

Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Katedra experimentální fyziky

Nanotechnologie



Bakalářská práce

Vliv korekčních faktorů na vyhodnocení  
nanoindentační zkoušky

Vypracoval: Radim Kudělka

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



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

V Olomouci dne: .....

Podpis autora: .....

*Velmi rád bych poděkoval vedoucímu práce Mgr. Radimovi Čtvrtlíkovi, Ph.D. za cenné rady, čas strávený v laboratoři, nadstandardní přístup a v neposlední řadě velkou trpělivost během přípravy této bakalářské práce. Také bych rád poděkoval Mgr. Janu Tomáščíkovi za podporu a seznámení s NanoTestem.*

## ***Bibliografická identifikace:***

Jméno a příjmení autora:	Radim Kudělka
Název práce:	Vliv korekčních faktorů na vyhodnocení nanoindentační zkoušky
Typ práce:	Bakalářská
Pracoviště:	Katedra experimentální fyziky
Vedoucí práce:	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Rok obhajoby práce:	2018
Abstrakt:	Cílem této práce je charakterizovat vliv korekčních faktorů na hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu získané vyhodnocením nanoindentační zkoušky s použitím metody Olivera a Pharra. Byl určen vliv použití variabilního a konstantního faktoru epsilon, poddajnosti přístroje, termálního driftu, faktoru beta a fitovacího intervalu. Použité materiály byly křemenné sklo, měď, wolfram, hliník, ocel, titan, polykarbonát, křemík a safír.
Klíčová slova:	Nanoindentace, korekční faktory, poddajnost přístroje, termální drift, fitovací interval.
Počet stran:	54
Počet příloh:	0
Jazyk:	Český

## ***Bibliographic identification***

Author's first name and surname: Radim Kudělka

Title: Effect of correction factors on nanoindentation test evaluation

Type of thesis: Bachelor

Department: Department of Experimental Physics

Supervisor: Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.

The years of presentation: 2018

Abstract: The aim of this thesis is to characterize the effect of correction factors on the values of hardness and reduced modulus that were gained during the analysis of nanoindentation test using the Oliver and Pharr method. The effects of variable and constant factor epsilon, machine compliance, thermal drift, factor beta and fitting interval were determined. Materials used were fused silica, copper, tungsten, aluminium, steel, titanium, polycarbonate, silicon and sapphire.

Keywords: Nanoindentation, correction factors, machine compliance, thermal drift, fitting interval.

Number of pages: 54

Number of appendices: 0

Languages: Czech

# Obsah

1. Úvod.....	8
2. Nanoindentace.....	9
2.1. Princip nanoindentace .....	9
2.2. Typy indentorů.....	11
2.3. Geometrická podobnost a plastická zóna pod indentorem .....	13
2.4. Zatěžovací a odlehčovací křivky.....	14
3. Vyhodnocení nanoindentační zkoušky .....	15
3.1. Metoda Oliver - Pharr .....	15
4. Faktory ovlivňující vyhodnocení nanoindentační zkoušky.....	19
4.1. Variable epsilon.....	19
4.2. Poddajnost přístroje.....	23
4.3. Termální drift .....	25
4.4. Vliv fitovacího intervalu .....	26
4.5. Korekční faktor $\beta$ .....	27
5. Experimentální část.....	29
5.1. Popis přístroje a provedení měření .....	29
5.2. Variable epsilon.....	30
5.3. Poddajnost přístroje.....	34
5.4. Termální drift .....	40
5.5. Vliv fitovacího intervalu .....	45
5.6. Korekční faktor $\beta$ .....	49
6. Závěr.....	51
Použitá literatura a zdroje.....	53

## ***1. Úvod***

Pro dnešní dobu je typické neustálé zmenšování. Nejlépe lze tento trend pozorovat na výpočetní technice. Dřívější počítače s rozměry v řádu desítek metrů se nemůžou výkonem srovnávat s chytrými telefony, které většina z nás nosí v kapse. Zmenšování ale probíhá i mimo výpočetní techniku. Bulkové materiály jsou nahrazovány nanostrukturami, případně jsou na ně nanášeny tenké vrstvy. Ruku v ruce s tímto rozmachem mikro a nanotechnologií ale přichází potřeba kvantifikace jejich mechanických vlastností jako jsou například tvrdost nebo elastický modul. Běžné způsoby jejich určení nelze aplikovat na vrstvy s šířkou v řádu stovek nebo dokonce desítek nanometrů. To vedlo k teoretickému i praktickému vývoji nanoindentační zkoušky. Ta se v principu příliš neliší od klasických vtiskových zkoušek. Při jejím praktickém provedení ale vyvstává celá řada jevů a komplikací spojených s nano rozměry. Vyhodnocení je založeno na několika korekčních faktorech, jejichž význam se postupně vyvíjel s tím, jak se měnilo pochopení nanoindentační zkoušky samotné, zejména deformační odezvy zkoumaného materiálu. Snaha o co nejpřesnější určení mechanických vlastností znamená snahu o co nejpřesnější matematický popis těchto jevů a určení vlivu korekčních faktorů na vyhodnocení nanoindentační zkoušky. To je cílem této bakalářské práce.

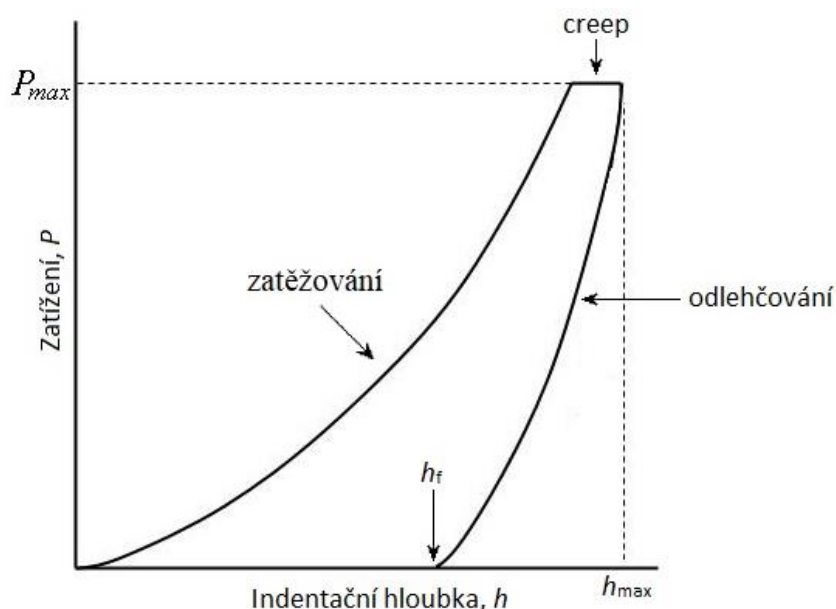


## 2. Nanoindentace

Nanoindentace je přímá metoda měření mechanických vlastností nízkoobjemových materiálů a tenkých vrstev. Měřené vlastnosti jsou zejména tvrdost a elastický modul. Nanoindentace přímo vychází z klasických indentačních zkoušek. Hlavním rozdílem jsou řády zatížení, které se pohybuje na hranici  $\mu\text{N}$  a  $\text{mN}$  s rozlišením v  $\mu\text{N}$ , a indentační hloubka, která se pohybuje v  $\text{nm}$  s rozlišením v řádu desetin  $\text{nm}$ . Dalším rozdílem je metoda snímání vtisku. Optické zobrazovací metody byly nahrazeny SEM a AFM, ty byly později nahrazeny snímáním hloubky vtisku a výpočtem plochy vtisku. Posledním rozdílem je vyšší citlivost na parazitní vlivy.

### 2.1. Princip nanoindentace

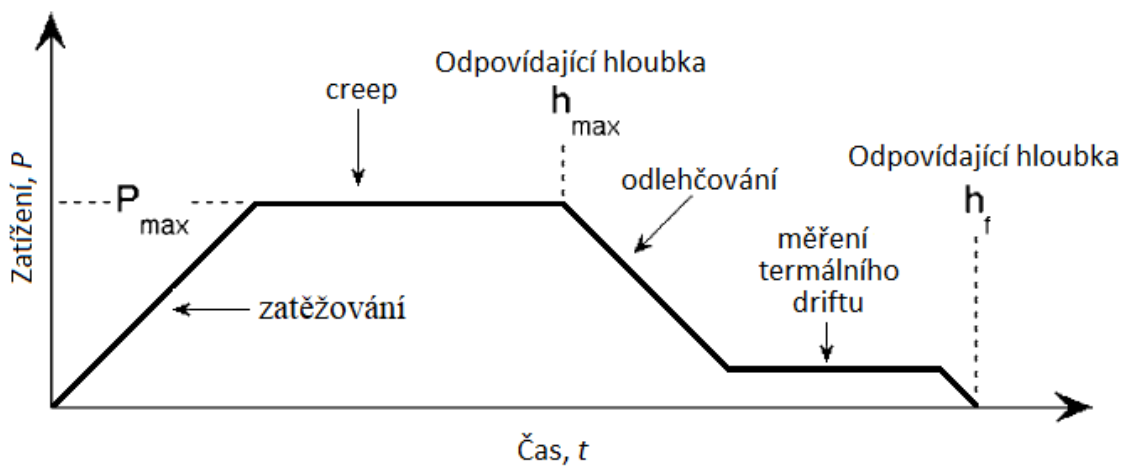
Cílem většiny indentačních měření je určit tvrdost  $H$  a redukovaný modul pružnosti  $E_r$  z indentačních křivek. Ty zaznamenávají okamžité hodnoty zátěže  $P$  a indentační hloubky  $h$  snímané během nanoindentační zkoušky, viz obr. 1.



Obr. 1: Indentační křivka.

Nanoindentační zkouška se skládá ze zatěžování a odlehčování. Během zatěžování dochází k vtisknutí indentoru (hrotu) s přesně definovaným geometrickým tvarem do povrchu zkoumaného materiálu vlivem rostoucí zátěže  $P$ . Zpočátku je deformace

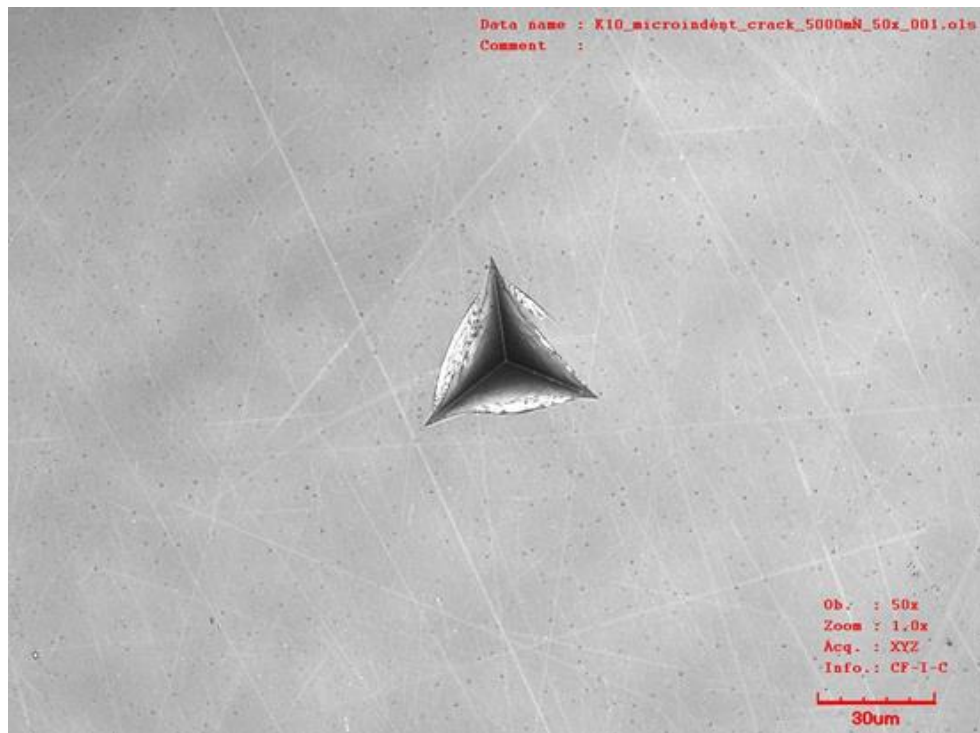
povrchu elastická, s rostoucí zátěží dojde k elasticko-plastické deformaci povrchu. Po dosažení maximální hodnoty zátěže  $P_{\max}$  je většinou po krátkou dobu zátěž udržována konstantní. U některých materiálů totiž může po ukončení zatěžovacího cyklu docházet k tzv. creepu (tečení), plastické deformaci, která je funkcí času. Zpravidla se projevuje postupným zvětšováním indentační hloubky i při konstantní zátěži, viz obr. 1. Následně dochází k elastickému odlehčování, zátěž je postupně snižována až na nulovou hodnotu. Ke konci odlehčovací fáze (obvykle se volí 90% odlehčení) jsou při konstantním zatížení snímána data potřebná pro určení termálního driftu. Průběh nanoindentační zkoušky je zobrazen na obr. 2.



Obr. 2: Průběh nanoindentační zkoušky.

Po ukončení indentace zůstane ve vzorku reziduální (konečný, finální) vtisk  $h = h_f$ , viz obr 3. Starší metoda vyhodnocení byla založena na měření jeho rozměrů, v případě makro a mikro indentace pomocí optické mikroskopie, v případě nanoindentace pomocí elektronové mikroskopie nebo mikroskopie atomárních sil. Tato metoda se ukázala jako nepostačující, protože měření reziduálních vtisků stále menších rozměrů bylo čím dál obtížnější.

Současná metoda vyhodnocení, tzv. DSI (depth sensing indentation) využívá známou geometrii indentoru a indentační hloubku snímanou po celou dobu indentačního cyklu pro výpočet průmětu kontaktní plochy  $A$ . Z průmětu kontaktní plochy a snímané zátěže určíme hodnotu tvrdosti  $H$ .



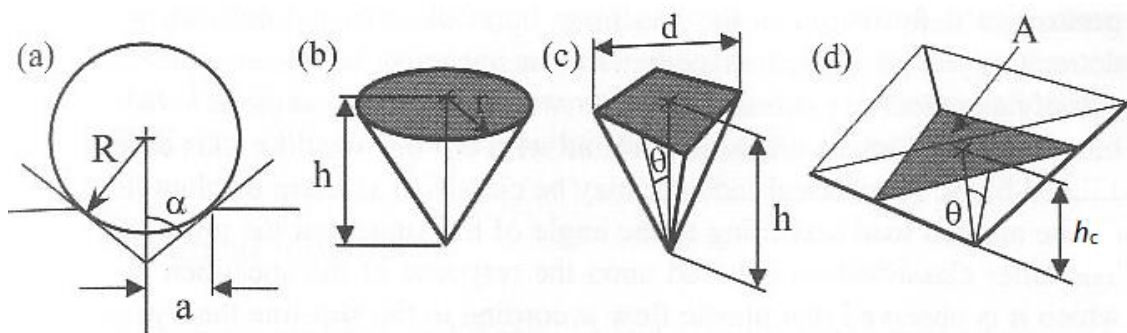
Obr. 3: Snímek reziduálního vtisku po indentaci Berkovičovým hrotem.

## 2.2. Typy indentorů

Indentační zkoušky se provádí s širokou škálou typů indentorů (hrotů). Indentory mohou být sférické, kuželové, válcové (plochý razník), pyramidové (třístěnné nebo čtyřstěnné pyramidy). Jsou vyrobeny z tvrdých materiálů (většinou diamant, případně vytvrzená ocel) a musí mít přesně definované rozměry.

Pro indentaci v nano měřítku se obvykle používá sférický nebo pyramidový třístěnný Berkovičův indentor. Sférické indentory dovolují získání přesnějších informací o modulu pružnosti, zatímco ostré indentory jsou vhodnější pro měření tvrdosti. Berkovičův hrot nahradil dříve používaný Vickersův indentor, který byl tvořen čtyřstěnnou pyramidou. Hlavní výhoda Berkovičova indentoru oproti Vickersovu je snadnější vybroušení tří stěn do jednoho bodu. V porovnání s tím čtyři stěny Vickersova indentoru často tvoří dlátovitý vrchol, namísto bodového.

Nicméně ani Berkovičův hrot nemůže být naprosto ostrý, jeho vrchol je již po výrobě lehce zaoblený a aproximuje se koulí s poloměrem 50-100 nm [1]. V průběhu indentace se špička hrotu opotřebovává a poloměr vrcholové koule se zvětšuje až k cca 200 nm. Indentory jsou zobrazeny na obr. 4.



Obr. 4: Přehled a parametry sférického (a), kuželového (b), Vickersova (c) a Berkovičova (d) indentoru. [1]

Každému indentoru přísluší tvarová funkce hrotu neboli DAF (diamond area function). Ta udává vztah mezi průmětem kontaktní plochy  $A$  a vzdáleností od vrcholu hrotu (kontaktní hloubkou)  $h_c$ . Hodnoty uvedené v tabulce (tab. 1) jsou ideální hodnoty DAF, jež odpovídají ideální geometrii indentoru. V průběhu používání se ale DAF indentoru může výrazně měnit, a proto je důležitá pravidelná kalibrace.

Pro mnoho teoretických úvah a odvozování se používá aproximace pyramidových indentorů pomocí kuželu. Pro aproximaci je důležitý efektivní polouhel kuželu. Ten představuje polouhel, který by musel mít kuželový indenter, aby měl stejný průmět kontaktní plochy  $A$  při stejné kontaktní hloubce  $h_c$ . Výsledný kužel by tedy měl stejnou ideální funkci DAF jako pyramidový indenter. Parametry zmíněných indentorů jsou uvedeny v následující tabulce tab. 1.

Tab. 1: Parametry zmíněných typů indentorů. Úhel  $\theta_t$  svírají stěny hrotu, úhel  $\theta$  svírá osa indentoru s jeho stěnami,  $\varepsilon$  a  $\beta$  jsou korekční faktory, které budou vysvětleny v následujících kapitolách. [8]

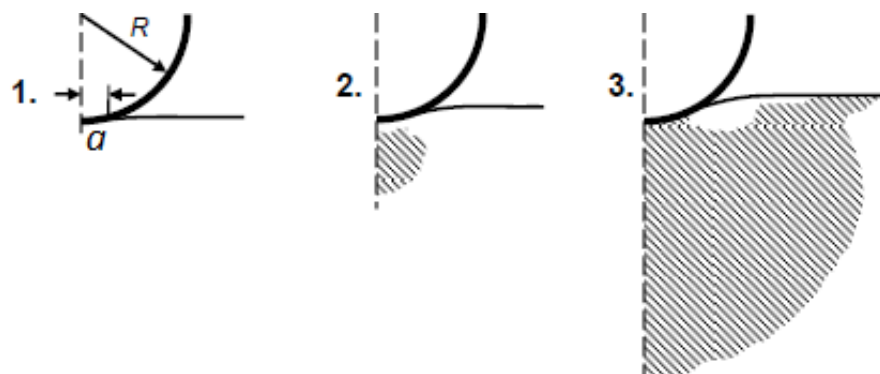
Typ indentoru	Průmět kontaktní plochy $A$	Polouhel $\theta$	$\theta_t$	Efektivní polouhel kuželu	$\varepsilon$	$\beta$
sférický	$2\pi R h_c$ $\approx 6,28 R h_c$	/	/	/	0,75	1
kuželový	$\pi h_c^2 \tan^2 \alpha$ $\approx h_c^2$	$\alpha$	$2\alpha$	$\alpha$	0,727	1
Berkovičův	$3\sqrt{3} h_c^2 \tan^2 \theta$ $\approx 24,49 h_c^2$	$65,27^\circ$	$142,3^\circ$	$70,3^\circ$	0,75	1,034
Vickersův	$4 h_c^2 \tan^2 \theta$ $\approx 24,50 h_c^2$	$68^\circ$	$136^\circ$	$70,3^\circ$	0,75	1,012

## 2.3. Geometrická podobnost a plastická zóna pod indentorem

Jednou z vlastností kuželových a pyramidových indentorů je konstantní poměr poloměru kontaktního kruhu  $a$  a kontaktní hloubky  $h_c$  při zvyšování zatížení. To znamená, že indentační deformace v materiálu je konstantní. Pokud je indentační deformace v materiálu konstantní, pak je konstantní i střední kontaktní tlak pod indentorem (nezávisí na indentační zátěži) a indentace vykazuje geometrickou podobnost. [10]

Střední kontaktní tlak přímo odpovídá tvrdosti, pokud je pod indentorem plně vyvinuta plastická zóna. Ta se plně vyvine pouze při dostatečném zatížení, které překoná prvotní elastickou odezvu materiálu. To znamená, že na hodnotu tvrdosti  $H$  nemá zatížení žádný vliv, ale pouze pokud je splněn předpoklad plně vyvinuté plastické zóny. Plastické zóny jsou zobrazeny na obr. 5.

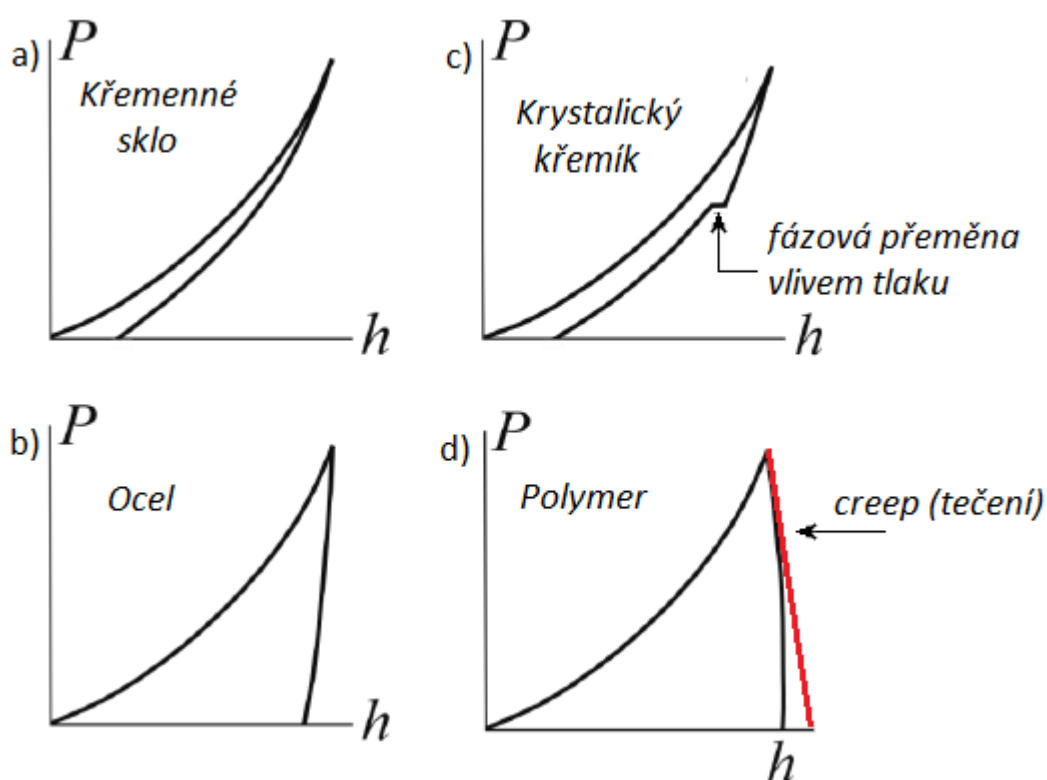
V případě indentování tenkých vrstev to může představovat problém, protože při větším zatížení  $P$  se hrot dostane do větší hloubky  $h$  a začne se daleko výrazněji projevovat vliv substrátu na získanou hodnotu tvrdosti vrstvy.



Obr. 5: Schéma znázorňující postupný vývoj plastické zóny. V 1. části je odezva zcela elastická, v 2. části se začíná vyvíjet plastická zóna pod indentorem a v 3. části je pod hrotem plně vyvinutá plastická zóna. Převzato z [2], upraveno.

## 2.4. Zatěžovací a odlehčovací křivky

V průběhu nanoindentační zkoušky jsou snímány okamžité hodnoty zatížení  $P$  a hloubky  $h$ . Ty jsou pak vykresleny do indentační křivky, která obsahuje zatěžovací a odlehčovací křivku. Analýza těchto křivek slouží k získání informací nejen o zkoumaném materiálu, ale i o průběhu zkoušky. Pokud dojde k nežádoucím jevům jako je např. praskání materiálu, fázová přeměna materiálu vlivem tlaku nebo třeba otřesu v místnosti, bude možné to zjistit prohlédnutím indentačních křivek. Křivky typické pro různé materiály jsou zobrazeny na obr. 6.



Obr. 6: Indentační křivky typické pro různé materiály. a) a b) jsou standardní indentační křivky. Křivka c) obsahuje fázovou přeměnu vlivem indentačního tlaku. Na křivce d) je viditelný creep z důvodu příliš krátké periody s konstantním  $P$ . Červeně je znázorněna tečna, která má vlivem creepu zápornou směrnici. Převzato z [1], upraveno.

### **3. Vyhodnocení nanoindentační zkoušky**

V následující kapitole budou použity zdroje [3][4].

Výstupem nanoindentační zkoušky jsou indentační křivky zobrazující okamžité hodnoty indentační hloubky  $h$  a zatížení  $P$ . Ty je potřeba analyzovat pro získání hodnot tvrdosti  $H$  a elastického modulu  $E_r$ .

V současné době je pro vyhodnocení standardně používaná metoda navržená W.C. Oliverem a G.M. Pharrm v roce 1992. Ta předpokládá čistě elastické odlehčování a využívá aproximaci odlehčovací křivky mocninnou funkcí. Tato metoda byla použita pro vyhodnocení nanoindentačních dat v experimentální části této bakalářské práce. Metodu v roce 2004 Oliver a Pharr dále rozšířili a upravili, zejména použili koncept efektivního tvaru indentoru a začali zohledňovat variabilní faktor epsilon.

Existují i další, převážně starší metody vyhodnocení. Například metoda Doernerova a Nixova, z které Oliver a Pharr vycházeli. Ta ovšem využívá lineární aproximaci odlehčování, místo aproximace pomocí mocninné funkce.

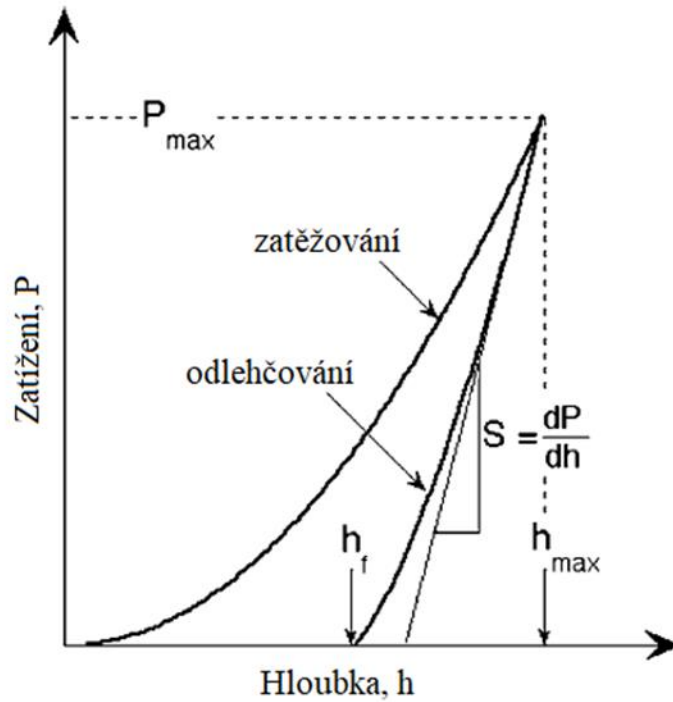
#### **3.1. Metoda Oliver - Pharr**

Metoda slouží pro výpočet tvrdosti  $H$  a redukovaného modulu pružnosti  $E_r$  pomocí analýzy jediného zatěžovacího a odlehčovacího cyklu. Potřebnými veličinami jsou maximální indentační hloubka  $h_{\max}$ , maximální zatížení  $P_{\max}$  a kontaktní tuhost  $S$ , která je definovaná jako směrnice tečny odlehčovací křivky v její horní části, viz obr. 7.

Pro výpočet kontaktní tuhosti  $S$  tedy musíme nejprve aproximovat odlehčovací křivku pomocí mocninné funkce ve tvaru

$$P = \alpha (h - h_f)^m, \quad (1)$$

kde  $\alpha$  a  $m$  jsou fitovací konstanty a  $h_f$  je konečná (reziduální, finální) hloubka vtisku po ukončení nanoindentační zkoušky.



Obr. 7: Znáznornění potřebných veličin v zatěžovací a odlehčovací křivce. Převzato z [4], upraveno.

Kontaktní tuhost  $S$  pak získáme derivací v bodě  $h = h_{max}$

$$S = \frac{dP}{dh}. \quad (2)$$

Maximální hloubku  $h_{max}$  můžeme vyjádřit jako

$$h_{max} = h_c + h_s, \quad (3)$$

kde  $h_c$  je kontaktní hloubka a  $h_s$  je hloubka kontaktního kruhu, viz obr. 8. Pro  $h_s$  platí

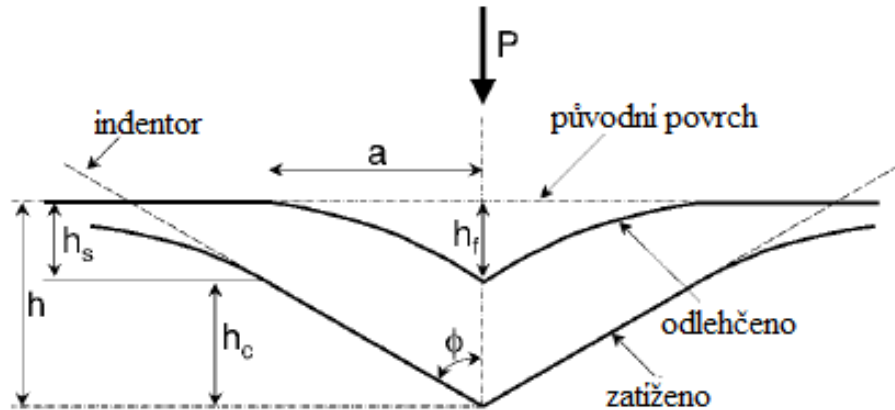
$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S}, \quad (4)$$

kde  $\varepsilon$  je geometrická konstanta indentoru, pro Berkovičův indentor se uvádí  $\varepsilon = 0,75$ , pro kuželový indentor  $\varepsilon = 0,72$  a pro plochý razník (válcový indentor)  $\varepsilon = 1$ .

Z rovnic (2), (3) a (4) tedy získáme kontaktní hloubku  $h_c$

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{\frac{dP}{dh}}. \quad (5)$$





Obr. 8: Schematické znázornění indentoru během odlehčování. Převzato z [4],  
upraveno.

Dosazením kontaktní hloubky  $h_c$  do tvarové funkce hrotu  $A(h)$ , která udává vztah mezi průmětem kontaktní plochy  $A$  a vzdáleností od vrcholu hrotu (kontaktní hloubkou)  $h_c$ , získáme kontaktní plochu  $A$

$$A = A(h = h_c). \quad (6)$$

Poté už můžeme tvrdost  $H$  určit z definice

$$H = \frac{P_{max}}{A}. \quad (7)$$

Tato definice tvrdosti  $H$  je založena na průmětu kontaktní plochy pod zátěží. Může se tedy lišit od tradiční tvrdosti získané z optického měření plochy konečného (reziduálního) vtisku, pokud během odlehčování dojde k výraznému elastickému zotavení během odlehčování. Významnou roli to ovšem hraje pouze u materiálů s extrémně nízkými hodnotami poměru  $E/H$ . [4]

Pro kontaktní tuhost  $S$  také platí

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}, \quad (8)$$

kde  $E_r$  je redukovaný elastický modul. Tato rovnice se původně využívala pro kónický indentor. Později bylo prokázáno, že se dá využít pro každý osově symetrický indentor. Oliver a Pharr do rovnice přidali korekční faktor  $\beta$ , zavedený pro korekci odchylek

kontaktní tuhosti  $S$  způsobených osovou nesymetrií pyramidových indentorů. Pro Berkovičův hrot se uvádí  $\beta = 1,034$ .

Při použití nesymetrických pyramidových indentorů tedy získáme redukovaný elastický modul  $E_r$  jako

$$E_r = \frac{1}{2\beta} \frac{dP}{dh} \sqrt{\frac{\pi}{A}}. \quad (9)$$

Redukovaný elastický modul pružnosti  $E_r$  zahrnuje příspěvek od vzorku i od indentoru.

Je definován jako

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}, \quad (10)$$

kde písmenem  $i$  je označen příspěvek od indentoru.

## ***4. Faktory ovlivňující vyhodnocení nanoindentační zkoušky***

Nanoindentační zkouška je teoreticky velmi jednoduchá. Ovšem při jejím provedení a následném vyhodnocení vyvstává široká škála faktorů, které ovlivňují získané výsledky. Některé souvisejí s testovaným materiálem jako jsou například pile-up a sink-in efekty, vliv substrátu, lepení, povrchové úpravy a drsnosti vzorku. Ostatní faktory souvisí s provedením zkoušky a jejím vyhodnocením. To je například špatně stanovená tvarová funkce hrotu (DAF), tepelný drift, poddajnost rámu, stanovení počáteční nulové hloubky.

### **4.1. Variable epsilon**

Faktor  $\varepsilon$  byl dřív vnímán pouze jako konstanta závislá na tvaru hrotu a jeho hodnota formálně definována jako

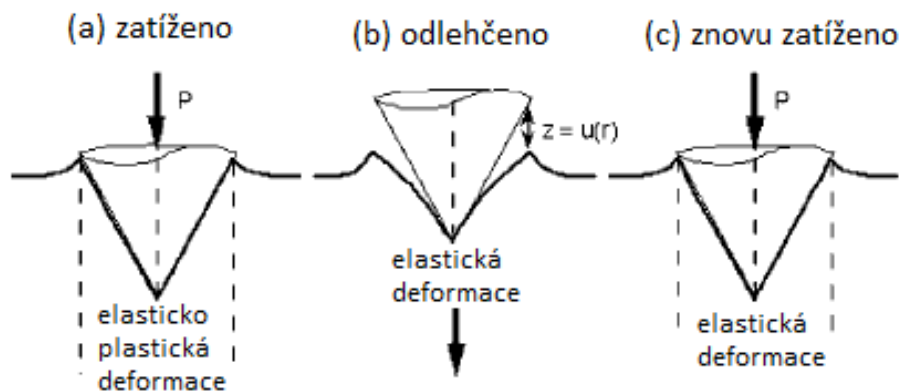
$$\varepsilon = \frac{S h_s}{P_{max}} = 2E_r A_{max} \frac{h_s}{P_{max}}. \quad (11)$$

Pro indentory jednoduchého tvaru mohou být hodnoty  $\varepsilon$  vypočteny ze vztahů odvozených Sneddonem. Například  $\varepsilon = 0,72$  pro kuželový indenter,  $\varepsilon = 0,75$  pro rotační paraboloid a  $\varepsilon = 1$  pro plochý razník (válcový indenter). Vzhledem k tomu, že Berkovičův hrot se tvarem spíše podobá kuželu než rotačnímu paraboloidu, dalo by se předpokládat, že hodnota  $\varepsilon$  se bude blížit 0,72. Ale velké množství experimentálních výsledků Olivera a Pharra [3] ukázalo, že nejlépe pro Berkovičův hrot odpovídá hodnota  $\varepsilon = 0,75$ .

Další experimentální výsledky pro plastické deformace ovšem prokázaly, že faktor  $\varepsilon$  není konstantní a závisí na indentovaném materiálu a může se lišit během zatěžování a během odlehčování. [6]

Pro pochopení tohoto problému je potřeba seznámit se s konceptem efektivního tvaru indenteru pro elastické odlehčování. Základní myšlenka tohoto konceptu byla odvozena pro kuželovitý indenter s poloúhlem  $70,3^\circ$  (tento poloúhel odpovídá efektivnímu poloúhlu Berkovičova indenteru).

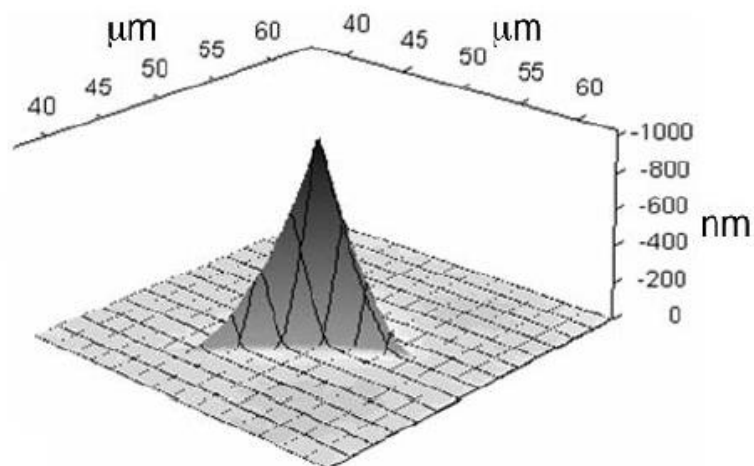
Při prvotním zatěžování (obr. 8. (a)) dochází k elastické i plastické deformaci a materiál dokonale přilíná k indentoru. Nicméně během následného elastického odlehčování (obr. 8. (b)) dochází k narušení dokonalého kuželovitého tvaru a objevuje se jemné konvexní zakřivení, které zmenšuje kontaktní plochu. Při opětovném, nyní pouze elastickém zatížení (obr. 8. (c)), se postupně kontaktní plocha opět zvětšuje až do dosáhnutí maximálního zatížení. Protože procesy (b) i (c) jsou elastické a opačného směru, nastane situace stejná jako před elastickým odlehčováním.



Obr. 8: Schéma kuželového indentoru pro pochopení konceptu efektivního tvaru hrotu.

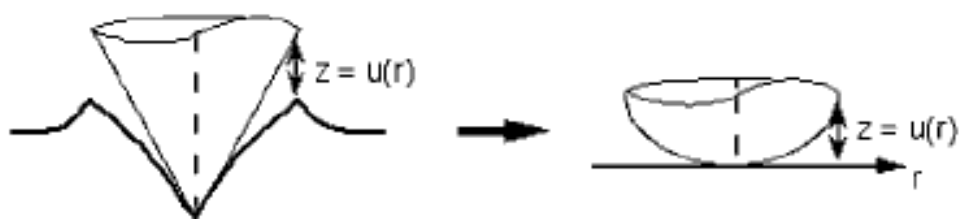
Převzato z [4], upraveno.

Tato neustálá změna kontaktní plochy vlivem zakřivení je důvodem, proč nejsou odlehčovací křivky lineární, jak předpokládali Doerner a Nix, a proč Oliver a Pharr použili k aproximaci odlehčovací křivky mocninnou funkci. Obr. 9 zobrazuje zakřivení stěn reziduálního vtisku.



Obr. 9: Topografický obraz konečného vtisku po indentaci Berkovičovým hrotem, znázorňující zakřivení. Převzato z [4].

To znamená, že danou kontaktní úlohu můžeme, spíše než za problém kuželového indentoru na rovném povrchu, považovat za problém kuželového indentoru vtiskovaného do povrchu deformovaného reziduálním vtiskem. Matematická forma odlehčovací křivky může být vysvětlena pomocí konceptu efektivního tvaru indentoru. Tvar efektivního indentoru je navržen tak, aby způsobil takové normálové posunutí nedeformovaného povrchu, k jakému dochází při opětovném elastickém zatěžování konického indentoru do již vytvořeného reziduálního vtisku. Je zobrazen na obr. 10.



Obr. 10.: Vlevo schéma reálného tvaru hrotu a povrchu, vpravo koncept efektivního tvaru hrotu pro daný případ. Převzato z [7].

Ačkoli je výsledný tvar efektivního indentoru závislý na el-plast. charakteristikách zkoumaného materiálu, vždy se jedná o hladký zaoblený profil. Tvar hrotu je popsán funkcí  $z = u(r)$ , kde  $u(r)$  je vertikální vzdálenost mezi kuželovým indentorem a odlehčeným deformovaným povrchem (reziduálním vtiskem). Počítačové simulace dále ukázaly, že efektivní tvar hrotu se dá vhodně aproximovat pomocí rovnice

$$z = Br^n, \quad (12)$$

kde  $B$  je fitovací konstanta a exponent  $n$  se pohybuje v intervalu 2–6 podle indentovaného materiálu. [4]

Tímto se vlastně problém elastické indentace deformovaného povrchu geometricky jednoduchým indentorem převádí na problém indentace rovného povrchu indentorem s komplexním tvarem. V důsledku toho je možno použít Snedonovy rovnice odvozené pro rovinný povrch. Pro indentaci hrotem, jehož tvar je popsán rovnicí (12), Snedon odvodil

$$P = \frac{2E_r}{(\sqrt{\pi}B)^{1/n}} \left( \frac{n}{n+1} \right) \left[ \frac{\Gamma(\frac{n+1}{2})}{\Gamma(\frac{n}{2}+1)} \right]^{\frac{1}{n}} h^{1+1/n}, \quad (13)$$

kde  $\Gamma$  je gama funkce. Důležitou vlastností rovnice (13) je, že spojuje exponent  $n$  popisující efektivní tvar hrotu s fitovací konstantou  $m$  popisující odlehčovací křivku

$$m = 1 + \frac{1}{n}. \quad (14)$$

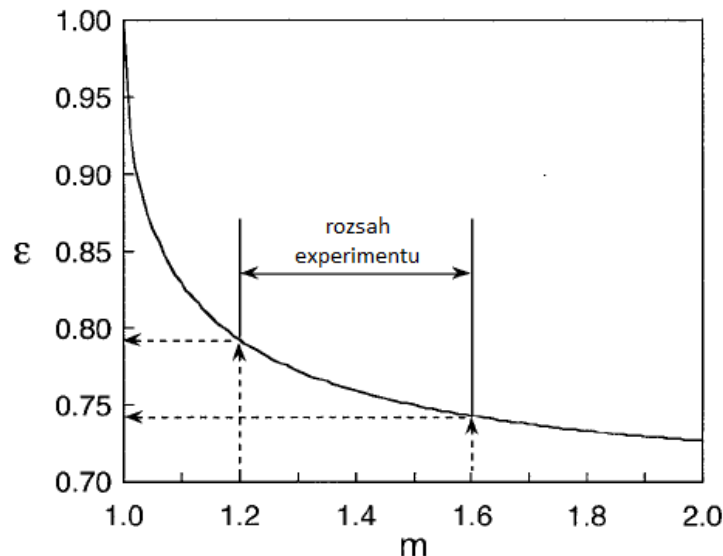
Dosazením Sneddonova výsledku pro hloubku kontaktního kruhu  $h_s$  během indentace rovinného povrchu osově symetrickým hrotem do rovnice (11) získáme vztah mezi parametrem  $\varepsilon$  a fitovací konstantou  $n$

$$\varepsilon = \left( 1 - \frac{2\Gamma\left(\frac{1}{2} + \frac{n}{2}\right)}{n\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{n}{2}\right)} \right)^{\frac{1+n}{n}}. \quad (15)$$

Tím jsme získali unikátní způsob, jak vypočítat a přesně určit faktor  $\varepsilon$ . Rovnici (15) můžeme pomocí rovnice (14) přepsat pro  $m$  jako

$$\varepsilon = m \left( 1 - \frac{2\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{1}{2(m-1)}\right)} (m-1) \right). \quad (16)$$

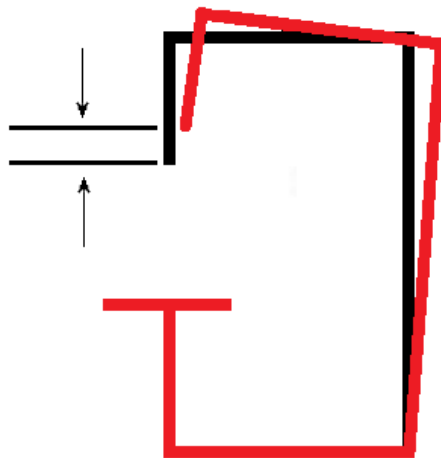
Většinu měření odpovídá fitovací konstanta  $m$  v intervalu  $1,2 < m < 1,6$ . To odpovídá hodnotám  $\varepsilon$  mezi 0,74 a 0,79 a průměrnou hodnotou  $\varepsilon = 0,76$  (viz obr. 11). Pro přesnější vyhodnocení nanoindentační zkušky je tedy vhodnější během analýzy určit hodnoty  $m$  a vypočítat faktor  $\varepsilon$  pro danou indentaci. [5]



Obr. 11.: Vztah mezi faktorem  $\varepsilon$  a fitovací konstantou  $m$  podle rovnice (16). Převzato z [5], upraveno.

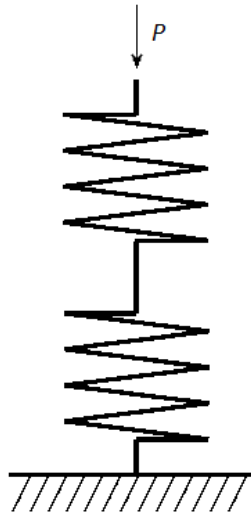
## 4.2. Poddajnost přístroje

Při indentačním měření přístroj typicky zaznamenává hloubku penetrace indentoru do zkoumaného materiálu (indentační hloubku  $h$ ) okamžitým snímáním změny polohy měřícího (zatěžovacího) rámu konstrukce oproti počáteční (nulové) poloze. Poloha měřícího rámu se však může měnit nejen vnikáním indentoru do materiálu, ale i vychýlením celého měřícího přístroje vlivem reakčních sil. Toto vychýlení je přímo úměrné zatížení  $P$  [1] a je znázorněno na obr. 12. Snímaná indentační hloubka  $h'$  je pak větší než reálná indentační hloubka  $h$ .



Obr. 12.: Schéma znázorňující rozdíl v zaznamenané indentační hloubce vlivem vychýlení měřícího rámu.

Poddajnost přístroje (poddajnost přístroje)  $C_f$  je definována jako poměr vychýlení  $c$  měřícího přístroje a indentačního zatížení  $P$  nebo jako převrácená hodnota tuhosti přístroje  $\frac{1}{S_f}$  a uvádí se standardně v jednotkách nm/mN. Naměřená kontaktní tuhost  $\frac{dP}{dh}$  zahrnuje příspěvek nejen od zkoumaného materiálu, ale i od měřícího přístroje. Příspěvek od měřícího přístroje  $C_f$  zahrnuje poddajnost držáku vzorku, měřícího (zatěžovacího) rámu konstrukce a samotného indentoru. Tento systém si můžeme představit jako dvojici dvou sériových pružin, z nichž první pružina představuje měřící rám a druhá pružina představuje indenter, vzorek a držák vzorku, což je znázorněno na obr. 13. [1]



Obr. 13: Znáornění poddajnosti během indentace systémem dvou pružin.

Oba příspěvky můžeme sečíst pro získání celkové poddajnosti  $dh/dP$  naměřené přístrojem

$$\frac{dP}{dh} = S + \frac{1}{C_f}. \quad (17)$$

Dosazením rovnice (8) do rovnice (17) získáme pro případ Berkovičova indentoru (kde  $A = 24.5 h_c$ )

$$\frac{dP}{dh} = 2 \sqrt{\frac{24,5}{\pi}} \beta E_r h_c + \frac{1}{C_f}. \quad (18)$$

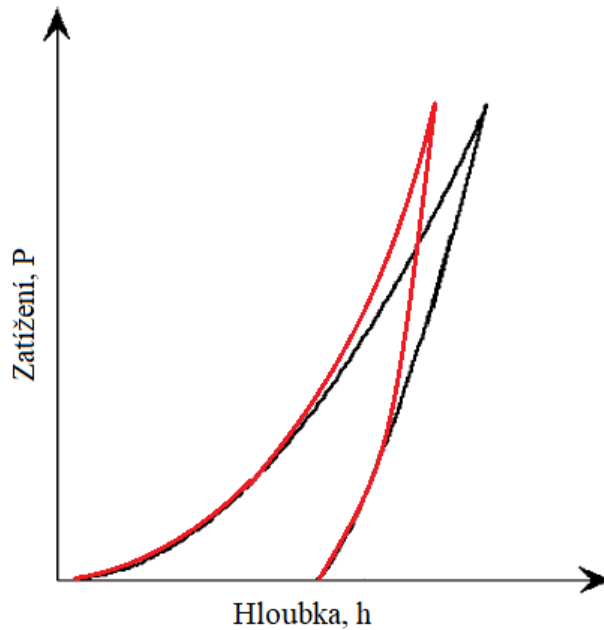
Protože vychýlení přístroje je přímo úměrné zatížení  $P$ , pro korekci stačí během analýzy dat odečíst vychýlení přístroje  $C_f P$  od snímané indentační hloubky  $h'$

$$h = h' - C_f P. \quad (19)$$

Získání hodnoty poddajnosti přístroje  $C_f$  se dá provést více způsoby. Ty zahrnují několikanásobné indentování materiálu při vysokém zatížení  $P$ , případně průběžné snímání poddajnosti přístroje díky oscilacím hrotu.

Korekci na poddajnost přístroje znázorňuje obr. 14. Při použití korekce dojde k posunutí indentační křivky.





Obr. 14: Černá indentační křivka před korekcí a červená indentační křivka po korekci.

### 4.3. Termální drift

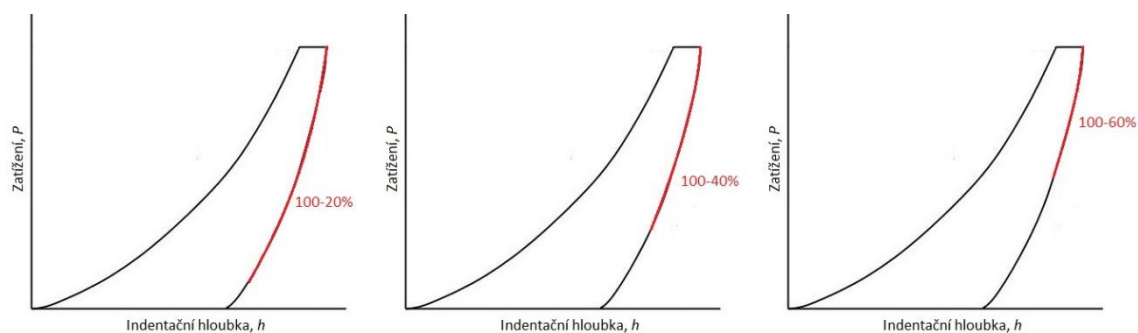
Existují dva druhy efektů, které jsou funkcí času a dají se pozorovat během nanoindentační zkoušky. První je tzv. creep neboli tečení materiálu, který byl představen již v kapitole 2.1. Druhý je termální (teplotní) drift, jenž je zpravidla daleko méně pozorovatelný než creep, ale projevuje se po delší dobu. Pro získání informací o creepu a termálním driftu se mezi zatěžovací a odlehčovací fází obvykle po určitou dobu udržuje konstantní zatížení  $P$  a snímají se změny v indentační hloubce  $h$ . Těsně po ukončení zatěžovací fáze se výrazně projevuje creep, ale jeho intenzita s časem klesá. Pro určení termálního driftu se naopak většinou používají data získaná při konstantním zatížení na konci odlehčovací fáze. Hodnota termálního driftu je většinou pod 0,5 nm/s.

Příčinou termálního driftu je teplotní roztažení nebo kontrakce měřícího přístroje i zkoumaného vzorku. To se projevuje rozdílem mezi reálnou indentační hloubkou  $h$  a snímanou indentační hloubkou. Zdrojem termálního driftu je většinou teplotní nestabilita v místnosti s měřícím zařízením během delších dob měření.

Dalším zdrojem termálního driftu může být generace tepla v bodě indentace vlivem plastické deformace během zatěžování. Simulace ukazují, že lokální nárůst teploty může dosahovat vysokých hodnot ( $\approx 100$  °C). Objem indentovaného materiálu je ale tak malý, že jakákoliv změna lineárního rozměru vzorku je menší než 0,1 % maximální indentační hloubky  $h_{\max}$  a termální drift může být bezpečně ignorován. Nicméně lokalizované vysoké teploty můžou ovlivňovat lokální hodnoty viskozity a tvrdosti určitých materiálů. [1]

#### 4.4. Vliv fitovacího intervalu

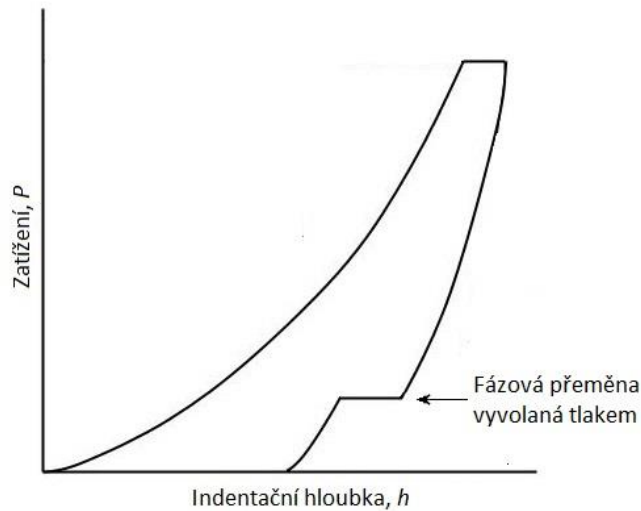
V dnešní době je pro vyhodnocení nanoindentačních dat nejrozšířenější metoda podle Olivera a Pharra. Ta začíná fitováním elastické odlehčovací křivky mocninnou funkcí, na rozdíl od starší metody Doernera a Nixe, která používala lineární fit. Ovšem jak velký má být fitovací interval není zcela jasné. Uváděny jsou různé intervaly, nejčastěji 100-20, 100-40 případně 100-60, tyto intervaly jsou znázorněny na obr 15. Občas se také počáteční bod fitování snižuje ze 100 na 98 %, aby se předešlo případnému nepřesnému snímání indentační hloubky na začátku odlehčovacího cyklu.



Obr. 15: Zobrazení různých fitovacích intervalů na odlehčovací křivce.

Hlavní výhodou použití většího fitovací intervalu je větší množství dat, tedy i teoreticky přesnější fitování. Na druhou stranu aproximace mocninnou funkcí se provádí, abychom mohli derivací získat tečnu k této funkci v bodě  $h = h_{\max}$ . Nejdůležitější tedy je, aby aproximace odpovídala naměřeným datům zejména v horní části odlehčovací křivky. Navíc v dolní části odlehčovací křivky může docházet k různým nežádoucím jevům. Například k fázové přeměně vlivem tlaku. Odlehčovací křivku s fázovou přeměnou zobrazuje obr. 16. V případě takových jevů je důležité, aby nebyly součástí

fitovacího intervalu. Zvolení vhodného intervalu primárně závisí na zkoumaném materiálu a na použitém zatížení.



Obr. 16: Indentační křivka s fázovou přeměnou vyvolanou tlakem.

#### 4.5. Korekční faktor $\beta$

Rovnice (8) má své kořeny v teorii elastického kontaktu, kterou se v 19. století zabýval Hertz a později Sneddon. Původně byla odvozena pro kuželový indentor, ale Bulychev dokázal, že platí i pro sférický indentor a plochý razník (válcový indentor). Oliver, Pharr a Brotzen později dokázali, že lze aplikovat na jakýkoliv indentor, jehož tvar lze popsat rotací hladké funkce. King simulací pomocí metody konečných prvků odhadl, že pro čtyřstěnné pyramidy se bude rovnice lišit pouze o 1,2 % a pro třístěnné pyramidy o 3,4 %.

To vedlo k zavedení korekčního faktoru  $\beta$ , který slouží pro korekci odchylek kontaktní tuhosti  $S$  způsobených osovou nesymetrií pyramidových indentorů. Tím vzniká rovnice (9) popisující redukovaný modul  $E_r$  pro jakýkoliv, i osově nesymetrický hrot. Korekční faktor  $\beta$  tedy teoreticky ovlivňuje pouze získané hodnoty redukovaného modulu  $E_r$ , nikoliv hodnoty tvrdosti. Avšak postupy pro určení tvarové funkce hrotu (DAF) jsou také založeny na rovnici (8) a špatně zvolený parametr  $\beta$  tedy může ovlivnit i hodnotu tvrdosti.

Většinou se používají hodnoty z Kingových simulací. Tzn. pro Berkovičův indentor se uvádí  $\beta = 1,034$ , pro Vickersův a Knoopův, pro  $\beta = 1.012$  a pro osově symetrické hroty jako je např. sférický nebo kuželový hrot  $\beta = 1$ . Nicméně jiní autoři došli k rozdílným výsledkům pro  $\beta$ . Například Vlassak a Nix určili pro třístěnnou pyramidu  $\beta = 1,058$ . Dále např. Hendricks pak pro Berkovičův hrot zvolil  $\beta = 1.0226$ . [4].

V posledních letech se ukazuje, že parametr  $\beta$  nesouvisí pouze s nesymetrií pyramidových hrotů. Hay, Bolshakov a Pharr ukázali, že pro určité případy je vhodné i pro indentaci rovného povrchu osově symetrickým kuželovým hrotem použít korekční faktor  $\beta > 1$ . Ten byl předefinován jako faktor korigující jakékoli fyzikální procesy, které ovlivňují konstantu v rovnici (8). To může být například nahnutí indentoru či zatěžovacího rámu, případně nerovný povrch vzorku, což povede k indentaci pod jiným úhlem.

## 5. Experimentální část

Experimentální část této práce se zabývá vyhodnocováním křivek získaných během nanoindentační zkoušky s použitím různých korekčních faktorů a sledováním jejich vlivu na vyhodnocená data. Cílem je určit, které korekce je možné zanedbat a jak se vliv těchto faktorů mění pro různé zkoumané materiály. Zejména nás zajímá vliv na křemenné sklo. To je totiž používáno pro kalibraci.

### 5.1. Popis přístroje a provedení měření

Pro nanoindentační zkoušku byl použit přístroj NanoTest. Indentace probíhá vychýlením kyvadla s indentorem pomocí síly generované cívkou a magnetem. K odečítání indentační hloubky slouží kapacitní snímač. V rámci celé práce byl použit jeden Berkovichův hrot. Jeho tvarová funkce byla kalibrována a určena jako  $8000 + 1300 h_c + 24 h_c^2$ . Pro stabilizaci slouží antivibrační stůl a přístroj je uzavřen v boxu s konstantní teplotou 24 °C a vlhkostí. Další parametry měření jsou uvedeny v tab. 2.

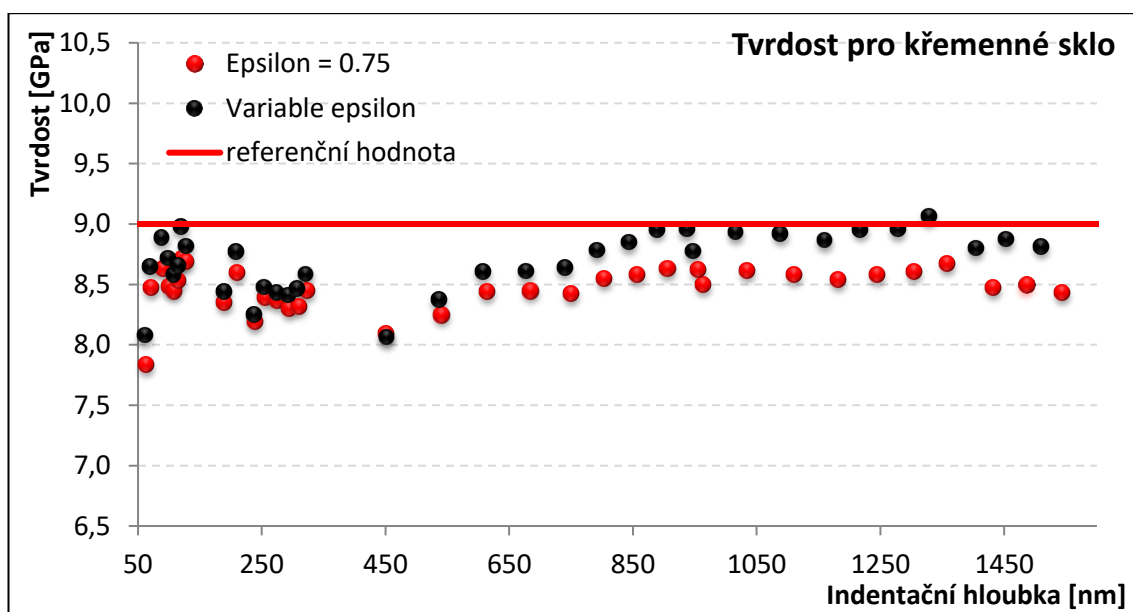
Tab. 2: Tabulka s přehledem použitých materiálů a určitých podmínek během měření

Materiál	Maximální zatížení [mN]	Doba zatěžování [s]	Doba odlehčování [s]	Doba s konst. max. zatížením [s]
Křemenné sklo	0,1 - 500	20	20	5
Měď	0,1 - 500	20	20	5
Wolfram	0,5 - 500	20	20	5
Hliník	0,1 - 500	20	20	5
Ocel	0,1 - 500	20	20	5
Titan	0,1 - 500	20	20	5
Polykarbonát	0,1 - 200	20	5	20
Křemík	0,1-500	20	20	5
Safír	0,5-200	20	20	5

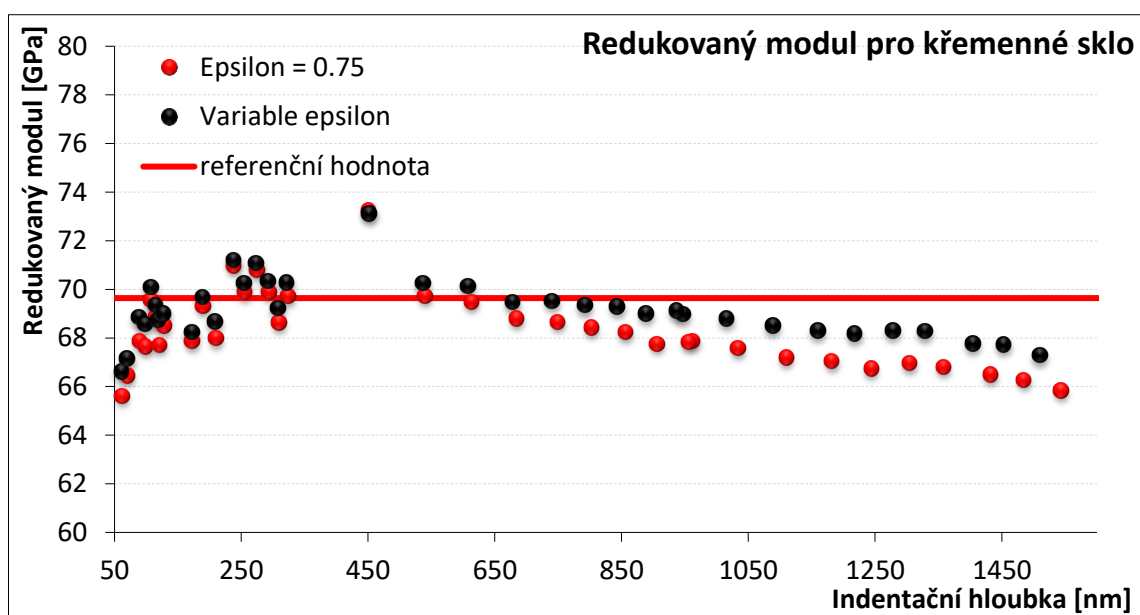
Při vyhodnocování nanoindentačních dat byl, pokud to není řečeno jinak, zvolen fitovací interval 100-20 %, korekční faktor  $\beta = 1,034$ , konstantní faktor  $\epsilon = 0,75$ , poddajnost přístroje  $C_f = 0,49$  nm/mN a byla použita korekce na termální drift s pomocí dat získaných během 60 sekund s konstantním zatížením na konci odlehčovací fáze. Při vyhodnocení je z každé indentační křivky získána hodnota tvrdosti a redukovaného modulu zkoumaného materiálu a ty jsou zaneseny do grafů proti indentační hloubce nebo zatížení.

## 5.2. Variable epsilon

Jako první jsme zkoumali vliv použití variabilního epsilonu oproti konstantnímu pro řadu materiálů (křemenné sklo, měď, wolfram, hliník, ocel, titan, křemík, safír a polykarbonát). Zkoumali jsme vliv na získané hodnoty tvrdosti i redukovaného modulu. Na obr. 17 a 18 jsou zobrazeny výsledky pro křemenné sklo. Pro hodnoty s nízkou indentační hloubkou (pod 50 nm) nebyla dostatečně vyvinutá plastická zóna a nebudeme je tedy zvažovat. Nad 800 nm se hodnota redukovaného modulu začíná snižovat z důvodu praskání křemenného skla.

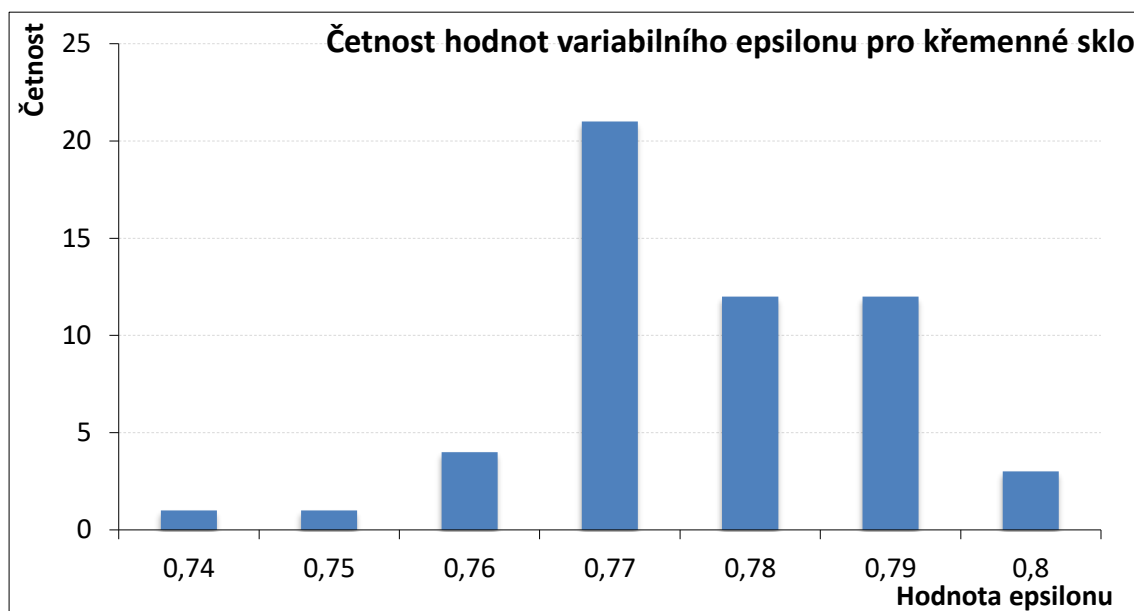


Obr. 17: Graf zobrazující získané hodnoty tvrdosti pro křemenné sklo.



Obr. 18: Graf zobrazující získané hodnoty redukovaného modulu pro křemenné sklo.

Variabilní faktor epsilon se při měření křemenného skla pohyboval v intervalu 0,74 až 0,80 s průměrnou hodnotou  $\varepsilon = (0,78 \pm 0,01)$ . Je tedy patrný rozdíl oproti konstantní hodnotě  $\varepsilon = 0,75$ . Četnost různých hodnot variabilního epsilonu je znázorněná v následujícím histogramu (obr. 19).



Obr. 19: Histogram znázorňující četnost jednotlivých hodnot pro faktor epsilon pro křemenné sklo.

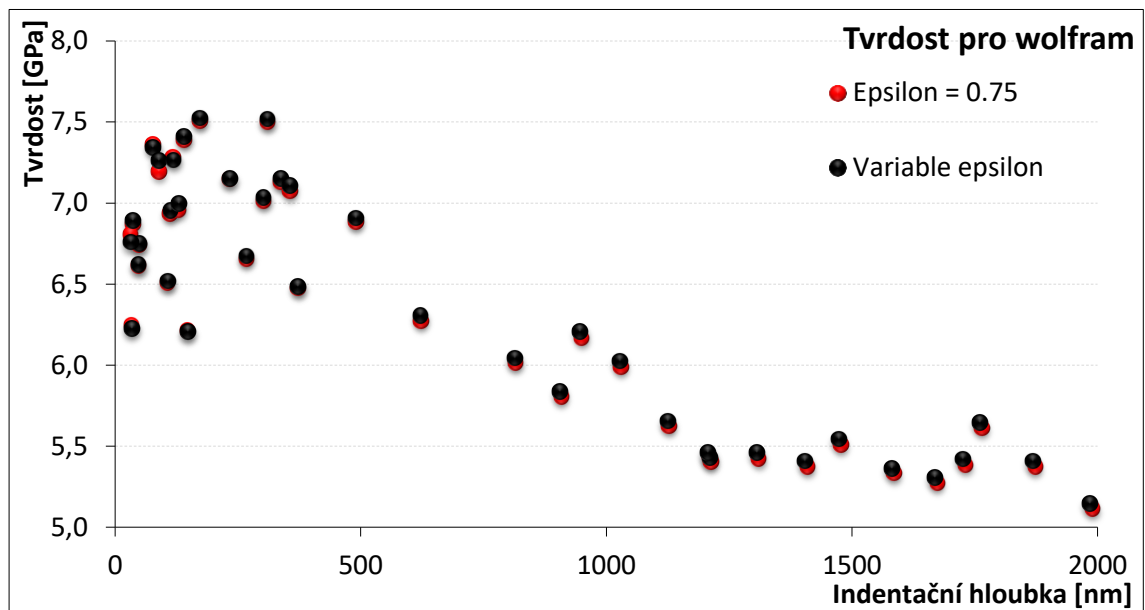
Z grafů je patrné, že hodnoty pro křemenné sklo vyhodnocené s použitím variabilního faktoru epsilon jsou zpravidla vyšší a lépe se blíží referenční (skutečné) hodnotě, jež se používá pro kalibraci. Tvrdost získaná s použitím variabilního epsilonu  $H = (8,6 \pm 0,3)$  GPa je o 2,7 % větší, než hodnota získaná s konstantním epsilonem  $H = (8,4 \pm 0,3)$  GPa.

Rozdíl v hodnotách redukovaného modulu je nižší. S použitím variabilního epsilonu jsme naměřili  $E_r = (69 \pm 1)$  GPa, s použitím konstantního epsilonu  $E_r = (68 \pm 2)$  GPa. To je pouze 1,3% rozdíl. Navíc zhruba od hodnoty indentační hloubky  $h = 800$  nm je patrné praskání křemenného skla. Pokud budeme uvažovat pouze nižší hodnoty indentační hloubky, sníží se rozdíl na 0,9 %.

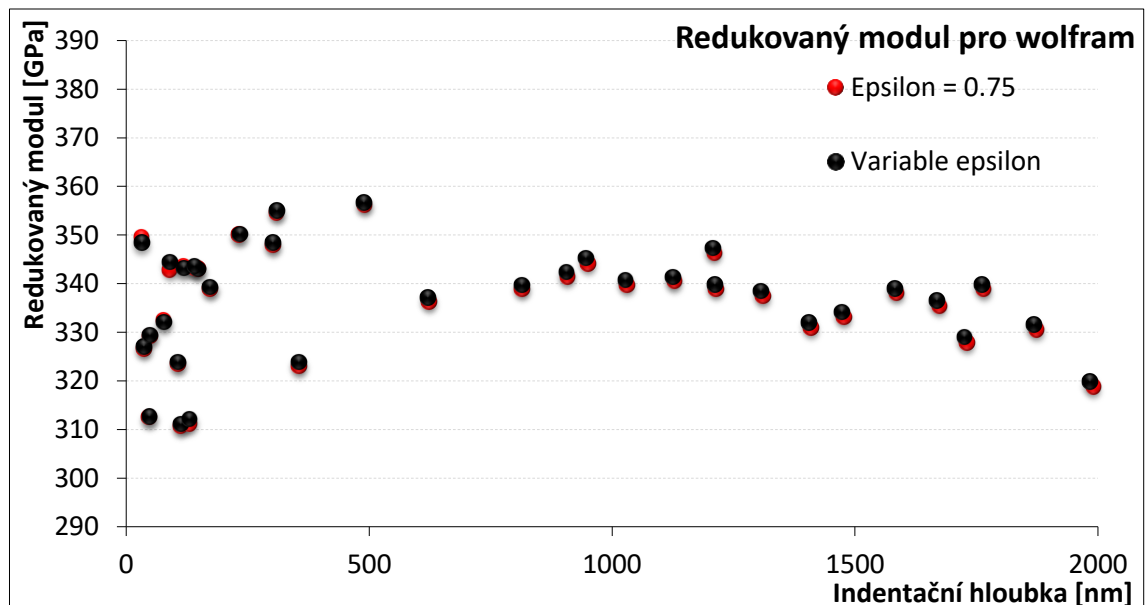
Nicméně ani malý rozdíl hodnot pro redukovaný modul není zanedbatelný, vzhledem k tomu, že se křemenné sklo používá pro kalibraci. Proto dojde k ovlivnění výsledků

měření všech materiálů, kvůli nepřesné kalibraci v případě použití konstantního faktoru epsilon.

Na rozdíl od křemenného skla, v případě všech ostatních materiálů je vliv variabilního a konstantního faktoru epsilon minimální a hodnota variabilního epsilon odpovídá hodnotě konstantního epsilon 0,75. Na obr. 20 a 21 jsou výsledky pro wolfram.



Obr. 20: Graf zobrazující získané hodnoty tvrdosti pro wolfram.

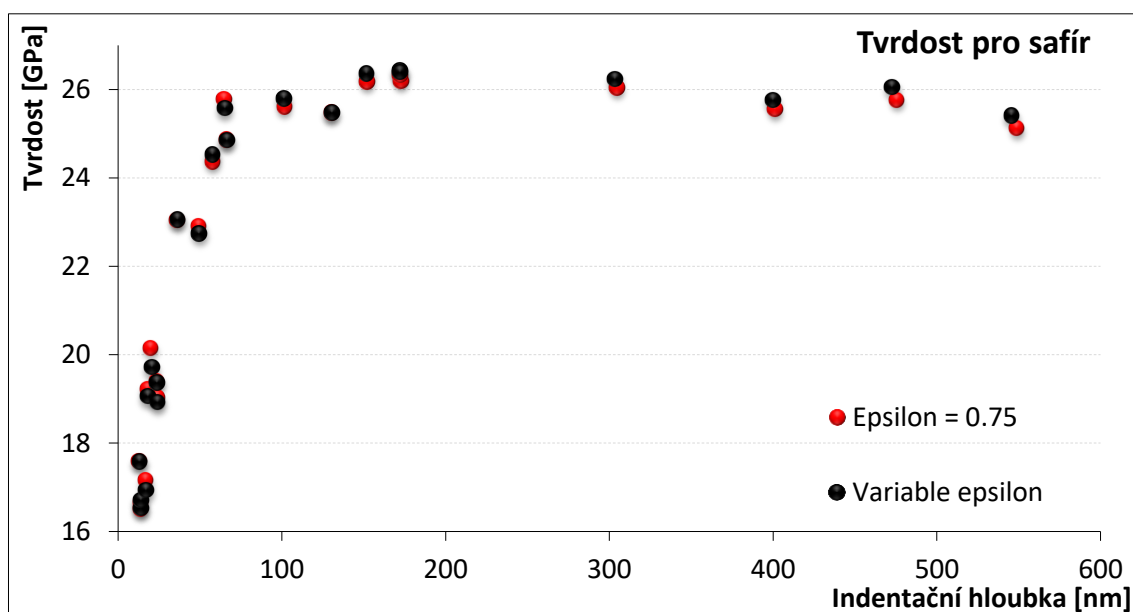


Obr. 21: Graf zobrazující získané hodnoty redukovaného modulu pro wolfram.



Hodnoty získané s využitím variabilního epsilon jsou opět vyšší, ale rozdíl je zanedbatelný. V případě tvrdosti je to rozdíl 0,2 % a v případě redukovaného modulu dokonce 0,1 %. Variabilní epsilon pro indentaci wolframu totiž vychází  $\varepsilon = (0,75 \pm 0,01)$ .

Pro zbývajících 8 materiálů jsme získali rozdíly hodnot nižší než 1 %. Druhý nejvyšší rozdíl hodnot (po křemenném skle) byl pro safír, kde rozdíl hodnot tvrdosti dosáhl 0,8 %. Rozdíl redukovaného modulu pro něj byl ale jen 0,3 %. Tvrdost pro safír je znázorněna na obr. 22.



Obr. 22: Graf zobrazující získané hodnoty tvrdosti pro safír.

Pro všechny materiály platilo, že hodnoty získané s použitím variabilního epsilon byly vyšší. Pro získání co nejpřesnějších hodnot při používání konstantního epsilon by tedy bylo vhodné použít hodnotu lehce vyšší než 0,75.

Dále se také z našeho měření dá pozorovat, že rozdíly hodnot jsou větší pro tvrdost než pro redukovaný modul.

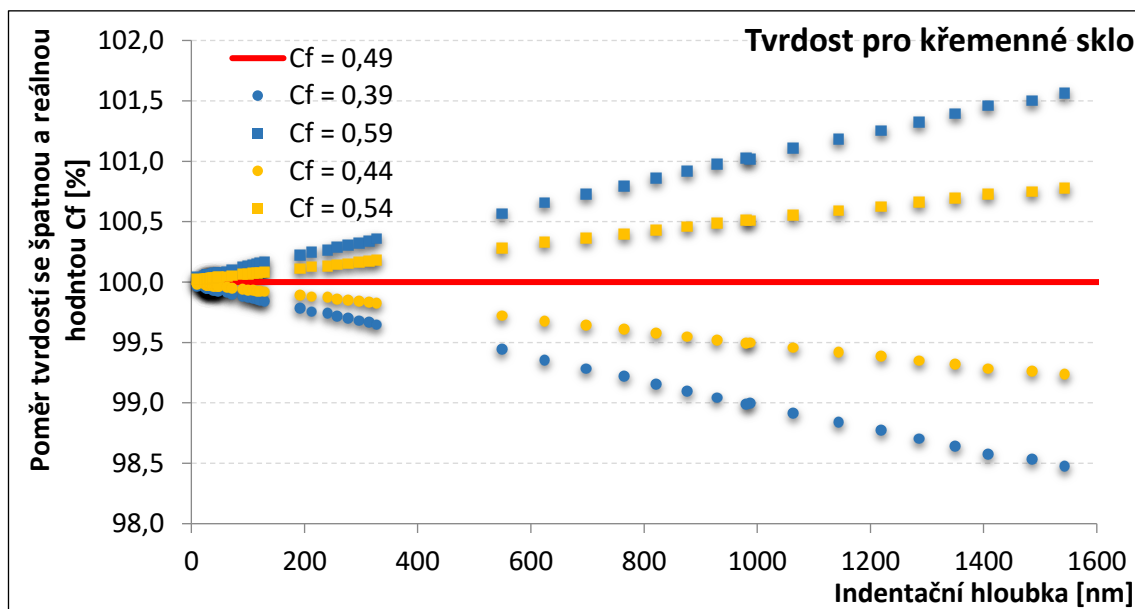
Použití variabilního epsilon se také ukázalo jako vhodné pro identifikaci chybných měření. Ty lze totiž přibližně v polovině případů identifikovat podle faktoru epsilon zcela vybočujícího z možných hodnot  $0,73 < \varepsilon < 0,8$  (hodnota dosažená při chybném měření byla např.  $\varepsilon = 0,87$  nebo  $\varepsilon = 0,66$ ).

### 5.3. Poddajnost přístroje

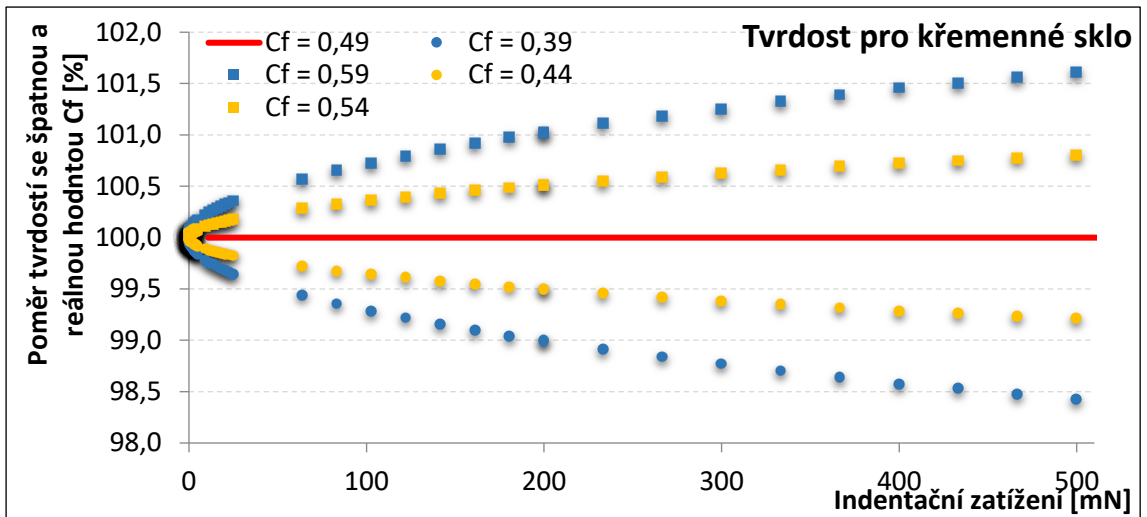
Vliv poddajnosti přístroje jsme zkoumali pro 4 materiály – křemenné sklo, ocel, měď a křemík. Všechny byly indentovány s rozsahem maximálního zatížení  $P_{\max}$  od 0 po 500 mN.

Následující čtyři grafy popisují vliv poddajnosti přístroje na indentační měření křemenného skla. Obr. 23 a 24 zobrazují procentuální poměr hodnoty tvrdosti získané se špatně stanovenou hodnotou poddajnosti přístroje  $C_f'$  a s reálnou  $C_f$  pro daný přístroj ( $C_f = 0,49$  nm/mN). Žluté značky představují 10% odchylku od reálné hodnoty  $C_f$  a modré značky představují 20% odchylku od reálné hodnoty  $C_f$ . Obr. 25 a 26 podobně zobrazují poměr redukovaných modulů. Na obr. 23 a 25 byl tento poměr vykreslen proti indentační hloubce a vykazoval jasně lineární charakter, na obr. 24 a 26 byl vykreslen proti indentačnímu zatížení.

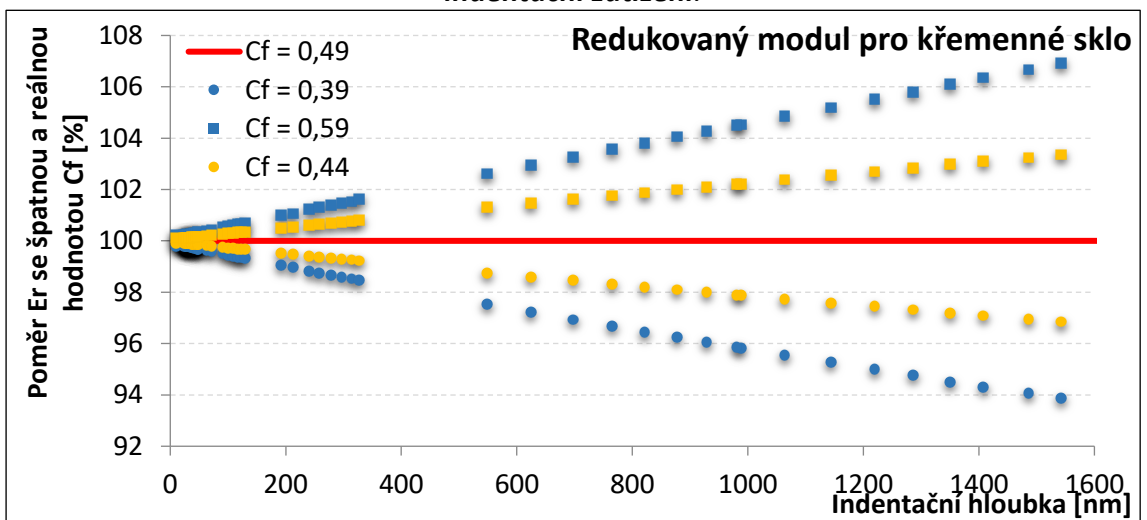
Například pro zatížení  $P = 400$  mN a o 10 % větší hodnotu  $C_f$  (žluté čtverce) je odchylka tvrdosti od skutečné hodnoty 0,7 %. Oproti tomu odchylka redukovaného modulu dosahuje 3,1 %.



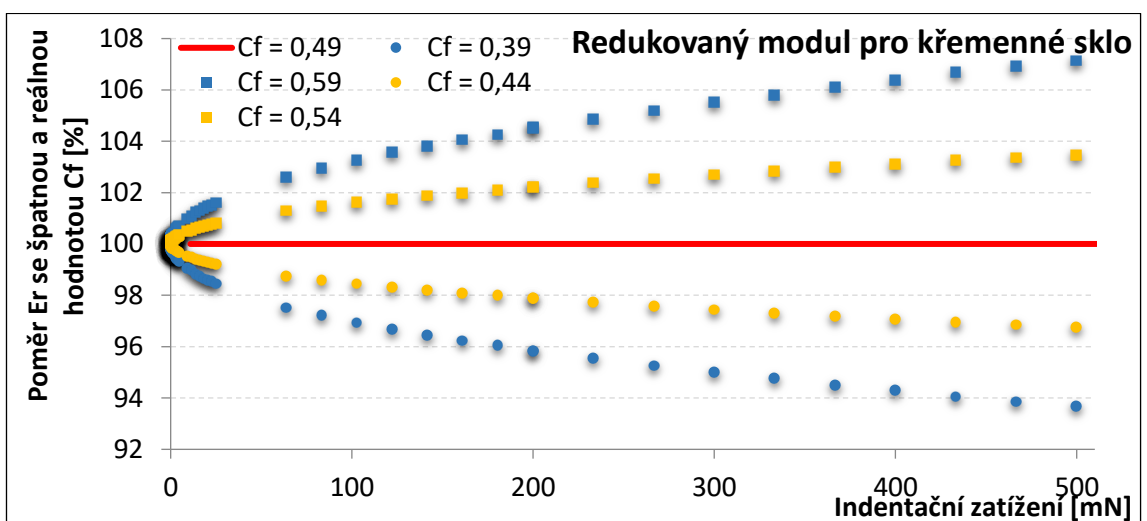
Obr. 23: Graf zobrazující procentuální poměr tvrdostí křemenného skla pro různou indentační hloubku.



Obr. 24: Graf zobrazující procentuální poměr tvrdostí křemenného skla pro různé indentační zatížení.

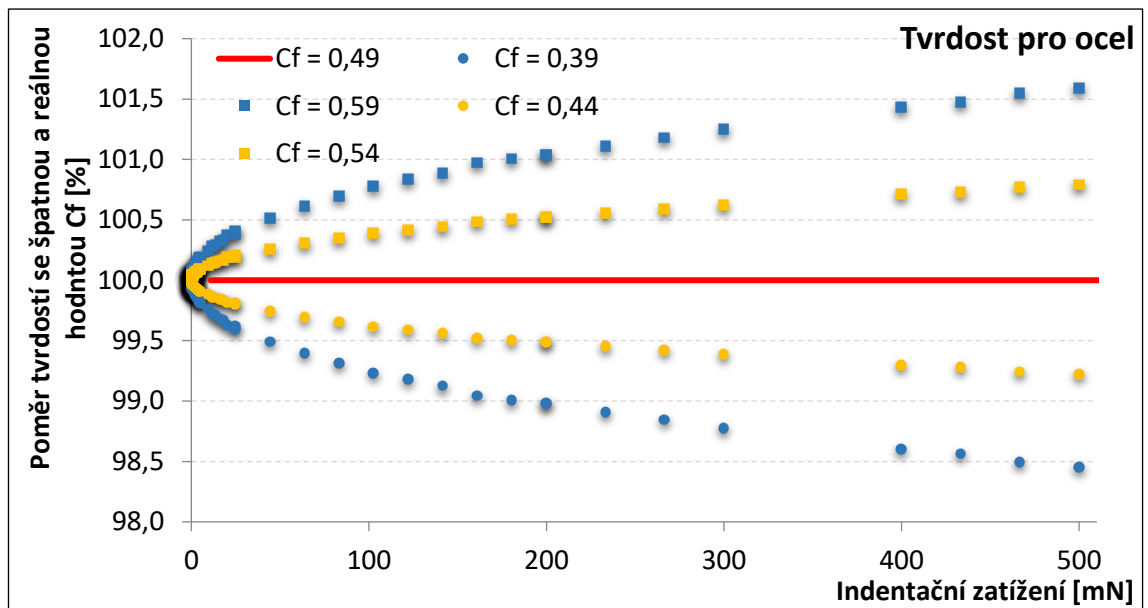


Obr. 25: Graf zobrazující procentuální poměr  $E_r$  křemenného skla pro různou hloubku.

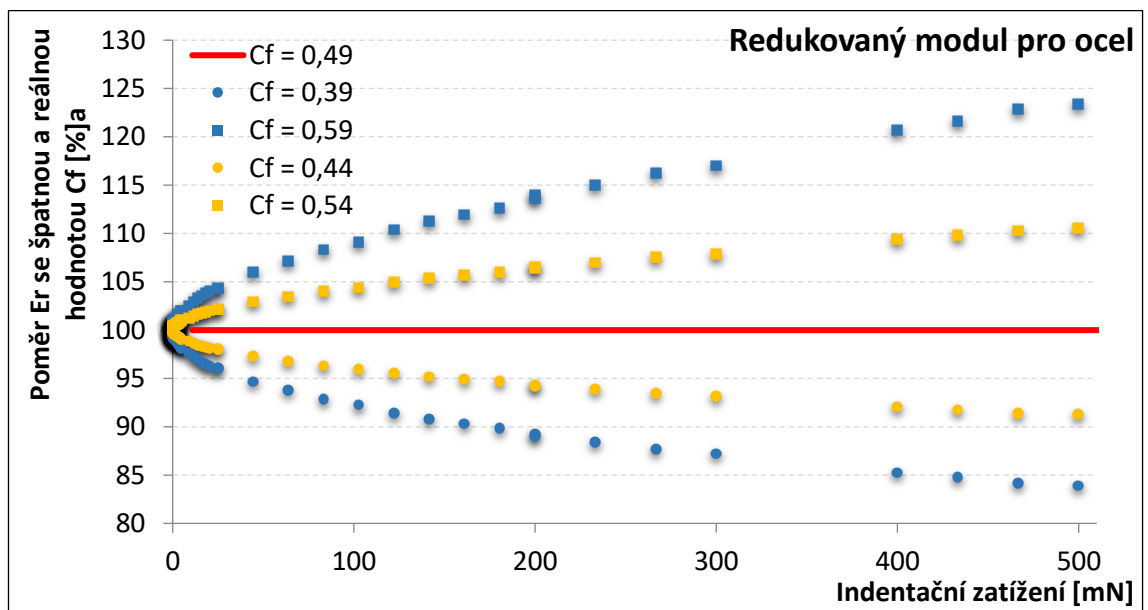


Obr. 26: Graf zobrazující procentuální poměr  $E_r$  křemenného skla pro různé indentační zatížení.

Pro ostatní materiály budou poměry vykresleny pouze proti indentačnímu zatížení z důvodu ušetření místa. Obr. 27 a 28 ukazují výsledky pro ocel.



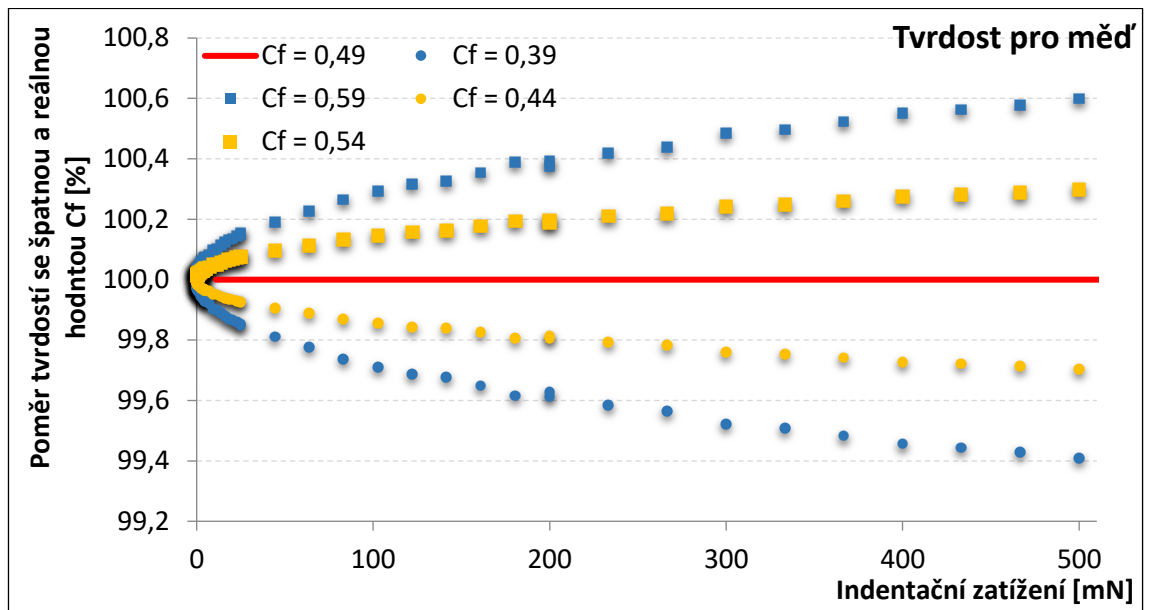
Obr. 27: Graf zobrazující procentuální poměr  $H$  oceli pro různé **indentační zatížení**.



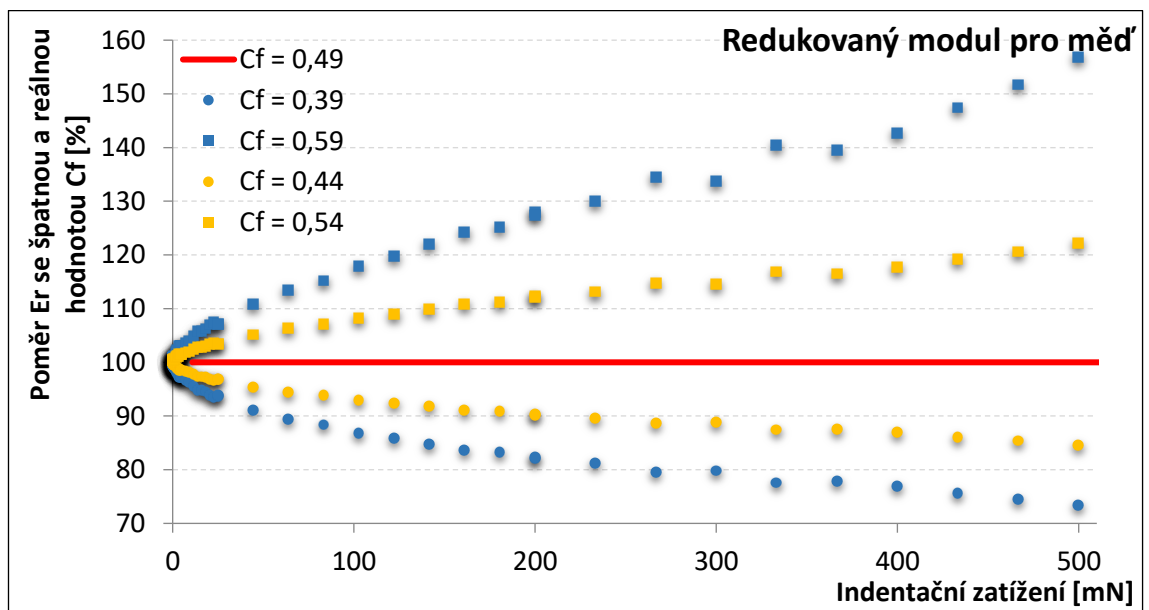
Obr. 28: Graf zobrazující procentuální poměr  $E_r$  oceli pro různé **indentační zatížení**.

Zatímco vliv na tvrdost byl pro ocel prakticky stejný (opět 0,7 % při 400 mN a 10% odchylce  $C_f$ ), vliv na redukovaný modul se lišil. Pro ocel dosáhl 9,4 % oproti 3,1 % pro křemenné sklo.

Na této stránce jsou na obr. 29 a 30 zobrazeny výsledky pro měď.



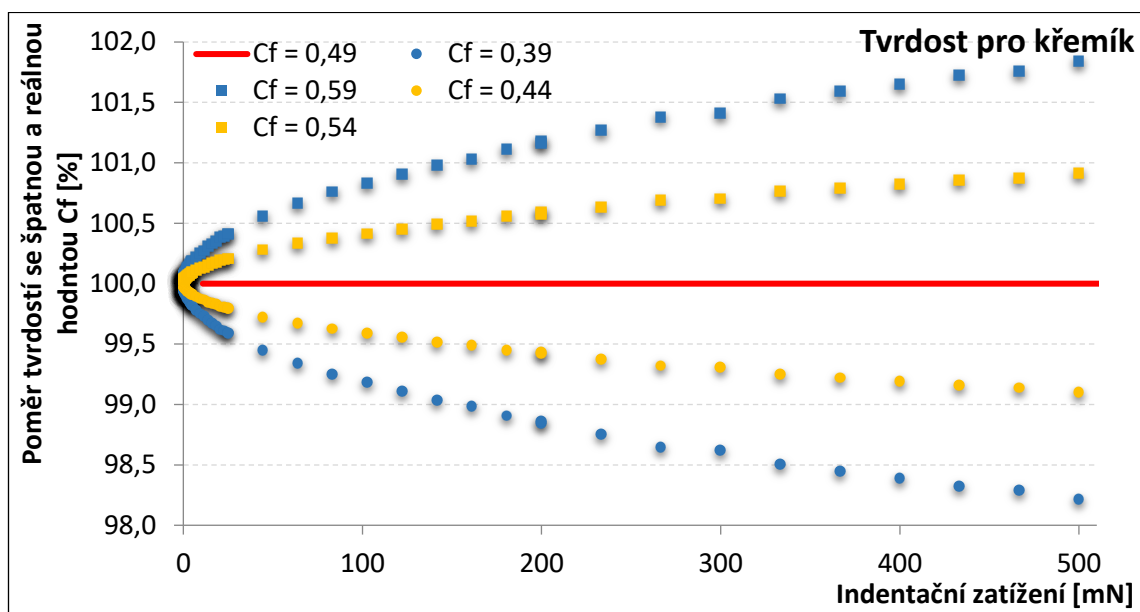
Obr. 29: Graf zobrazující procentuální poměr tvrdostí mědi pro různé **indentační zatížení**.



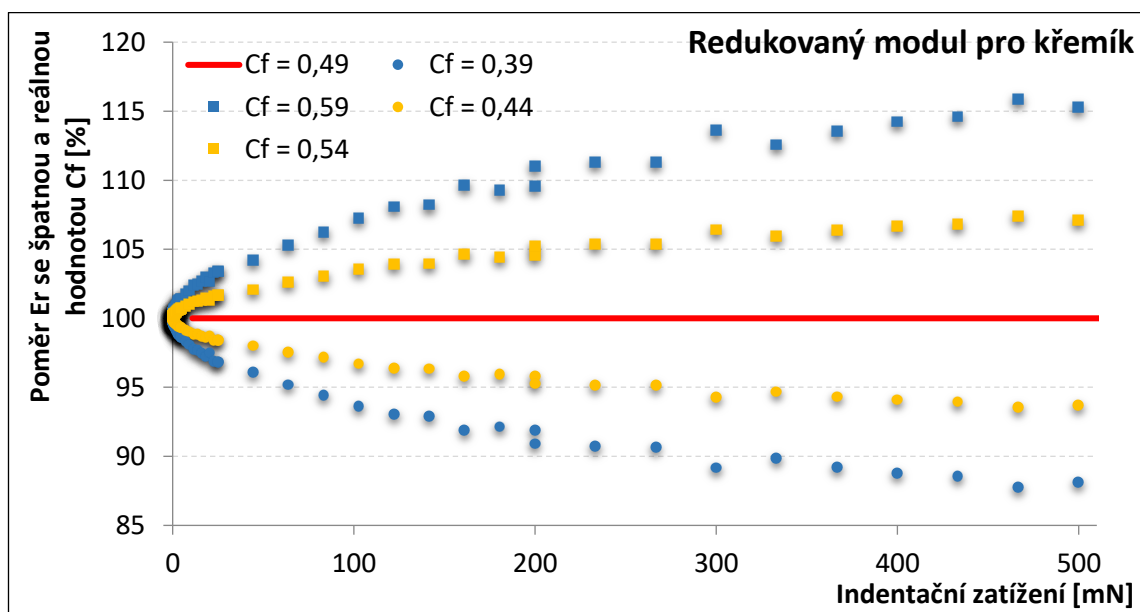
Obr. 30: Graf zobrazující procentuální poměr  $E_r$  mědi pro různé **indentační zatížení**.

Měď vykazuje menší odchylku tvrdosti (0,3 % pro 400 mN a 10% odchylce  $C_f$ ), ale skoro dvojnásobnou odchylku redukovaného modulu oproti oceli (17,6 %).

Na této stránce jsou na obr. 30 a 31 zobrazeny výsledky pro křemík.



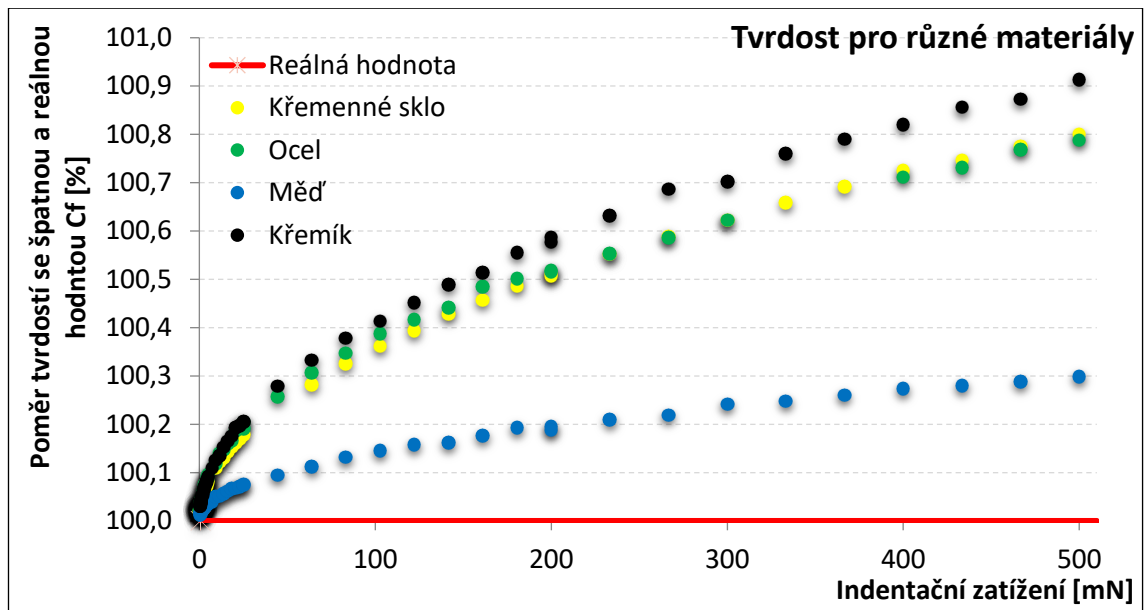
Obr. 30: Graf zobrazující procentuální poměr tvrdostí křemíku pro různé **indentační zatížení**.



Obr. 31: Graf zobrazující procentuální poměr  $E_r$  křemíku pro různé **indentační zatížení**.

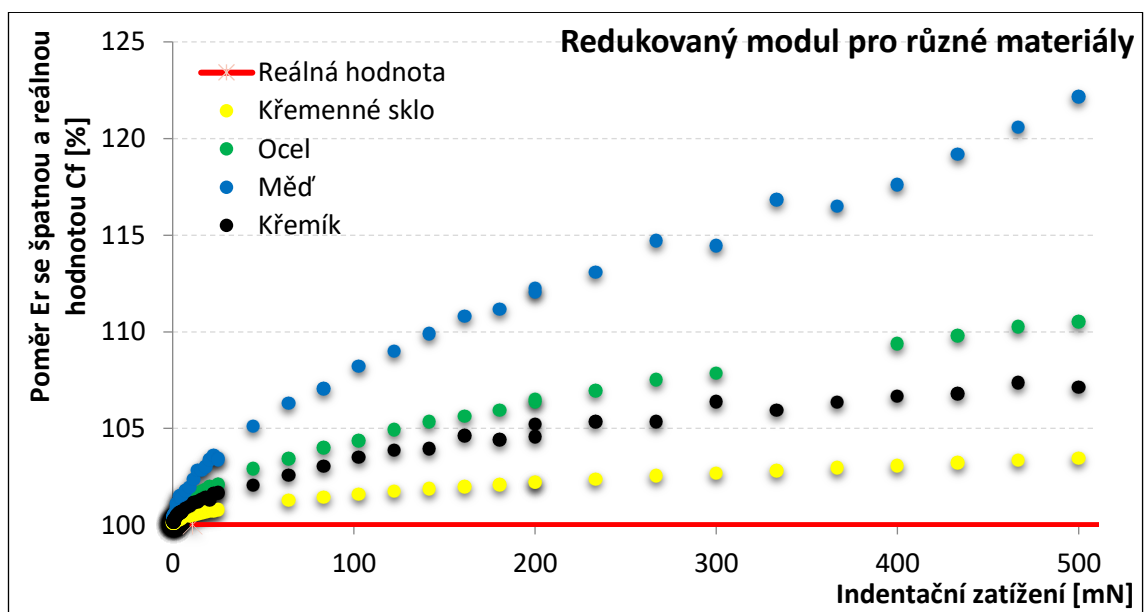
Odchylka v tvrdosti pro dané zatížení je 0,8 %. Pro redukovaný modul to je 6,8 %.

Na další stránce jsou na obr. 32 a 33 pro porovnání zobrazeny výsledky pro všechny měřené materiály. Pro větší přehlednost je použita pouze odchylka +10 %.



Obr. 32: Graf zobrazující procentuální poměr tvrdości pro různé materiály při použití

$$C_f' = 0,54.$$



Obr. 33: Graf zobrazující procentuální poměr  $E_r$  pro různé materiály při použití

$$C_f' = 0,54.$$

Pro všechny zkoumané materiály byla typická daleko větší odchylka pro redukovaný modul (až 17,6 %) a pouze minimální (pod 1 %) odchylka v hodnotách tvrdości při použití o 10 % větší hodnoty  $C_f$  a indentačním zatížení 400 mN. Pro měření tvrdości tedy poddajnost přístroje nehraje příliš velkou roli, pokud nebude stanovena s příliš velkou nepřesností a pokud zatížení nepřekročí hodnoty typické pro nanoindentaci.

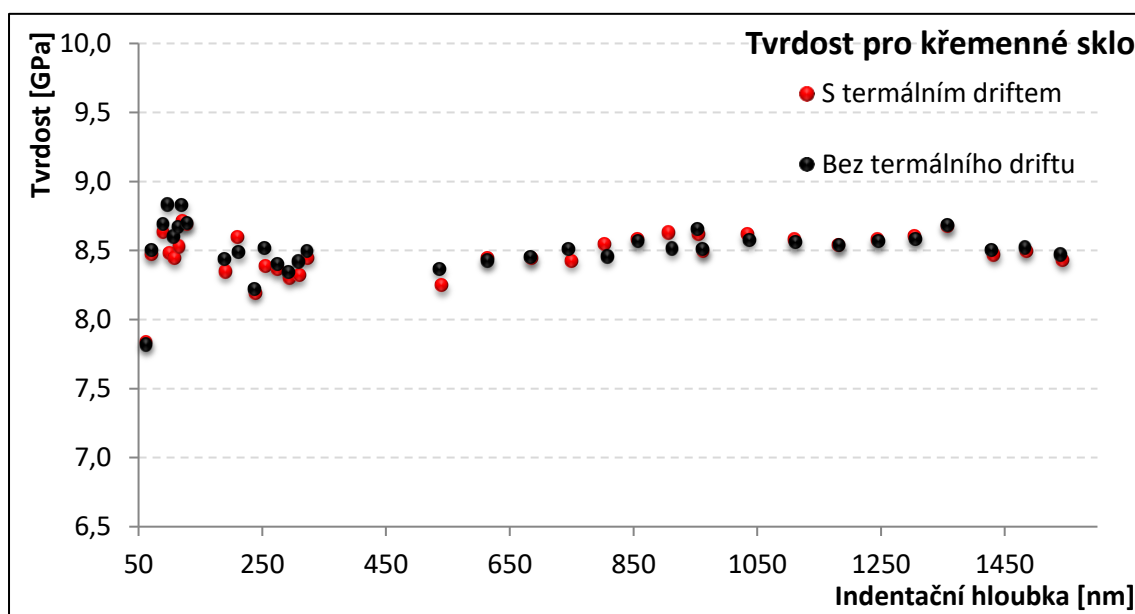
## 5.4. Termální drift

Jako další faktor byl analyzován termální drift pro následující materiály – křemenné sklo, titan, polykarbonát a safír. Během indentační zkoušky byla zaznamenávána hodnota termálního driftu (viz obr. 2). Získané indentační křivky byly vyhodnoceny s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez ní (černé body).

Na obr. 34 a 35 jsou zobrazeny výsledky pro křemenné sklo. Hodnoty tvrdosti jsou vychýleny vesměs náhodně. Nejvíce vychýlené hodnoty se od sebe liší o přibližně 2 %. Řada bodů, zejména těch získaných při větší indentační hloubce, se překrývá. Celková (průměrná) hodnota tvrdosti získaná bez korekce na termální drift je však pouze o 0,4 % větší než ta získaná s použitím korekce.

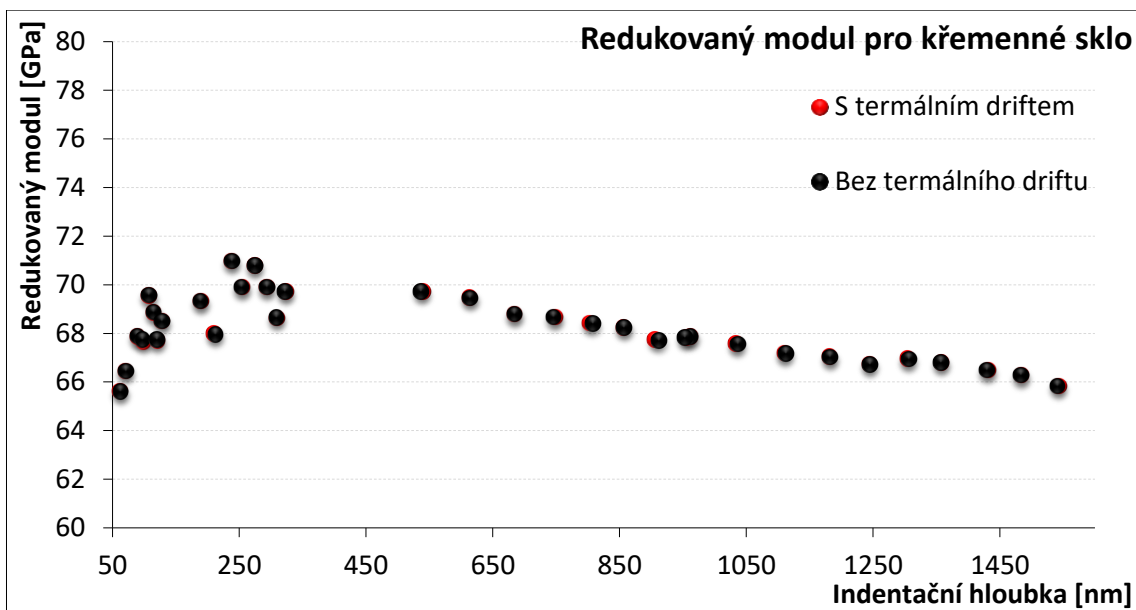
Pro redukovaný modul jsou rozdíly ještě menší. Body se prakticky překrývají a průměrné hodnoty tvrdosti se shodují s 99,96% přesností.

Pro křemenné sklo tedy termální drift představuje pouze minimální vliv při měření tvrdosti, a zcela zanedbatelný vliv při měření redukovaného modulu.



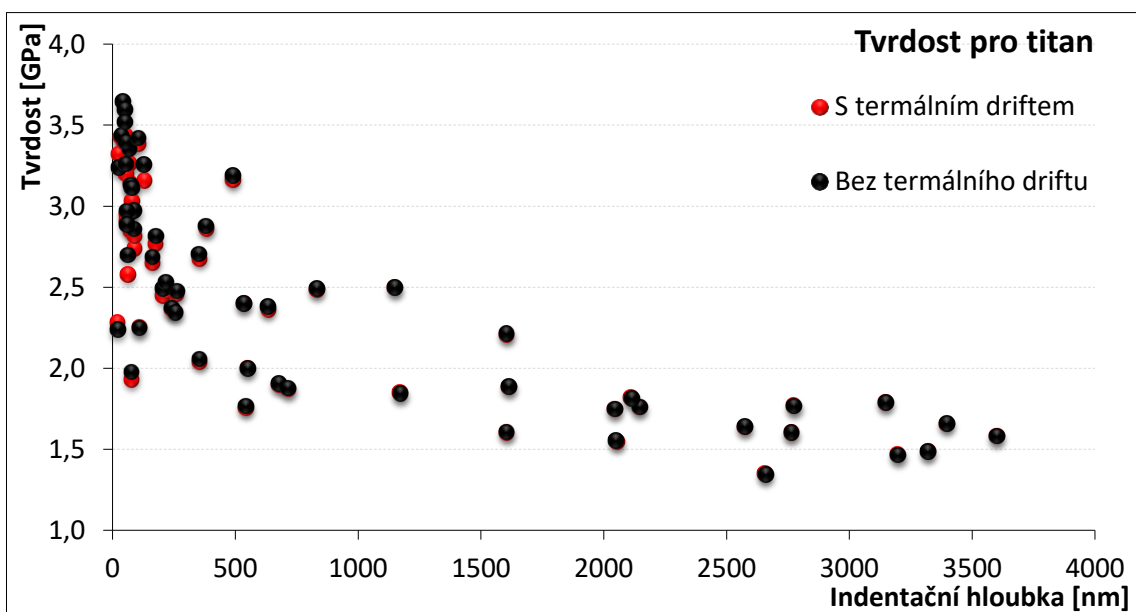
Obr. 34: Graf zobrazující výsledné hodnoty tvrdosti křemenného skla s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).



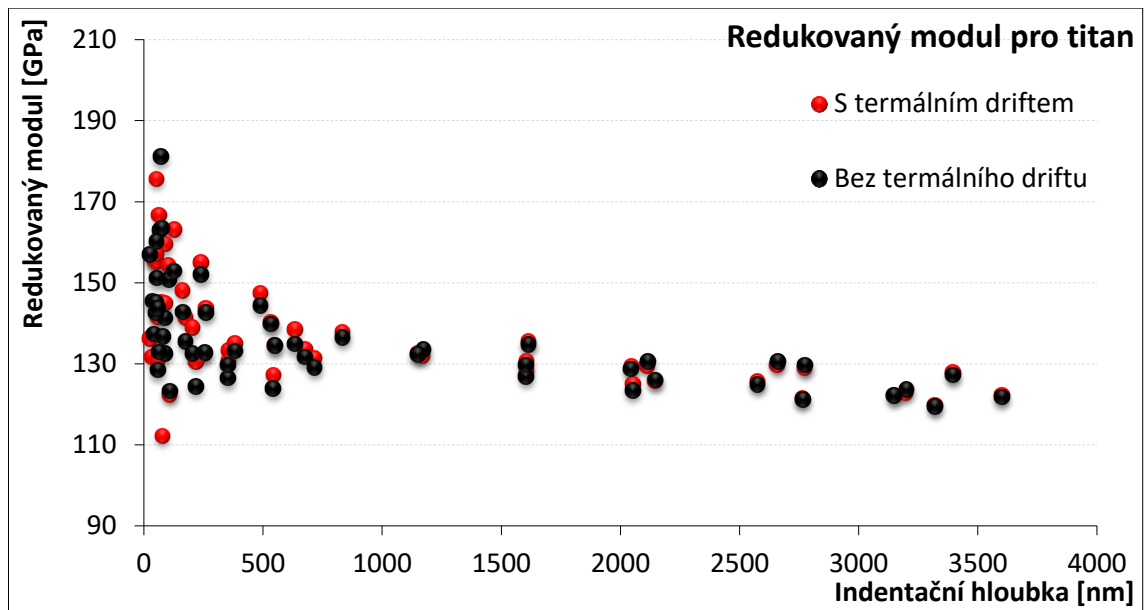


Obr. 35: Graf zobrazující výsledné hodnoty redukovaného modulu křemenného skla s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).

Následující grafy (obr. 36 a 37) zobrazují výsledky pro titan.



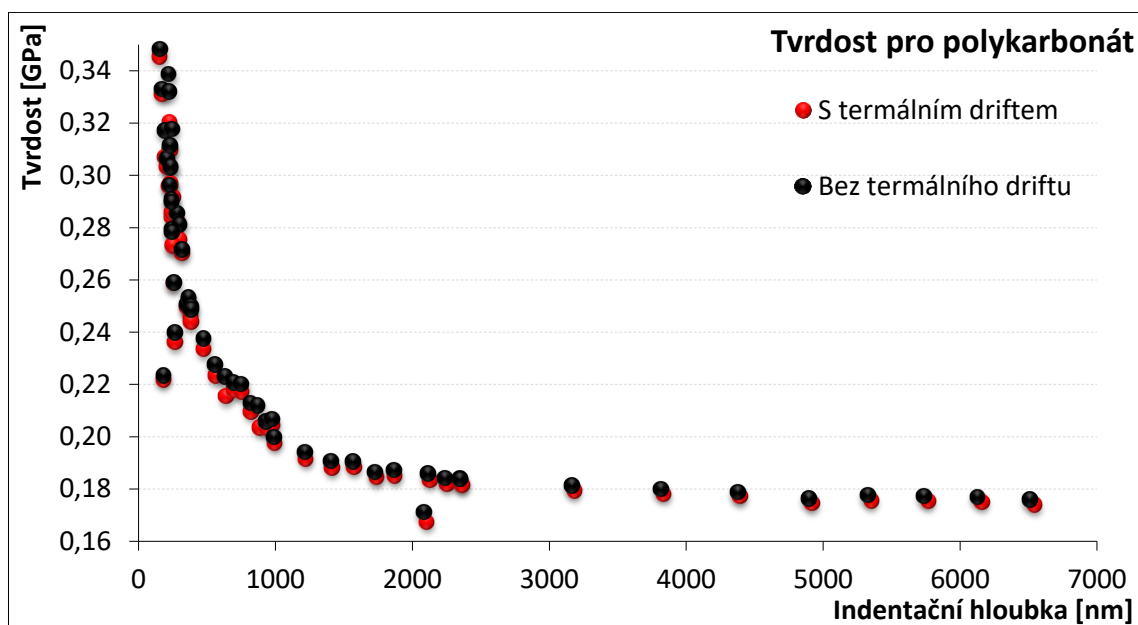
Obr. 36: Graf zobrazující výsledné hodnoty tvrdosti titanu s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).



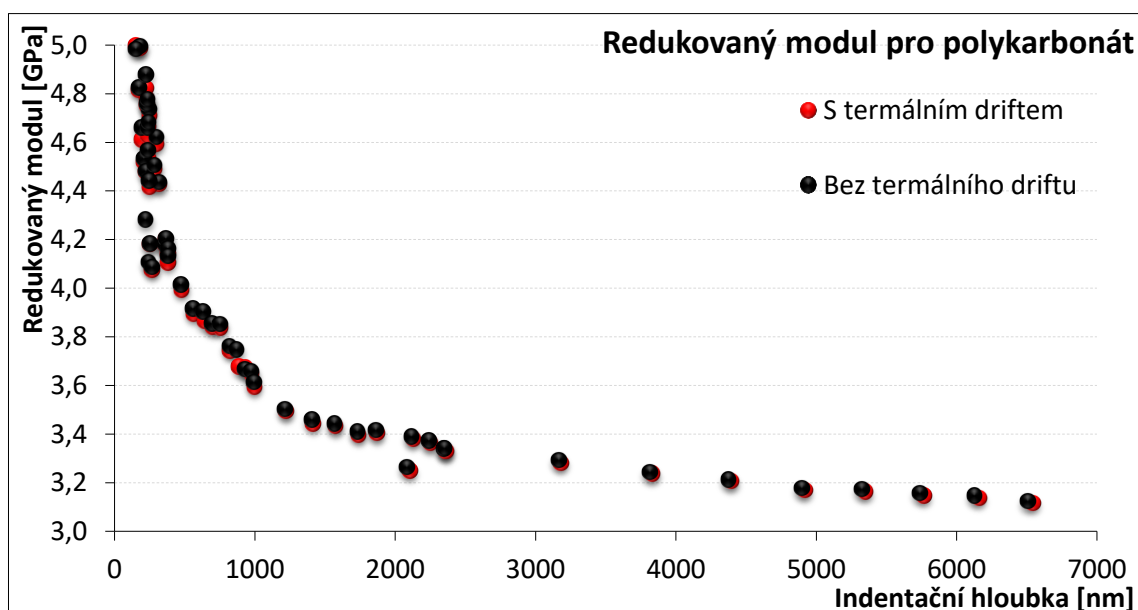
Obr. 37: Graf zobrazující výsledné hodnoty redukovaného modulu titanu s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).

Na rozdíl od křemenného skla, pro titan se hodnoty více překrývají pro tvrdost a větší roli korekce hraje pro redukovaný modul, kde maximální rozdíl mezi jednotlivými body dosahuje hodnot až 7 % a průměrná hodnota redukovaného modulu se liší o 3 %. Nicméně i pro tvrdost je rozdíl (1,4 %) větší než v případě křemenného skla.

Na následující stránce jsou zobrazeny na obr. 38 a 39 výsledky pro polykarbonát. Ten vykazuje vyšší odlišnost pro průměrnou tvrdost. Její průměrná hodnota se liší o 2,6 %. Hodnota redukovaného modulu se liší o 0,4 %.

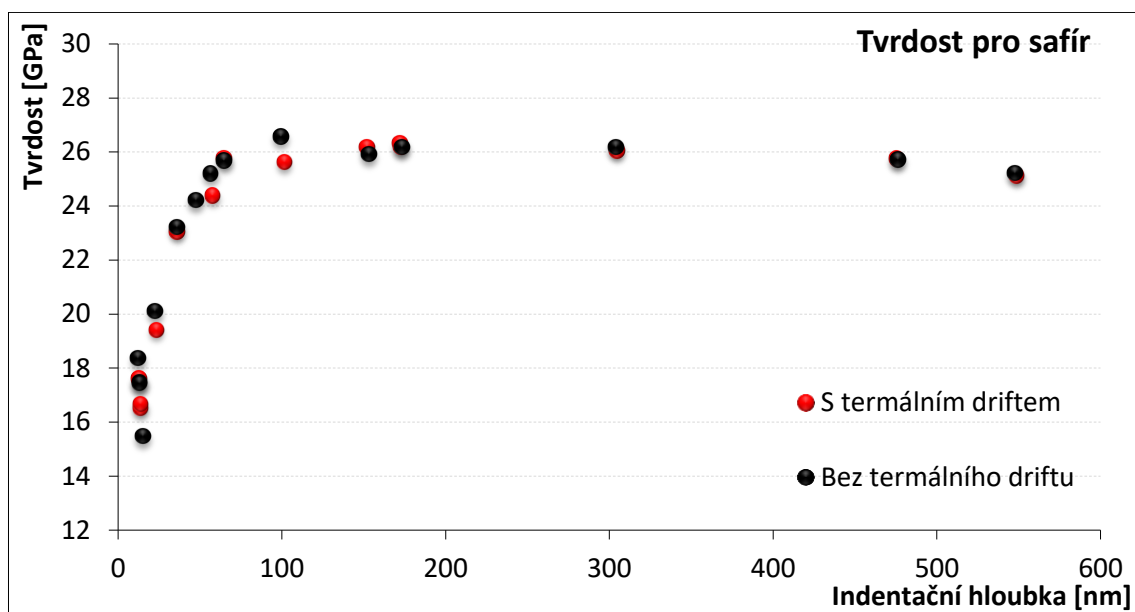


Obr. 38: Graf zobrazující výsledné hodnoty tvrdosti polykarbonátu s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).

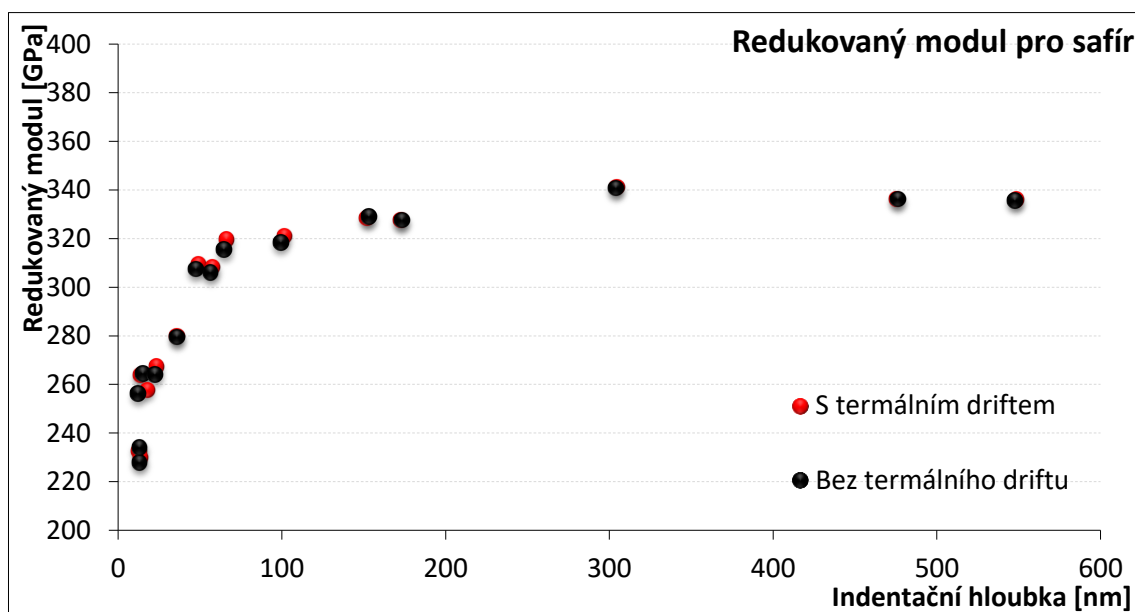


Obr. 39: Graf zobrazující výsledné hodnoty redukovaného modulu polykarbonátu s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).

Na této straně jsou na obr. 40 a 41 zobrazeny výsledky pro safír.



Obr. 40: Graf zobrazující výsledné hodnoty tvrdosti safíru s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).



Obr. 41: Graf zobrazující výsledné hodnoty redukovaného modulu safíru s použitím korekce na termální drift (červené body) a bez korekce (černé body).

Safir není nijak výrazně ovlivněn termálním driftem. Průměrná hodnota tvrdosti bez korekce je o 0,8 % větší než hodnota získaná s korekcí a průměrná hodnota redukovaného modulu je o 0,8 % menší než hodnota získaná s korekcí.

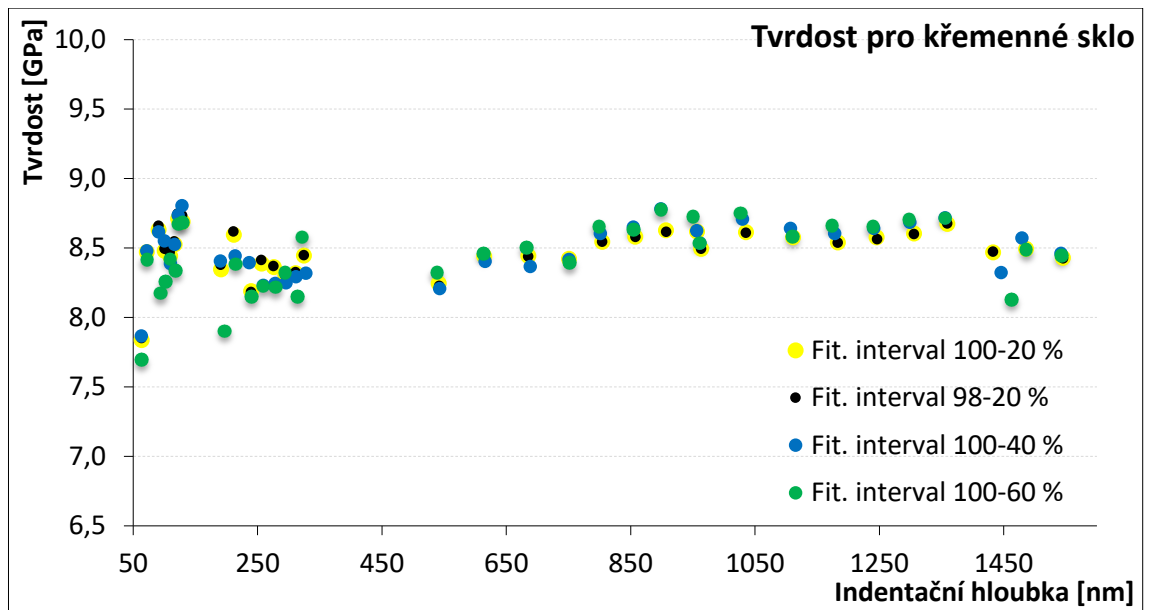
Vzhledem k tomu, že vliv termálního driftu je náhodný, jeho vliv se výrazně zmenší při použití hodnot tvrdosti a modulu z více indentačních zkoušek. I tak je ale schopen ovlivnit měření skoro o 4 % pro titan a polykarbonát. Titan vykazuje vysoký vliv termálního driftu na jeho hodnotu redukovaného modulu, zatímco pro polykarbonát je silně ovlivněno měření tvrdosti.

Z hlediska termálního driftu se křemenné sklo ukazuje jako materiál vhodný pro kalibraci. Je ze všech zkoumaných materiálů termálním driftem ovlivněno nejméně a hodnoty redukovaného modulu křemenného skla ovlivněny nejsou prakticky vůbec.

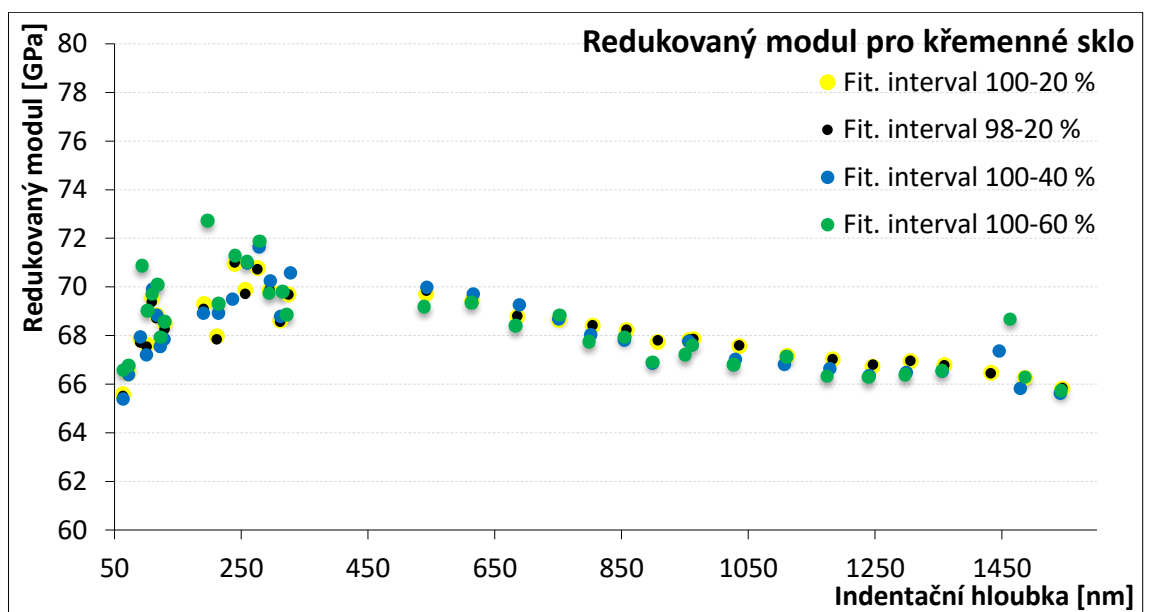
## **5.5. Vliv fitovacího intervalu**

Testování vlivu fitovacího intervalu jsme z důvodu jeho vysoké časové náročnosti provedli pouze pro tři materiály. Pro křemenné sklo používané ke kalibraci a pro materiály, u kterých by se dal předpokládat největší vliv fitovacího intervalu, tj. u polykarbonátu a křemíku (fitovací interval by mohl hrát důležitou úlohu v případě tlakem vyvolané fázové přeměny). Zvolili jsme fitovací intervaly 100–20 %, 100–40 %, 100–60 a 98–20 %.

Vliv fitovacího intervalu pro křemenné sklo je zobrazen na obr. 42 a 43.



Obr. 42: Graf zobrazující výsledné hodnoty tvrdosti křemenného skla pro různé fitovací intervaly.

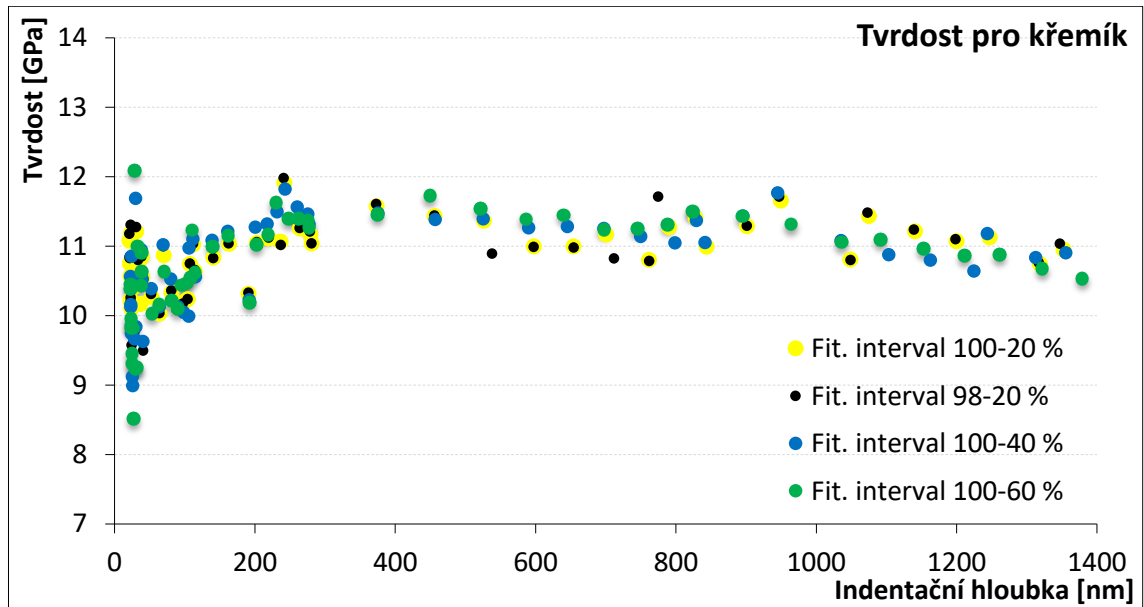


Obr. 43: Graf zobrazující výsledné hodnoty  $E_r$  křemenného skla pro různé fitovací intervaly.

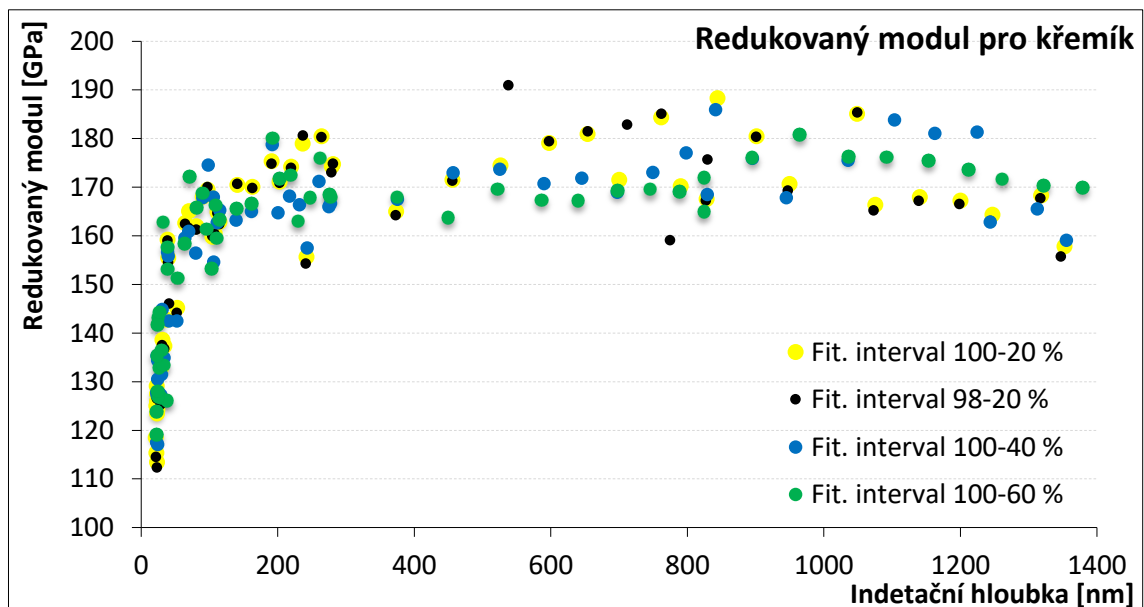
Hodnoty pro fitovací interval 98-20 % a 100-20 % se víceméně překrývají. Několik bodů s fitovacím intervalem 100-60 % a 100-40 % je podstatně vychýleno, ale hodnota pro fitovací interval 100-20 % je reálnější (např. body s indentační hloubkou cca 1400, kde body s fitovacím intervalem 100-60 % a 100-40 % jasně vybočují z trendu).

Rozdíl mezi průměrnou hodnotou tvrdosti pro 100-20 % a 98-20 % je 0,3 % a pro redukovaný modul 0,2 %. Pro případ 100-20 % versus 100-40 % vychází rozdíl 0,1 % pro

tvrdost a 0,2 % pro redukovaný modul. Rozdíl tvrdosti mezi 100-20 % a 100-60 % je 0,3 % a rozdíl redukovaného modulu 0,3 %. Všechny tyto rozdíly jsou zanedbatelné a volba fitovacího intervalu tedy na indentační zkoušku křemenného skla nemá velký vliv. Na obr. 44 a 45 jsou zobrazeny výsledky pro křemík.



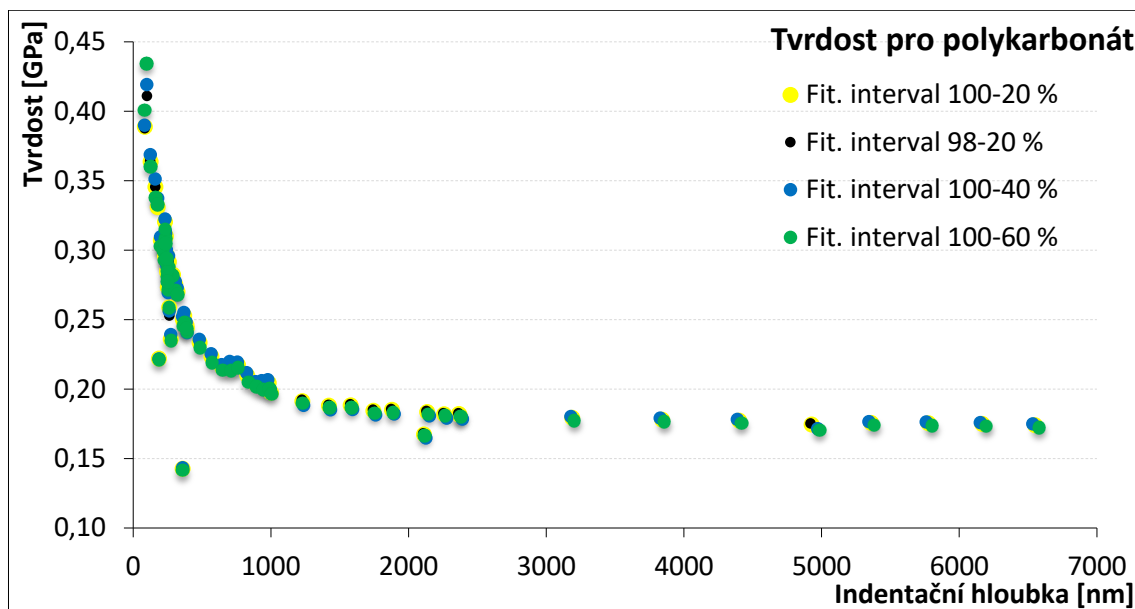
Obr. 44: Graf zobrazující výsledné hodnoty  $H$  křemíku pro různé fitovací intervaly.



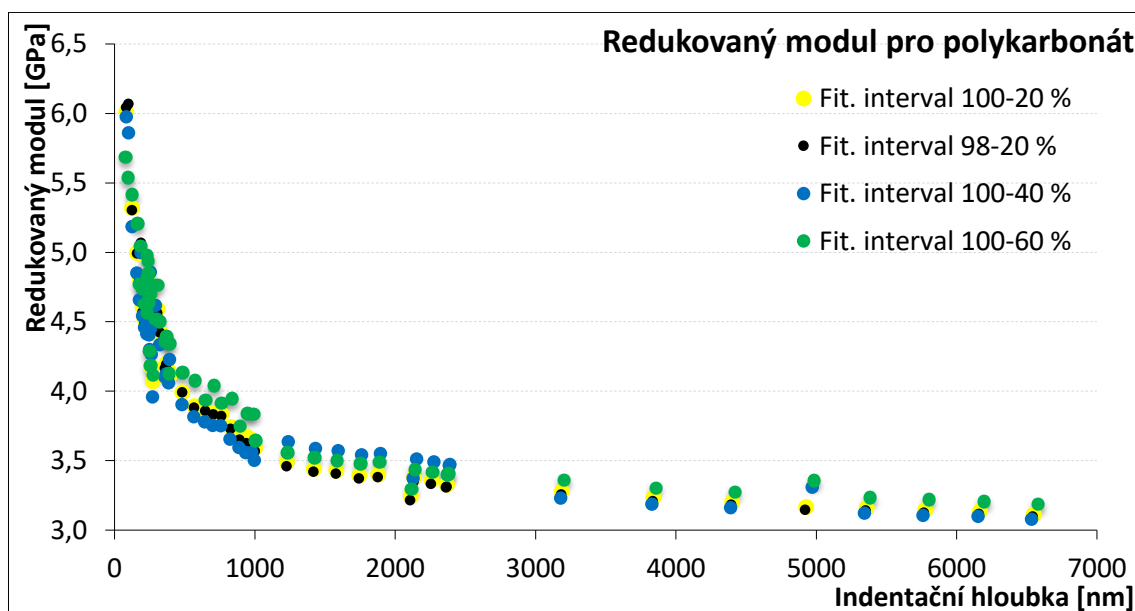
Obr. 45: Graf zobrazující výsledné hodnoty  $E_r$  křemíku pro různé fitovací intervaly.

Pro křemík dochází k výraznějším odchýlkám hodnot. Rozdíl tvrdosti mezi 100-20 % a 98-20 % je 0,4 %, rozdíl redukovaného modulu 0,7 %. Rozdíl tvrdosti pro intervaly 100-20 % a 100-40 % je 0,8 %, rozdíl redukovaného modulu 0,5 %. Pro intervaly 100-20 % a 100-60 % dostaneme rozdíl tvrdostí 1,2 % a redukovaného modulu 0,1 %.

Nicméně při použití pouze dat získaných při větším indentačním zatížení (nad 600 nm) je průměrná velikost odchyly redukovaného modulu 4,6 % a tvrdosti 2,3 % (pro 100-20 % a 100-60 %). To je způsobeno fázovými přeměnami vlivem indentačního tlaku (viz obr. 6). Na obr. 45 a 46 jsou zobrazeny výsledky pro polykarbonát.



Obr. 46: Graf zobrazující výsledné hodnoty tvrdosti polykarbonátu pro různé fitovací intervaly.



Obr. 47: Graf zobrazující výsledné hodnoty  $E_r$  polykarbonátu pro různé fitovací intervaly.

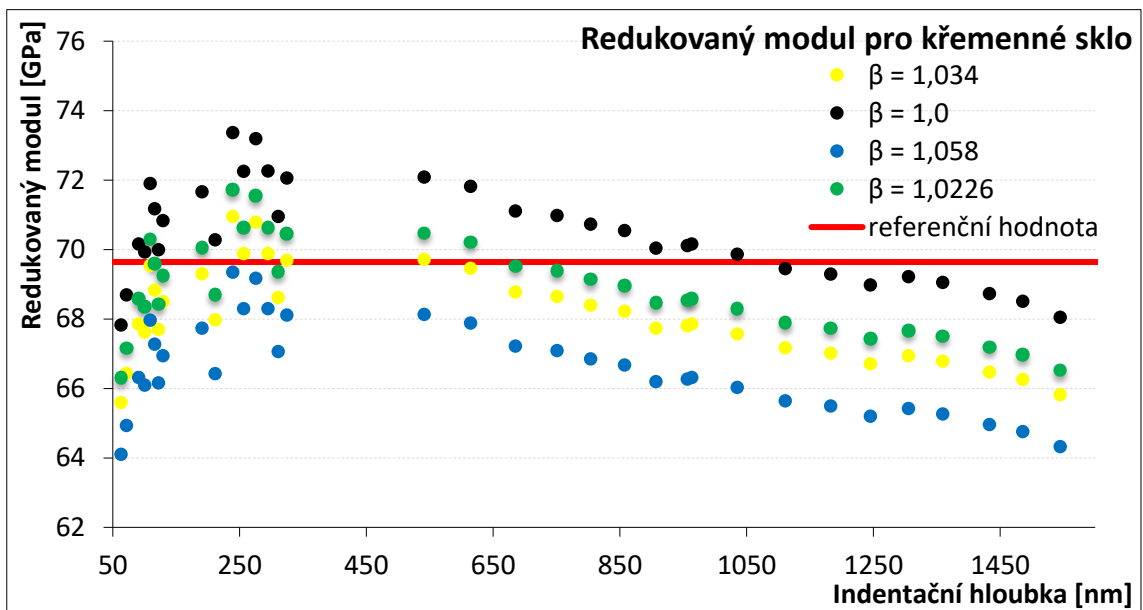
Pro polykarbonát jsou odchyly hodnot největší. Rozdíl tvrdosti pro intervaly 100-20 % a 98-20 % je 1,6 %, rozdíl redukovaného modulu 0,3 %. Rozdíl tvrdosti pro intervaly



100-20 % a 100-40 % je 1,7 %, rozdíl redukovaného modulu 0,3 %. Rozdíl tvrdosti pro intervaly 100-20 % a 100-60 % je 0,6 %, rozdíl redukovaného modulu 2,8 %.

## 5.6. Korekční faktor $\beta$

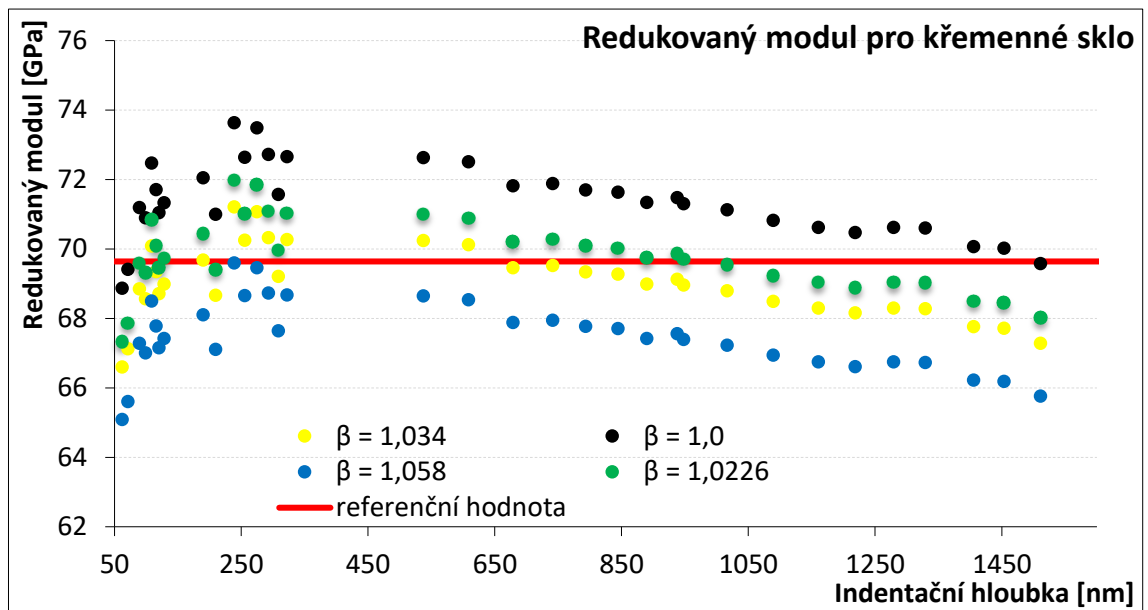
Faktor  $\beta$  je matematická korekce využitá během analýzy nanoindentačních dat pro získání správné hodnoty redukovaného modulu. Je nezávislá na testovaném materiálu, proto budou zobrazeny pouze výsledky pro křemenné sklo. Na hodnoty tvrdosti faktor  $\beta$  nemá žádný vliv. Následující grafy reprezentují výsledky analýzy s použitými hodnotami  $\beta = 1,0226$ ,  $\beta = 1,034$  a  $\beta = 1,058$ , které byly navrhovány různými autory jako správné pro Berkovichův hrot. Také jsme nanoindentační data analyzovali bez korekčního faktoru  $\beta$  ( $\beta = 1$ ). Data jsme analyzovali s využitím variabilního epsilon i bez něj ( $s \ \epsilon = \text{konst.}$ ).



Obr. 48: Graf zobrazující výsledné hodnoty  $E_r$  křemenného skla pro různé hodnoty  $\beta$  a konstantní  $\epsilon = 0,75$ .

Pro analýzu s použitím konstantního epsilon (viz obr. 48) nejlépe reálným (referenčním) hodnotám redukovaného modulu odpovídá nejčastěji používaná  $\beta = 1,034$ . Hodnoty redukovaného modulu před začátkem praskání křemenného skla (okolo indentační hloubky 550-600 nm) téměř dokonale odpovídají referenční hodnotě. Hodnota  $\beta = 1,058$  navrhovaná Vlassakem a Nixem se zdá příliš vysoká, a tak

jsou hodnoty redukovaného modulu příliš nízké. Hodnota zvolená Hendricksem,  $\beta = 1,0226$  se zdá příliš nízká.



Obr. 49: Graf zobrazující výsledné hodnoty redukovaného modulu křemenného skla pro různé hodnoty  $\beta$  při použití variabilního  $\epsilon$ .

I při použití variabilního epsilon (viz obr. 49) opět nejlépe odpovídá referenční hodnotě redukovaného modulu  $\beta = 1,034$ . Neodpovídá však referenční hodnotě úplně přesně jako při použití konstantního epsilon. Lépe by odpovídala hodnota okolo  $\beta \approx 1,04$ .

## 6. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo určení vlivu určitých korekčních faktorů na vyhodnocení nanoindentační zkoušky. Zkoumané korekční faktory byly faktory  $\epsilon$  a  $\beta$ , korekce na poddajnost přístroje, termální drift a fitovací interval. Zahrnuty tedy byly všechny korekce kromě korekce na radiální posunutí. Byla použita řada materiálů (křemenné sklo, měď, wolfram, hliník, ocel, titan, křemík, safír a polykarbonát).

Výraznější vliv použití variabilního nebo konstantního  $\epsilon$  byl pozorován pouze v případě křemenného skla. Pro něj došlo k odchylkám v tvrdosti  $H$  o 2,7 % a odchylkám v redukovaném modulu  $E_r$  o 1,3 %. Nicméně křemenné sklo je využíváno pro kalibraci a jakékoliv ovlivnění kalibrace může změnit výsledky dalších měření. Na ostatní materiály použití variabilního  $\epsilon$  nemělo výrazný vliv, druhý nejvyšší rozdíl hodnot (po křemenném skle) byl pro safír. Pro který rozdíl hodnot tvrdosti dosáhl 0,8 %.

Použití variabilního epsilon se také ukázalo jako vhodné pro identifikaci chybných měření. Ty lze totiž přibližně v polovině případů identifikovat podle faktoru epsilon zcela vybočujícího z možných hodnot  $0,73 < \epsilon < 0,8$ .

Jako další jsme zkoumali vliv poddajnosti přístroje. Pro všechny zkoumané materiály (křemenné sklo, ocel, měď a křemík) byla typická daleko větší odchylka pro redukovaný modul a pouze minimální odchylka v hodnotách tvrdosti. Křemenné sklo vykazovalo 5x menší odchylku redukovaného modulu než měď. Např. při určení poddajnosti přístroje  $C_f$  s 10 % chybou a indentačním zatížením 400 mN dojde ke zkreslení výsledných hodnot redukovaného modulu mědi o 17,6 %. Správné určení hodnoty  $C_f$  je tedy pro nanoindentační zkoušku při větším zatížení zásadní.

Vliv termálního driftu na křemenné sklo byl minimální. Pro polymerní materiály a kovy byl vliv termálního driftu větší. Pro některé byl efekt větší na hodnotu tvrdosti (např. pro polykarbonát 2,6 %) a pro další na redukovaný modul (např. pro titan 3 %). To souvisí s hodnotami koeficientu teplotní roztažnosti. Hodnota koeficientu lineární teplotní roztažnosti  $\alpha$  pro křemenné sklo je  $0,55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [9], zatímco například pro titan  $8,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [9] a pro polykarbonát  $65 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  [9].

Fitovací interval má pouze minimální vliv na křemenné sklo. Pro materiály vykazující fázové transformace v průběhu odlehčování (např. křemík) je však správná volba fitovacího intervalu zásadní. Pro křemík se rozdíly hodnot získaných s různými fitovacími intervaly pohybují mezi 0,5 % až 4,6 %.

Korekční faktor  $\beta$  má stejný vliv na všechny materiály. Pro získání hodnot redukovaného modulu (ať už s konstantním nebo variabilním  $\varepsilon$ ) je konvenční hodnota  $\beta = 1,034$  nejvhodnější ze všech hodnot navrhovaných různými autory.

Volba křemenného skla jako kalibračního materiálu se jeví jako správná, vzhledem k minimálnímu vlivu termálního driftu a fitovacího intervalu a vlivu poddajnosti přístroje menšímu než na ostatní materiály. Pro jeho vyhodnocení je ale vhodné použít variabilní faktor  $\varepsilon$ , který na něj má daleko větší vliv než na ostatní materiály.

Vliv jednotlivých korekcí na vyhodnocení nanoindentační zkoušky je poměrně nízký. Nicméně vzhledem k tomu, že se všechny vlivy projevují současně, mohlo by v případě zanedbání korekcí dojít k velmi výraznému ovlivnění získaných hodnot.

## ***Použitá literatura a zdroje***

- [1] FISCHER-CRIPPS, Anthony C. *Nanoindentation*. 2nd ed. New York: Springer, c2004. Mechanical engineering series (Berlin, Germany). ISBN 0-387-22045-3
- [2] A. C. FISCHER-CRIPPS. The IBIS handbook of nanoindentation. Forestville, NSW: Fischer-Cripps Laboratories, 2009. ISBN 0958552541.
- [3] OLIVER, W. C. a G. M. PHARR. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Materials Research Society. J. Mater. Res, 1992, **7**(6).
- [4] OLIVER, W. C. a G. M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. Materials Research Society. J. Mater. Res, 2004, **19**(1).
- [5] BOLSHAKOV, A. a G. M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. Materials Research Society. J. Mater. Res, 2002, **17**(10).
- [6] CHUDOBA, T a N M JENNETT. Higher accuracy analysis of instrumented indentation data obtained with pointed indenters. Journal of Physics D: Applied Physics [online]. 2008, **41**(21), 215407- [cit. 2018-07-31]. DOI: 10.1088/0022-3727/41/21/215407. ISSN 0022-3727. Dostupné z: <http://stacks.iop.org/0022-3727/41/i=21/a=215407?key=crossref.dcad306299415abf6a0e2f9fa32ea268>
- [7] BOLSHAKOV, A., W. C. OLIVER a G.M. PHARR. AN EXPLANATION FOR THE SHAPE OF NANOINDENTATION UNLOADING CURVES BASED ON FINITE ELEMENT SIMULATION. Materials Research Society. Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 1995,(356).
- [8] ČTVRTLÍK, Radim. Fyzikální vlastnosti tenkých vrstev. Olomouc, 2009. Dizertační práce. Univerzita Palackého v Olomouci. Přírodovědecké fakulta. Katedra experimentální fyziky.
- [9] Coefficients of Linear Thermal Expansion: Linear temperature expansion coefficients for aluminum, copper, glass, iron and other common materials [online]. [cit. 2018-08-05]. Dostupné z: [https://www.engineeringtoolbox.com/linear-expansion-coefficients-d\\_95.html](https://www.engineeringtoolbox.com/linear-expansion-coefficients-d_95.html)

[10] CHENG, Yang-Tse a Che-Min CHENG. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Materials Science and Engineering*. 2004, 44(4-5), 91-149 . DOI: 10.1016/j.mser.2004.05.001. ISSN 0927796X.