approx 24,5 \cdot h_c^2 \quad (13)$$



Obr. 3-10 Schématické zobrazení a) Berkovičova indentoru a b) Vickersova indentoru

## Vickersův indentor

Vickersův indentor má tvar pravidelné čtyřboké pyramidy (obr. 3-10b) s úhlem mezi stěnami a osou  $68^\circ$  a s úhlem mezi hranami a osou  $74^\circ$ . Vickersův diamantový indentor se používá při běžných zkouškách tvrdosti, kdy je výsledná tvrdost označována jako HV. Při nanoindentaci je spíše nahrazen Berkovičovým indentorem z důvodu vyšší ostrosti. Průmět kontaktní plochy vypočítaný podle rovnice z tabulky 3-2 je téměř totožný s průmětem odpovídajícím Berkovičovu indentoru:

$$A = 4 \cdot h_c^2 \cdot \operatorname{tg}^2(\theta) = 4 \cdot h_c^2 \cdot \operatorname{tg}^2(68) = 24,504 \cdot h_c^2 \approx 24,5 \cdot h_c^2 \quad (14)$$

## Knoopův indentor

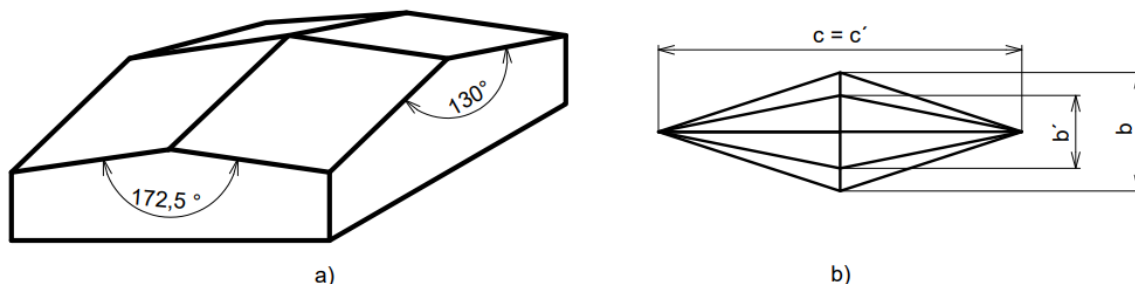
Knoopův indentor je stejně jako Vickersův indentor čtyřboká pyramida, ale má dva různé úhly mezi stěnami (obr. 3-11a). První je  $130^\circ$  a druhý  $172,5^\circ$ . Díky různým délkám diagonál se hodí například na testování anizotropních materiálů. Původně byl navržen na měření velmi tvrdých materiálů, protože Knoopův indentor ve vzorku nechává díky delší diagonále lépe měřitelný otisk než Vickersův indentor [2].

Pomocí geometrie Knoopova indentoru lze určit poměr mezi tvrdostí a modulem pružnosti vzorku  $H/E$ . Při maximálním zatížení je delší diagonála 7,11krát delší než kratší diagonála. Při odlehčení zůstává délka delší diagonály téměř stejná. Pro materiály s malým poměrem  $H/E$  (kovy) se téměř nemění ani délka kratší diagonály, ale pro materiály s velkým poměrem  $H/E$  (keramiky) se délka kratší diagonály výrazně sníží (obr. 3-11b). Poměr se pak určí dosazením změřených délek diagonál do následující rovnice [15]:

$$\frac{b'}{c'} = \frac{b}{c} - \kappa \frac{H}{E} \quad (15)$$

kde  $\kappa$  je koeficient geometrie, který pro velké množství materiálů odpovídá hodnotě 0,45,  $b$  je délka kratší diagonály a  $c$  je délka delší diagonály. Písmena s čárkou odpovídají odlehčenému stavu a bez čáry zatíženému stavu. Průmět kontaktní plochy vypočítaný podle rovnice z tabulky 3-2 je následující:

$$A = 2 \cdot h_c^2 \cdot \operatorname{tg}(\theta_1) \cdot \operatorname{tg}(\theta_2) = 2 \cdot h_c^2 \cdot \operatorname{tg}(86,25) \cdot \operatorname{tg}(65) = 65,44 \cdot h_c^2 \quad (16)$$



Obr. 3-11 Schématické zobrazení a) Knoopova indentoru a b) tvaru otisku indentoru



## Cube-corner indenter

Cube-corner indenter má tvar trojboké pyramidy. Geometrií odpovídá rohu kostky, proto se nazývá cube-corner. Stěny indentoru jsou na sebe kolmé a úhel mezi stěnou a osou indentoru je  $35,26^\circ$ . Oproti Berkovičovu indentoru, má cube-corner indenter téměř dvakrát menší definiční úhel, což způsobuje výrazně větší napětí a deformace v kontaktu. Toho se dá využít při vytváření krátkých trhlin u křehkých materiálů, pomocí kterých lze stanovit lomovou houževnatost zkoušeného materiálu [16]. Lze s ním vykonávat i nanoindentační zkoušku. Průmět kontaktní plochy se určí obdobnou rovnicí jako u Berkovičova indentoru:

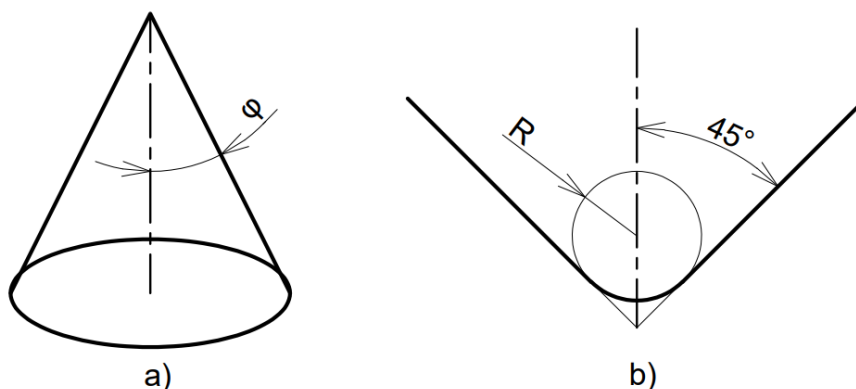
$$A = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(\theta) = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \text{tg}^2(34,3) = 2,597 \cdot h_c^2 \approx 2,6 \cdot h_c^2 \quad (17)$$

## Sférický indenter

Na rozdíl od předchozích indentorů, které mají ostrou špičku, jsou sférické indentory zaoblené, což způsobuje rozdílné chování zkušebního materiálu při indentaci. Při počáteční fázi indentace jsou napětí pod sférickým indentorem výrazně nižší než u ostrých indentorů. Díky tomu jsou počáteční deformace čistě elastické a až při vyšším zatížení přechází přes elasto-plastické deformace na převážně plastické [17]. Díky tomu lze z naměřených křivek určovat mez kluzu a zpevnování materiálu. Při nanoindentaci nastává problém při vyrábění sférických indentorů ve velmi malém měřítku, a proto se vyrábí tzv. sférokružely (obr. 3-12b) a indentuje se jen koncem indentoru. Běžně se vyrábí sférokružely s menším poloměrem než jeden mikrometr [2].

## Kuželový indenter

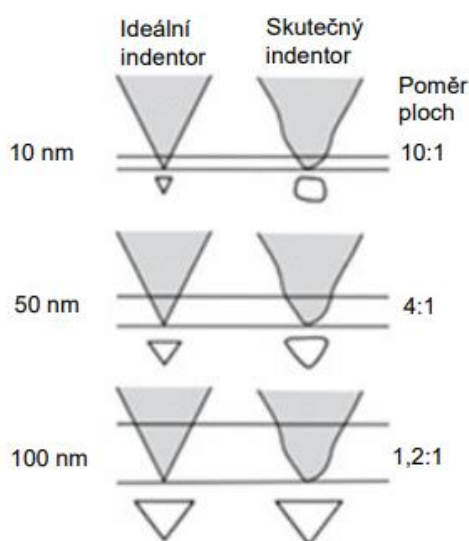
Praktické použití kuželových indentorů (obr. 3-12a) je výrazně omezeno jejich výrobním procesem, při kterém je velmi těžké dosáhnout dostatečně ostré špičky. Výhodou je ale axisymetrická geometrie indentoru, díky které je výrazně jednodušší pro analytické i pro numerické řešení než pyramidové indentory. Nejčastěji se provádí simulace s kuželem s vrcholovým polo-úhlem  $70,3^\circ$ , který odpovídá Berkovičovu indentoru.



Obr. 3-12 Schématické zobrazení a) kuželového indentoru a b) sférokružely

### 3.7 Otupení Berkovičova indentoru

Jak již bylo zmíněno dříve, Berkovičův indentor se při nanoindentaci používá díky jeho vysoké ostrosti i při velmi malých rozměrech. Vyrobit dokonale ostrý indentor, ale není možné a špička je i u nových indentorů zaoblená. Rádus na špičce je zpravidla u nových indentorů v rozmezí 75–200 nanometrů a u opotřebovaných indentorů až 350 nanometrů [2]. Velikost otupení indentoru má výrazný vliv na stanovené hodnoty mechanických vlastností zkoušeného materiálu, protože ovlivňuje velikost průmětu kontaktní plochy  $A_c$ , který je součástí rovnic (5) a (8). Otupení indentoru má nejvýznamnější vliv při nanoindentaci velmi tenkých vrstev, kdy hloubka vtisku může být menší než 100 nanometrů (obr. 3-13). Čím menší je rádus na špičce indentoru, tím lze provádět indentaci do menších hloubek.



Obr. 3-13 Vliv otupení špičky indentoru na průmět kontaktní plochy pro různé hloubky indentace [2]

Na stanovení skutečného tvaru indentoru se používají dvě metody – přímá a nepřímá. Přímé metody jsou založeny na nezávislém měření různými snímacími metodami. Nejběžněji se používá mikroskopie atomárních sil (atomic force microscopy – AFM) a rastrová elektronová mikroskopie (scanning electron microscopy – SEM) [18].

Nepřímá metoda je založena na kalibraci pomocí nezávislé indentace materiálu se známým modulem pružnosti nezávislým na hloubce vtisku. Jako kalibrační materiál se často používá křemenné sklo [18]. Skutečný tvar Berkovičova indentoru se určí pomocí proložení naměřených dat tvarovou funkcí indentoru  $F(h_c)$ , která vyjadřuje velikost průmětu kontaktní plochy  $A_c$  v závislosti na kontaktní hloubce  $h_c$ . Běžně používaným vztahem, navrženým v Oliver-Pharr analýze [3], popisujícím tvarovou funkci indentoru v závislosti na kontaktní hloubce je:

$$A_c = C_0 \cdot h_c^2 + C_1 \cdot h_c + C_2 \cdot h_c^{1/2} + C_3 \cdot h_c^{1/4} + \dots + C_8 \cdot h_c^{1/128} \quad (18)$$

kde  $h_c$  je kontaktní hloubka vtisku a  $C_0$ – $C_8$  jsou koeficienty určené pomocí proložení experimentálních dat. Pro ideální Berkovičův indentor je koeficient  $C_0 = 24,5$  a ostatní koeficienty  $C_i$  jsou rovny nule.

## 4 VÝPOČTOVÝ MODEL NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S LINEÁRNĚ-ELASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU

Jako první byl vytvořen výpočtový model nanoindentační zkoušky s dokonale ostrým Berkovičovým indentorem a byla na něm provedena deformačně-napěťová analýza bez uvažování plastických deformací. Indentace byla provedena do hloubky 715 nanometrů. Byl proveden výpočet s dokonale tuhým a s diamantovým indentorem. Výpočet byl proveden v programu Ansys 2021 R2 na počítači s pamětí RAM 16 GB a se čtyřjádrovým procesorem s frekvencí 3,5 GHz.

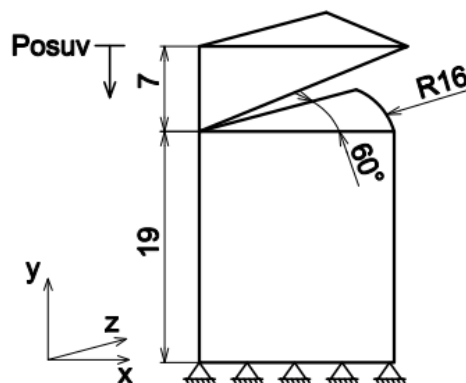
### 4.1 Geometrie výpočtového modelu

Nanoindentační zkouška se řídí podle normy ČSN EN ISO 14557, ve které se mimo jiné uvádí, v jaké vzdálenosti od sebe mohou být jednotlivé vpichy a jak tlustý musí být materiál, aby bylo možné zkoušku korektně provést. Oba rozměry jsou závislé na hloubce vtisku. Aby výsledky nebyly ovlivněny podporou, tak je doporučená tloušťka materiálu minimálně desetinásobek hloubky vtisku nebo trojnásobek průměru vtisku, podle toho, která z těchto hodnot je vyšší [19]. Hloubka vtisku je 715 nanometrů, desetinásobek je tedy 7,15 mikrometrů. Průměr vtisku je u Berkovičova indentoru dán kružnicí opisující vtisk a jeho výpočet vychází z geometrie Berkovičova indentoru (obr. 3-10a):

$$\operatorname{tg}(76,9^\circ) = \frac{r}{715} \Rightarrow r = \operatorname{tg}(76,9^\circ) \cdot 715 = 3073 \text{ nm} \quad (19)$$

$$d = 2 \cdot r = 2 \cdot 3073 = 6146 \text{ nm} \quad (20)$$

kde  $r$  je poloměr a  $d$  je průměr vtisku. Trojnásobek průměru je pak roven 18,44  $\mu\text{m}$ , což je větší než desetinásobek vtisku. Výška modelovaného vzorku byla zvolena jako 19  $\mu\text{m}$ . Vzdálenost jednotlivých vtisků od sebe musí být alespoň pětinašobek průměru vtisku [19]. Průměr vtisku byl již vypočítán a jeho pětinašobek je roven 30,73  $\mu\text{m}$ . Průměr vzorku byl tedy zvolen jako 32  $\mu\text{m}$ . Minimální výška indentoru není v normě uvedena a byla zvolena jako 7  $\mu\text{m}$ , což zhruba odpovídá desetinásobku hloubky vtisku. Při vytváření geometrie bylo využito symetrie. Podstava Berkovičova indentoru je rovnostranný trojúhelník, který má tři osy symetrie a je tedy možné modelovat pouze jednu šestinu (obr. 4-1).



Obr. 4-1 Schématický obrázek geometrie a okrajových podmínek (rozměry jsou v  $\mu\text{m}$ )

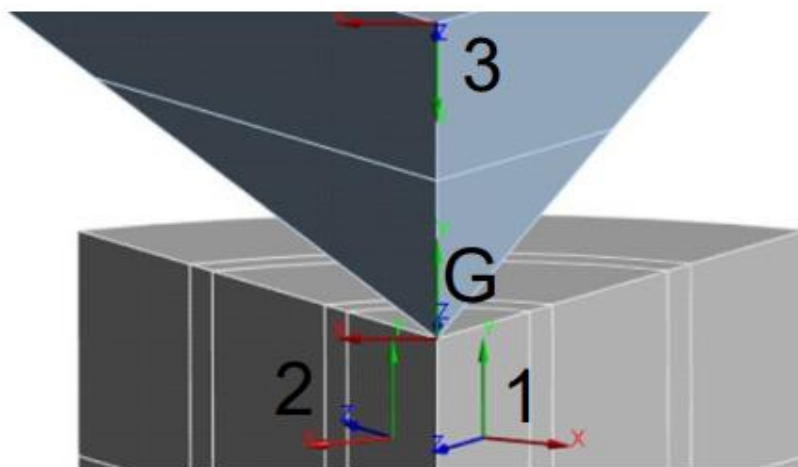
## 4.2 Materiál vzorku a indentoru

První výpočet byl proveden s diamantovým indentorem. Byl použit elastický izotropní model materiálu s modulem pružnosti 1050 GPa a Poissonovým poměrem 0,2 [20, 21, 22]. Při druhém výpočtu byl indenter nastaven jako dokonale tuhý. Zkušební vzorek byl pro oba výpočty z wolframu. Pro první výpočty sloužící k ověření výpočtového modelu nebyla uvažována plastická deformace, a proto byl použit izotropní elastický model materiálu s modulem pružnosti 407 GPa a Poissonovým poměrem 0,28 [23, 24, 25].

## 4.3 Okrajové podmínky

Pro zadání okrajových podmínek bylo nutné zavést několik souřadnicových systémů (obr. 4-2). Globální souřadnicový systém má počátek na horní ploše vzorku a jeho poloha a orientace vychází z použitého CAD modelu. Na obrázku 4-2 je označen jako G. Dva souřadnicové systémy (1 a 2 na obrázku 4-2) byly vytvořeny každý na jedné straně vzorku tak, aby jejich osa X mířila ve směru normály dané plochy. Tyto souřadnicové systémy slouží k zadání symetrie na boční strany vzorku i indentoru. Normály symetrií byly pak zadány jako osy X těchto souřadnicových systémů. Symetrie zamezí v posuvu ve směru zadané normály, obdobně jako kdyby byl zadán nulový posuv. Výhodou je, že je po výpočtu možné vykreslit celé těleso (obr. 4-14).

Poslední souřadnicový systém, na obrázku 4-2 označen jako 3, byl vytvořen na horní ploše indentoru a byl orientován tak, aby osa Y mířila proti ose Y globálního souřadnicového systému. Díky tomu je možné vykreslovat indentační křivku s kladnými hodnotami posuvů i bez následného upravování hodnot. Dále byl tento souřadnicový systém využit při zadávání posuvu na horní plochu indentoru. Směr posuvu byl tedy proti ose Y globálního souřadnicového systému a měl hodnotu 715 nanometrů. Na spodní stranu vzorku byl zadán nulový posuv ve směru osy Y globálního souřadnicového systému (obr. 4-1), což odpovídá podepření vzorku při skutečné zkoušce. Zátěžný cyklus se v tomto případě skládá pouze ze zatížení, jelikož pro ideálně elastický materiál vzorku by byl průběh odlehčovacích křivek totožný s průběhem zatěžovací křivky.



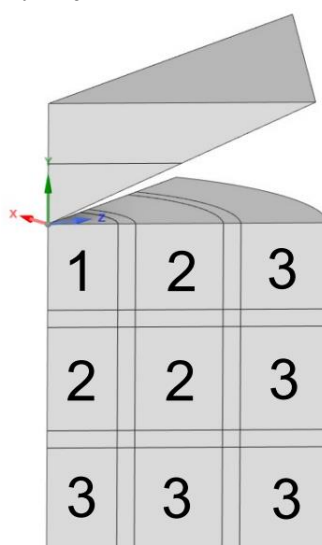
Obr. 4-2 Souřadnicové systémy výpočtového modelu

## 4.4 Kontakt

Kontakt mezi indentorem a vzorkem byl zadán bez tření, které má při výpočtovém modelování nanoindentační zkoušky význam pouze pokud dochází k vytvoření výrazného pile-upu [26]. Jelikož byl použit elastický model materiálu, tak vznik pile-upu, který vzniká v důsledku plastické deformace nebyl předpokládán. Jako „Contact surface“ byla nastavena horní plocha vzorku a jako „Target surface“ byla nastavena spodní plocha indentoru. „Contact surface“ byla zadána na vzorek, protože má menší tuhost než indentor [27]. Dalším důvodem bylo, že u kontaktních veličin (například míra penetrace) jsou výsledky vykresleny pro těleso na kterém je zadána „Contact surface“. Formulace kontaktu byla nastavena jako „Augmented Lagrange“, aby bylo možné korigovat velikost penetrace. Při tomto výpočtu byl nastaven faktor penetrace na hodnotu 0,005. Díky tomu bylo dosaženo penetrace v řádu desetin nanometrů při maximálním zatížení.

## 4.5 Síť konečných prvků

Pro vytvoření dostatečně kvalitní sítě bylo nutné rozdělit těleso vzorku na několik částí (obr. 4-3). V části tělesa pod indentorem, označeném jako 1 na obrázku 4-3, byla vytvořena velmi jemná síť, aby bylo možné co nejpřesněji získat kontaktní plochu z modelu, a protože je tato oblast z hlediska deformačně-napěťové analýzy a kontaktních tlaků nejdůležitější. U modelu s diamantovým indentorem byla na horizontální hrany této části tělesa nastavena velikost prvků 50 nm, na vertikální hrany 200 nm a na obloukové hrany 100 nm. Na horní i dolní plochu byla nastavena velikost prvků 60 nm. U modelu s dokonale tuhým indentorem nebylo možné vytvořit tak malé prvky, protože nedochází k deformaci indentoru, díky čemuž je výsledná hloubka vtisku větší i při stejném posuvu horní plochy indentoru a mohlo by dojít k distorzi prvků pod špičkou indentoru. U tohoto modelu byla na horizontální hrany nastavena velikost prvků 80 nm, na vertikální 250 nm a na obloukové hrany 100 nm. Na horní i dolní plochu byla nastavena velikost prvků 100 nm. Pro ostatní části tělesa byla již velikost prvků pro oba modely stejná.

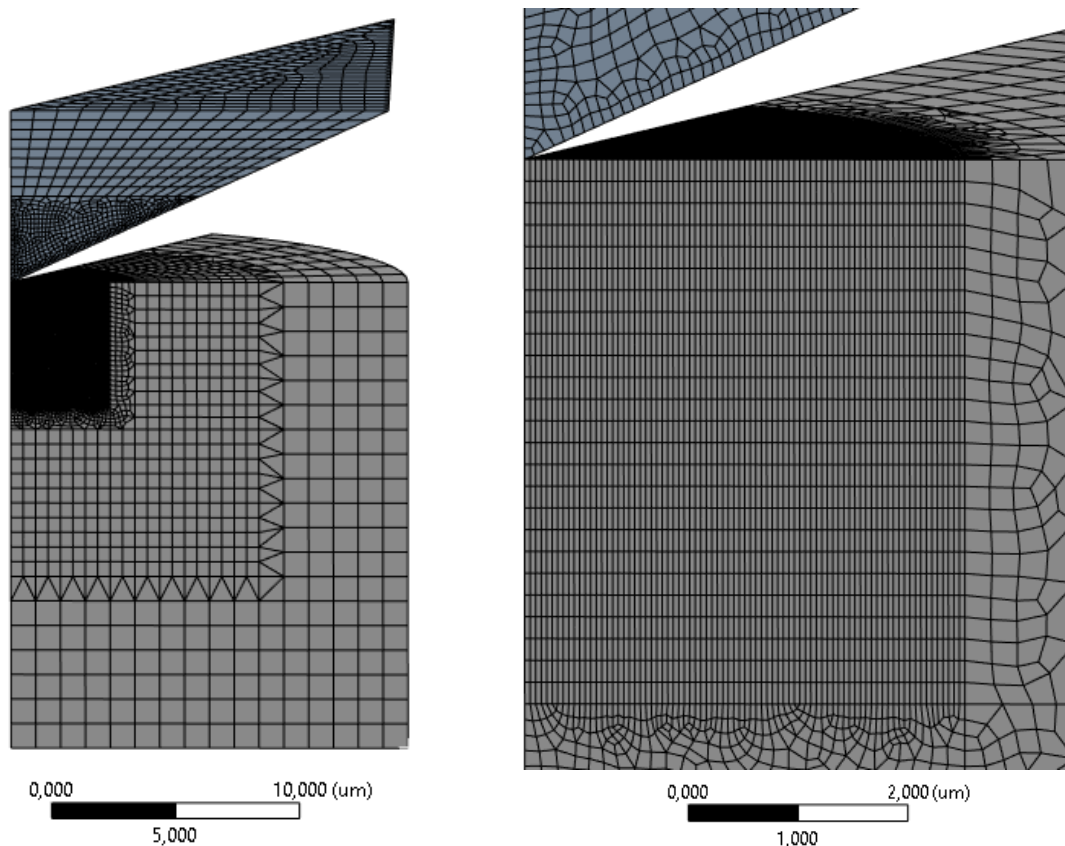


Obr. 4-3 Rozdělení vzorku a indentoru na více částí

Na částech tělesa označených jako 2 na obrázku 4-3 byla vytvořena značně hrubší síť. Na horizontální hrany byla zadána velikost prvků 500 nm, na vertikální hrany 600 nm a na obloukové hrany bylo zadáno rozdělení na 10 prvků. Části tělesa označené jako 3 na obrázku 4-3 jsou již vzdálené od místa kontaktu, a proto je tu možné vytvořit hrubou síť, aby zbytečně nerostl celkový počet prvků. Na horizontální i vertikální hranu byla zadána velikost prvků 1  $\mu\text{m}$  a na obloukové hrany bylo zadáno rozdělení na 7 prvků. Ve všech označených částech tělesa byla vytvořena mapovaná hexaedrická síť. U úzkých neoznačených částí tělesa to bohužel nebylo možné, protože se nachází mezi částmi s různě velkými prvky, a proto zde byly použity buď tetraedrické prvky, nebo nepravidelné hexaedrické prvky, aby bylo možné vytvořit přechod.

V případě dokonale tuhého indentoru, se na něm nevytváří objemová síť, a nebylo ho tedy nutné rozdělovat na více částí. Byla pouze zadána velikost prvků 200 nm na plochu, která je v kontaktu se vzorkem. Diamantový indentor byl rozdělen na dvě části, aby nebyl počet prvků tak vysoký. Spodní část indentoru má jemnější síť, protože je v kontaktu se vzorkem. Na plochy této části byla zadána velikost prvků 200 nm a na hrany velikost 100 nm. Na hrany i plochu společnou pro obě části byla zadána velikost prvků 500 nm. Pro plochy horní části byla zadána velikost prvků 1  $\mu\text{m}$ . Jak vypadala vytvořená síť konečných prvků pro model s diamantovým indentorem je zobrazeno na obrázku 4-4. Pro model s dokonale tuhým indentorem vypadala síť obdobně, s tím rozdílem, že na indentoru byly vytvořeny prvky pouze na kontaktní ploše.

Na oba modely byly použity prvky SOLID 186. Model s diamantovým indentorem měl přibližně 120 tisíc prvků a 450 tisíc uzlů. Model s dokonale tuhým indentorem měl přibližně 55 tisíc prvků a 205 tisíc uzlů. Výpočet trval přibližně 8 hodin.



Obr. 4-4 Síť konečných prvků pro model s diamantovým indentorem (nalevo) a detail sítě (napravo)

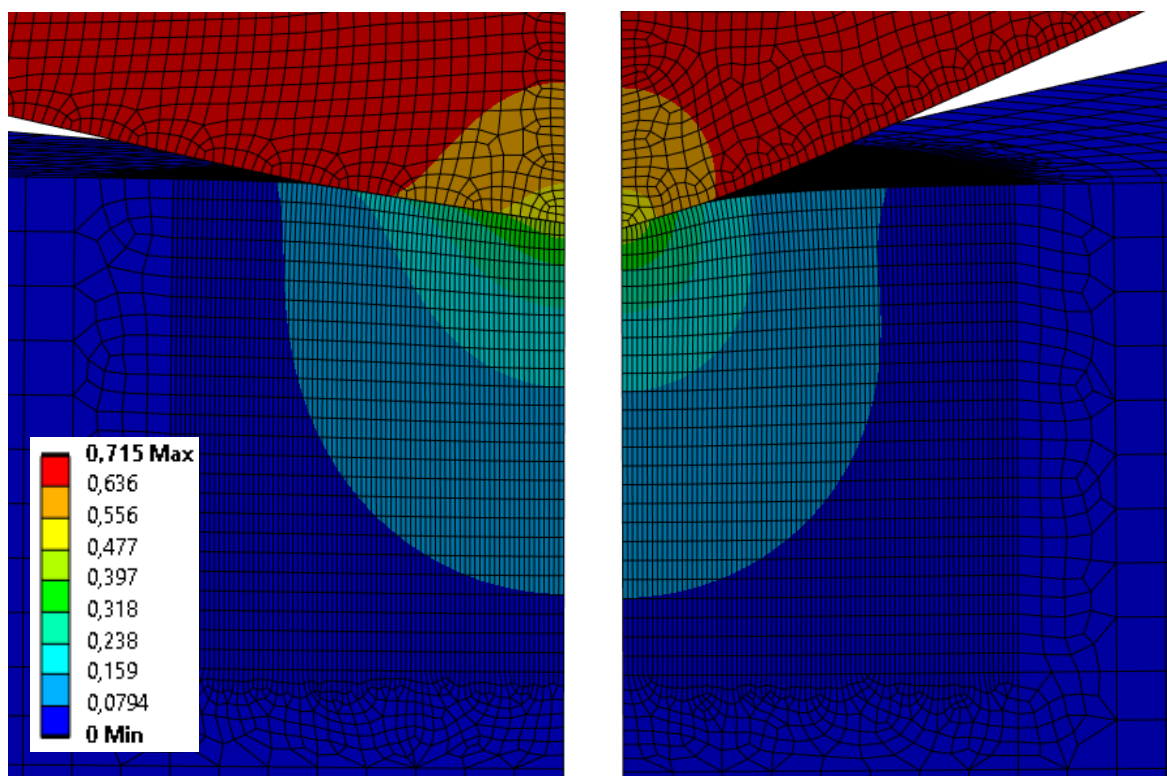
## 4.6 Analýza výsledků získaných z výpočtového modelu nanoindentační zkoušky s lineárně-elastickým modelem materiálu wolframu

### 4.6.1 Výpočtový model s diamantovým indentorem

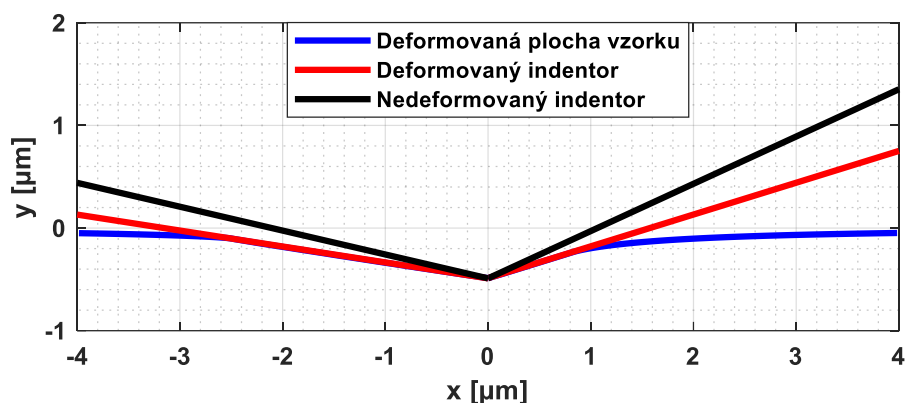
Na obrázku 4-5 je vykreslena celková deformace při indentaci do hloubky 715 nanometrů. Červeně je zobrazena převážná část indentoru, který se jako celek přemístil o zadaný posuv. Rozdíl mezi modulem pružnosti wolframu a diamantu není tak velký a při použití elastických izotropních modelů materiálů pro vzorek i indentor došlo k výrazné deformaci indentoru. Špička indentoru se tedy neposunula o 715 nanometrů, a proto není na obrázku 4-5 zobrazena červenou barvou. Jak významná byla deformace indentoru je zřejmé z velikosti úhlů, které byly zjištěny z řezu při maximálním zatížení (obr. 4-6). Porovnání úhlů před a po deformaci je v tabulce 4-1.

Tab. 4-1 Velikosti úhlů na špičce indentoru před a po deformaci

Poloha úhlu	Původní úhly [°]	Úhly po deformaci [°]	Rozdíl [%]
Mezi plochou a osou	65,3	72,1	10,43
Mezi hranou a osou	76,9	81,2	5,56

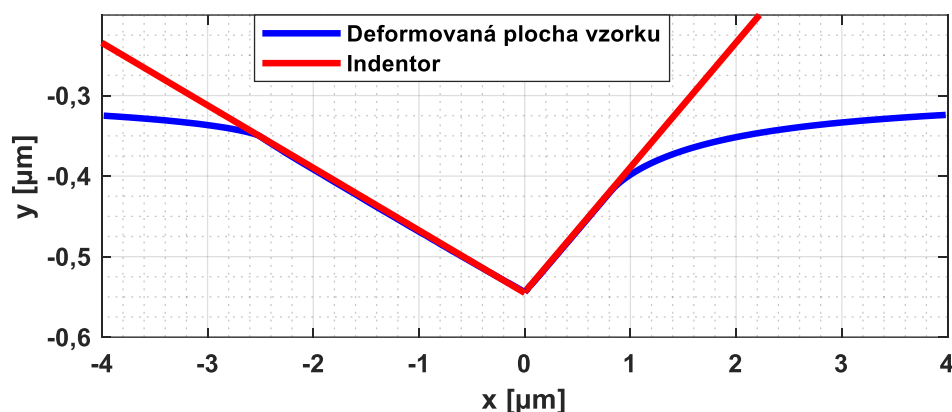


Obr. 4-5 Celková deformace při maximálním zatížení v mikrometrech pod hranou (vlevo) a pod středem plochy (vpravo)



Obr. 4-6 Porovnání deformovaného a nedeformovaného indentoru při maximálním zatížení v řezu

Nicméně v rovnici pro efektivní modul pružnosti, tedy rovnici (5), vystupují moduly pružnosti materiálů vzorku i indentoru. Oliver-Pharr analýza by tedy neměla být významně ovlivněna deformací indentoru, ale v tomto případě je deformace poměrně velká. Jak bylo zmíněno v kapitole 3.5, na výsledky analýzy má vliv chování povrchu vzorku při indentaci. Pro vzorek s elastickým modelem materiálu byl předpokládán vznik sink-inu. Po vykreslení stejného pohledu v řezu, jako je na obrázku 4-6, ale bez dodržení skutečného poměru mezi osami (obr. 4-7), je zřejmé, že skutečně došlo k propadnutí materiálu v okolí indentoru.



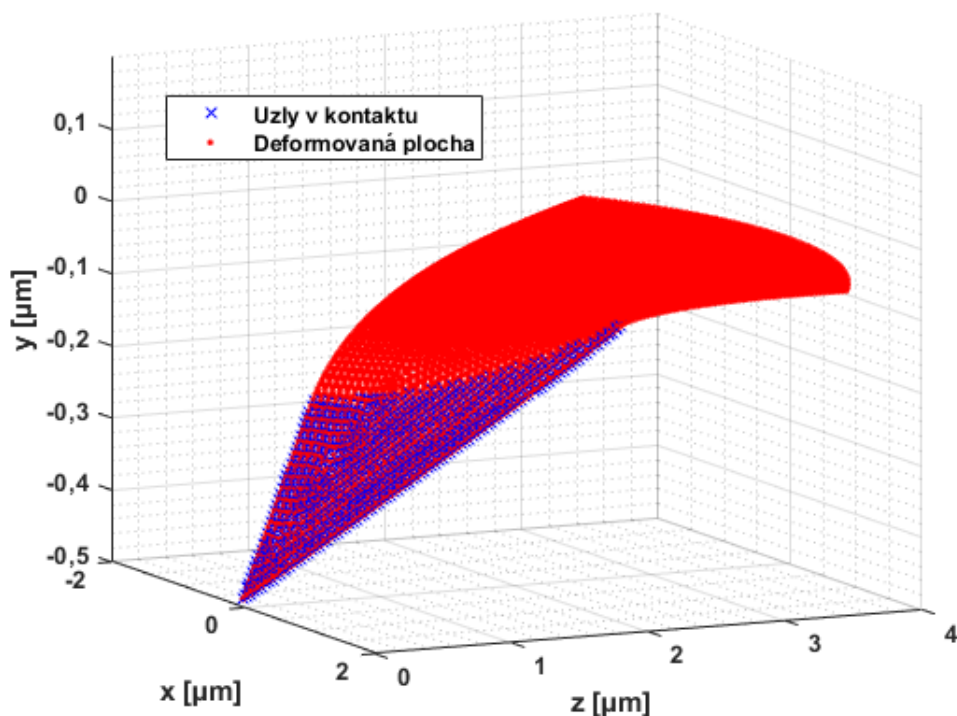
Obr. 4-7 Propadnutí materiálu v okolí indentoru pro vzorek s elastickým izotropním modelem materiálu

Prohnutí materiálu ovlivňuje velikost průmětu kontaktní plochy  $A_c$  a velikost kontaktní hloubky  $h_c$ , což jsou stěžejní hodnoty v Oliver-Pharr analýze. Pro zjištění velikosti  $A_c$  z výpočtového modelu bylo nutné zjistit, které uzly jsou v kontaktu s indentorem při maximálním zatížení a následně zjistit jejich průmět do počáteční plochy vzorku.

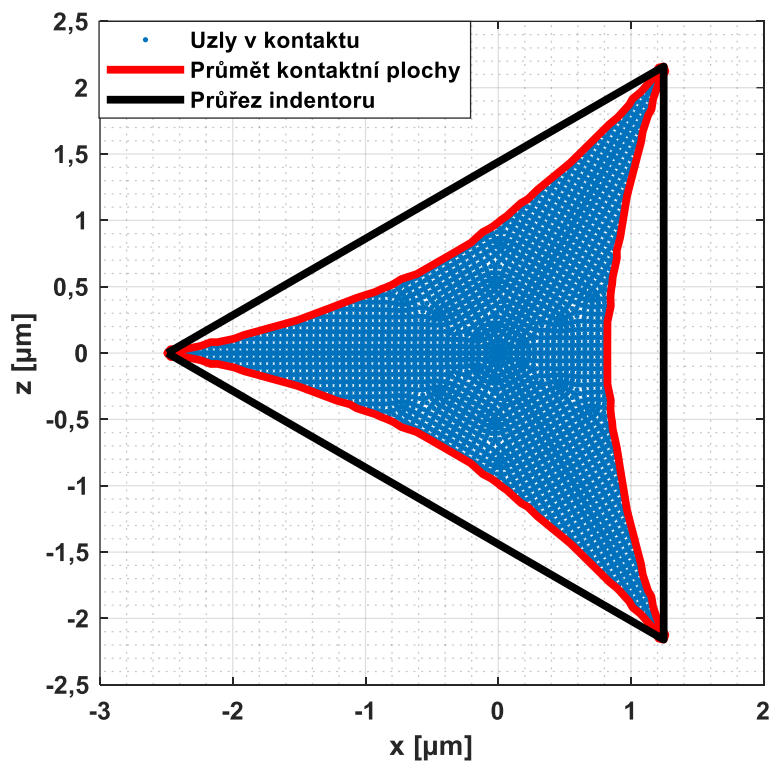
Na to byl použit tzv. „Contact status“, díky kterému lze určit, jaké uzly jsou v kontaktu, popřípadě jak daleko od kontaktu se nachází. Při vypsání uzlů nacházejících se v kontaktu jim ale byly přiděleny souřadnice odpovídající počátečnímu nedeformovanému stavu modelu. Proto byly dále určeny posuvy při maximálním zatížení pro uzly, které se nachází na povrchu vzorku v části 1 podle obrázku 4-3, tedy ty, které jsou v kontaktu s indentorem. Uzlům získaným pomocí příkazu „Contact status“ byly následně přiděleny deformované souřadnice odpovídajících uzlů (obr. 4-8). Souřadnice při tomto postupu byly brány podle globálního souřadnicového systému modelu (obr. 4-2). Průmět do počáteční plochy vzorku byl pak jednoduše získán nahrazením souřadnice v ose Y nulou (obr. 4-9).



Pro názornější zobrazení vlivu sink-inu na průmět kontaktní plochy byl do obrázku vykreslen i průřez indentoru v odpovídající výšce. Obrázek 4-9 odpovídá obrázku 3-6, který byl použit v kapitole 3.5 v rešerši, čímž se ověřuje jeho platnost. Velikost průmětu kontaktní plochy získaná z výpočtového modelu je  $A_{c\_num} = 4,62 \mu\text{m}^2$ .



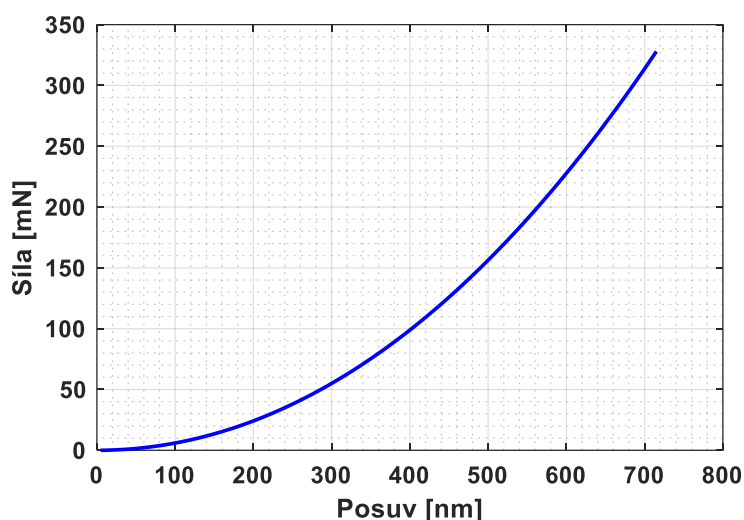
Obr. 4-8 Deformovaná plocha vzorku se zvýrazněnými uzly, které jsou v kontaktu



Obr. 4-9 Hranice průmětu kontaktní plochy do roviny nedeformovaného vzorku

Druhým způsobem, jak určit průmět kontaktní plochy je pomocí kontaktní hloubky, kterou lze stanovit pomocí rovnice (6). Na výpočet byla použita indentační křivka (obr. 4-10) určená z výpočtového modelu. Druhá polovina indentační křivky byla proložena funkcí popisující průběh zatížení, která má rovnici (1). V tomto případě nebyla konečná hloubka  $h_f$  brána jako parametr, ale byla jí přidělena nulová hodnota, jelikož tato hloubka představuje hloubku vtisku, který zůstane ve vzorku po úplném odlehčení. U ideálně elastického materiálu dojde po odlehčení k navrácení vzorku do původní geometrie a ve vzorku tedy žádný vtisk nezůstává. Zbylé parametry byly určeny z proložení jako  $\alpha = 4,144 \cdot 10^{-4} \text{ mN/nm}^m$  a  $m = 2,066$ . Pro dokonale elastický kontakt má pro ekvivalentní kužel parametr  $m$  hodnotu 2 [3], což je podobné určené hodnotě. Podle rovnice (2) byla následně vypočítána kontaktní tuhost:

$$S = \alpha \cdot m \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1} = 4,144 \cdot 10^{-4} \cdot 2,066 \cdot 715^{2,066-1} = 0,947 \frac{\text{mN}}{\text{nm}} \quad (21)$$



Obr. 4-10 Indentační křivka určená z modelu s lineárně-elastickým modelem materiálu s diamantovým indentorem

Pro výpočet kontaktní tuhosti je dále nutné znát hodnotu maximálního zatížení a maximální hloubky vtisku, která odpovídá posuvu zadanému na horní plochu indentoru. Tyto hodnoty lze získat z indentační křivky. Maximální hodnota zatížení je  $F_{max} = 327,9 \text{ mN}$  a maximální hloubky  $h_{max} = 715 \text{ nm}$ . Jako poslední je nutné stanovit hodnotu parametru  $\varepsilon$  podle rovnice (9):

$$\begin{aligned} \varepsilon &= m \cdot \left( 1 - \frac{2 \cdot \Gamma\left(\frac{m}{2 \cdot (m-1)}\right)}{\sqrt{\pi} \cdot \Gamma\left(\frac{1}{2 \cdot (m-1)}\right)} \cdot (m-1) \right) = \\ &= 2,0663 \cdot \left( 1 - \frac{2 \cdot \Gamma\left(\frac{2,0663}{2 \cdot (2,0663-1)}\right)}{\sqrt{\pi} \cdot \Gamma\left(\frac{1}{2 \cdot (2,0663-1)}\right)} \cdot (2,0663-1) \right) = 0,725 \end{aligned} \quad (22)$$

Získaná hodnota  $\varepsilon$  téměř odpovídá teoretické hodnotě pro kužel  $\varepsilon_k = 0,72$  [3].

Dosažením do rovnice (6) byla vypočítána hodnota kontaktní hloubky  $h_c$ :

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{F_{max}}{S} = 715 - 0,725 \cdot \frac{327,9}{0,947} = 463,8 \text{ nm} \quad (23)$$

Průmět kontaktní plochy se následně vypočítá z kontaktní hloubky pomocí rovnice (13) jako:

$$A_{c\_OP} = 24,5 \cdot h_c^2 = 24,5 \cdot 463,8^2 = 5,27 \mu\text{m}^2 \quad (24)$$

Průmět kontaktní plochy určený pomocí Oliver-Pharr analýzy vyšel výrazně větší než průmět určený z výpočtového modelu. Při výpočtu efektivního modulu pružnosti je nutné zavést ještě korekci pro Berkovičův indentor  $\beta_{tvarová}$  a pro radiální posuvy  $\beta_{radiální}$ . V tomto případě byla použita hodnota odvozená podle Vlassaka a Nixe, tedy  $\beta_{tvarová} = 1,058$  [12]. Korekce radiálních posuvů byla vypočítána podle rovnice (10). Výsledná beta, která byla u tohoto výpočtového modelu použita pro výpočet z obou průmětů kontaktních ploch, byla vypočítána podle rovnice (11).

$$\beta_{radiální} = \pi \frac{\frac{\pi}{4} + 0,015483073 \cdot \cot g(\varphi) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot \mu)}{4 \cdot (1 - \mu)}}{\left(\frac{\pi}{2} - 0,83119312 \cdot \cot g(\varphi) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot \mu)}{4 \cdot (1 - \mu)}\right)^2} =$$

$$= \pi \frac{\frac{\pi}{4} + 0,15483073 \cdot \cot g(70,3^\circ) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot 0,28)}{4 \cdot (1 - 0,28)}}{\left(\frac{\pi}{2} - 0,83119312 \cdot \cot g(70,3^\circ) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot 0,28)}{4 \cdot (1 - 0,28)}\right)^2} = 1,071 \quad (25)$$

$$\beta_{celk} = \beta_{tvarová} \cdot \beta_{radiální} = 1,058 \cdot 1,071 = 1,133 \quad (26)$$

Pomocí rovnic (4) a (5) byly vypočítány efektivní moduly pružnosti a moduly pružnosti pro wolfram pro oba průměty kontaktních ploch. Výsledky jsou zapsány v tabulce 4-2.

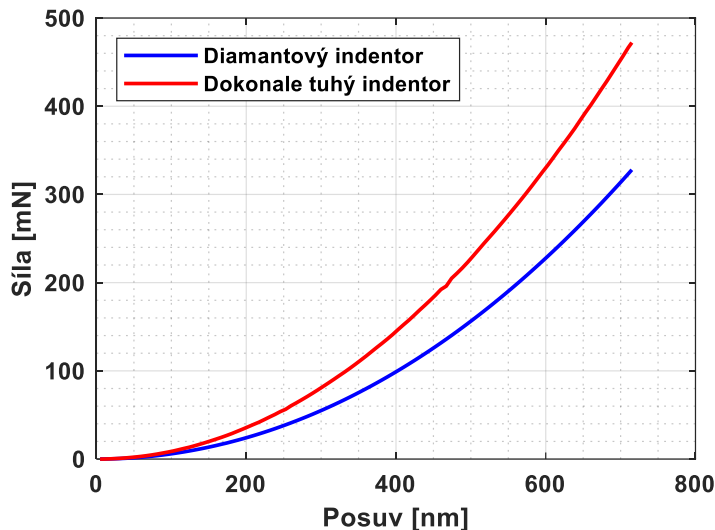
Tab. 4-2 Hodnoty určené z výpočtového modelu s diamantovým indentorem

Způsob určení průmětu kontaktní plochy	Průmět kontaktní plochy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Efektivní modul pružnosti [GPa]	Modul pružnosti wolframu [GPa]
Z numerického modelu	4,62	344,4	463,2
Pomocí O-P analýzy	5,27	322,5	421,4

Hodnota modulu pružnosti wolframu zadaná do výpočtového modelu, a tedy i hodnota, které by mělo být dosaženo je 407 GPa. Výsledek získaný při použití průmětu plochy získaného podle Oliver-Pharr analýzy se od cílené hodnoty liší o méně než 5 %, což by se dalo považovat za dobrý výsledek. Věrohodnost výsledku je ale značně omezena velkou deformací špičky indentoru. Při výpočtu s použitím průmětu plochy získaného z výpočtového modelu bylo dosaženo ještě méně přesného výsledku. V tomto případě je rozdíl od cílené hodnoty přibližně 14 %.

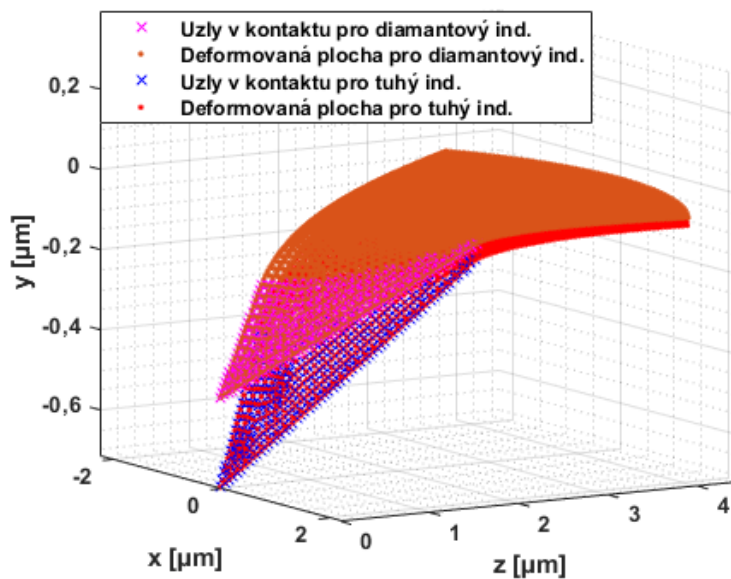
## 4.6.2 Výpočtový model s dokonale tuhým indentorem

U modelu s dokonale tuhým indentorem již nedošlo k deformaci špičky indentoru. Díky tomu byla maximální styková síla výrazně větší než u modelu s diamantovým indentorem, což je patrné z porovnání indentačních křivek získaných z jednotlivých modelů (obr. 4-11). Hodnota maximálního zatížení je  $F_{max} = 472,2$  mN.



Obr. 4-11 Porovnání indentačních křivek pro diamantový a dokonale tuhý indentor

I při indentaci dokonale tuhým indentorem došlo k propadnutí materiálu v okolí indentoru. Dalo by se předpokládat, že průmět kontaktní plochy bude u dokonale tuhého indentoru větší, protože dojde k indentaci do větší hloubky (obr. 4-12). U diamantového indentoru ale došlo ke zvětšení úhlu na špičce, a díky tomu se zvětšila kontaktní plocha. Z toho důvodu jsou oba průměty skutečné kontaktní plochy téměř stejné. Postup výpočtu průmětu kontaktní plochy podle Oliver-Pharr analýzy byl obdobný jako u diamantového indentoru a podobně jako u skutečné kontaktní plochy vyšly průměty téměř totožné. Průměty kontaktních ploch jsou zapsány v tabulce 4-3.



Obr. 4-12 Porovnání deformovaných ploch pro diamantový a dokonale tuhý indentor

Při výpočtu modulu pružnosti byly použity stejné korekční faktory  $\beta_{\text{ivarová}}$  a  $\beta_{\text{radiální}}$  jako u modelu s diamantovým indentorem. Rozdílných hodnot nabývaly parametry určené proložení indentační křivky, tedy  $\alpha$  a  $m$ . Z těchto parametrů byla následně vypočítána kontaktní tuhost a parametr  $\varepsilon$ . Pro přehlednost byly hodnoty parametrů a tuhosti zapsány v tabulce 4-3.

Tab. 4-3 Průměty kontaktních ploch a parametry získané z proložení indentační křivky pro model s dokonale tuhým indentorem

Průmět kontaktní plochy určený z numerického modelu [ $\mu\text{m}^2$ ]	Průmět kontaktní plochy určený z O-P analýzy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Parametr $\alpha$ [ $\text{mN}/\text{nm}^m$ ]	Parametr $m$ [-]	Parametr $\varepsilon$ [-]	Kontaktní tuhost [ $\text{mN}/\text{nm}$ ]
4,68	5,21	$7,048 \cdot 10^{-4}$	2,041	0,726	1,349

U výpočtového modelu s dokonale tuhým indentorem není možné použít rovnici (4), protože modul pružnosti indentoru je nekonečně velký. Rovnice proto přechází do tvaru:

$$\frac{1}{E_{\text{eff}}} = \frac{1 - \mu_s^2}{E_s} \quad (27)$$

kde index  $s$  je pro vzorek.

Pomocí rovnic (5) a (27) byly vypočítány efektivní moduly pružnosti a moduly pružnosti pro wolfram pro oba průměty kontaktních ploch. Výsledky jsou zapsány v tabulce 4-4.

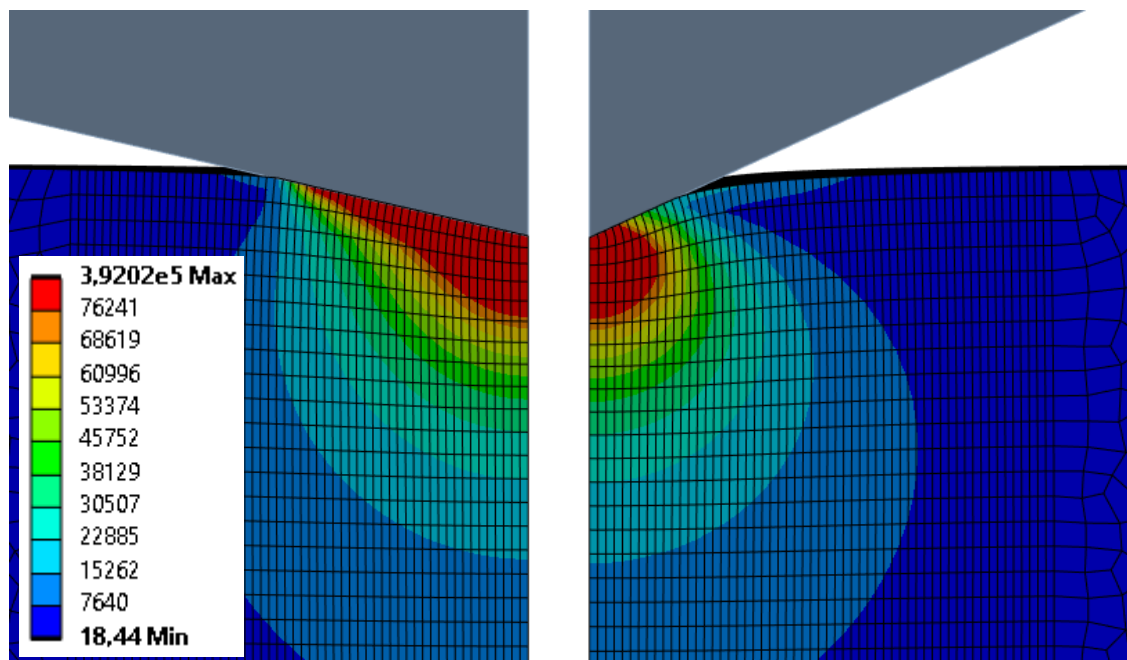
Tab. 4-4 Hodnoty určené z výpočtového modelu s dokonale tuhým indentorem

Způsob určení průmětu kontaktní plochy	Průmět kontaktní plochy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Efektivní modul pružnosti [GPa]	Modul pružnosti wolframu [GPa]
Z numerického modelu	4,68	487,4	449,2
Pomocí O-P analýzy	5,21	462,3	426,1

Hodnota modulu pružnosti wolframu získaná z průmětu plochy určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy vyšla u dokonale tuhého indentoru velmi podobně jako u diamantového. Rozdíl mezi těmito hodnotami je pro jednotlivé modely přibližně 1 %. Pomocí výpočtu s použitím průmětu kontaktní plochy určeného z výpočtového modelu bylo opět dosaženo o něco vyšší hodnoty. V tomto případě se výsledná hodnota liší od cílené o přibližně 10 %. Bylo tedy dosaženo přesnějšího výsledku než u diamantového indentoru. Věrohodnost výsledků získaných z modelu s dokonale tuhým indentorem je větší než u modelu s diamantovým indentorem, protože nedochází k deformaci špičky indentoru. U modelu s dokonale tuhým indentorem vyšly v obou případech výsledky s přesností lepší než 10 %. Při vytváření modelu byly použity rozměry vzorku navržené tak, aby splňovaly podmínky uvedené v normách. Tyto rozměry se později ukázaly jako příliš malé a bylo nutné stanovit nové vyhovující rozměry. Citlivostní analýze vlivu rozměrů vzorku a indentoru se věnuje kapitola 6.2. Zpřesněním hodnot získaných z modelu s elastickým modelem materiálu wolframu se dále zabývá kapitola 7.

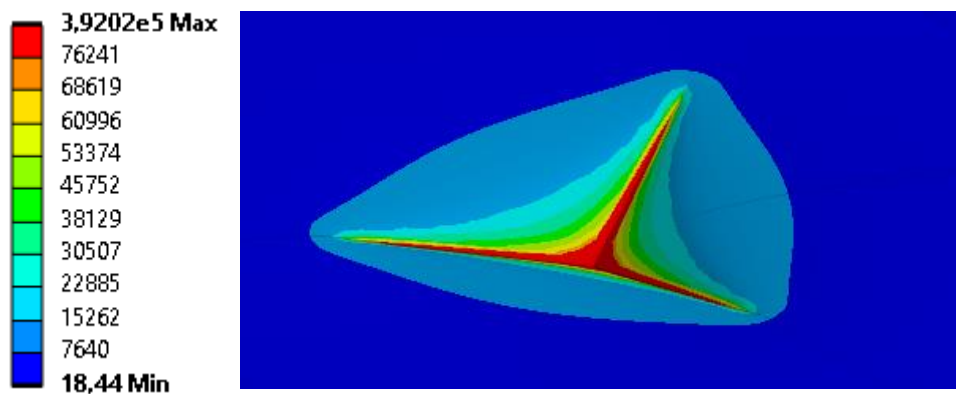
### 4.6.3 Analýza napětí u výpočtového modelu nanoindentační zkoušky s lineárně-elastickým modelem materiálu wolframu

Na obrázku 4-13 bylo vykresleno redukované napětí podle podmínky HMH při maximálním zatížení pro výpočtový model s dokonale tuhým indentorem. Hodnoty napětí jsou extrémně vysoké a výrazně překračují mez kluzu, což by u reálného materiálu vedlo ke vzniku plastické deformace, kterou ale lineárně-elastický model materiálu nedokáže zahrnout. Ideálně ostrý tvar indentoru vytváří singularitu pod jeho špičkou, kde se nachází maximální hodnota napětí, která je ještě několikanásobně vyšší než červeně vykreslená oblast na obrázku 4-13.



Obr. 4-13 Redukované napětí při maximálním zatížení v MPa pod hranou (vlevo) a pod středem plochy (vpravo)

Na obrázku 4-14 bylo vykresleno maximální redukované napětí pro celý vzorek. Toto vykreslení je možné díky zadaným symetriím na bočních stranách vzorku a indentoru. Z obrázku je zřejmé, že napětí je koncentrováno pod hranami indentoru. Na vykreslení byla použita stejná legenda jako na obrázku 4-13. Hodnoty kontaktních tlaků jsou z důvodu ostrých hran také velmi vysoké, a proto nemá význam je podrobněji rozebírat.



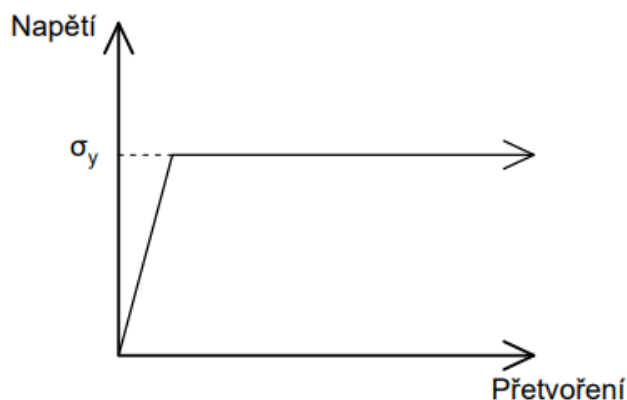
Obr. 4-14 Redukovaného napětí při maximálním zatížení při vykreslení celého vzorku

## 5 VÝPOČTOVÝ MODEL NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S ELASTO-PLASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU WOLFRAMU BEZ ZPEVNĚNÍ

V kapitole 3.5 zabývající se chováním povrchu vzorku při nanoindentaci bylo zmíněno, že u výpočtových modelů, kde byl použit model materiálu bez zpevnění dochází k vytváření pile-upu. Pro ověření tohoto chování byl vytvořen model, kde zpevnění nebylo uvažováno.

### 5.1 Materiál vzorku a indentoru

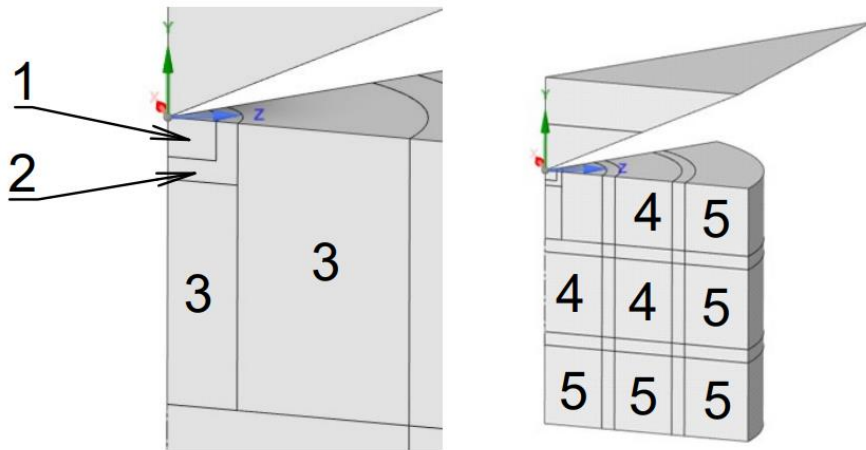
V tomto případě byl vytvořen výpočtový model pouze s diamantovým indentorem. Byl použit stejný model materiálu diamantu, jako u předcházejícího modelu. Při zadávání modelu materiálu wolframu byl použit ideální elasto-plastický model materiálu s modulem pružnosti 407 GPa, Poissonovým poměrem 0,28 a mezí kluzu 750 MPa [25]. Závislost napětí na přetvoření pro tento materiál je schematicky zobrazena na obrázku 5-1.



Obr. 5-1 Závislost napětí na přetvoření pro elasto-plastický model materiálu bez zpevnění

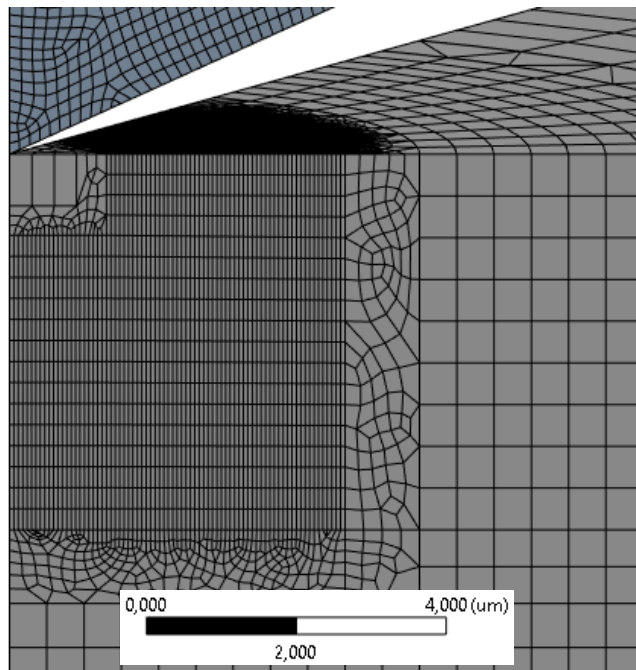
### 5.2 Geometrie a síť konečných prvků

Při vytváření geometrie byly použity rozměry splňující podmínky dané normou. Výška vzorku byla modelována jako 19  $\mu\text{m}$  a průměr vzorku jako 32  $\mu\text{m}$ . Výška indentoru byla opět zvolena jako 7  $\mu\text{m}$ . U lineárně-elastického modelu docházelo k propadnutí plochy vzorku a deformace prvků tedy nebyla tak výrazná. Naproti tomu u elasto-plastického modelu bez zpevnění je distorze prvků kvůli singularitě pod ostrým hrotem indentoru velmi významná a způsobuje problémy s konvergencí. Z tohoto důvodu bylo nutné pod špičkou indentoru vytvořit dostatečně velké prvky. Tento výpočtový model byl vytvořen pouze na ověření vzniku pile-upu a nebude z něj určován modul pružnosti. Nepřesnost výsledků způsobená velkými prvky v kontaktu tedy není zásadní. Pro vytvoření sítě konečných prvků bylo opět nutné rozdělit vzorek na několik částí (obr. 5-2).



Obr. 5-2 Rozdělení vzorku a indentoru na více částí

Na části tělesa 1 na obrázku 5-2 byla zadána velikost prvků na horizontální hrany  $0,3 \mu\text{m}$ , na vertikální hrany  $0,7 \mu\text{m}$  a na obloukové hrany  $0,3 \mu\text{m}$ . Výška prvků odpovídala výšce této části tělesa. Na horní a spodní plochu byla zadána velikost prvků  $0,22 \mu\text{m}$ . Na částech tělesa označených jako 3 na obrázku 5-2 byla vytvořena jemná síť, aby bylo možné co nejpřesněji určit průmět kontaktní plochy. Na horizontální hrany byla zadána velikost prvků  $60 \text{ nm}$ , na vertikální hrany  $300 \text{ nm}$  a na obloukové hrany  $60 \text{ nm}$ . Na horní a spodní plochu těchto částí těles byla zadána velikost prvků  $75 \text{ nm}$ . Rozměry prvků na částech tělesa 4 a 5 byly totožné jako u výpočtového modelu v kapitole 4. Na část tělesa označené jako 2 na obrázku 5-2 byla na boční a horní strany zadána velikost prvků  $150 \text{ nm}$ , aby bylo možné vytvořit hexaedrické prvky. Obdobně jako u předcházejícího modelu byla na vyznačených částech tělesa vzorku vytvořena mapovaná hexaedrická síť a u úzkých neoznačených těles buď síť tvořená tetraedry nebo nepravidelnými hexaedry. Velikosti prvků na indentoru byla totožná jako u výpočtového modelu s lineárně-elastickým modelem materiálu. Jak vypadala síť konečných prvků je zobrazeno na obrázku 5-3. Výpočet trval přibližně 25 hodin.



Obr. 5-3 Síť konečných prvků výpočtového modelu s elasto-plastickým modelem materiálu bez zpevnění



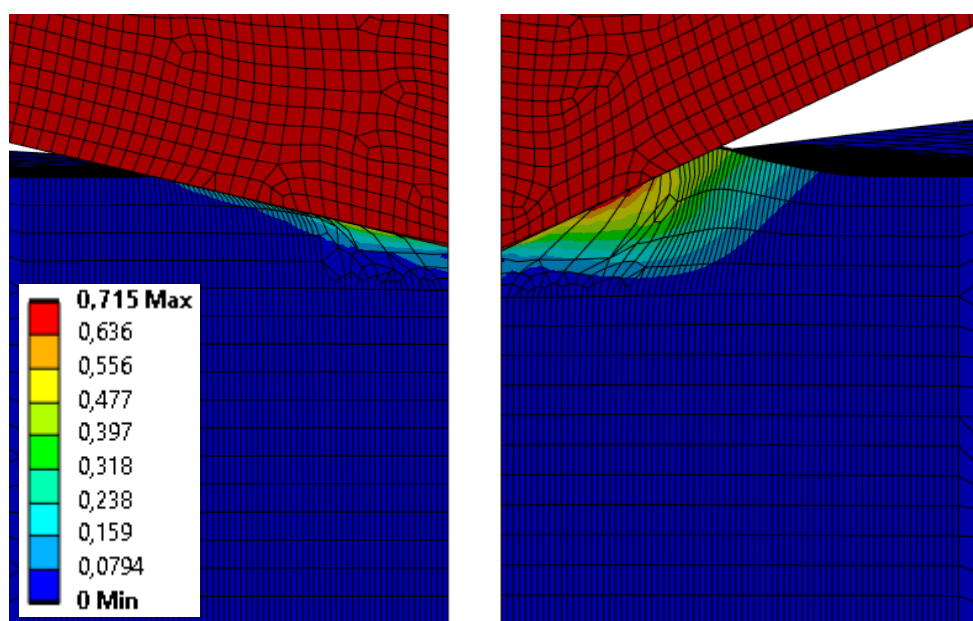
### 5.3 Kontakt a okrajové podmínky

Jediný rozdíl, co se týče kontaktu a okrajových podmínek oproti lineárně-elastickému modelu byl v zadání posuvu na horní plochu indentoru. V tomto případě již není zatěžovací křivka totožná s odlehčovací a bylo tedy nutné rozdělit průběh zatěžování na dva kroky. V prvním kroku došlo ke vtlačení indentoru do vzorku o 715 nanometrů a ve druhém k navrácení indentoru do počáteční polohy.

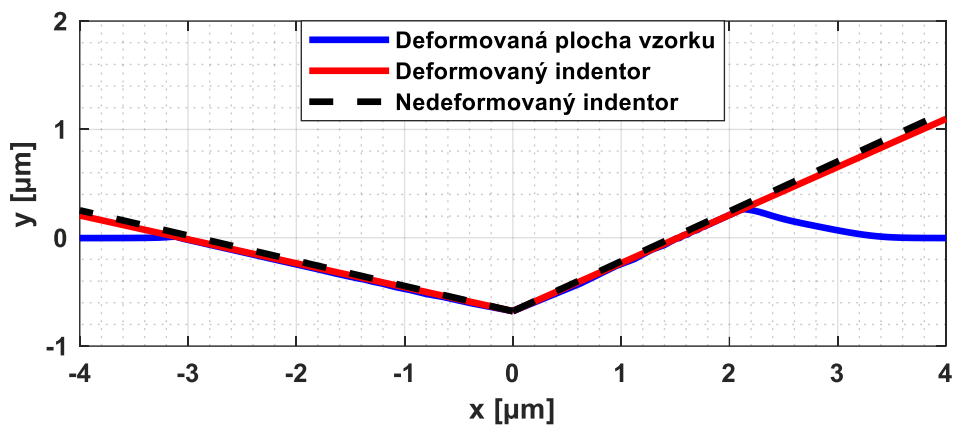
### 5.4 Analýza výsledků získaných z výpočtového modelu nanoindentační zkoušky s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu bez zpevnění

Jak bylo předpokládáno, při použití modelu materiálu bez zpevnění byl při vtlačování indentoru do vzorku vytvořen pile-up. Celková deformace při maximálním zatížení je zobrazena na obrázku 5-4. Z obrázku je zřejmé, že pod hranou indentoru došlo k výrazné deformaci prvků a velké rozměry prvků na části tělesa 1 na obrázku 5-2 byly tedy opodstatněné. Celý indentor je vykreslen červenou barvou, z čehož vyplývá, že nedošlo k jeho výrazné deformaci. To je dokázáno i na obrázku 5-5, kde je zobrazen řez indentoru a vzorku při maximálním zatížení. Rozdíl mezi úhly deformovaného a nedeformovaného indentoru byl menší než  $1^\circ$ .

V kapitole 3.5 byla podle [6] uvedena podmínka, že při poměru  $h_f/h_{max}$  větším než 0,7 dojde ke vzniku pile-upu. V tomto případě je konečná hloubka vtisku 685 nanometrů a poměr  $h_f/h_{max}$  je roven 0,958. Poměr je tedy větší než 0,7 a k vytvoření pile-upu skutečně došlo. Z výsledků je zřejmé, že v tomto případě podmínka platí.

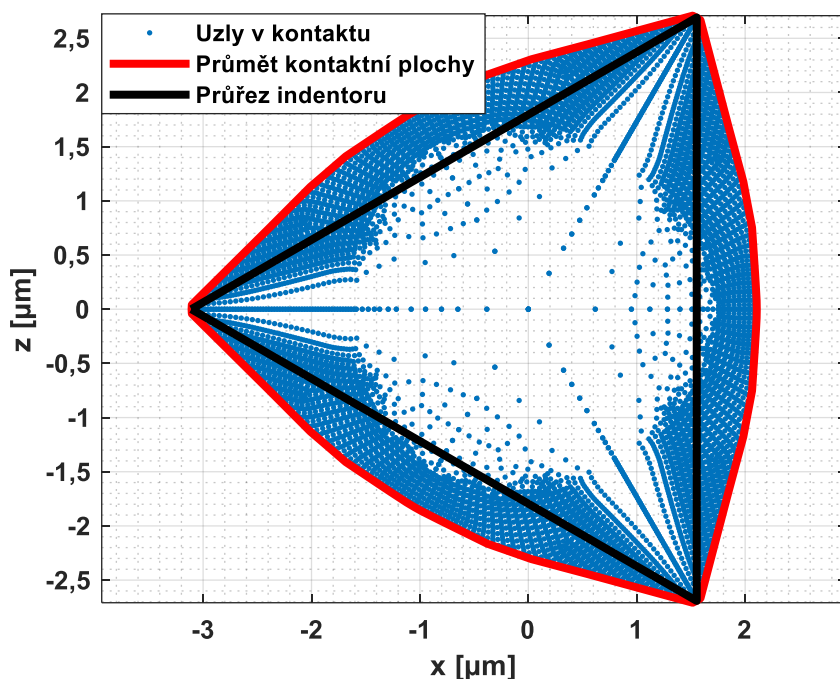


Obr. 5-4 Celková deformace v  $\mu\text{m}$  při maximálním zatížení pro výpočtový model s elasto-plastickým modelem materiálu bez zpevnění



Obr. 5-5 Zobrazení vzorku a indentoru v řezu pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu bez zpevnění

Podobně jako sink-in u lineárně-elastického materiálu i pile-up ovlivňuje velikost průmětu kontaktní plochy  $A_c$  a kontaktní hloubky  $h_c$ . Průmět kontaktní plochy se vlivem pile-upu zvětšuje. Jak moc je ovlivněna velikost průmětu je zobrazeno na obrázku 5-6, kde byl pro porovnání vykreslen i průřez indentoru v odpovídající výšce. Uprostřed plochy je velmi málo uzlů, což je způsobeno velkými prvky pod špičkou indentoru. Ve větší vzdálenosti od špičky indentoru byla již na vzorku výrazně jemnější síť, díky čemuž dokáže přesně vystihnout hranici kontaktní plochy a je možné pozorovat vliv pile-upu na průmět kontaktní plochy. Obrázek 5-6 odpovídá obrázku 3-6, který byl použit v kapitole 3.5, čímž se ověřuje jeho platnost.

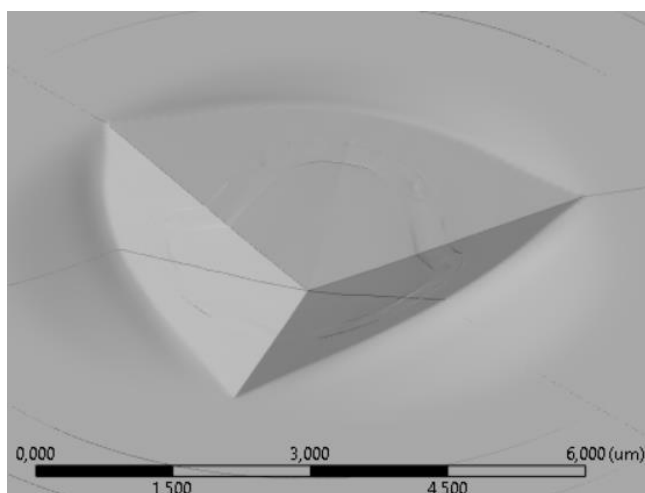


Obr. 5-6 Hranice průmětu kontaktní plochy vzorku pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu bez zpevnění

Velikost průmětu kontaktní plochy určená z numerického modelu pomocí postupu popsaného v předcházející kapitole byla  $18,2 \mu\text{m}^2$ . Průmět kontaktní plochy určený pomocí Oliver-Pharr analýzy byl roven  $11,99 \mu\text{m}^2$ . Rozdíl mezi průměty je větší než 50 %. Plocha trojúhelníku představujícího průřez indentoru na obrázku 5-6 je  $12,55 \mu\text{m}^2$ , což je blízké ploše určené podle Oliver-Pharr analýzy, která nepředpokládá vznik pile-upu a není tedy schopna určit korektní velikost průmětu kontaktní plochy.

Na velikost pile-upu a tedy i na velikost výsledného modulu pružnosti má významný vliv koeficient tření mezi vzorkem a indentorem [26]. V tomto případě byl kontakt zadán bez tření, čímž vzniká určitá nepřesnost. Určování vlivu koeficientu tření není cílem této práce, a protože u následujícího modelu, ve kterém je již uvažováno zpevnění, ke vniku pile-upu nedochází, tak nebude tření dále řešeno. Tento model byl vytvořen na ověření kapitoly 3.5, a protože Oliver-Pharr analýza není přizpůsobena k vyhodnocování materiálových charakteristik u materiálů vykazujících pile-up, nemá význam se zabývat určováním modulu pružnosti. Výsledky by navíc byly ovlivněny zanedbáním tření v kontaktu a velkými prvky pod hrotem indentoru.

U elasto-plastického materiálu po odlehčení již nedochází k navrácení vzorku do původní geometrie a ve vzorku zůstává vtisk. Jak již bylo zmíněno, v tomto případě je konečná hloubka vtisku 685 nanometrů. Vtisk, který zůstane ve vzorku je zobrazen na obrázku 5-7.



Obr. 5-7 Vtisk po úplném odlehčení u elasto-plastického modelu bez zpevnění

## 6 VÝPOČTOVÝ MODEL NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S ELASTO-PLASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU WOLFRAMU

Aby bylo možné co nejpřesněji modelovat nanoindentační zkoušku, je nutné použít model materiálu, který co nejlépe popisuje chování wolframu. Při plastické deformaci wolframu dochází k jeho zpevňování, a proto výpočtový model v kapitole 5 neodpovídá realitě. V této kapitole bude použit model s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu i s uvažováním deformačního zpevnění. U elasto-plastického výpočtového modelu bylo pro možnost porovnání ponecháno co nejvíce parametrů stejných, jako u předcházejících modelů.

### 6.1 Výpočtový model s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu s rozměry danými normou

Na první výpočet byly použity stejné rozměry jako u modelů v předešlých kapitolách. Výška vzorku byla zvolena jako 19  $\mu\text{m}$ , průměr vzorku jako 32  $\mu\text{m}$  a výška indentoru jako 7  $\mu\text{m}$ . Opět byl jeden výpočet proveden s diamantovým a druhý s dokonale tuhým indentorem.

#### 6.1.1 Materiál vzorku a indentoru

Jak již bylo zmíněno, u tohoto výpočtového modelu bylo uvažováno i zpevnění wolframu. Pro vzorek byl použit elasto-plastický model materiálu s modulem pružnosti 407 GPa a Poissonovým poměrem 0,28. Dále byl pro wolfram zadán model multilineárního izotropního zpevnění. Aby bylo možné tento model zadat, je nutné znát průběh tahové zkoušky odpovídajícího materiálu. Tato data bohužel nebyla k dispozici, a proto byla provedena rešerše a následné porovnání tahových zkoušek wolframu z různých zdrojů. Jako nejvhodnější řešení byla zvolena tahová zkouška podle článku [28], kde byla vykreslena závislost smluvního napětí na smluvním přetvoření. Oproti ostatním byl v tomto článku řešen čistý wolfram za pokojové teploty a průběh tahové zkoušky odpovídal modulu pružnosti 407 GPa, což je již dříve ověřená hodnota. Mez pevnosti byla také velmi podobná hodnotám z dříve použitých zdrojů. Do modelu materiálu se zadává skutečné napětí a skutečné plastické přetvoření. Smluvní hodnoty bylo tedy nutné přepočítat na skutečné podle následujících rovnic:

$$\sigma_{skutečné} = \sigma_{smluvní} \cdot (1 + \varepsilon_{smluvní}) \quad (28)$$

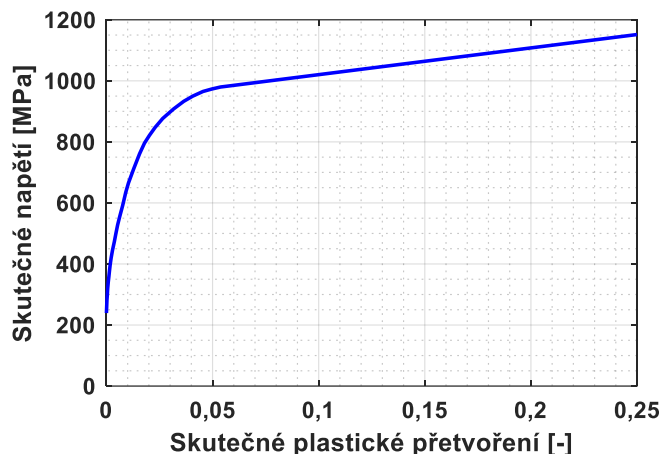
$$\varepsilon_{skutečné} = \ln(1 + \varepsilon_{smluvní}) \quad (29)$$

Od skutečného přetvoření bylo před zadáním do Ansysu ještě nutné odečíst elastickou složku přetvoření podle rovnice:

$$\varepsilon_{plastické} = \varepsilon_{skutečné} - \frac{\sigma_{skutečné}}{E} \quad (30)$$

Za modul pružnosti bylo v rovnici (30) dosaženo 407 GPa. Tyto rovnice byly použity pouze do meze pevnosti, a následující průběh byl nahrazen tečnou ke křivce skutečného napětí v místě těsně před mezí pevnosti (obr. 6-1). Tímto zjednodušením bylo určeno skutečné napětí a skutečné plastické přetvoření, které bylo následně zadáno do Ansysu. Tečna byla vykreslena a zadána do Ansysu až do přetvoření 50 %, což je výrazně víc, než jakého bylo při výpočtu dosaženo.

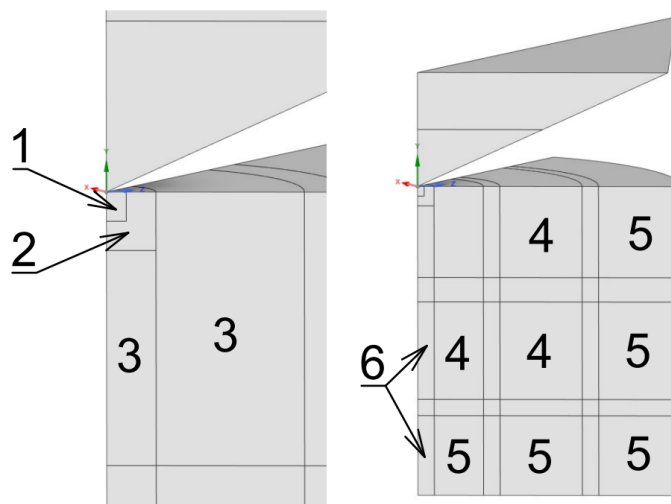
Pro diamantový indentor byl opět použit elastický izotropní model materiálu s modulem pružnosti 1050 GPa a Poissonovým poměrem 0,2, protože diamant je křehký a nedochází u něho k plastické deformaci.



Obr. 6-1 Závislost skutečného napětí na skutečném plastickém přetvoření

## 6.1.2 Síť konečných prvků

Podobně jako u elasto-plastického modelu bez zpevnění i u tohoto modelu docházelo k deformaci prvků pod špičkou indentoru. Proto bylo nutné v tomto místě vytvořit dostatečně velké prvky, což nepříznivě ovlivňuje přesnost výsledků, které ale z důvodu singularity pod dokonale ostrým indentorem v této oblasti neodpovídají realitě. Aby to bylo možné, tak byl vzorek opět rozdělen na několik částí (obr. 6-2).



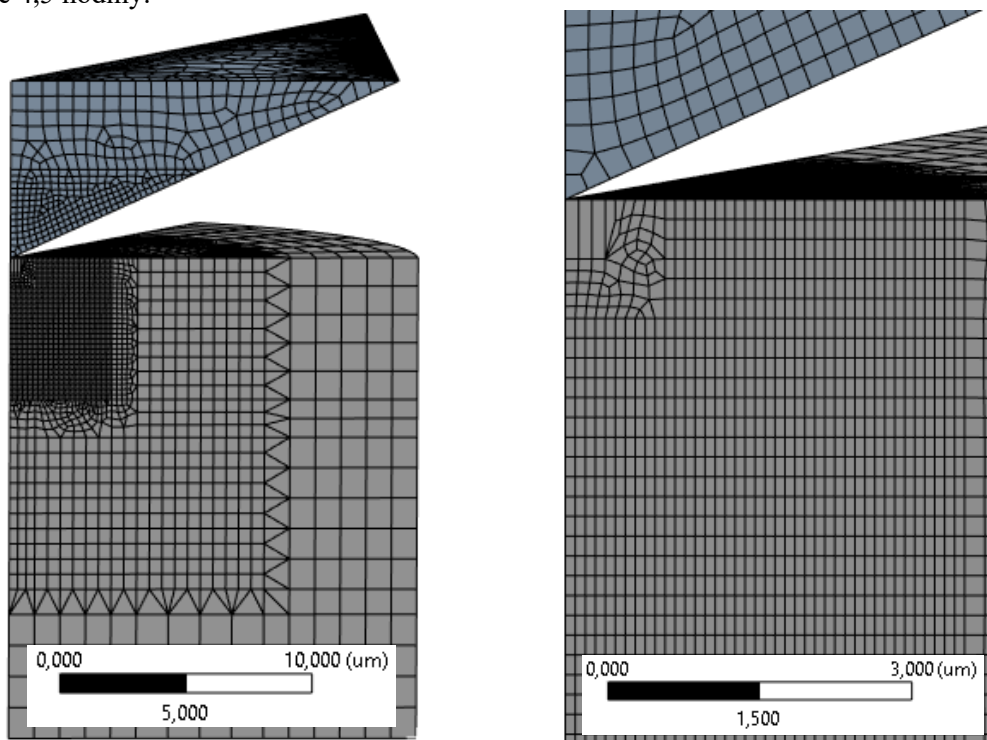
Obr. 6-2 Rozdělení vzorku a indentoru na několik částí

Část tělesa označená jako 1 na obrázku 6-2 má výšku 600 nm a poloměr 400 nm. Výška prvků na této části odpovídá její výšce. Horizontální hrana byla rozdělena na tři prvky a oblouková hrana byla rozdělena na 4 prvky. Rozměry prvků pod špičkou indentoru jsou menší než u předcházejícího modelu, protože díky zpevnění nedochází k tak velké distorzi (obr 6-4).

Na částech tělesa 3 na obrázku 6-2 byla vytvořena jemná síť. Na horizontální hrany byla předepsána velikost prvků 100 nm, na vertikální hrany 200 nm a na obloukové hrany 100 nm. Na horní a spodní plochy obou těles byla předepsána velikost prvků 100 nm. Část tělesa 2 na obrázku 6-2 slouží k přechodu od větších k menším prvkům. Na její horní plochu byla předepsána velikost prvků 100 nm a na boční plochy 150 nm. Dále na tuto část tělesa byla zadána metoda na vytvoření hexaedrické sítě. Na částech tělesa označených jako 4 na obrázku 6-2 byla na horizontální hrany předepsána velikost prvků 0,5  $\mu\text{m}$ , na vertikální hrany 0,6  $\mu\text{m}$  a na obloukové hrany 0,5  $\mu\text{m}$ . U částí tělesa označených jako 5 byla vytvořena již poměrně hrubá síť. Na označených tělesech byla opět vytvořena mapovaná hexaedrická síť a u přechodových těles tetraedrální nebo nepravidelná hexaedrická síť. Na částech tělesa označených jako 6 byla vytvořena mapovaná hexaedrická síť s velikostí prvků odpovídající vedlejším tělesům.

Indentor byl opět v případě výpočtového modelu s diamantovým indentorem rozdělen na dvě části. Na plochy i hrany spodní části indentoru byla předepsána velikost prvků 250 nm. Na hrany společné pro obě části byla předepsána velikost 400 nm a na plochy horní části byla předepsána velikost 600 nm. U modelu s dokonale tuhým indentorem byly vytvořeny prvky pouze na ploše, která je v kontaktu. Na tuto plochu byla zadána velikost prvků 250 nm.

Vytvořená síť konečných prvků je zobrazena na obrázku 6-3. U výpočtového modelu s diamantovým indentorem byla síť tvořena přibližně 57 000 prvky a 200 000 uzly. U výpočtového modelu s dokonale tuhým indentorem byla síť tvořena přibližně 52 000 prvky a 185 000 uzly. Výpočet trval přibližně 4,5 hodiny.



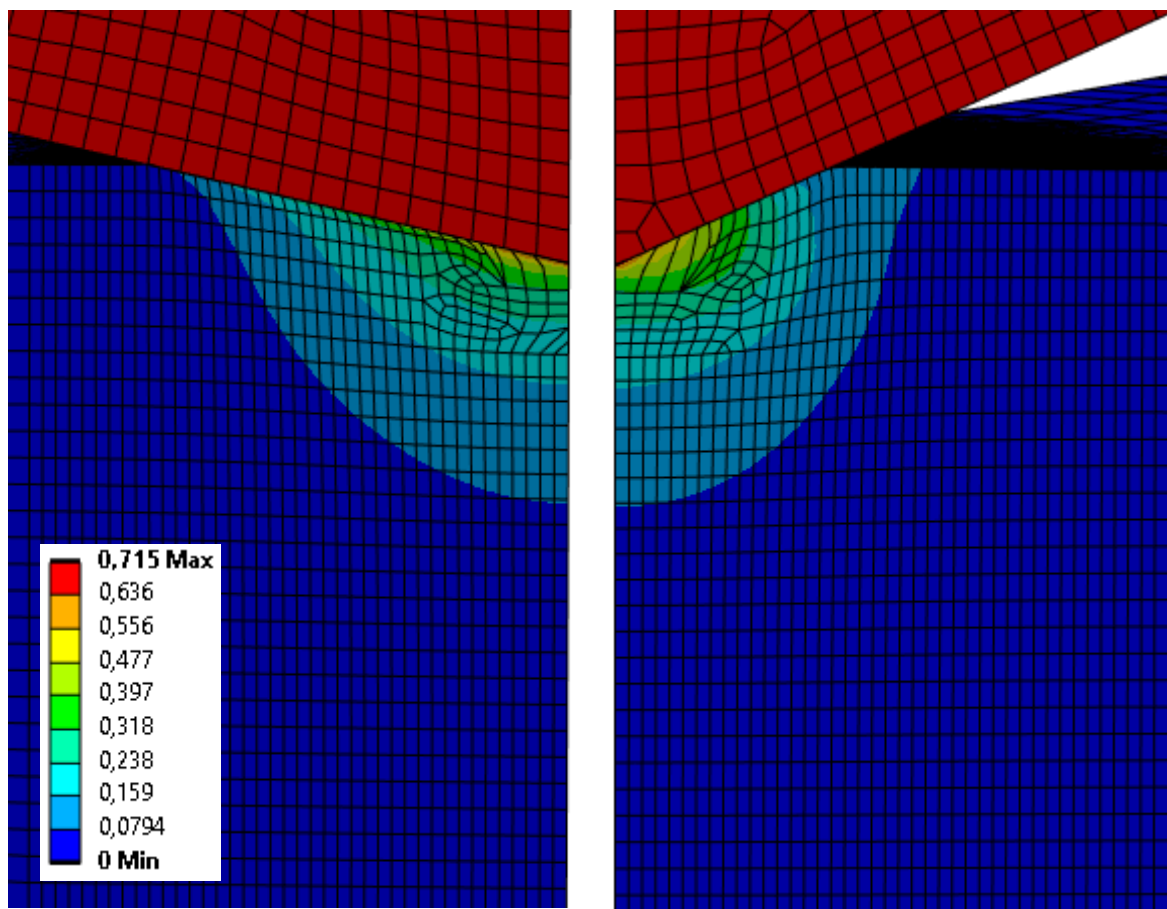
Obr. 6-3 Síť konečných prvků u modelu s elasto-plastickým modelem materiálu s diamantovým indentorem (nalevo) a detail sítě (napravo)

### 6.1.3 Okrajové podmínky a kontakt

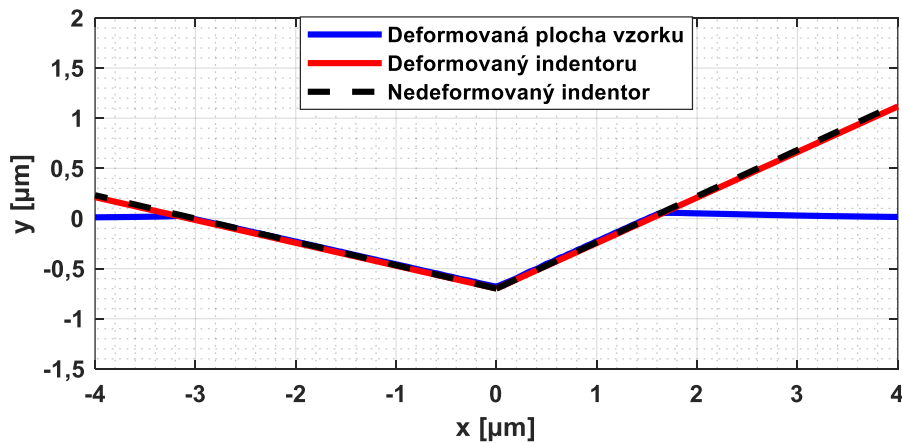
Okrajové podmínky i kontakt byly zadány stejně jako u předcházejícího modelu. Faktor penetrace byl u tohoto modelu nastaven na 0,05. Při analýze výsledků bylo zjištěno, že výsledný modul pružnosti je ovlivněn velikostí penetrace. V kapitole 6.3 byla provedena citlivostní analýza vlivu faktoru penetrace na výsledný modul pružnosti a na jejím základě bylo toto ovlivnění minimalizováno.

### 6.1.4 Výsledky získané z výpočtového modelu nanoindentační zkoušky s elasto-plastickým modelem materiálu wolframu a s rozměry danými normou

Na obrázku 6-4 byla vykreslena celková deformace při maximálním zatížení. Deformace prvků pod špičkou indentoru byla výrazně menší než u výpočtového modelu bez zpevnění (obr. 5-4), ale i tak bylo nutné v tomto místě vytvořit relativně velké prvky. Podle legendy deformace a indentoru vykresleného červenou barvou je zřejmé, že nedošlo k jeho výrazné deformaci. Pro ověření byl vykreslen řez při maximálním zatížení (obr. 6-5), který tento poznatek ověřuje. Na obrázku 6-5 lze také pozorovat, jak se deformovala plocha vzorku při vtačování indentoru.



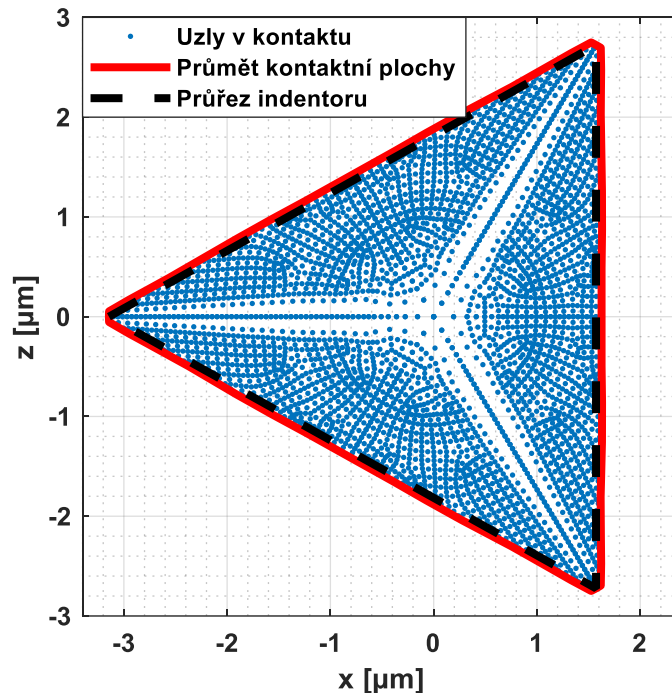
Obr. 6-4 Celková deformace v  $\mu\text{m}$  při maximálním zatížení pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu s uvažováním zpevnění (vlevo pod hranou a vpravo pod středem stěny)



Obr. 6-5 Řez vzorku a indentoru při maximálním zatížení

Jak bylo zmíněno v kapitole 3.5, u elasto-plastických materiálů vykazujících zpevnění  $\eta = 10\sigma_y$ , již nedochází k vytváření pile-upu i při vysokém poměru  $h_f/h_{max}$ . Ve článku [6] byl použit bilineární model zpevnění (obr. 3-9). Aby bylo možné porovnat míru zpevnění použitého materiálu s modelem materiálu ve článku, tak byla použita pouze část nahrazená tečnou. Míra zpevnění pro použitý materiál je přibližně  $\eta = 10,62\sigma_y$ , což téměř odpovídá modelu materiálu ze článku. Díky zpevnění tedy nedochází k vytvoření pile-upu (obr. 6-5).

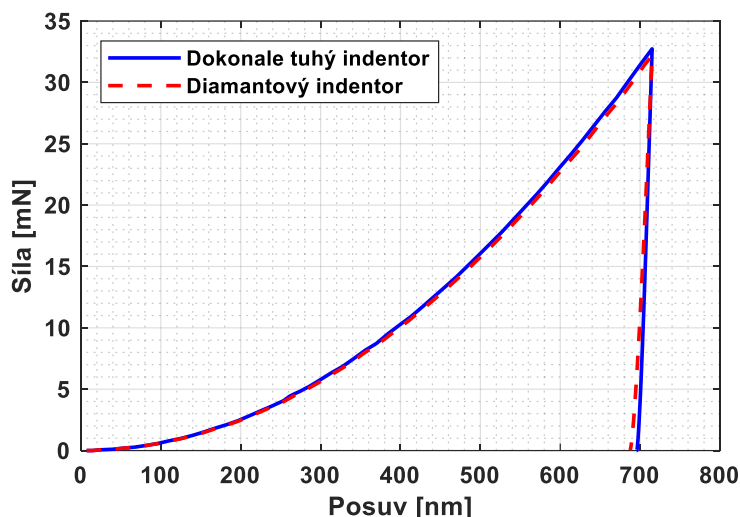
Průmět kontaktní plochy je ovlivněn i propadnutím plochy vzorku, což podle obrázku 3-8 u materiálů se zpevněním může nastat při malém poměru  $h_f/h_{max}$ . U modelu s diamantovým indentorem byla konečná hloubka vtisku 686,7 nanometrů a poměr byl roven 0,96. Hodnota poměru je tedy dostatečně vysoká a u tohoto výpočtového modelu nedošlo ani k sink-inu. Díky tomu je průmět kontaktní plochy téměř stejný jako průřez indentoru v odpovídající výšce (obr. 6-6). Obrázek byl vykreslen pomocí postupu popsaného v kapitole 4.6.



Obr. 6-6 Hranice průmětu kontaktní plochy vzorku pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu se zpevněním



Velikost průmětu kontaktní plochy určená přímo z numerického modelu byla díky minimální deformaci diamantového indentoru téměř stejná pro oba výpočtové modely. U diamantového indentoru byla zjištěna hodnota  $A_{cD\_num} = 13,71 \mu\text{m}^2$  a u dokonale tuhého indentoru  $A_{cT\_num} = 13,95 \mu\text{m}^2$ . Rozdíl mezi průměty je menší než 2 %. Porovnáním indentačních křivek (obr. 6-7) bylo zjištěno, že i maximální hodnoty zatížení jsou velmi podobné. Rozdíl ve tvaru křivek je viditelný u odlehčovací části, kde data určená z modelu s diamantovým indentorem mají menší sklon.



Obr. 6-7 Porovnání indentačních křivek pro diamantový a dokonale tuhý indentor

Proložení první poloviny odlehčovací křivky rovnicí (1) byly pro oba modely určeny parametry  $\alpha$  a  $m$ . U elasto-plastického materiálu je i konečná hloubka vtisku  $h_f$  parametrem, který je nutné určit pomocí proložení. Z takto zjištěných parametrů byla pak podle rovnice (2) vypočítána kontaktní tuhost. Hodnoty všech parametrů, kontaktní tuhosti a maximálního zatížení pro oba modely jsou v následující tabulce.

Tab. 6-1 Hodnoty určené z indentačních křivek výpočtových modelů s elasto-plastickým modelem materiálu

Indentor	$\alpha$ [mN/nm <sup>m</sup> ]	$m$ [-]	$h_f$ [nm]	$S$ [mN/nm]	$F$ [mN]
Diamantový	0,769	1,166	686,7	1,533	33,35
Dokonale tuhý	1,513	1,094	695,4	2,162	33,90

Kontaktní tuhost u dokonale tuhého indentoru vyšla vyšší než u diamantového, jak bylo předpokládáno podle obrázku 6-7. Pro stanovení průmětu kontaktní plochy pomocí Oliver-Pharr analýzy je dále nutné vypočítat hodnotu geometrického parametru  $\varepsilon$  podle rovnice (9). Jelikož byly zjištěny pro jednotlivé modely různé hodnoty parametru  $m$ , tak i parametr  $\varepsilon$  bude nabývat různých hodnot. Pro diamantový indentor byla vypočítána hodnota  $\varepsilon_D = 0,802$  a pro dokonale tuhý  $\varepsilon_T = 0,833$ . Podle rovnice (6) byly pak vypočítány kontaktní hloubky pro oba modely:

$$h_{cD} = h_{max} - \varepsilon_D \cdot \frac{F_{maxD}}{S_D} = 715 - 0,802 \cdot \frac{33,35}{1,53} = 697,6 \text{ nm} \quad (31)$$

$$h_{cT} = h_{max} - \varepsilon_T \cdot \frac{F_{maxT}}{S_T} = 715 - 0,833 \cdot \frac{33,9}{2,16} = 701,9 \text{ nm} \quad (32)$$

Velikosti průmětů kontaktních ploch byly následně vypočítány podle rovnice (13) jako  $A_{cD\_OP} = 11,92 \mu\text{m}^2$  a  $A_{cT\_OP} = 12,07 \mu\text{m}^2$ . U takto určených průmětů je rozdíl mezi jednotlivými modely ještě menší.

Posledním členem z rovnice na určení efektivního modulu pružnosti (5), který ještě nebyl stanoven, je korekční faktor  $\beta$ . Co se týče korekce rozdílné tuhosti způsobené odlišnou geometrií Berkovičova a kuželového indentoru, tak byla opět použita novější hodnota  $\beta_{Ivarová} = 1,058$ , určená podle J. J. Vlassaka a W. D. Nix [12]. Korekce radiálních posuvů se vypočítá podle rovnice (10), ve které je jediným parametrem Poissonův poměr. U elasto-plastického modelu materiálu byla použita stejná hodnota Poissonova poměru jako u elastického modelu materiálu, z čehož vyplývá i stejná hodnota korekčního faktoru radiálních posuvů, tedy  $\beta_{radiální} = 1,071$ . Na rozdíl od výpočtového modelu s elastickým modelem materiálu, kde byla  $\beta_{radiální}$  použita při výpočtu s oběma určenými průřezy, se u tohoto výpočtového modelu použije pouze u průřezu získaného z Oliver-Pharr analýzy. U průřezu plochy získaného přímo z numerického modelu jsou při použití elasto-plastického modelu materiálu radiální posuvy již zahrnuty.

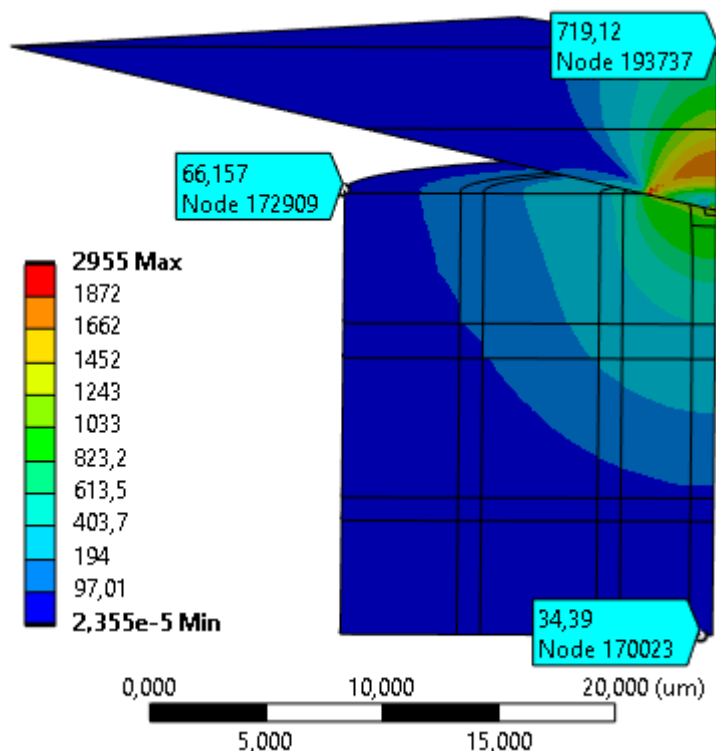
Pomocí rovnice (5) byly určeny efektivní moduly pružnosti a pomocí rovnic (4) a (27) byly určeny moduly pružnosti wolframu pro jednotlivé výpočtové modely. Hodnoty modulů a rozdílů oproti cílené hodnotě 407 GPa jsou zapsány v tabulce 6-2.

Tab. 6-2 Moduly pružnosti vypočítané z modelů s rozměry danými normou

Indentor	Způsob určení průmětu plochy	Efektivní modul pružnosti [GPa]	Modul pružnosti wolframu [GPa]	Rozdíl oproti hodnotě 407 GPa [%]
<b>Diamantový indentor</b>	Z numerického modelu	346,9	468,2	15,04
	Pomocí O-P analýzy	347,3	469,0	15,23
<b>Dokonale tuhý indentor</b>	Z numerického modelu	484,8	446,8	9,78
	Pomocí O-P analýzy	486,6	448,5	10,20

Vypočítané moduly pružnosti jsou výrazně vyšší, než byl zadaný modul pružnosti. Jelikož byl použit model materiálu odpovídající skutečnému wolframu, tak bylo předpokládáno výrazně přesnější řešení. Při analýze výsledků bylo zjištěno, že napětí na okrajích vzorku a horní straně indentoru jsou relativně vysoká. Na obrázku 6-8 je vykresleno redukované napětí podle podmínky HMH při maximálním zatížení pro výpočtový model s diamantovým indentorem. Na spodní straně vzorku je hodnota napětí 34,4 MPa, a na horním okraji vzorku 66,2 MPa. Velmi vysoké napětí je na horní straně indentoru přímo nad místem vtisku, a to 719,1 MPa. To je pravděpodobně důvod, proč moduly pružnosti získané z výpočtového modelu s dokonale tuhým indentorem vyšly přesněji, protože napětí na indentoru je u tohoto modelu nulové. Hodnoty napětí na okrajích vzorku u modelu s dokonale tuhým indentorem byly téměř stejné jako u modelu s diamantovým indentorem.

Jak již bylo zmíněno, Oliver-Pharr analýza byla odvozena ze Sneddonova řešení kontaktu, který předpokládá indentaci elastického poloprostoru. Aby byl tento předpoklad dodržen, tak by napětí na okrajích vzorku muselo být nulové, což by znamenalo nekonečně velké rozměry. V následující kapitole byla provedena citlivostní analýza vlivu velikosti vzorku a indentoru na výsledný modul pružnosti.



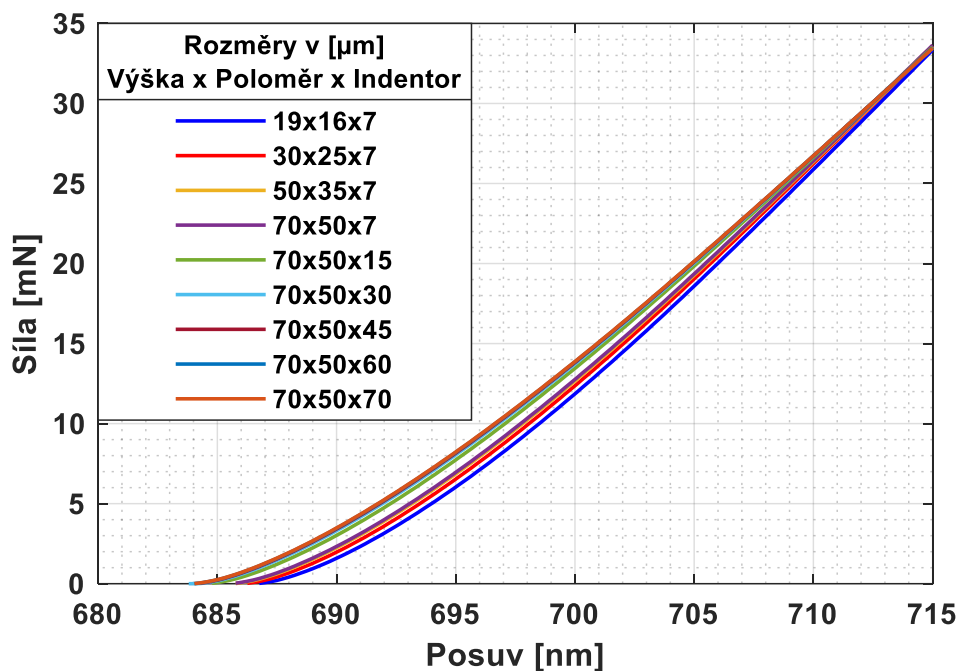
Obr. 6-8 Hodnoty redukovaného napětí v MPa u modelu s rozměry danými normou

## 6.2 Citlivostní analýza vlivu rozměrů vzorku a indentoru na výsledný modul pružnosti

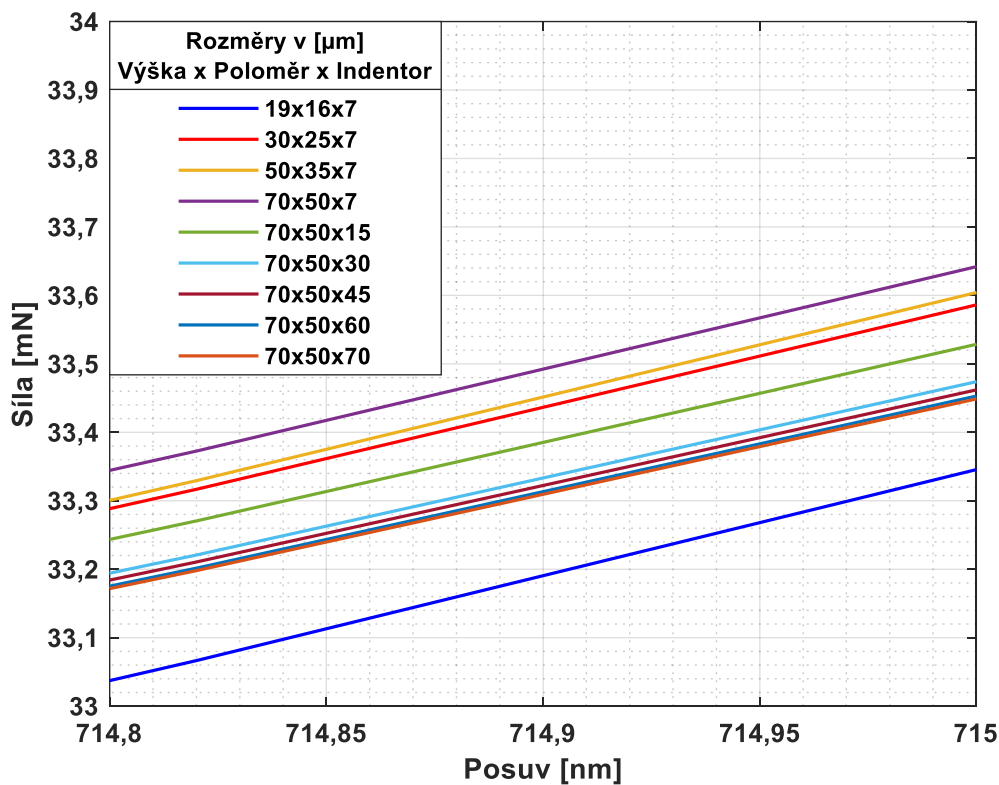
Na citlivostní analýzu bylo vytvořeno 8 výpočtových modelů s postupně se zvětšujícími rozměry. Při analýze byly použity modely s diamantovým indentorem, aby bylo možné ověřit i vliv velikosti indentoru. V první fázi byla zvětšována výška a průměr vzorku při zachování stejné velikosti indentoru. Tímto způsobem byly zjištěny dostatečně velké rozměry vzorku. Výška vzorku byla určena jako 70  $\mu\text{m}$  a průměr 100  $\mu\text{m}$ . Rozdíl mezi modulem pružnosti určeným z výpočtového modelu s těmito rozměry a z modelu s výškou vzorku 50  $\mu\text{m}$  a průměrem 70  $\mu\text{m}$  byl menší než 0,5 %. Moduly pružnosti určené z modelů s rozdílnými velikostmi vzorku jsou v tabulce 6-3.

Ve druhé fázi byla zvětšována velikost indentoru při použití dostatečně velkých rozměrů vzorku. Dostatečně velká výška indentoru byla určena jako 70  $\mu\text{m}$ , což odpovídá téměř stonásobku indentační hloubky a desetinásobku použité výšky v prvním výpočtu. Rozdíl vypočítaného modulu pružnosti oproti výpočtovému modelu s výškou indentoru 60  $\mu\text{m}$  byl menší než 0,2 %. Moduly pružnosti určené z modelů s rozdílnými velikostmi indentoru jsou v tabulce 6-4.

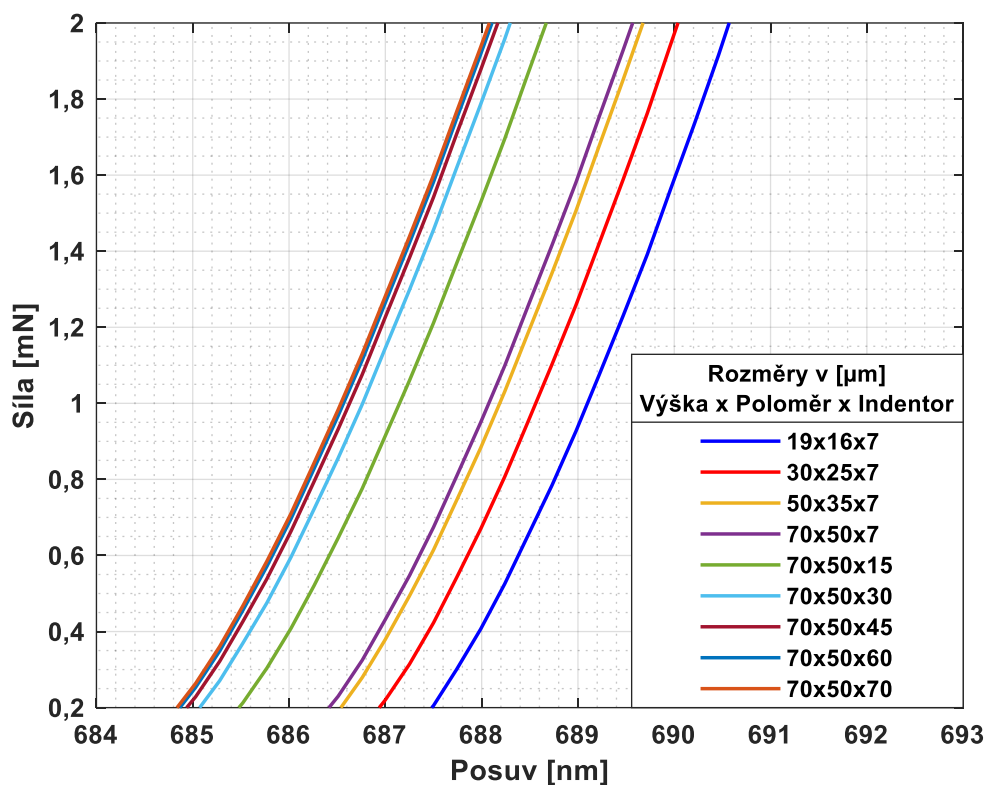
Na obrázku 6-9 jsou vykresleny odlehčovací křivky pro všechny použité modely i pro model s původními rozměry. Z obrázku je zřejmé, že se při změně rozměrů mění tvar křivky. Pro lepší porovnání byly vykresleny i detaily. Na obrázku 6-10 je detail z počátku odlehčování a na obrázku 6-11 je detail z téměř odlehčeného stavu.



Obr. 6-9 Odlehčovací křivky určené ze všech modelů použitých v citlivostní analýze rozměrů



Obr. 6-10 Detail odlehčovacích křivek na začátku odlehčování



Obr. 6-11 Detail odlehčovacích křivek v téměř odlehčeném stavu

Při analýze výsledků bylo zjištěno, že při zvětšování rozměrů vzorku roste maximální styková síla. Naproti tomu při zvětšování velikosti indentoru maximální zatížení klesá. Tento úkaz lze vidět na detailu odlehčovacích křivek na obrázku 6-10, kde křivky nejsou seřazeny podle rostoucí velikosti geometrie. Na obrázku 6-11, kde je zobrazen téměř odlehčený stav, jsou ale křivky seřazeny. Je to způsobeno tím, že při zvětšování rozměrů klesá kontaktní tuhost, a tedy i sklon odlehčovacích křivek, které se v průběhu odlehčování v určitém místě protínají.

Při určování průmětu kontaktní plochy z numerického modelu bylo důležité vytvořit u jednotlivých modelů stejnou síť konečných prvků v místě kontaktu. Při zvětšování se měnila síť pouze v okrajových částech tělesa vzorku (označených jako 5 na obrázku 6-2). Indentor byl při zvětšování dělen na více částí, aby tak rychle nerostl počet použitých prvků. Velikost prvků na spodní části indentoru byla zachována u všech výpočtových modelů. U největšího modelu byla síť tvořena přibližně 100 000 prvky a 371 000 uzly. Výpočet trval přibližně 8 hodin, což je téměř dvakrát více než u výpočtového modelu s původními rozměry.

Průmět kontaktní plochy určený z numerického modelu při zvětšování rozměrů vzorku rostl a při zvětšování indentoru se již téměř neměnil. Průmět plochy určený pomocí Oliver-Pharr analýzy je přímo úměrný kontaktní hloubce, která se při zvětšování vzorku i indentoru snižovala.

Tab. 6-3 Hodnoty zjištěné při citlivostní analýze vlivu rozměrů vzorku na modul pružnosti

<b>Rozměry: výška/poloměr/výška indentoru [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	<b>19x16x7</b>	<b>30x25x7</b>	<b>50x35x7</b>	<b>70x50x7</b>
<b>Maximální zatížení [mN]</b>	33,35	33,58	33,60	33,64
<b>Kontaktní tuhost [mN/nm]</b>	1,533	1,512	1,482	1,479
<b>Průmět plochy určený z num. modelu <math>A_{c\_num}</math> [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	13,71	13,73	13,74	13,74
<b>Efektivní modul pružnosti určený z <math>A_{c\_num}</math> [GPa]</b>	346,9	340,8	334,8	334,2
<b>Modul pružnosti určený z <math>A_{c\_num}</math> [GPa]</b>	468,2	456,2	444,7	443,5
<b>Kontaktní hloubka [nm]</b>	697,6	697,2	696,7	696,7
<b>Průmět plochy určený pomocí O-P analýzy <math>A_{c\_OP}</math> [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	11,92	11,91	11,89	11,89
<b>Efektivní modul pružnosti určený z <math>A_{c\_OP}</math> [GPa]</b>	347,3	342,7	336,1	335,5
<b>Modul pružnosti určený z <math>A_{c\_OP}</math> [GPa]</b>	469,0	459,9	447,1	446,1

Efektivní moduly pružnosti, a tedy i výsledné moduly pružnosti se při zvětšování rozměrů vzorku i indentoru snižovaly. To platí pro moduly určené s použitím průmětu kontaktní plochy určeného přímo z numerického modelu i pomocí Oliver-Pharr analýzy. Rozdíl mezi výslednými moduly pružnosti získanými jednotlivými přístupy je velmi malý. Pro model s dostatečně velkými rozměry je rozdíl menší než 1 %. Použitá hodnota  $\beta_{radiální} = 1,071$  tedy dobře koriguje výsledky získané pomocí Oliver-Pharr analýzy.

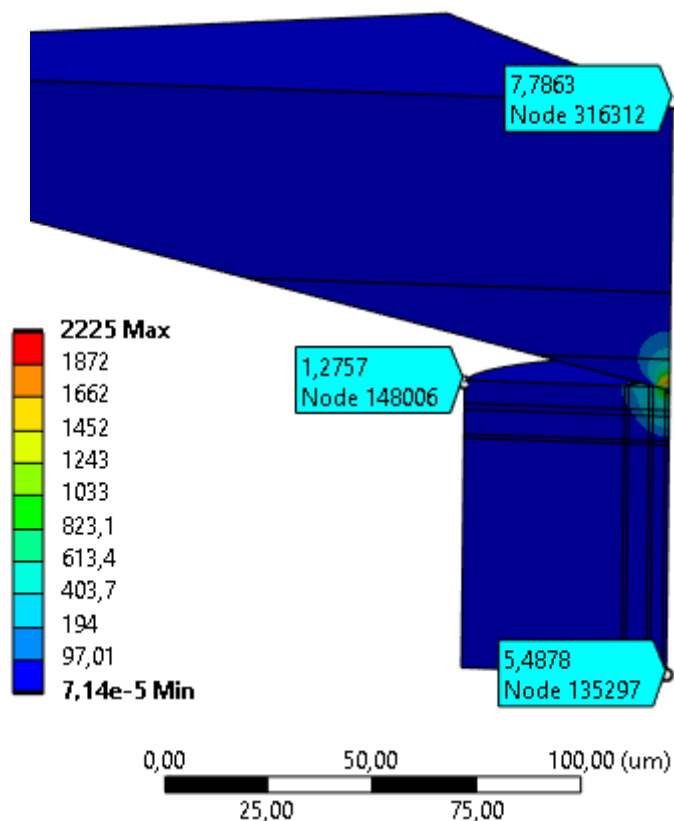
Tab. 6-4 Hodnoty zjištěné při citlivostní analýze vlivu rozměrů indentoru na modul pružnosti

<b>Rozměry: výška/poloměr/výška indentoru [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	<b>70x50x15</b>	<b>70x50x30</b>	<b>70x50x45</b>	<b>70x50x60</b>	<b>70x50x70</b>
<b>Maximální zatížení [mN]</b>	33,53	33,47	33,46	33,45	33,45
<b>Kontaktní tuhost [mN/nm]</b>	1,411	1,382	1,373	1,369	1,367
<b>Průmět plochy určený z num. modelu <math>A_{c\_num}</math> [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	13,74	13,74	13,74	13,74	13,74
<b>Efektivní modul pružnosti určený z <math>A_{c\_num}</math> [GPa]</b>	318,7	312,3	310,3	309,3	308,9
<b>Modul pružnosti určený z <math>A_{c\_num}</math> [GPa]</b>	414,5	402,8	399,2	397,5	396,7
<b>Kontaktní hloubka [nm]</b>	695,7	695,2	695,1	695,0	695,0
<b>Průmět plochy určený z O-P analýzy <math>A_{c\_OP}</math> [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	11,86	11,84	11,84	11,84	11,83
<b>Efektivní modul pružnosti určený z <math>A_{c\_OP}</math> [GPa]</b>	320,4	314,1	312,2	311,2	310,8
<b>Modul pružnosti určený z <math>A_{c\_OP}</math> [GPa]</b>	417,6	406,1	402,6	400,9	400,1

Moduly pružnosti určené z výpočtového modelu s dostatečně velkými rozměry jsou 396,7 GPa při použití průmětu kontaktní plochy určeného z numerického modelu a 400,1 GPa při použití průmětu plochy určeného z Oliver-Pharr analýzy. Rozdíl od cílené hodnoty 407 GPa je v obou případech menší než 3 %. Přesnost výsledků je dále ovlivněna velikostí zadaného faktoru penetrace, na který byla provedena citlivostní analýza v kapitole 6.4.

Při vykreslení redukovaného napětí podle podmínky HMM u výpočtového modelu s dostatečně velkými rozměry byly zjištěny hodnoty zobrazené na obrázku 6-12. Došlo k výraznému snížení hodnot v odpovídajících místech, nicméně nebylo dosaženo nulových hodnot. Dalším zvětšováním by tedy bylo možné ještě více zpřesnit výsledky, ale vzhledem k velmi malým změnám výsledného modulu pružnosti a rostoucímu výpočtovému času z důvodu přibývajícího počtu prvků byly rozměry 70x50x70 (výška vzorku/poloměr vzorku/výška indentoru) určeny jako dostatečně velké.

O citlivostní analýze vlivu rozměrů vzorku a indentoru na výsledný modul pružnosti byl publikován článek ve sborníku z konference Engineering Mechanics 2023 pořádané v Milovech, viz [29].

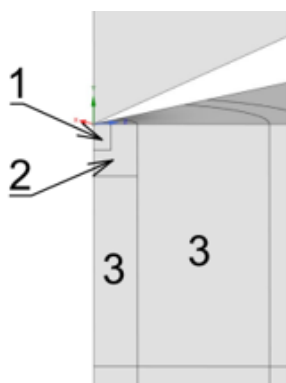


Obr. 6-12 Redukované napětí v MPa při maximálním zatížení pro výpočtový model s dostatečně velkými rozměry (legenda byla nastavena stejně jako na obrázku 6-8, s výjimkou maximálních hodnot)

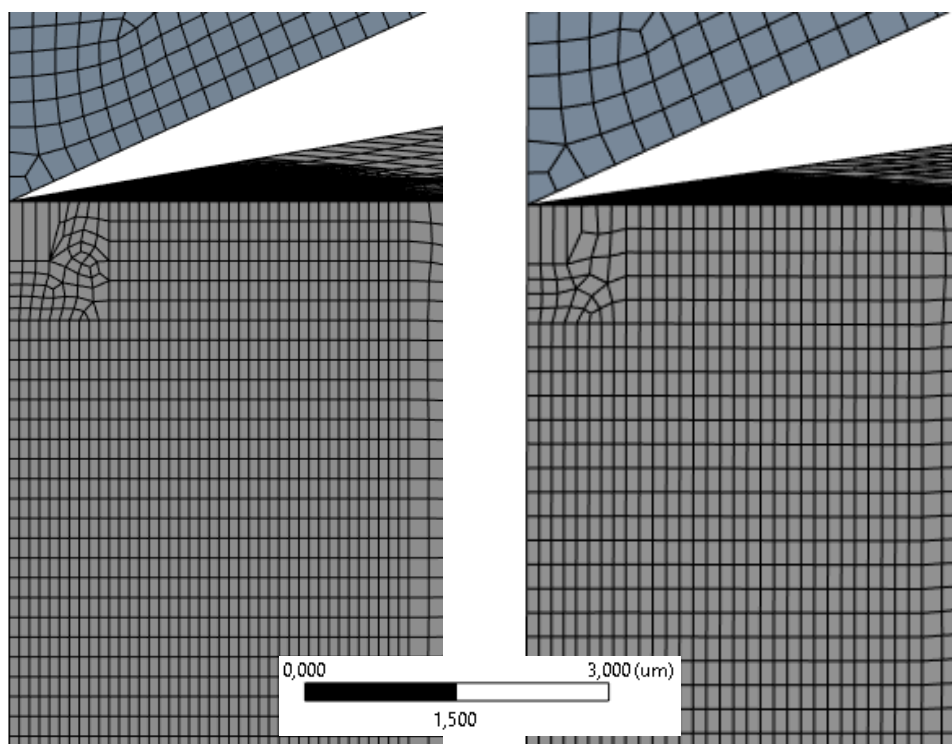


### 6.3 Ověření kvality sítě konečných prvků výpočtového modelu nanoindentační zkoušky

Pro výpočtový model s dostatečně velkými rozměry bylo provedeno ověření kvality sítě, vytvořením dalšího výpočtového modelu s většími prvky. Na vzorku byla měněna velikost prvků pouze na částech tělesa 2 a 3 na obrázku 6-13 a na indentoru pouze na části nejbližší kontaktu. Na horizontálních hranách částí tělesa 3 na obrázku 6-13 byla velikost prvků zvětšena ze 100 nm na 140 nm, na vertikálních hranách ze 200 nm na 250 nm a na obloukových hranách ze 100 nm na 150 nm. Na bočních stranách částí tělesa 2 na obrázku 6-13 byla zvětšena velikost prvků ze 150 nm na 180 nm a na horní ploše ze 100 nm na 140 nm. Na indentoru byla změněna velikost prvků na hranách i plochách ze 250 nm na 300 nm. Porovnání upravené a původní sítě je na obrázku 6-14. Zvětšením prvků se snížil počet uzlů přibližně o 50 tisíc.

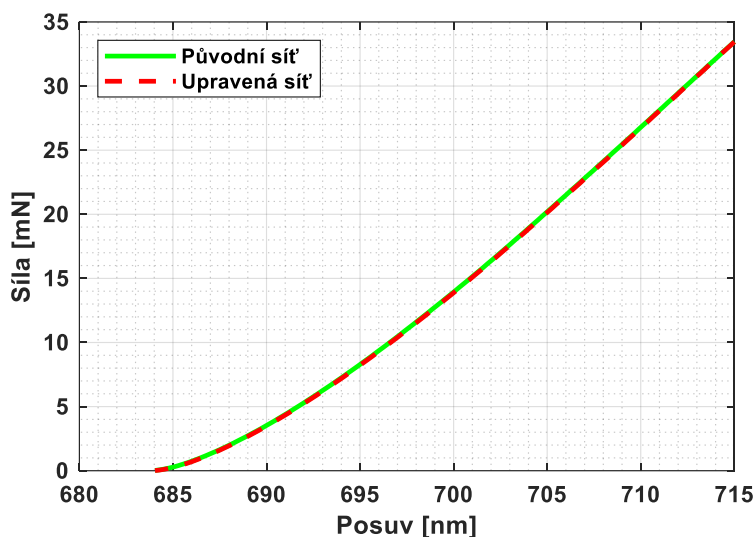


Obr. 6-13 Detail rozdělení vzorku a indentoru na více částí



Obr. 6-14 Porovnání původní a upravené sítě u modelu sloužícího k ověření sítě

Odlehčovací křivky určené z jednotlivých modelů s odlišnou sítí jsou téměř totožné (obr. 6-15). Z toho vyplývá i velmi podobná hodnota kontaktní tuhosti, která se při zvětšení prvků snížila z 1,367 mN/nm na 1,362 mN/nm. Největší rozdíl byl v průmětu kontaktní plochy určeném přímo z numerického modelu, kde se hodnota snížila z 13,74  $\mu\text{m}^2$  na 13,67  $\mu\text{m}^2$ , což je způsobeno různým počtem prvků na horní ploše vzorku. Modul pružnosti určený při použití průmětu plochy učeného přímo z numerického modelu se změnil z 396,7 GPa na 396,1 GPa a modul pružnosti určený při použití průmětu plochy určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy se změnil z 400,1 GPa na 398,2 GPa. Rozdíl ve výsledcích je menší než 0,5 %, čímž se ověřuje dostatečná kvalita sítě konečných prvků popsaná v kapitole 6.1.2.



Obr. 6-15 Porovnání odlehčovacích křivek pro jednotlivé modely s odlišnou sítí

## 6.4 Citlivostní analýza vlivu faktoru penetrace na výsledný modul pružnosti

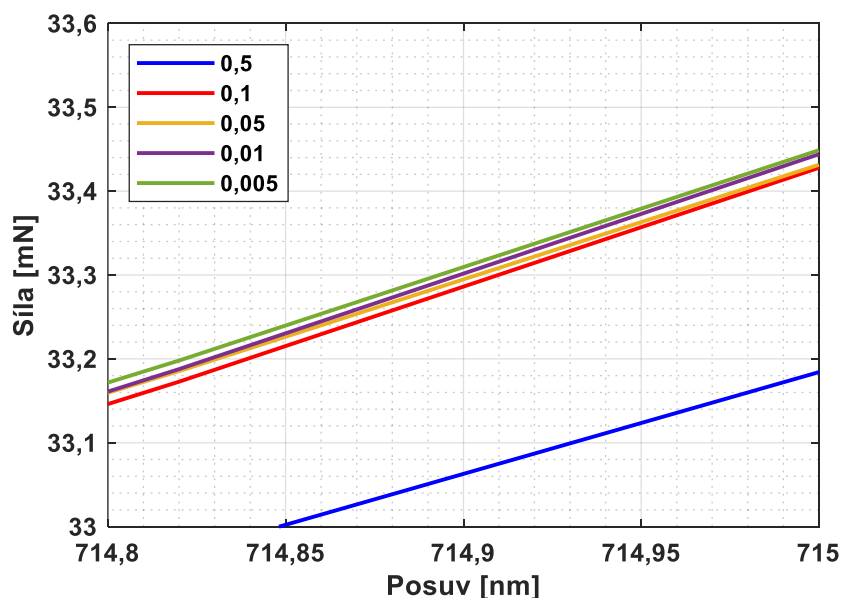
Při analýze výsledků bylo dále zjištěno, že hodnota určeného modulu pružnosti je závislá na velikosti penetrace v kontaktu. Proto byla provedena citlivostní analýza, při které byl měněn faktor penetrace kontaktu. To bylo možné díky použité formulaci kontaktu „Augmented Lagrange“. Byly provedeny čtyři výpočty s hodnotami faktoru 0,5; 0,1; 0,01 a 0,005. Pro hodnotu 0,05 byl již proveden výpočet v kapitole 6.2. Velikost vzorku a indentoru vycházela z citlivostní analýzy, tedy výška vzorku 70  $\mu\text{m}$ , průměr vzorku 100  $\mu\text{m}$  a výška indentoru 70  $\mu\text{m}$ . Výpočty byly provedeny s diamantovým indentorem. Vypočítané hodnoty jsou zapsány v tabulce 6-5. Pro jednotlivé modely byly vykresleny indentační křivky (obr. 6-16). Jedná se o detail z počátku odlehčování, který je z hlediska určování kontaktní tuhosti nejdůležitější.

Tab. 6-5 Hodnoty získané při citlivostní analýze vlivu faktoru penetrace na výsledný modul pružnosti

Faktor penetrace [ - ]	0,5	0,1	0,05	0,01	0,005
<b>Velikost penetrace při maximálním zatížení [nm]</b>	3,8	0,82	0,41	$8,1 \cdot 10^{-2}$	$4,4 \cdot 10^{-2}$
<b>Maximální zatížení [mN]</b>	33,18	33,43	33,43	33,45	33,45
<b>Kontaktní tuhost [mN/nm]</b>	1,180	1,339	1,367	1,396	1,401
<b>Průmět plochy určený z num. modelu <math>A_{c\_num}</math> [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	13,87	13,75	13,74	13,69	13,65
<b>Efektivní modul pružnosti určený z <math>A_{c\_num}</math> [GPa]</b>	265,4	302,4	308,9	316,0	317,8
<b>Modul pružnosti určený z <math>A_{c\_num}</math> [GPa]</b>	322,9	385,2	396,7	409,6	412,8
<b>Kontaktní hloubka [nm]</b>	690,2	694,3	695,0	695,8	695,9
<b>Průmět plochy určený z O-P analýzy <math>A_{c\_OP}</math> [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	11,67	11,81	11,83	11,86	11,87
<b>Efektivní modul pružnosti určený z <math>A_{c\_OP}</math> [GPa]</b>	270,2	304,7	310,8	316,9	318,2
<b>Modul pružnosti určený z <math>A_{c\_OP}</math> [GPa]</b>	330,7	389,3	400,1	411,3	413,6

Z obrázku 6-16 je zřejmé, že při použití faktoru penetrace 0,5 je indentační křivka velmi odlišná od ostatních. Rozdíl mezi hodnotami určenými při použití faktoru penetrace 0,5 a 0,1 je větší než rozdíl pro faktory penetrace 0,1 a 0,005. Maximální penetrace při plném zatížení při použití faktoru penetrace 0,5 byla 3,8 nm, což se tedy ukazuje jako nepřijatelné. Hodnota modulu pružnosti wolframu určená při použití tak velkého faktoru penetrace vyšla výrazně nižší, než je cílená hodnota. Rozdíl byl přibližně 20 %.

Snižování faktoru penetrace mělo za následek snížení maximální penetrace v kontaktu a zvýšení modulu pružnosti a ostatních určovaných veličin (tab. 6-5). Jedinou výjimkou je průmět plochy určený z numerického modelu. Jeho hodnota se mírně snižovala z toho důvodu, že při menší penetraci indenter nevnikal tak výrazně do plochy vzorku, díky čemuž bylo v kontaktu méně uzlů.



Obr. 6-16 Detail odlehčovacích křivek určených při citlivostní analýze faktoru penetrace

Výsledné hodnoty modulů pružnosti určené z jednotlivých ploch se při snížení faktoru penetrace z 0,01 na 0,005 změnily o méně než 1 %. Rozdíl byl tedy malý, a jelikož dalším snižováním faktoru penetrace se zvyšuje výpočetní čas, byla hodnota 0,005 zvolena jako dostatečně malá.

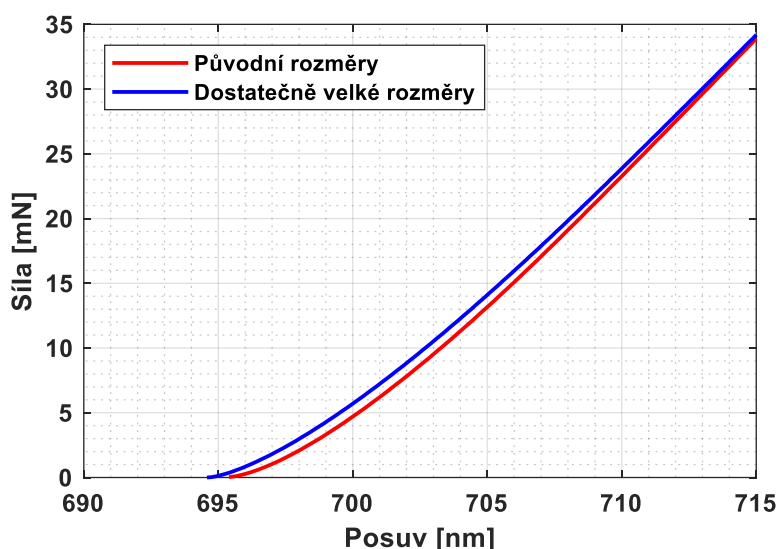
Rozdíl mezi vypočítanými moduly pružnosti pro jednotlivé přístupy určování průmětu kontaktní plochy se při snižování faktoru penetrace zmenšuje, i přesto, že byl pro všechny výpočty použit stejný korekční faktor radiálních posuvů. Pro faktor penetrace 0,5 byl zjištěn rozdíl přibližně 2,5 % a pro faktor 0,005 pouze 0,2 %. Důvodem je zvýšení přesnosti určení kontaktní plochy u modelu s menší penetrací. Za předpokladu dostatečně přesně určeného průmětu kontaktní plochy z numerického modelu je použití korekčního faktoru  $\beta_{radiální} = 1,071$ , vypočítaného pomocí rovnice (10) ověřeno jako velmi přesné.

Výsledný modul pružnosti vypočítaný při použití průmětu kontaktní plochy určeného přímo z numerického modelu je 412,8 GPa a při použití průmětu určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy 413,6 GPa. Při použití korekčního faktoru  $\beta_{ivarová}$  určeného podle Vlassaka a Nixe [12] bylo dosaženo velmi přesného výsledku s rozdílem oproti cílené hodnotě 407 GPa přibližně 1,5 %. Použitím korekčního faktoru odvozeného podle Kinga [11] ( $\beta_{ivarová} = 1,034$ ) by se výsledný modul pružnosti zvýšil a přesnost výsledků by se tedy zhoršila.

Aby bylo dosaženo přesné hodnoty 407 GPa, bylo by nutné použít korekční faktor  $\beta_{ivarová} = 1,069$  při použití průmětu kontaktní plochy určeného přímo z numerického modelu nebo  $\beta_{ivarová} = 1,07$  při použití průmětu kontaktní plochy určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy. Zjištěné hodnoty korekčních faktorů jsou tedy o něco vyšší než původně použitá hodnota stanovená podle Vlassaka a Nixe. Velmi podobná hodnota byla uvedena ve článku [10], kde byla pro indentaci křemičitého skla zjištěna hodnota  $\beta_{ivarová} = 1,067$ . V článku W. C. Olivera a G. M. Pharra z roku 2004 [9] je uveden interval pro korekční faktor  $1,0226 \leq \beta_{ivarová} \leq 1,085$ , který zahrnuje většinu hodnot nalezených při vypracovávání rešerše. Stanovené hodnoty korekčních faktorů leží v uvedeném intervalu, čímž se ověřuje jejich správnost.

## 6.5 Výpočtový model nanoindentační zkoušky s E-PL modelem materiálu, s dostatečně velkými rozměry a s dokonale tuhým indentorem

Tento výpočtový model s dokonale tuhým indentorem byl pro zpřesnění výsledků vytvořen s dostatečně velkými rozměry ověřenými v kapitole 6.2, tedy s výškou vzorku 70  $\mu\text{m}$ , s průměrem vzorku 100  $\mu\text{m}$  a s výškou indentoru 70  $\mu\text{m}$ . Byl použit faktor penetrace 0,005 ověřený v předcházející kapitole. Určená odlehčovací křivka byla porovnána s odlehčovací křivkou určenou z výpočtového modelu s původními rozměry, tedy s výškou vzorku 19  $\mu\text{m}$ , průměrem vzorku 32  $\mu\text{m}$  a výškou indentoru 7  $\mu\text{m}$  (obr. 6-17). Sklon křivky se mírně změnil, čímž se snížila hodnota kontaktní tuhosti z 2,16 mN/nm na 2,09 mN/nm. V tabulce 6-6 jsou porovnány hodnoty určené z jednotlivých výpočtových modelů s různými rozměry.



Obr. 6-17 Porovnání odlehčovacích křivek určených z modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry

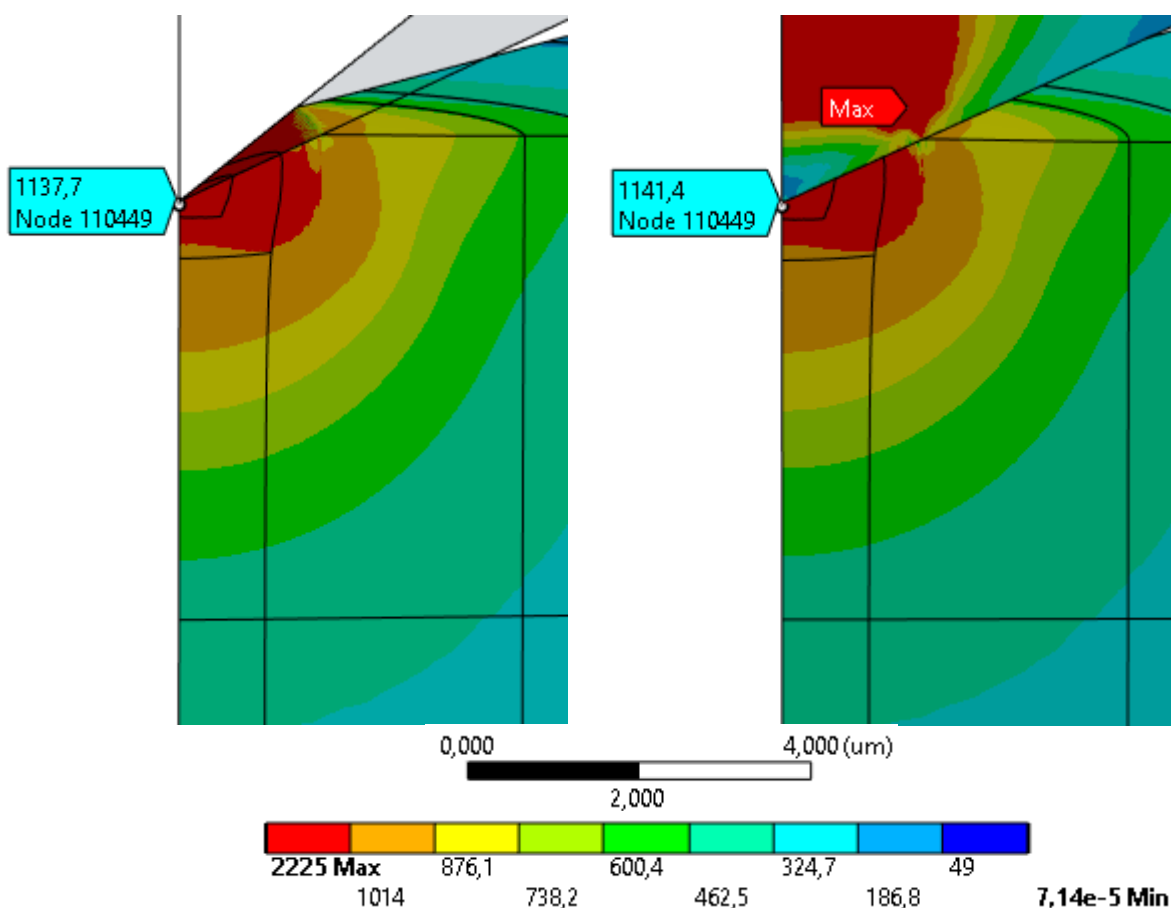
Tab. 6-6 Porovnání hodnot určených z modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry

Rozměry vzorku a indentoru	Způsob určení průmětu plochy	Průmět plochy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Efektivní modul pružnosti [GPa]	Modul pružnosti wolframu [GPa]	Rozdíl oproti diamantovému indentoru [%]
<b>Původní rozměry</b>	Z numerického modelu	13,95	484,8	446,8	4,79
	Pomocí O-P analýzy	12,07	486,6	448,5	4,57
<b>Dostatečně velké rozměry</b>	Z numerického modelu	13,99	467,9	431,2	4,45
	Pomocí O-P analýzy	12,06	470,9	433,9	4,91

Při výpočtu byly použity korekční faktory  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,058$  a  $\beta_{\text{radiální}} = 1,071$ , obdobně jako v přecházející kapitole. Velikost průmětů kontaktních ploch se téměř nezměnila, ale díky snížení tuhosti se snížily i výsledné moduly pružnosti, čímž došlo ke zpřesnění výsledků. I přesto je ale jejich hodnota přibližně o 6 % vyšší než cílená hodnota 407 GPa. Bylo tedy dosaženo méně přesných výsledků než při použití diamantového indentoru. Rozdíly v modulech pružnosti určených z výpočtového modelu s dokonale tuhým a s diamantovým indentorem jsou zapsány v posledním sloupci v tabulce 6-6.

Při použití jednotlivých průmětů bylo dosaženo velmi podobných hodnot s rozdílem menším než 1 %. Použitím korekčního faktoru radiálních posuvů vypočítaného pomocí rovnice (10) byl rozdíl mezi plochami opět dobře korigován.

Na obrázku 6-18 je vykresleno porovnání redukovaného napětí podle podmínky HMH pro výpočtový model s diamantovým a s dokonale tuhým indentorem při použití stejné legendy. Rozdíl je pouze v mezních hodnotách, které jsou u diamantového indentoru výrazně vyšší, protože se nachází na indentoru. Minimální hodnota je na nejvzdálenějším místě od kontaktu a maximální hodnota je v těsné blízkosti nad kontaktem. Rozložení napětí ve vzorku je pro oba výpočtové modely téměř stejné.



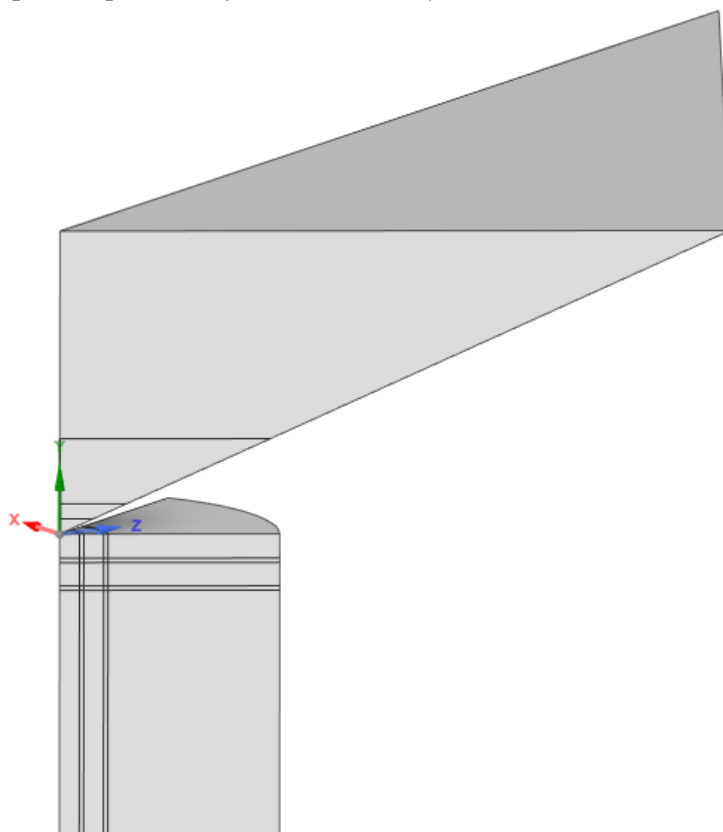
Obr. 6-18 Redukované napětí v MPa při maximálním zatížení při použití dokonale tuhého indentoru (vlevo) a diamantového indentoru (vpravo)

## 7 KOREKCE ROZMĚRŮ VÝPOČTOVÉHO MODELU NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S LINEÁRNĚ-ELASTICKÝM MODELEM MATERIÁLU WOLFRAMU

V kapitole 4 byly při vytváření geometrie výpočtového modelu použity rozměry vycházející z normy. V předchozí kapitole bylo ale zjištěno, že pro výpočtové modelování je nutné použít výrazně větší rozměry. Výsledky získané pomocí výpočtového modelu s lineárně-elastickým modelem materiálu wolframu byly také ovlivněny rozměry vzorku a indentoru, a proto byl vytvořen nový výpočtový model. V tomto případě byly použity již dostatečně velké rozměry ověřené v kapitole 6.2, tedy výška vzorku 70  $\mu\text{m}$ , průměr vzorku 100  $\mu\text{m}$  a výška indentoru 70  $\mu\text{m}$ .

Materiály i okrajové podmínky byly zadány stejně, jako v kapitole 4. Velikost prvků odpovídala síti popsané v kapitole 4, s tím rozdílem, že okrajové části tělesa vzorku byly výrazně větší a místo zadání velikosti prvků, bylo použito rozdělení na určitý počet prvků. Horizontální hrany byly rozděleny na 12 prvků, vertikální na 18 prvků a oblouková hrana byla rozdělena na 10 prvků. Výpočtový čas se zvýšil z 8 hodin na 10 hodin.

Opět byly vytvořeny dva výpočtové modely, jeden s diamantovým indentorem a druhý s dokonale tuhým. Diamantový indentor byl rozdělen na více částí (obr. 7-1). Čím vzdálenější byla část indentoru od kontaktu, tím hrubší síť byla vytvořena, aby byl celkový počet prvků nižší. Výsledky získané pomocí dokonale tuhého indentoru nejsou ovlivněny jeho velikostí, a proto nebyl rozdělen na více těles a byla použita původní výška indentoru 7  $\mu\text{m}$ .

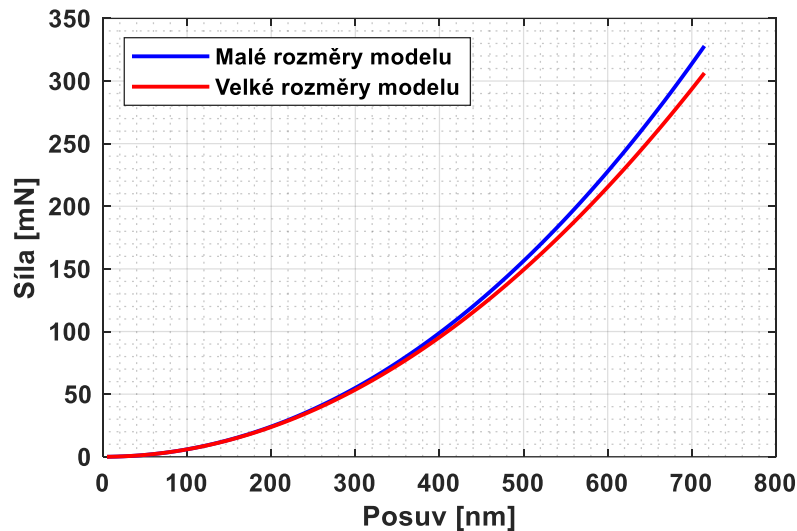


Obr. 7-1 Rozdělení vzorku a indentoru na více částí u lineárně-elastického výpočtového modelu s diamantovým indentorem

## 7.1 Výpočtový model s diamantovým indentorem

Díky zvětšení rozměrů se snížila maximální hodnota síly u modelu s diamantovým indentorem z 327,9 mN na 306,4 mN. Porovnání indentačních křivek je zobrazeno na obrázku 7-2. Snížení maximální síly změnilo sklon křivky, a tím byla ovlivněna kontaktní tuhost. Hodnoty parametrů určené proložení indentační křivky rovnicí (1) jsou  $\alpha = 5,632 \cdot 10^{-4} \text{ mN/nm}^m$  a  $m = 2,009$ . Kontaktní tuhost byla následně vypočítána podle rovnice (2):

$$S = \alpha \cdot m \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1} = 5,632 \cdot 10^{-4} \cdot 2,009 \cdot 715^{2,009-1} = 0,861 \frac{\text{mN}}{\text{nm}} \quad (33)$$



Obr. 7-2 Porovnání indentačních křivek modelů s diamantovým indentorem s různými rozměry

Parametr  $\varepsilon$  byl vypočítán podle rovnice (9) a jeho hodnota je  $\varepsilon = 0,727$ . Dále již bylo možné stanovit kontaktní hloubku pomocí rovnice (6) a následně průmět kontaktní plochy podle rovnice (13).

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{F_{max}}{S} = 715 - 0,727 \cdot \frac{306,4}{0,861} = 456,5 \text{ nm} \quad (34)$$

$$A_{c\_OP} = 24,5 \cdot h_c^2 = 24,5 \cdot 456,5^2 = 5,11 \mu\text{m}^2 \quad (35)$$

Stejně jako maximální síla a kontaktní tuhost se i průmět kontaktní plochy zmenšil. Obdobným způsobem, jaký byl popsán v kapitole 4 byl určen i průmět kontaktní plochy z numerického modelu. I v tomto případě došlo ke snížení hodnoty, a to na  $A_{c\_num} = 4,33 \mu\text{m}^2$ . Hodnoty korekčních faktorů  $\beta_{ivarová}$  a  $\beta_{radiální}$  se ani v tomto případě nemění a byly použity pro průmět určený pomocí Oliver-Pharr analýzy i pro průmět určený z numerického modelu. Hodnoty efektivních modulů pružnosti a výsledných modulů pružnosti wolframu jsou zapsány v tabulce 7-1.

Výsledné hodnoty modulu pružnosti jsou výrazně nižší než u výpočtového modelu s rozměry podle normy. Nicméně, hodnota vycházející z průmětu plochy určeného podle Oliver-Pharr analýzy je již moc nízká a odchylka od cílené hodnoty 407 GPa se ještě zvýšila. U hodnoty získané při použití průmětu plochy z numerického modelu došlo ke zpřesnění, ale chyba je stále větší než 5 %. Je tedy patrné, že výsledky získané z lineárně-elastického modelu s diamantovým indentorem jsou kvůli relativně malému rozdílu modulů pružnosti diamantu a wolframu silně ovlivněny deformací špičky indentoru.

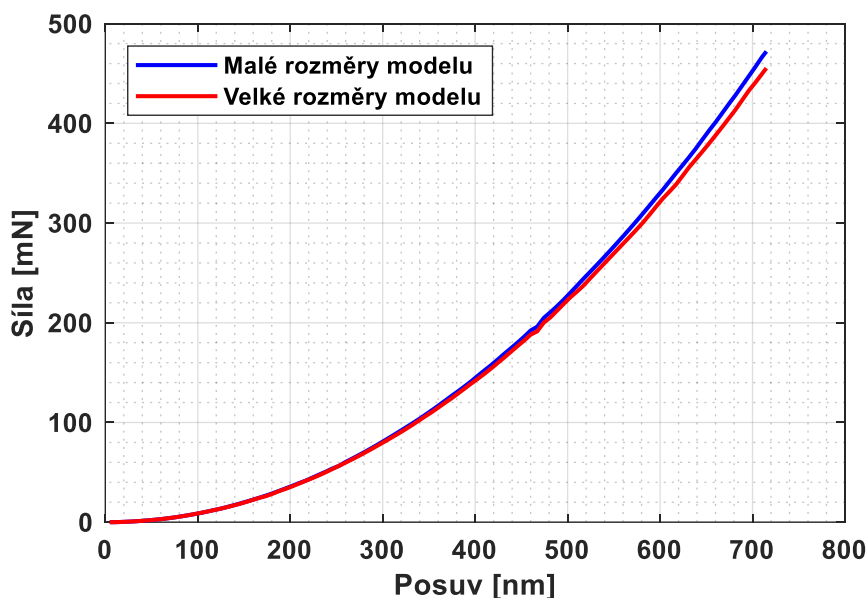


Tab. 7-1 Porovnání modulů pružnosti vypočítaných z modelů s diamantovým indentorem s různými rozměry

	Způsob určení průmětu kontaktní plochy	Průmět kontaktní plochy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Efektivní modul pružnosti [GPa]	Modul pružnosti wolframu [GPa]
<b>Model s rozměry podle normy</b>	Z numerického modelu	4,62	344,4	463,2
	Pomocí O-P analýzy	5,27	322,5	421,4
<b>Model s dostatečně velkými rozměry</b>	Z numerického modelu	4,33	323,8	423,8
	Pomocí O-P analýzy	5,11	298,0	377,5

## 7.2 Výpočtový model s dokonale tuhým indentorem

U výpočtového modelu s dokonale tuhým indentorem se díky zvětšení rozměrů vzorku wolframu stejně jako u modelu s diamantovým indentorem všechny hodnoty snížily. Jak se změnila indentační křivka je zobrazeno na obrázku 7-3. Jelikož jsou postup i použité rovnice totožné s předchozími modely, jsou v tabulce 7-2 rovnou vypsány všechny potřebné hodnoty z tohoto modelu a v tabulce 7-3 jsou vypsány výsledné hodnoty modulu pružnosti wolframu.



Obr. 7-3 Porovnání indentačních křivek modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry

Tab. 7-2 Hodnoty určené z modelu s dokonale tuhým indentorem a s dostatečně velkými rozměry

Průmět kontaktní plochy určený z výpočtového modelu [ $\mu\text{m}^2$ ]	Průmět kontaktní plochy určený z O-P analýzy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Parametr $\alpha$ [ $\text{mN}/\text{nm}^m$ ]	Parametr $m$ [-]	Parametr $\epsilon$ [-]	Kontaktní tuhost [ $\text{mN}/\text{nm}$ ]
4,54	5,12	$8,345 \cdot 10^{-4}$	2,010	0,726	1,282

Tab. 7-3 Porovnání modulů pružnosti vypočítaných z modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry

	Způsob určení průmětu kontaktní plochy	Průmět kontaktní plochy [ $\mu\text{m}^2$ ]	Efektivní modul pružnosti [GPa]	Modul pružnosti wolframu [GPa]
<b>Model s rozměry podle normy</b>	Z numerického modelu	4,68	487,4	449,2
	Pomocí O-P analýzy	5,21	462,3	426,1
<b>Model s dostatečně velkými rozměry</b>	Z numerického modelu	4,54	470,4	433,6
	Pomocí O-P analýzy	5,12	443,3	408,6

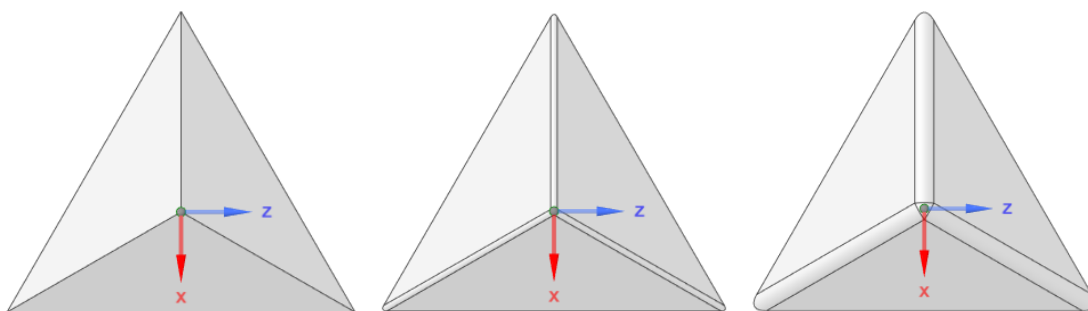
V tomto případě u obou hodnot výsledných modulů pružnosti došlo ke zpřesnění. Při výpočtu s použitím průmětu kontaktní plochy určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy bylo dosaženo výsledku s chybou menší než 1 %. Ke zpřesnění došlo díky tomu, že model lépe odpovídá předpokladům, pro které byla Oliver-Pharr analýza odvozena. Díky dostatečně velkým rozměrům vzorku se model přiblížil předpokladu o indentaci elastického poloprostoru. Dalším splněným předpokladem je pak dokonale tuhý indentor. Při použití dostatečně velkých rozměrů byl určen parametr  $m = 2,01$ , což je velmi blízké teoretické hodnotě pro kužel  $m_k = 2$ .

V případě výpočtu pomocí průmětu kontaktní plochy určeného z numerického modelu také došlo ke zpřesnění výsledku. Chyba je v tomto případě přibližně 7 %. Určování plochy z numerického modelu se při použití lineárně-elastického modelu materiálu pro vzorek nejeví jako vhodné řešení a je výhodnější použít průmět plochy určený z Oliver-Pharr analýzy, se kterým bylo dosaženo přesnějšího výsledku.

Zadání modelu materiálu odpovídajícímu diamantu pro indentor není při použití lineárně-elastického modelu materiálu wolframu vhodné. Kvůli chybějící plasticitě jsou výsledky mimo realitu, což má za následek extrémní deformaci špičky indentoru a vzdálení se od dokonale tuhého indentoru, který Oliver-Pharr analýza předpokládá. Rozdíl mezi modulem pružnosti indentoru a vzorku musí být výrazně větší, než jak tomu bylo v tomto případě.

## 8 ANALÝZA VLIVU OTUPENÍ INDENTORU NA VÝSLEDKY NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY

Při výrobě indentorů vždy vznikají určité výrobní nepřesnosti, které pak mají vliv na výsledky získané z nanoindentační zkoušky. Berkovičův indentor má výhodu, že se při jeho výrobě dosahuje vyšší ostrosti než u Vickersova indentoru, ale i přes to v realitě nikdy není hrot dokonale ostrý. Indentor není možné po každé zkoušce měnit, a při opakovaném používání vzniká určité opotřebení. Na analýzu vlivu otupení indentoru na výsledky byly vytvořeny čtyři modely, u kterých bylo otupení modelováno pomocí zaoblení hran a špičky indentoru o poloměru 100 nm, 200 nm, 400 nm a 600 nm (obr. 8-1). Aby bylo možné vytvořit kvalitnější síť a lépe analyzovat vliv otupení, byla indentace provedena pouze do hloubky 400 nm. Jelikož dříve byla používána indentační hloubka 715 nm, bylo nutné pro porovnání provést nový výpočet i s ideálně ostrým indentorem, čímž se navíc ověřil i vliv hloubky indentace na výsledný modul pružnosti. Výpočty byly provedeny pouze s diamantovým indentorem, který lépe odpovídá reálné nanoindentační zkoušce.



Obr. 8-1 Ideálně ostrý indentor (nalevo), s otupením 200 nm (uprostřed) a s otupením 600 nm (napravo)

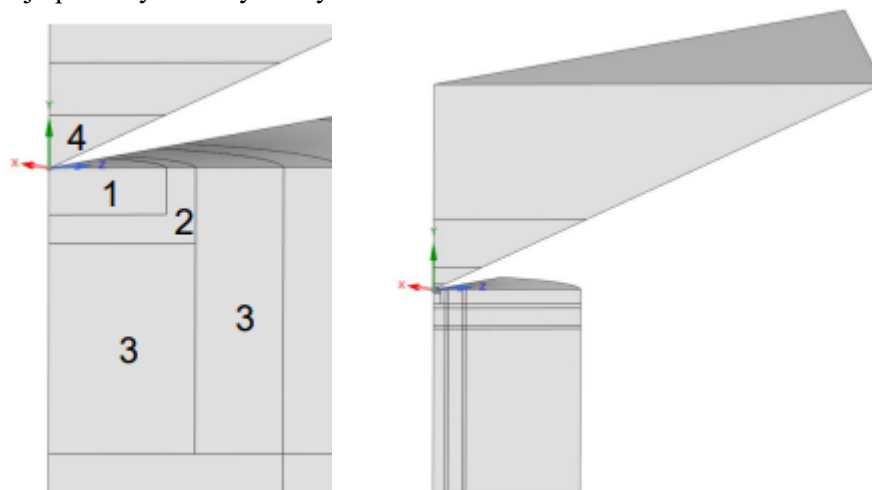
### 8.1 Materiál, geometrie, okrajové podmínky a kontakt

Pro vzorek byl použit elasto-plastický model materiálu wolframu popsáný v kapitole 6.1.1, a pro indentor opět lineárně-elastický model materiálu odpovídající diamantu. Rozměry výpočtového modelu vychází z citlivostní analýzy provedené v kapitole 6.2, tzn. výška vzorku 70  $\mu\text{m}$ , průměr vzorku 100  $\mu\text{m}$  a výška indentoru 70  $\mu\text{m}$ . Vzhledem k tomu, že indentace byla provedena pouze do hloubky 400 nm místo 715 nm, bylo by možné použít i menší rozměry. Na okrajových částech jak vzorku, tak indentoru ale byla vytvořena hrubá síť, která výrazně neovlivňovala počet použitých prvků, a tedy ani výpočtový čas, a proto byly použity již ověřené rozměry.

Okrajové podmínky byly zadány stejně jako u výpočtového modelu s elasto-plastickým modelem materiálu. Z důvodu otupení vznikly na indentoru další plochy (otupená špička a zaoblení na hraně), které bylo nutné přidat do kontaktu. Formulace kontaktu byla opět použita „Augmented Lagrange“ s faktorem penetrace 0,005, který byl ověřen jako dostatečně malý v kapitole 6.3.

## 8.2 Síť konečných prvků

Rozdělení vzorku na více částí bylo u tohoto modelu odlišné od předcházejících modelů s elasto-plastickým modelem materiálu, protože díky otupení indentoru, které eliminuje singularitu pod hrotem a menší indentační hloubce, již nebylo nutné vytvářet velké prvky pod špičkou indentoru. Právě naopak byla v této oblasti, označené jako 1 na obrázku 8-2, vytvořena velmi jemná síť, aby bylo možné co nejlépe analyzovat výsledky.



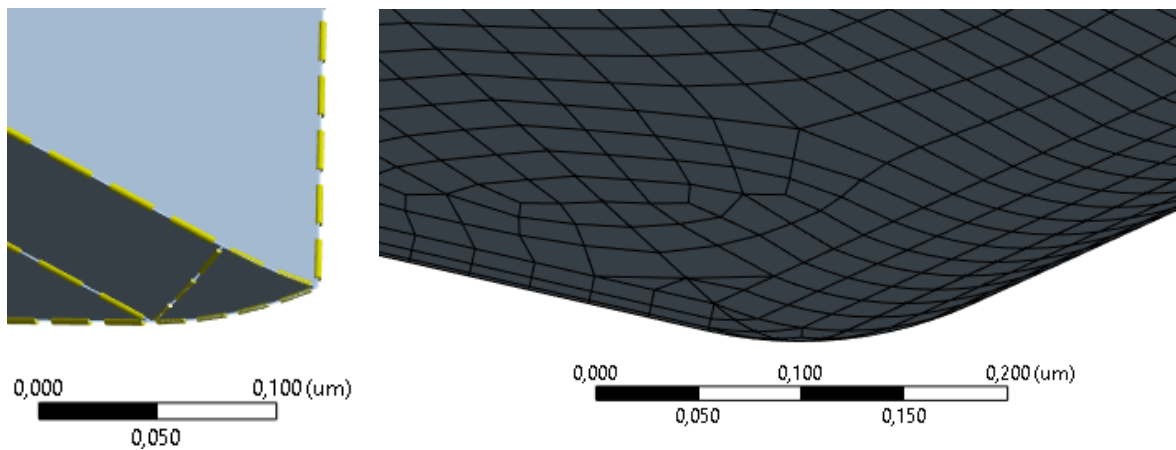
Obr. 8-2 Rozdělení vzorku a indentoru na více částí u výpočtového modelu s otupěným indentorem

Velikost prvků na indentoru se u jednotlivých modelů mění v závislosti na velikosti otupění. Čím menší je rádius na hraně indentoru, tím menší musí být prvky, aby dokázaly popsat zaoblený tvar. Jelikož u výpočtových modelů s otupěním 100 nm a 200 nm bylo nutné vytvořit velmi jemnou síť, byl indentor rozdělen na 5 částí a u modelů s otupěním 400 nm a 600 nm, kde byly použity již značně větší prvky, byl rozdělen pouze na 4 části. Toto rozdělení bylo provedeno, aby byla spodní část indentoru, označená jako 4 na obrázku 8-2, co nejmenší a počet prvků nebyl tak vysoký.

Na obrázku 8-3 je zobrazen detail špičky indentoru s otupěním 200 nm. Při vytváření sítě konečných prvků byla vždy zadána jedna velikost prvků na dlouhé hrany a druhá velikost na krátké hrany u špičky indentoru. Obdobně byla zadána větší velikost prvků na velké plochy indentoru a menší na plochu rádiusu a špičky. Tyto velikosti se lišily v závislosti na velikosti otupění a jsou zapsány v tabulce 8-1. Na dalších částech tělesa indentoru se velikost prvků postupně zvětšovala.

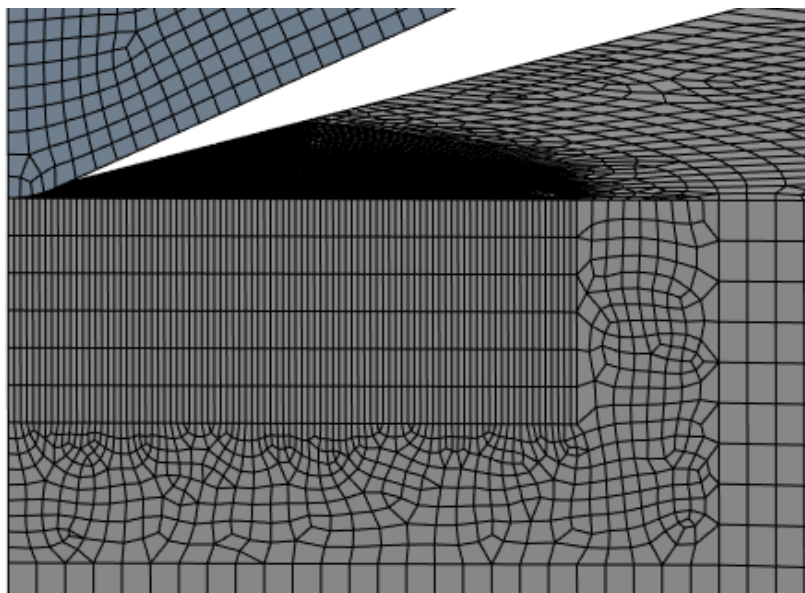
Tab. 8-1 Velikosti prvků na spodní části indentoru pro jednotlivé modely s otupěním

Velikost otupění [nm]	Dlouhé hrany [nm]	Krátké hrany [nm]	Velké plochy [nm]	Plocha rádiusu a špičky [nm]
100	18	18	32	20
200	30	25	40	25
400	80	50	70	52
600	100	75	90	80



Obr. 8-3 Detail sítě na špičce indentoru u výpočtového modelu s otupením 200 nm

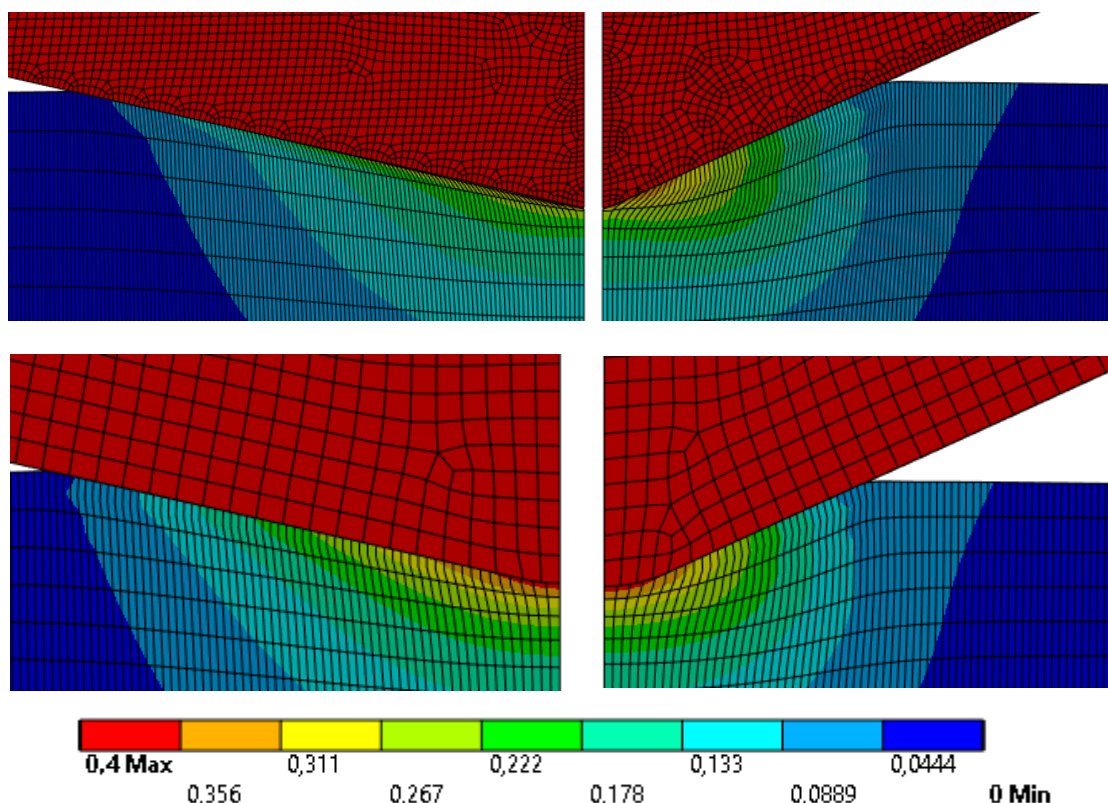
V závislosti na velikosti otupení se měnila i velikost prvků na horizontálních hranách části tělesa označeném jako 1 na obrázku 8-2. Rozměry prvků jsou pro jednotlivé modely 15 nm, 22 nm, 26 nm a 30 nm (seřazeno od otupení 100 nm do 600 nm). Velikost prvků na vertikálních hranách, obloukových hranách a na horní a spodní ploše byla pro všechny modely stejná. Na vertikální hrany byla předepsána velikost 15 nm, na obloukové hrany 40 nm a na plochy také 40 nm. Část tělesa značená jako 2 na obrázku 8-2 slouží pro přechod mezi různými velikostmi prvků a rozměr prvků zadaný na plochy tohoto tělesa byl zvolen tak, aby bylo možné vytvořit hexaedrickou síť. Na částech tělesa označených jako 3 na obrázku 8-2 byla zadána velikost prvků na horizontální hrany 100 nm, na vertikální hrany 150 nm a na obloukové hrany také 150 nm. Velikosti prvků ostatních částí tělesa vzorku byla zadána stejně jako u výpočtového modelu v kapitole 6. Na obrázku 8-4 je například zobrazena síť konečných prvků pro model s otupením 400 nm.



Obr. 8-4 Detail sítě u výpočtového modelu s otupením indentoru 400 nm

### 8.3 Deformačně-napěťová analýza výsledků získaných z výpočtových modelů nanoindentační zkoušky s otupeným indentorem

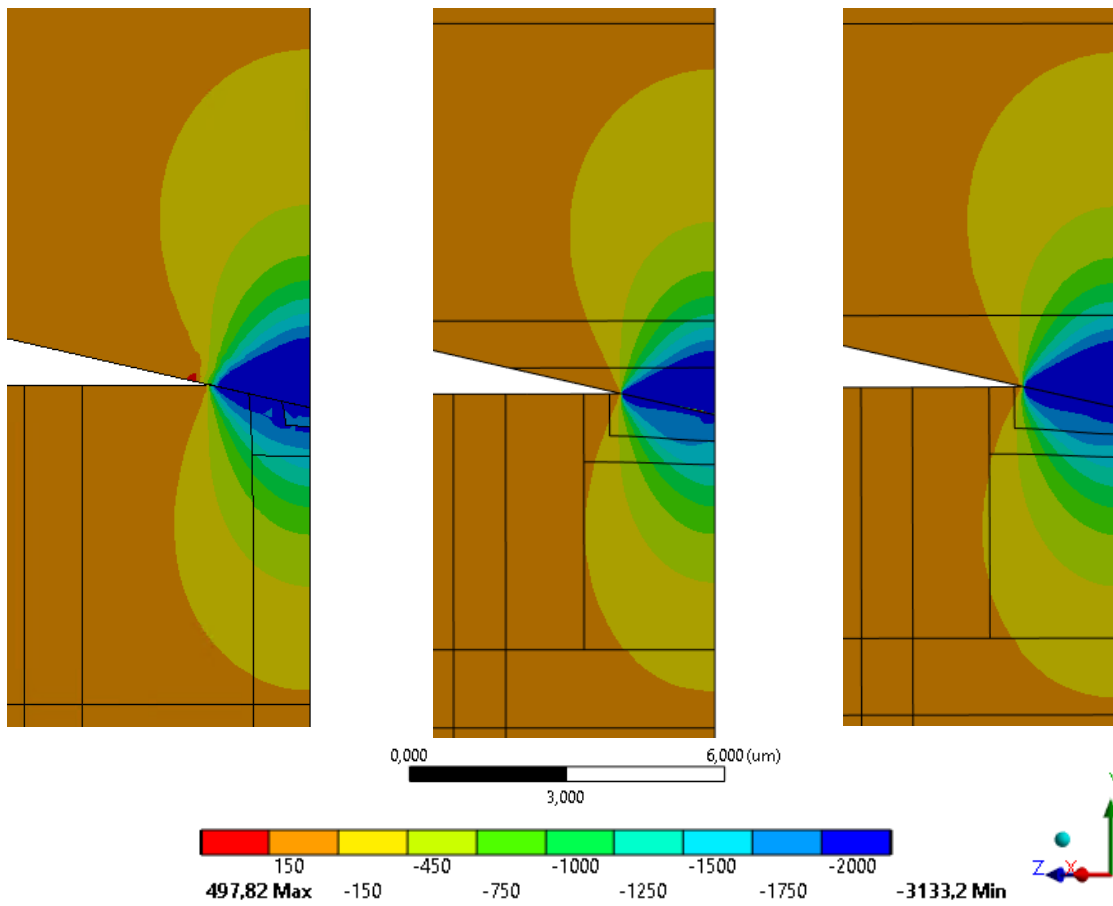
Na obrázku 8-5 je vykreslena celková deformace při maximálním zatížení pro výpočtové modely s otupením 100 nm a s otupením 600 nm. Zvoleny byly tyto modely, jelikož jsou od sebe nejvíce odlišné. Z obrázku lze vidět, že síť je u modelu s otupením 100 nm tvořena výrazně menšími prvky. Obdobně jako u modelu s dokonale ostrým indentorem, ani u těchto výpočtových modelů nedošlo k výrazné deformaci indentoru. Otupení 100 nm je ještě malé a došlo k deformaci prvků pod špičkou indentoru. U velkého otupení se prvky již zdeformovaly méně.



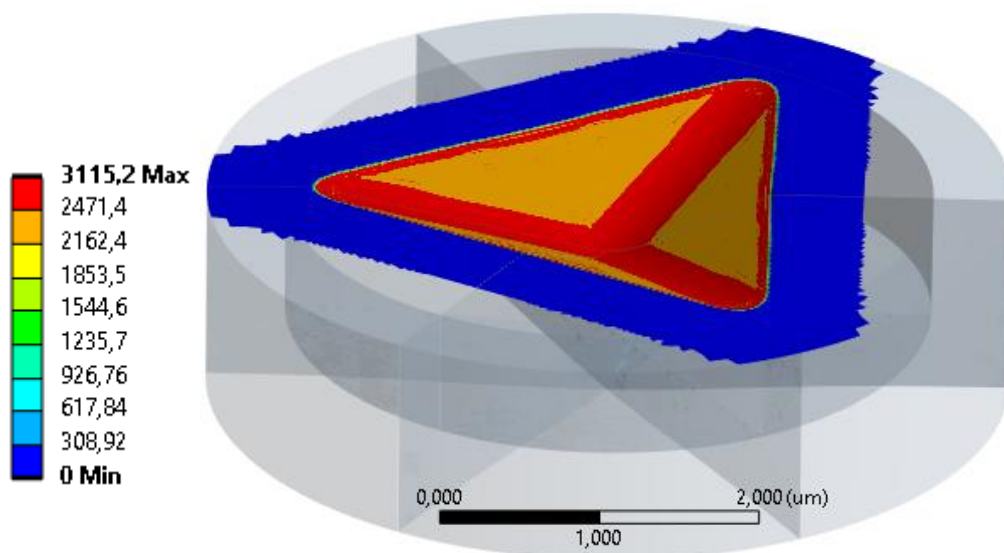
Obr. 8-5 Celková deformace při maximálním zatížení v  $\mu\text{m}$  pro výpočtový model s otupením 100 nm (nahore) a 600 nm (dole). Vlevo je celková deformace pod hranou a vpravo pod středem stěny

Normálové napětí ve směru osy Y bylo vykresleno pro model s dokonale ostrým indentorem, model s otupením 200 nm a model s otupením 600 nm (obr. 8-6). Pro porovnání bylo napětí pro všechny modely vykresleno se stejnou legendou. Největší tlakové napětí je ve špičce indentoru a v nejbližší oblasti pod ním. U modelů s otupením je oblast s tlakovým napětím vyšším než 2000 MPa velmi podobná. U modelu bez otupení je tato oblast odlišná, což je způsobeno dokonale ostrým hrotem indentoru, který není reálně vyrobitelný. Rozložení napětí je u všech modelů velmi podobné.

Na obrázku 8-7 je vykreslen kontaktní tlak při maximálním zatížení pro model s otupením 600 nm. Podle předpokladů jsou maximální hodnoty pod špičkou a pod hranami indentoru. Vysoké hodnoty tlaku byly i na okrajích vtisku.



Obr. 8-6 Normálové napětí v MPa ve směru osy Y při maximálním zatížení pod hranou indentoru pro model s dokonale ostrým indentorem (vlevo), pro model s otupením 100 nm (uprostřed) a pro model s otupením 600 nm (vpravo)

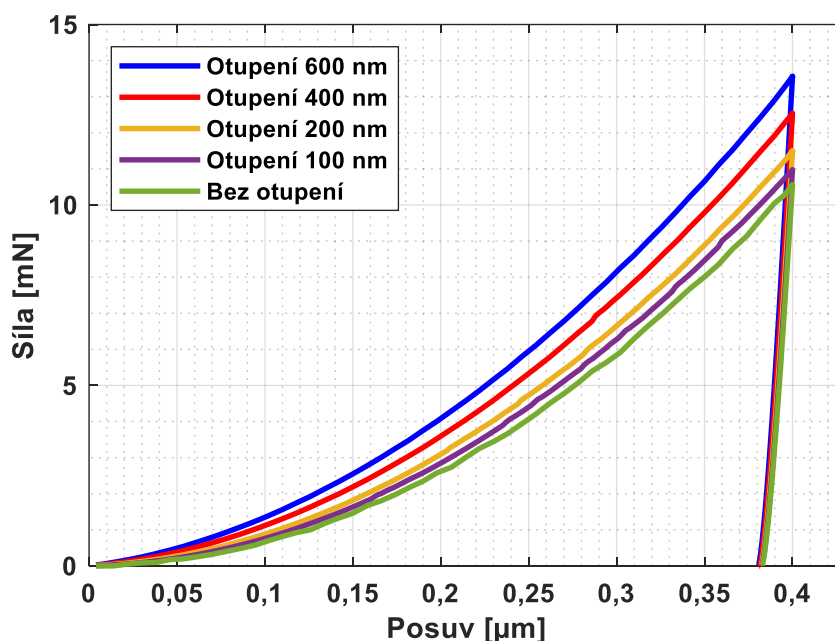


Obr. 8-7 Kontaktní tlak v MPa při maximálním zatížení pro model s otupením 600 nm

## 8.4 Analýza výsledků získaných z výpočtových modelů s otupenými indentory

Jak již bylo zmíněno dříve, aby bylo možné porovnat indentační křivky určené z modelů s otupenými indentory i s modelem bez otupení, byl proveden výpočet do hloubky 400 nm i s modelem popsaným v kapitole 6. Byly použity dostatečně velké rozměry (viz kapitola 6.2) a ační faktor 0,005. Při analýze výsledků bylo zjištěno, že se hodnota výsledného modulu pružnosti při menší hloubce indentace mírně snížila. Při indentaci do 715 nm byla určena hodnota 412,8 GPa při použití průmětu plochy určeného z numerického modelu a hodnota 413,6 GPa při použití průmětu plochy určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy. Zmenšením indentační hloubky na 400 nm klesl modul pružnosti určený z průmětu z numerického modelu na 407,9 GPa a z průmětu podle Oliver-Pharr analýzy na 408,4 GPa. V obou případech se hodnota snížila přibližně o 1,2 %. Snížením hloubky indentace na téměř poloviční hodnotu se výsledný modul pružnosti téměř nezměnil, což potvrzuje předpoklad, že modul pružnosti není závislý na indentační hloubce.

Na obrázku 8-8 jsou vykresleny indentační křivky určené z výpočtových modelů s otupenými indentory i z modelu s dokonale ostrým indentorem. Z obrázku je zřejmé, že otupení má zásadní vliv na velikost maximální stykové síly. Čím větší je otupení, tím vyšší je síla. To má vliv na sklon odlehčovací křivky, a tedy i na kontaktní tuhost, která se se zvětšujícím otupením také zvyšuje. Hodnoty síly a kontaktní tuhosti jsou zapsány v tabulce 8-2.



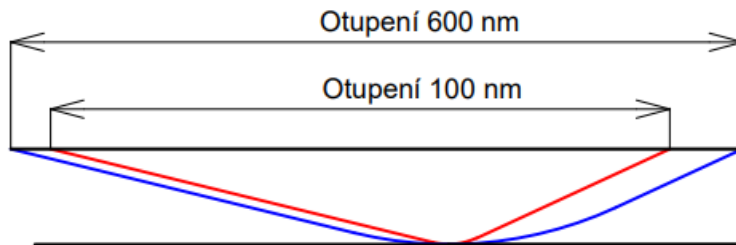
Obr. 8-8 Porovnání indentačních křivek určených z jednotlivých modelů s otupenými indentory

Tab. 8-2 Hodnoty získané z indentačních křivek určených z jednotlivých modelů s otupením

Velikost otupení	Bez otupení	100 nm	200 nm	400 nm	600 nm
<b>F [mN]</b>	10,55	10,98	11,49	12,53	13,55
<b>S [mN/nm]</b>	0,777	0,796	0,816	0,848	0,881



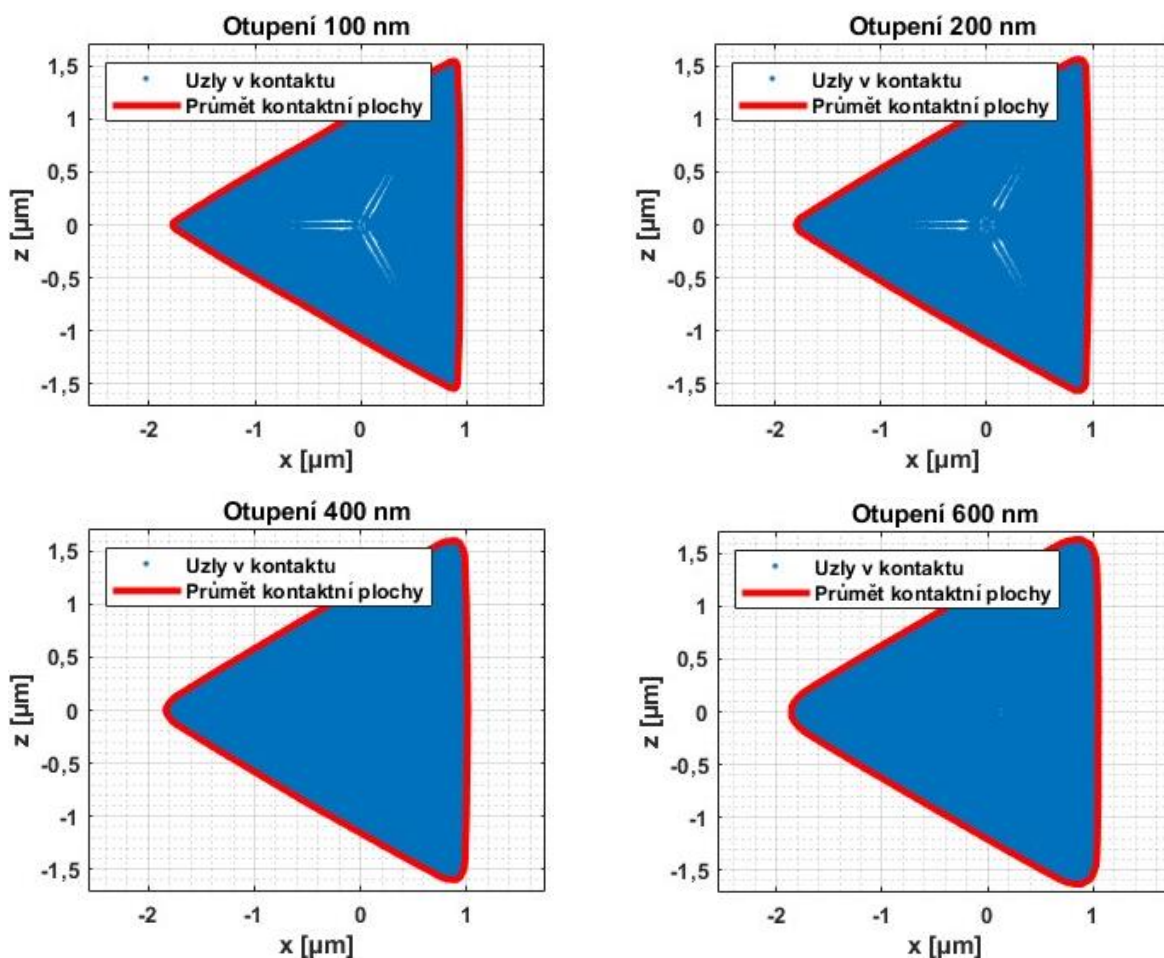
Další veličinou, která je ovlivněna velikostí otupení indentoru je velikost průmětu kontaktní plochy. Zaoblením špičky indentoru se pro stejnou hloubku indentace zvětšuje kontaktní plocha, jak je zřejmé z obrázku 8-9. Zaoblením hran indentoru (obr. 8-10) se naopak průmět kontaktní plochy zmenšuje. Při porovnání průmětů určených z jednotlivých modelů se ukazuje, že vliv zaoblení špičky je větší a výsledná hodnota průmětu roste, jak je zřejmé z výsledků zapsaných v tabulce 8-3. Tyto hodnoty byly určeny z numerického modelu již dříve popsáním postupem v kapitole 4.6.



Obr. 8-9 Vliv zaoblení špičky indentoru na velikost průmětu kontaktní plochy

Tab. 8-3 Průměty ploch určené z numerického modelu pro jednotlivé otupení

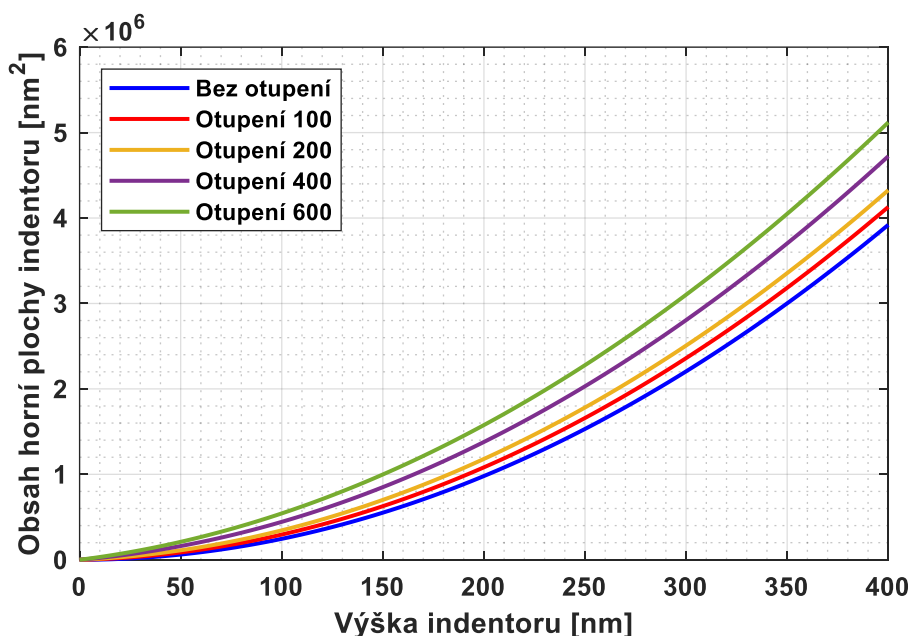
Velikost otupení	Bez otupení	100 nm	200 nm	400 nm	600 nm
$A_{c\_num}$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	4,26	4,46	4,71	5,13	5,55



Obr. 8-10 Hranice průmětů kontaktních ploch jednotlivých modelů s otupěnými indentory

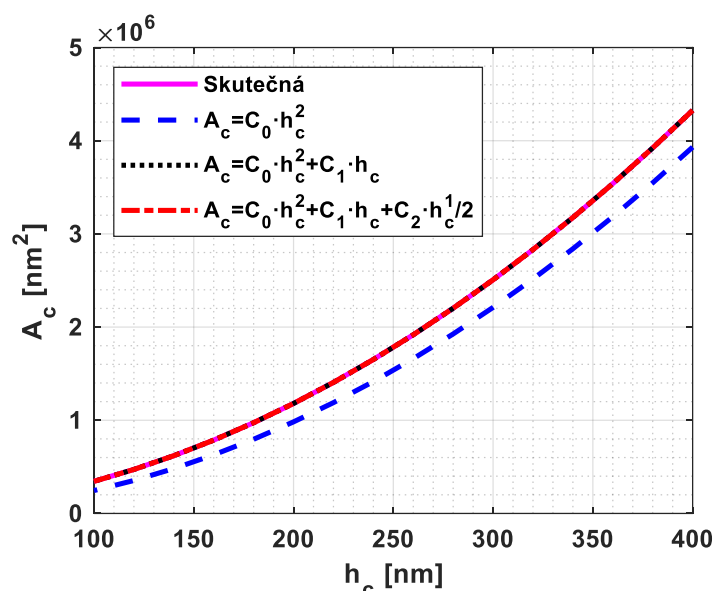
Při určování průmětu kontaktní plochy pomocí Oliver-Pharr analýzy již není možné využít rovnici (13), která platí pouze pro dokonale ostrý indentor. Pro kontaktní hloubku platí rovnice (6), ve které se od maximální hodnoty hloubky odečítá poměr maximálního zatížení vůči kontaktní tuhosti vynásobený geometrickým parametrem. Hodnota poměru roste se zvětšujícím se otupením, a tím pádem se snižuje kontaktní hloubka. Použitím rovnice (13) se tedy průmět kontaktní plochy při zvětšování otupení zmenšuje, což má za následek rychlé zvyšování hodnoty následně vypočítaného modulu pružnosti (obr. 8-13).

V kapitole 3.7, věnující se otupení Berkovičova indentoru, byla uvedena rovnice (18), která se používá pro popis nedokonalého tvaru indentoru. Před použitím rovnice je nutné určit její koeficienty  $C_i$  pomocí proložení křivky odpovídající závislosti průmětu kontaktní plochy na kontaktní hloubce. Tyto křivky byly získány postupným zmenšováním výšky modelu geometrie indentoru a zaznamenáváním obsahu jeho horní plochy pro odpovídající výšku. U reálného indentoru se tyto koeficienty určují experimentálně pomocí nezávislé kalibrační indentace s použitím vzorku z materiálu o známém modulu pružnosti. Závislost velikosti obsahu horní plochy indentoru na jeho výšce pro jednotlivé modely je zobrazena na obrázku 8-11, ze kterého je zřejmé, že s rostoucím otupením se plocha zvětšuje, což odpovídá předcházejícím výsledkům zapsaným v tabulce 8-3.



Obr. 8-11 Závislost velikosti obsahu horní plochy na výšce indentoru pro jednotlivé modely

Rovnice (18) slouží k popsání nedokonalého tvaru indentoru, což může být relativně složitá závislost a je tedy nutné použít všech 9 koeficientů  $C_i$ . V tomto případě jsou ale indentory pouze zaobleny a závislosti jsou hladké parabolické křivky. Na obrázku 8-12 jsou vykresleny funkce ploch s jedním, dvěma a třemi koeficienty spolu se skutečnou závislostí. Obrázek byl vykreslen pro model s otupením 200 nm a už při tomto otupení je zřejmé, že použitím rovnice pouze s jedním koeficientem vzniká velká nepřesnost. Funkce se dvěma a třemi koeficienty již velmi dobře popisují skutečnou závislost průmětu plochy na hloubce. Přidáním třetího koeficientu se přesnost téměř nemění a nemá ho tedy význam používat.



Obr. 8-12 Proložení závislosti průmětu kontaktní plochy na kontaktní hloubce funkcemi s různým počtem koeficientů

Rovnice funkcí popisujících závislost průmětu kontaktní plochy na kontaktní hloubce pro jednotlivé výpočtové modely s různými otupěními jsou následující:

$$A_{c_{100}} = 24,57 \cdot h_c^2 + 495,7 \cdot h_c \quad (36)$$

$$A_{c_{200}} = 24,57 \cdot h_c^2 + 986,1 \cdot h_c \quad (37)$$

$$A_{c_{400}} = 24,57 \cdot h_c^2 + 1978 \cdot h_c \quad (38)$$

$$A_{c_{600}} = 24,57 \cdot h_c^2 + 2969 \cdot h_c \quad (39)$$

Hodnota koeficientu  $C_1$  roste se zvětšujícím se otupěním, což popisuje zvětšující se průmět kontaktní plochy pro určitou kontaktní hloubku. Jak již bylo zmíněno, se zvětšujícím se otupěním mírně klesá vypočítaná kontaktní hloubka. I přesto je ale díky použití rovnic (36) až (39) dosaženo rostoucí hodnoty průmětu kontaktní plochy. Hodnoty kontaktních hloubek a průmětů pro jednotlivé modely jsou zapsány v tabulce 8-4. Pro porovnání byly do tabulky zapsány i hodnoty určené pomocí rovnice (13) pouze s koeficientem  $C_0 = 24,5$ , která platí pro ideálně ostrý indentor.

Tab. 8-4 Kontaktní hloubky a průměty kontaktních ploch určených pomocí Oliver-Pharr analýzy

Velikost otupení	Bez otupení	100 nm	200 nm	400 nm	600 nm
$h_c$ [nm]	389,1	388,9	388,6	388,1	387,5
$A_{c\_OP}$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	3,71	3,91	4,09	4,47	4,84
$A_{c\_OP}$ podle rovnice (13) [ $\mu\text{m}^2$ ]	3,71	3,71	3,7	3,69	3,68

Průměty ploch určené přímo z numerického modelu nabývají vyšších hodnot než ty určené pomocí Oliver-Pharr analýzy i při použití rovnic se dvěma koeficienty  $C_i$ . To je způsobeno radiálními posuvy materiálu při nanoindentaci, které se při použití Oliver-Pharr analýzy korigují až následovně pomocí korekčního faktoru  $\beta_{radiální}$ . Jeho hodnota je závislá na Poissonově poměru materiálu vzorku, který je u těchto modelů stejný jako v předcházejících kapitolách, a proto byla použita hodnota korekčního faktoru  $\beta_{radiální} = 1,071$ , vypočítaná podle rovnice (10) v kapitole 4.6.

Korekční faktor korigující rozdílnou kontaktní tuhost způsobenou odlišnou geometrií Berkovičova a kuželového indentoru byl použit při výpočtu jak s využitím průmětů kontaktních ploch určených přímo z numerického modelu, tak i z průmětů určených pomocí Oliver-Pharr analýzy. Opět byla použita hodnota  $\beta_{ivarová} = 1,058$  odvozená podle Vlassaka a Nixe [12]. Hodnoty vypočítaných modulů pružnosti pomocí rovnic (4) a (5) jsou zapsány v tabulce 8-5.

Tab. 8-5 Moduly pružnosti určené z modelů s otupeným indentorem

	<b>Modul pružnosti vypočítaný z průmětu určeného z num. modelu [GPa]</b>	<b>Modul pružnosti vypočítaný z průmětu určeného pomocí rovnice (13) [GPa]</b>	<b>Modul pružnosti vypočítaný z průmětů určených pomocí rovnic (36) až (39) [GPa]</b>
<b>Bez otupení</b>	407,9	408,4	-
<b>100 nm</b>	409,1	423,3	407,7
<b>200 nm</b>	407,3	438,9	408,4
<b>400 nm</b>	405,3	465,1	405,5
<b>600 nm</b>	404,6	492,9	404,4

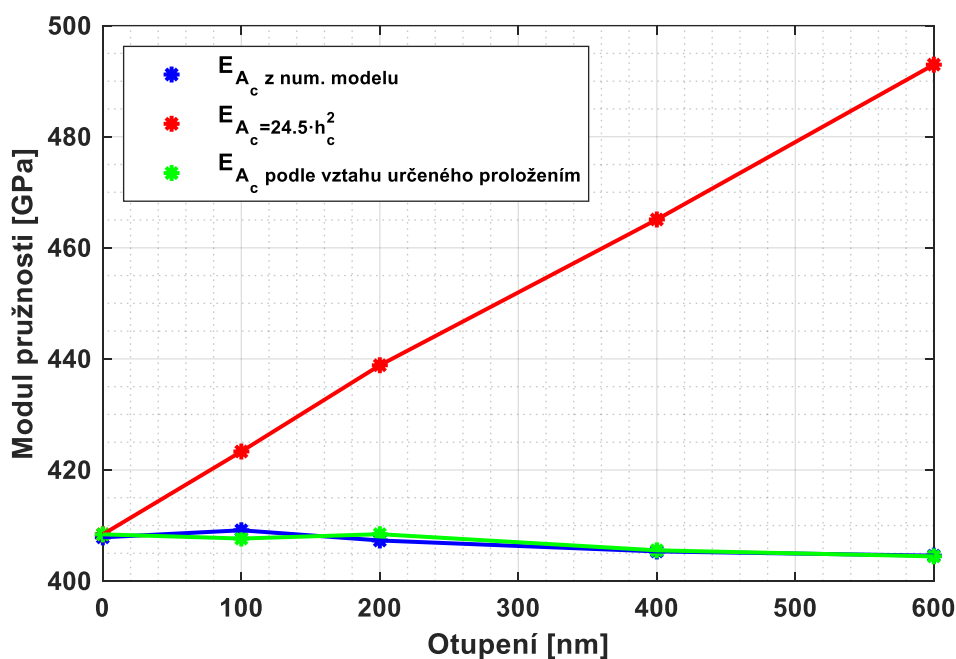
Cílenou hodnotou byl použitý modul pružnosti wolframu  $E = 407$  GPa. Při použití ideálně ostrého indentoru a průmětu určeného pomocí rovnice (13) bylo dosaženo velmi přesného výsledku s rozdílem od požadované hodnoty menším než 0,5 %. Se zvětšujícím se otupením se modul pružnosti velmi rychle zvyšuje a již při malém otupení 100 nm se zvýšil rozdíl oproti cílené hodnotě na 4 %. Pro otupení 600 nm je rozdíl větší než 20 %. Použití takto určeného průmětu kontaktní plochy tedy není pro otupený indentor vhodné.

Při výpočtu s použitím průmětu určeného přímo z numerického modelu a pomocí rovnic (36) až (39) bylo dosaženo velmi podobných hodnot (obr. 8-13), což ověřuje správnou hodnotu korekčního faktoru radiálních posuvů  $\beta_{radiální}$ . Ve všech případech je rozdíl menší než 0,5 %. Hodnoty výsledného modulu pružnosti určené z modelů s dokonale ostrým indentorem, s otupením 100 nm a s otupením 200 nm se pohybují okolo hodnoty 408 GPa s rozdílem menším než 0,5 % a nevykazují stoupající ani klesající trend. Rozdílné hodnoty jsou pravděpodobně způsobené nedokonalým proložením odlehčovací křivky, popřípadě nepřesností v numerickém výpočtu.

Od výpočtového modelu s otupením 200 nm se dalším zvětšováním otupení výsledný modul pružnosti snižuje. Rozdíl oproti cílené hodnotě je ale i u modelu s otupením 600 nm menší než 1 % a lze tedy říct, že při použití rovnice popisující funkci průmětu kontaktní plochy s více koeficienty bylo dosaženo přesných výsledků i u modelu s velkým otupením. Použití korekčního faktoru  $\beta_{tvarová} = 1,058$  odvozeného podle Vlassaka a Nixe je v tomto případě vhodné. Vzhledem k tomu, že modul pružnosti s rostoucím otupením klesá, by se daly výsledky zpřesnit postupným snižováním hodnoty korekčního faktoru  $\beta_{tvarová}$ . Aby bylo dosaženo požadované hodnoty 407 GPa při použití průmětů kontaktních ploch určených pomocí rovnic (36) až (39), tak by korekční faktor  $\beta_{tvarová}$  musel nabývat hodnot zapsaných v tabulce 8-6. Hodnota korekčního faktoru se zvětšujícím se otupením mírně klesá.

Tab. 8-6 Hodnoty korekčního faktoru  $\beta_{tvarová}$  pro jednotlivé modely s otupeným indentorem určené při výpočtu s použitím průmětů kontaktních ploch určených pomocí rovnic (36) až (39)

Velikost otupení	Bez otupení	100 nm	200 nm	400 nm	600 nm
$\beta_{tvarová} [-]$	1,061	1,059	1,061	1,055	1,053



Obr. 8-13 Porovnání modulů pružnosti vypočítaných při použití různě získaných průmětů kontaktních ploch

## 9 ZÁVĚR

Tato diplomová práce se zabývala výpočtovým modelováním nanoindentační zkoušky s Berkovičovým indentorem. Jako materiál vzorku byl použit wolfram. Hlavním cílem bylo ověření platnosti zjednodušených analytických vztahů pomocí numerických výpočtů metodou konečných prvků a stanovení případné korekce výsledků. Ke splnění cíle bylo nutné nejprve provést rešerši týkající se nanoindentační zkoušky a Oliver-Pharr analýzy, která slouží k určování modulu pružnosti a tvrdosti z dat naměřených při zkoušce. Oliver-Pharr analýza byla odvozena pro dokonale tuhý kuželový indenter a pro indentaci lineárně-elastického poloprostoru. Na ověření platnosti vztahů analýzy bylo vytvořeno několik výpočtových modelů nanoindentační zkoušky, u kterých byly postupně odbourávány její předpoklady a analyzovány výsledky.

První výpočtový model byl vytvořen s použitím lineárně-elastického modelu materiálu wolframu. Při vytváření geometrie byly použity rozměry splňující podmínky dané normou, které se ale později ukázaly jako příliš malé a bylo nutné se k tomuto modelu vrátit a provést korekci rozměrů použité geometrie. Byl proveden výpočet s dokonale tuhým a s diamantovým indentorem a výsledky z obou modelů byly porovnány. Do modelu materiálu byla zadána hodnota modulu pružnosti 407 GPa, což byla tedy hodnota, které mělo být dosaženo.

Při výpočtu s dokonale tuhým indentorem, který odpovídá předpokladům Oliver-Pharr analýzy byl určen modul pružnosti 408,6 GPa, což téměř odpovídá cílené hodnotě. Na výpočet byl použit průmět kontaktní plochy určený pomocí analytických vztahů a byl použit korekční faktor nalezený v literatuře. Použití diamantového indentoru v tomto případě není vhodné, protože při indentaci lineárně-elastického materiálu ostrým hrotem dochází v oblasti pod špičkou k překročení meze kluzu. Reálně by zde došlo ke vzniku plastické deformace, kterou ale lineárně-elastický model materiálu nedokáže zahrnout. Jedním z důsledků použití lineárně-elastického modelu materiálu wolframu na vzorku je významné namáhání špičky hrotu, což při použití diamantového indentoru způsobuje jeho výraznou deformaci, která ovlivňuje výsledné hodnoty.

U dalšího výpočtového modelu byl použit elasto-plastický model materiálu bez zpevnění. Tento model byl vytvořen na ověření podmínek vzniku pile-upu, který znehodnocuje výsledky získané pomocí Oliver-Pharr analýzy, protože zvětšuje skutečný průmět kontaktní plochy. Výpočet byl proveden s diamantovým indentorem, který se při použití elasto-plastického modelu materiálu wolframu již téměř nezdeformoval. Ke vzniku pile-upu skutečně došlo, čímž byly ověřeny podmínky nalezené v literatuře. Průmět kontaktní plochy určený pomocí Oliver-Pharr analýzy byl  $11,99 \mu\text{m}^2$ . Oproti tomu skutečný průmět určený přímo z numerického modelu byl  $18,2 \mu\text{m}^2$ . Rozdíl mezi průměty je přibližně 50 %, což dokazuje, že pile-up má významný vliv na výsledky a v případě jeho výskytu je nutné určit, jak moc ovlivňuje kontaktní plochu.

Následně byl uvažován elasto-plastický model materiálu se zpevněním odpovídající skutečnému wolframu. Původní rozměry vzorku a indentoru vycházely z podmínek uvedených v normách. Tyto rozměry jsou příliš malé pro výpočtové modelování, a proto byla provedena citlivostní analýza vlivu rozměrů vzorku a indentoru na výsledky. V první fázi byly zvětšovány rozměry vzorku za stejné velikosti indentoru a ve druhé fázi byla pak měněna velikost indentoru za stejných rozměrů vzorku. Dostatečně velká výška vzorku byla pro indentaci do hloubky 715 nm určena jako 70  $\mu\text{m}$ , průměr vzorku 100  $\mu\text{m}$  a výška indentoru 70  $\mu\text{m}$ , což je výrazně více, než uvádí ISO norma.

Na základě výsledků z citlivostní analýzy byl vytvořen výpočtový model s dostatečně velkými rozměry. Průmět plochy určený přímo z numerického modelu byl v tomto případě  $13,65 \mu\text{m}^2$  a průmět určený pomocí Oliver-Pharr analýzy  $11,87 \mu\text{m}^2$ . Při výpočtu pomocí analytických vztahů není zahrnut vliv radiálních posuvů materiálu při indentaci a je nutné ho následně korigovat pomocí korekčního faktoru  $\beta_{\text{radiální}}$ , který byl v tomto případě roven  $\beta_{\text{radiální}} = 1,071$ .

Dále bylo nutné použít korekční faktor  $\beta_{\text{tvarová}}$ , který koriguje rozdílnou kontaktní tuhost Berkovičova a kuželového indentoru. Na výpočet byla použita běžně používaná hodnota  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,058$ . Při výpočtu modulu pružnosti s použitím průmětu kontaktní plochy určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy byly použity oba korekční faktory  $\beta_{\text{tvarová}}$  i  $\beta_{\text{radiální}}$  a jeho hodnota byla vypočítána jako  $413,6 \text{ GPa}$ . Při výpočtu s použitím průmětu určeného přímo z numerického modelu byl použit pouze jeden korekční faktor, a to  $\beta_{\text{tvarová}}$ , a byla vypočítána hodnota modulu pružnosti  $412,8 \text{ GPa}$ . Rozdíl mezi jednotlivými přístupy je pouze  $0,2 \%$ , z čehož vyplývá, že korekční faktor  $\beta_{\text{radiální}} = 1,071$  velmi dobře koriguje výsledky získané pomocí Oliver-Pharr analýzy. Oproti cílené hodnotě  $407 \text{ GPa}$  se výsledky lišily přibližně o  $1,5 \%$ . Použití korekčního faktoru  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,058$  je tedy vhodné. Aby bylo dosaženo přesné hodnoty zadané do modelu materiálu, tak by hodnota korekčního faktoru musela být  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,069$  pro průmět určený přímo z numerického modelu a  $\beta_{\text{tvarová}} = 1,07$  při použití průmětu určeného pomocí Oliver-Pharr analýzy.

Poslední část diplomové práce se zabývala analýzou vlivu otupení indentoru na výsledky nanoindentační zkoušky. Byl použit elasto-plastický model materiálu wolframu a již ověřené rozměry vzorku a indentoru. Na analýzu byly vytvořeny čtyři modely s otupením o rádiu  $100, 200, 400$  a  $600 \text{ nm}$ . Čím větší je otupení indentoru, tím vyšší je maximální styková síla. Se zvětšujícím se otupením také rostl průmět kontaktní plochy určený přímo z numerického modelu. V rámci Oliver-Pharr analýzy byly odvozeny i rovnice popisující indentor s nedokonalou geometrií. Jejich použitím bylo při použití korekčního faktoru  $\beta_{\text{radiální}} = 1,071$  dosaženo téměř stejných výsledků jako při použití průmětu plochy určeného přímo z numerického modelu. Se zvětšujícím se otupením indentoru mírně klesá vypočítaná hodnota modulu pružnosti a bylo by tedy vhodné postupně snižovat hodnotu korekčního faktoru  $\beta_{\text{tvarová}}$  v závislosti na míře otupení indentoru.

## 10 SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] HAY, J. L. a G. M. PHARR. Instrumented Indentation Testing. Mechanical Testing and Evaluation: ASM Handbook [online]. 2000, (8), 232-241 [cit. 2023-02-26]. Dostupné z: doi.org/10.31399/asm.hb.v08.a0003273
- [2] ANTHONY, C. Fischer-Cripps. Nanoindentation [online]. 3. Springer, New York, NY, 2011, 279 s. [cit. 2022-11-27]. ISBN 978-1-4419-9872-9. Dostupné z: doi 10.1007/978-1-4419-9872-9
- [3] OLIVER, W. C. a G. M. PHARR. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research [online]. 1992, 7, 1564-1583 [cit. 2022-11-08]. Dostupné z: doi.org/10.1557/JMR.1992.1564
- [4] SNEDDON, Ian N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. International journal of engineering science [online]. 1965, 3(1), 47-57 [cit. 2023-02-27]. ISSN 1879-2197. Dostupné z: doi:10.1016/0020-7225(65)90019-4
- [5] DOERNER, M. F. a W. D. NIX. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. Journal of Materials Research [online]. 1986, 1(4), 601-609 [cit. 2023-02-27]. Dostupné z: doi.org/10.1557/JMR.1986.0601
- [6] BOLSHAKOV, A. a G. M. PHARR. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. Journal of materials research [online]. 1998, 13(4), 1049-1058 [cit. 2023-02-06]. ISSN 2044-5326. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.1998.0146
- [7] SHIM, S., W.C. OLIVER a G.M. PHARR. A comparison of 3D finite element simulations for Berkovich and conical indentation of fused silica. International Journal of Surface Science and Engineering [online]. 2007, 1(2/3), 259-273 [cit. 2023-02-06], ISSN 1749-785X. Dostupné z: doi:10.1504/IJSURFSE.2007.015028
- [8] PHARR, G. M. a A. BOLSHAKOV. Understanding nanoindentation unloading curves. Journal of materials research [online]. 2002, 17(10), 2660-2671 [cit. 2023-02-06]. ISSN 2044-5326. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.2002.0386
- [9] OLIVER, W.C. a G. M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. Journal of Materials Research [online]. 2004, 19(01), 3-20 [cit. 2022-11-28]. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3.
- [10] KOVÁŘ, J., V. FUIS, R. ČTVRTLÍK a J. TOMÁŠTÍK. The discrepancy between the indentation curves obtained by the finite element method calculation with a Berkovich and a conical indenter. Journal of materials research [online]. 37(10), 1750-1761 [cit. 2023-02-05]. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/s43578-022-00574-6



- [11] KING, R.B. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *International journal of solids and structures* [online]. 1987, 23(12), 1657-1664 [cit. 2023-02-05]. ISSN 1879-2146. Dostupné z: doi:10.1016/0020-7683(87)90116-8
- [12] VLASSAK, Joost J. a W.D. NIX. Measuring the elastic properties of anisotropic materials by means of indentation experiments. *Journal of the mechanics and physics of solids* [online]. 1994, 42(8), 1223-1245 [cit. 2023-02-06]. ISSN 0022-5096. Dostupné z: doi:10.1016/0022-5096(94)90033-7
- [13] HAY, Jack C., A. BOLSHAKOV a G. M. PHARR. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data. *Journal of materials research* [online]. 1999, 14(6), 2296-2305 [cit. 2022-08-11]. ISSN 2044-5326. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.1999.0306
- [14] LARSSON, P.-L., A.E. GIANNAKOPOULOS, E. SÖDERLUND, D.J. ROWCLIFFE a R. VESTERGAARD. Analysis of Berkovich indentation. *International journal of solids and structures* [online]. 1996, 33(2), 221-248 [cit. 2023-02-18]. ISSN 0020-7683. Dostupné z: doi:10.1016/0020-7683(95)00033-7
- [15] MARSHALL, D. B., T. NOMA a A. G. EVANS. A Simple Method for Determining Elastic-Modulus-to-Hardness Ratios using Knoop Indentation Measurements. *Journal of the American Ceramic Society* [online]. 1982, 65(10), 175-176 [cit. 2023-02-18]. ISSN 1551-2916 Dostupné z: doi:10.1111/j.1151-2916.1982.tb10357.x
- [16] Aglient Technologies: How to Select the Correct Indenter Tip, 2009 [online]. © 2023 [cit. 2023-02-12]. Dostupné z: <https://www.toyo.co.jp/files/user/img/product/microscopy/pdf/5990-4907EN.pdf>
- [17] PARK, Y.J. a G.M. PHARR. Nanoindentation with spherical indenters: finite element studies of deformation in the elastic-plastic transition regime. *Thin solid films* [online]. 2004, 447, 246-250 [cit. 2023-02-14]. ISSN 1879-2731. Dostupné z: doi:10.1016/S0040-6090(03)01102-7
- [18] ZONG, W.J., D. WU a C.L. HE. Radius and angle determination of diamond Berkovich indenter. *Measurement: journal of the International Measurement Confederation* [online]. 2017, 104, 243-252 [cit. 2023-02-12]. ISSN 1873-412X. Dostupné z: doi:10.1016/j.measurement.2017.03.035
- [19] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály – Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů – Část 1: Zkušební metoda*. Český normalizační institut, Praha, 2003.
- [20] Azo materials: Diamond (C) - Properties and Applications, 2001 [online]. © 2000-2023 [cit. 2022-10-12]. Dostupné z: <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=262>
- [21] Material properties: Diamond-properties-application-price [online]. © 2023 [cit. 2022-10-12]. Dostupné z: <https://material-properties.org/diamond-properties-application-price/>
- [22] KLEIN, Claude A. a Gregory F. CARDINALE. Young's modulus and Poisson's ratio of CVD diamond. *Diamond and related materials* [online]. 1993, 2(5), 918-923 [cit. 2022-10-12]. ISSN 1879-0062. Dostupné z: doi:10.1016/0925-9635(93)90250-6

- [23] VOLZ, T, R SCHWAIGER, J WANG a S M WEYGAND. Comparison of three approaches to determine the projected area in contact from finite element Berkovich nanoindentation simulations in tungsten. IOP conference series. Materials Science and Engineering [online]. 2017, 257(1), 12013 [cit. 2022-10-12]. ISSN 1757-899X. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/257/1/012013
- [24] Aglient Technologies: Tungsten (W) - The Different Properties and Applications, 2013 [online]. © 2000-2023 [cit. 2022-10-12]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9119>
- [25] MatWeb, material property data: Tungsten, W [online]. © 1996-2023 [cit. 2022-10-12]. Dostupné z: [https://www.matweb.com/search/datasheet\\_print.aspx?matguid=41e0851d2f3c417ba69ea0188fa570e3](https://www.matweb.com/search/datasheet_print.aspx?matguid=41e0851d2f3c417ba69ea0188fa570e3)
- [26] KOVÁŘ, J., FUIS V. a ČTVRTLÍK R. Influencing of the pile-up and the sink-in by the coefficient of friction in the nanoindentation test. Engineering mechanics 2020: 26th international conference [online]. 2020, 26(1), 298-301 [cit. 2023-01-23]. ISSN 1805-8248. Dostupné z: [https://www.engmech.cz/im/doc/EM2020\\_proceedings.pdf](https://www.engmech.cz/im/doc/EM2020_proceedings.pdf)
- [27] FEA Tips: Selecting the contact and target sides in ANSYS [online]. © 2023 [cit. 2023-03-20]. Dostupné z: <https://featips.com/2022/09/27/selecting-the-contact-and-target-sides-in-ansys/>
- [28] ARGON, A. S. a S. R. MALOOF. Plastic deformation of tungsten single crystal at low temperatures. Acta Metallurgica [online]. 1966, 14(11) [cit. 2022-10-12]. ISSN 0001-6160. Dostupné z: doi.org/10.1016/0001-6160(66)90165-9
- [29] FIALA, L., I. BALLO, J. KOVÁŘ a V. FUIS. Comparison of finite element simulation of tungsten nanoindentation with Berkovich and conical indenter. Engineering mechanics 2023: 29th international conference. 2023, 29(1), 63-66. ISSN 1805-8248.

# 11 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK, SYMBOLŮ A VELIČIN

Symbol	Jednotka	Význam
$A_c$	[ $\mu\text{m}^2$ ]	Průmět kontaktní plochy
$A_{c\_num}$	[ $\mu\text{m}^2$ ]	Průmět kontaktní plochy určený přímo z numerického modelu
$A_{c\_OP}$	[ $\mu\text{m}^2$ ]	Průmět kontaktní plochy určen pomocí Oliver-Pharr analýzy
$b, c$	[nm]	Rozměry diagonál Knoopova indentoru
$C_i$	[ - ]	Koeficienty obsažené ve funkci plochy
$d$	[nm]	Průmět plochy vtisku
$E$	[GPa]	Modul pružnosti
$E_{eff}$	[GPa]	Efektivní modul pružnosti
$E_i$	[GPa]	Modul pružnosti materiálu indentoru
$E_s$	[GPa]	Modul pružnosti materiálu vzorku
$F$	[mN]	Zatížení
$F_{max}$	[mN]	Maximální zatížení
$H$	[GPa]	Tvrдость
$h$	[nm]	Hloubka indentace
$h_c$	[nm]	Kontaktní hloubka
$h_f$	[nm]	Hloubka vtisku po odlehčení
$h_{max}$	[nm]	Maximální hloubka vtisku
$h_s$	[nm]	Hloubka propadnutí plochy vzorku při indentaci
$m$	[ - ]	Koeficient popisující odlehčovací křivku
$r$	[nm]	Poloměr plochy vtisku
$S$	[mN/nm]	Kontaktní tuhost
$\alpha$	[mN/nm <sup>m</sup> ]	Koeficient popisující odlehčovací křivku
$\beta_{tvarová}$	[ - ]	Korekční faktor rozdílné tuhosti Berkovičova a kuželového indentoru
$\beta_{radiální}$	[ - ]	Korekční faktor radiálních posuvů
$\beta_{celk}$	[ - ]	Celkový korekční faktor
$\Gamma$	[ - ]	Gama funkce
$\varepsilon$	[ - ]	Parametr závisující na geometrii indentoru
$\varepsilon_{skutečné}$	[ - ]	Skutečné přetvoření

$\varepsilon_{smluvní}$	[ - ]	Smluvní přetvoření
$\varepsilon_{plastické}$	[ - ]	Plastické přetvoření
$\eta$	[ - ]	Míra zpevnění elasto-plastického materiálu
$\theta$	[ ° ]	Definiční úhel indentoru
$\kappa$	[ - ]	Koeficient geometrie Knoopova indentoru
$\mu_i$	[ - ]	Poissonův poměr materiálu indentoru
$\mu_s$	[ - ]	Poissonův poměr materiálu vzorku
$\sigma_{skutečné}$	[MPa]	Skutečné napětí
$\sigma_{smluvní}$	[MPa]	Smluvní napětí
$\sigma_y$	[MPa]	Mez kluzu
$\varphi$	[ ° ]	Efektivní vrcholový polo-úhel kuželového indentoru

### Zkratka

### Význam

AFM	Atomic force microscopy (mikroskopie atomárních sil)
CAD	Computer aided design
E-PL	Elasto-plastický
LVDT	Lineárně proměnné diferenciální transformátory
O-P	Oliver-Pharr
SEM	Scanning electron microscopy (rastrovací elektronová mikroskopie)

## 12 SEZNAM OBRÁZKŮ A GRAFŮ

Obr. 3-1	Schéma zkušebního zařízení [1].....	15
Obr. 3-2	Schématický průběh zatížení a odlehčení [3].....	16
Obr. 3-3	Schématické zobrazení hloubek vtisku při nanoindentaci [3].....	18
Obr. 3-4	Schématické zobrazení propadnutí materiálu v okolí indentoru .....	20
Obr. 3-5	Schématické zobrazení nahromadění materiálu v okolí indentoru.....	20
Obr. 3-6	Vliv a) sink-inu a b) pile-upu na průmět kontaktní plochy .....	21
Obr. 3-7	Chování materiálu bez zpevnění pro různé poměry $h_f/h_{max}$ při nanoindentaci [6].....	21
Obr. 3-8	Chování materiálu se zpevnění pro různé poměry $h_f/h_{max}$ při nanoindentaci [6].....	22
Obr. 3-9	Grafické zobrazení zpevnění materiálu z obrázku 3-8 [6] .....	22
Obr. 3-10	Schématické zobrazení a) Berkovičova indentoru a b) Vickersova indentoru .....	23
Obr. 3-11	Schématické zobrazení a) Knoopova indentoru a b) tvaru otisku indentoru .....	24
Obr. 3-12	Schématické zobrazení a) kuželového indentoru a b) sférokuželu .....	25
Obr. 3-13	Vliv otupení špičky indentoru na průmět kontaktní plochy pro různé hloubky indentace [2].....	26
Obr. 4-1	Schématický obrázek geometrie a okrajových podmínek (rozměry jsou v $\mu\text{m}$ ).....	27
Obr. 4-2	Souřadnicové systémy výpočtového modelu .....	28
Obr. 4-3	Rozdělení vzorku a indentoru na více částí.....	29
Obr. 4-4	Sít konečných prvků pro model s diamantovým indentorem a detail sítě .....	30
Obr. 4-5	Celková deformace při maximálním zatížení v mikrometrech pod hranou a pod středem plochy.....	31
Obr. 4-6	Porovnání deformovaného a nedeformovaného indentoru při maximálním zatížení v řezu.....	32
Obr. 4-7	Propadnutí materiálu v okolí indentoru pro vzorek s elastickým izotropním modelem materiálu .....	32
Obr. 4-8	Deformovaná plocha vzorku se zvýrazněnými uzly, které jsou v kontaktu .....	33
Obr. 4-9	Hranice průmětu kontaktní plochy do roviny nedeformovaného vzorku.....	33
Obr. 4-10	Indentační křivka určená z modelu s lineárně-elastickým modelem materiálu s diamantovým indentorem .....	34
Obr. 4-11	Porovnání indentačních křivek pro diamantový a dokonale tuhý indentor .....	36
Obr. 4-12	Porovnání deformovaných ploch pro diamantový a dokonale tuhý indentor .....	36
Obr. 4-13	Redukované napětí při maximálním zatížení v MPa pod hranou a pod středem plochy.....	38

Obr. 4-14	Redukovaného napětí při maximálním zatížení při vykreslení celého vzorku .....	38
Obr. 5-1	Závislost napětí na přetvoření pro elasto-plastický model materiálu bez zpevnění .....	39
Obr. 5-2	Rozdělení vzorku a indentoru na více částí .....	40
Obr. 5-3	Sít' konečných prvků výpočtového modelu s elasto-plastickým modelem materiálu bez zpevnění .....	40
Obr. 5-4	Celková deformace v $\mu\text{m}$ při maximálním zatížení pro výpočtový model s elasto-plastickým modelem materiálu bez zpevnění.....	41
Obr. 5-5	Zobrazení vzorku a indentoru v řezu pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu bez zpevnění .....	42
Obr. 5-6	Hranice průmětu kontaktní plochy vzorku pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu bez zpevnění .....	42
Obr. 5-7	Vtisk po úplném odlehčení u elasto-plastického modelu bez zpevnění .....	43
Obr. 6-1	Závislost skutečného napětí na skutečném plastickém přetvoření .....	45
Obr. 6-2	Rozdělení vzorku a indentoru na několik částí.....	45
Obr. 6-3	Sít' konečných prvků u modelu s elasto-plastickým modelem materiálu s diamantovým indentorem a detail sítě .....	46
Obr. 6-4	Celková deformace v $\mu\text{m}$ při maximálním zatížení pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu s uvažováním zpevnění.....	47
Obr. 6-5	Řez vzorku a indentoru při maximálním zatížení.....	48
Obr. 6-6	Hranice průmětu kontaktní plochy vzorku pro výpočtový model s E-PL modelem materiálu se zpevněním .....	48
Obr. 6-7	Porovnání indentačních křivek pro diamantový a dokonale tuhý indenter .....	49
Obr. 6-8	Hodnoty redukovaného napětí v MPa u modelu s rozměry danými normou .....	51
Obr. 6-9	Odlehčovací křivky určené ze všech modelů použitých v citlivostní analýze rozměrů.....	52
Obr. 6-10	Detail odlehčovacích křivek na začátku odlehčování .....	52
Obr. 6-11	Detail odlehčovacích křivek v téměř odlehčeném stavu.....	53
Obr. 6-12	Redukované napětí v MPa při maximálním zatížení pro výpočtový model s dostatečně velkými rozměry (legenda byla nastavena stejně jako na obrázku 6-8, s výjimkou maximálních hodnot).....	56
Obr. 6-13	Detail rozdělení vzorku a indentoru na více částí .....	57
Obr. 6-14	Porovnání původní a upravené sítě u modelu sloužícího k ověření sítě .....	57
Obr. 6-15	Porovnání odlehčovacích křivek pro jednotlivé modely s odlišnou sítí .....	58
Obr. 6-16	Detail odlehčovacích křivek určených při citlivostní analýze faktoru penetrace.....	60

Obr. 6-17	Porovnání odlehčovacích křivek určených z modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry.....	61
Obr. 6-18	Redukované napětí v MPa při maximálním zatížení při použití dokonale tuhého indentoru a diamantového indentoru .....	62
Obr. 7-1	Rozdělení vzorku a indentoru na více částí u lineárně-elastického výpočtového modelu s diamantovým indentorem .....	63
Obr. 7-2	Porovnání indentačních křivek modelů s diamantovým indentorem s různými rozměry.....	64
Obr. 7-3	Porovnání indentačních křivek modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry.....	65
Obr. 8-1	Ideálně ostrý indentor, s otupením 200 nm a s otupením 600 nm.....	67
Obr. 8-2	Rozdělení vzorku a indentoru na více částí u výpočtového modelu s otupeným indentorem .....	68
Obr. 8-3	Detail sítě na špičce indentoru u výpočtového modelu s otupením 200 nm .....	69
Obr. 8-4	Detail sítě u výpočtového modelu s otupením indentoru 400 nm .....	69
Obr. 8-5	Celková deformace při maximálním zatížení v $\mu\text{m}$ pro výpočtový model s otupením 100 nm a 600 nm. Vlevo je celková deformace pod hranou a vpravo pod středem stěny .....	70
Obr. 8-6	Normálové napětí v MPa ve směru osy Y při maximálním zatížení pod hranou indentoru pro model s dokonale ostrým indentorem, pro model s otupením 100 nm a pro model s otupením 600 nm.....	71
Obr. 8-7	Kontaktní tlak v MPa při maximálním zatížení pro model s otupením 600 nm .....	71
Obr. 8-8	Porovnání indentačních křivek určených z jednotlivých modelů s otupenými indentory .....	72
Obr. 8-9	Vliv zaoblení špičky indentoru na velikost průmětu kontaktní plochy .....	73
Obr. 8-10	Hranice průmětů kontaktních ploch jednotlivých modelů s otupenými indentory .....	73
Obr. 8-11	Závislost velikosti obsahu horní plochy na výšce indentoru pro jednotlivé modely ....	74
Obr. 8-12	Proložení závislosti průmětu kontaktní plochy na kontaktní hloubce funkcemi s různým počtem koeficientů .....	75
Obr. 8-13	Porovnání modulů pružnosti vypočítaných při použití různě získaných průmětů kontaktních ploch.....	77

## 13 SEZNAM TABULEK

Tab. 3-1	Hodnoty parametru $\varepsilon$ a $m$ pro různé indentory [3].....	19
Tab. 3-2	Vzorce pro průměty kontaktních ploch, definiční úhly a efektivní kuželové vrcholové polo-úhly pro různé typy indenterů [2] .....	23
Tab. 4-1	Velikosti úhlů na špičce indenteru před a po deformaci .....	31
Tab. 4-2	Hodnoty určené z výpočtového modelu s diamantovým indentorem .....	35
Tab. 4-3	Průměty kontaktních ploch a parametry získané z proložení indentační křivky pro model s dokonale tuhým indentorem .....	37
Tab. 4-4	Hodnoty určené z výpočtového modelu s dokonale tuhým indentorem.....	37
Tab. 6-1	Hodnoty určené z indentačních křivek výpočtových modelů s elasto-plastickým modelem materiálu .....	49
Tab. 6-2	Moduly pružnosti vypočítané z modelů s rozměry danými normou .....	50
Tab. 6-3	Hodnoty zjištěné při citlivostní analýze vlivu rozměrů vzorku na modul pružnosti ....	54
Tab. 6-4	Hodnoty zjištěné při citlivostní analýze vlivu rozměrů indenteru na modul pružnosti .....	55
Tab. 6-5	Hodnoty získané při citlivostní analýze vlivu faktoru penetrace na výsledný modul pružnosti .....	59
Tab. 6-6	Porovnání hodnot určených z modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry .....	61
Tab. 7-1	Porovnání modulů pružnosti vypočítaných z modelů s diamantovým indentorem s různými rozměry.....	65
Tab. 7-2	Hodnoty určené z modelu s dokonale tuhým indentorem a s dostatečně velkými rozměry.....	66
Tab. 7-3	Porovnání modulů pružnosti vypočítaných z modelů s dokonale tuhým indentorem s různými rozměry.....	66
Tab. 8-1	Velikosti prvků na spodní části indenteru pro jednotlivé modely s otupením .....	68
Tab. 8-2	Hodnoty získané z indentačních křivek určených z jednotlivých modelů s otupením .....	72
Tab. 8-3	Průměty ploch určené z numerického modelu pro jednotlivé otupení .....	73
Tab. 8-4	Kontaktní hloubky a průměty kontaktních ploch určených pomocí Oliver-Pharr analýzy .....	75
Tab. 8-5	Moduly pružnosti určené z modelů s otupeným indentorem .....	76
Tab. 8-6	Hodnoty korekčního faktoru $\beta_{\text{varová}}$ pro jednotlivé modely s otupeným indentorem určené při výpočtu s použitím průmětů kontaktních ploch určených pomocí rovnic (36) až (39) .....	77