

Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta
Společné laboratoře optiky



Bakalářská práce

**Vliv experimentálních podmínek
indentační zkoušky na hodnoty tvrdosti
a redukovaného modulu**

Autor	Vladimír Chudý
Vedoucí práce	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Studijní obor	Přístrojová fyzika
Forma studia	Prezenční
Rok obhajoby	2016

Autor	Vladimír Chudý
Název práce	Vliv experimentálních podmínek indentační zkoušky na hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu
Typ práce	Bakalářská
Pracoviště	Společné laboratoře fyziky
Vedoucí práce	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Rok obhajoby práce	2016
Počet stran	89
Počet příloh	0
Jazyk	Český
Abstrakt	Práce se zabývá nanoindentačním testováním provedeným při různých parametrech testu, jako je doba zatěžování, odlehčování, a výdrže na maximální hodnotě zatížení, a vlivem těchto parametrů na vypočítané hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu pružnosti. Toto je zkoumáno pro dva různé přístupy nanoindentačního testování – klasický indentační cyklus a cyklus s částečným odlehčením. Testování proběhlo na oceli AISI-304, polykarbonátu a taveném křemenu.
Klíčová slova	Nanoindentace, tvrdost, redukovaný modul, AISI-304, polykarbonát, tavený křemen, sférický indentor, Berkovichův indentor

Author	Vladimír Chudý
Title	Effect of Experimental Setup on Hardness and Reduced Elastic Modulus
Type of thesis	Bachelors
Department	SLO – Joint Laboratory of Optics of Palacky University and Institute of Physics of the Czech Academy of Sciences
Supervisor	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Year of presentation	2016
Number of pages	89
Number of appendices	0
Language	Czech
Abstract	This thesis covers nanoindentation testing during performed at changing of various experimental parameters, like time of loading, dwell and unloading, and endurance on maximum value of load, and their effect of these parameters on measured values of hardness and reduced elastic modulus. This is studying for two different cycles approaches were used: classical indentation cycle and load-partial-unload cycle. Berkovich and spherical indenters were used for testing Tested materials were of stainless steel AISI-304, polycarbonate and fused silica.
Keywords	Nanoindentation, hardness, reduced modulus, AISI-304, polycarbonate, fused silica, spherical indenter, Berkovich indenter

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

V Olomouci dne

.....

podpis

Chtěl bych poděkovat Mgr. Radimu Čtvrtlíkovi, Ph.D. jakožto svému vedoucímu, za poskytnuté podklady, rady a mnohačetné konzultace při vypracování mé bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat své nejbližší rodině za trpělivost a podporu při vypracování tohoto textu.

Obsah

ÚVOD.....	7
1. ZÁKLADY INDENTAČNÍHO TESTOVÁNÍ.....	9
1.1. ELASTICKÝ KONTAKT.....	9
1.2. ELASTICKO-PLASTICKÝ KONTAKT	12
1.3. VZTAH TVRDOSTI A MEZE KLUZU	13
1.3.1. Indentační odezva materiálu	13
1.3.2. Materiálově-fyzikální podstata měření tvrdosti	15
1.4. GEOMETRICKÁ PODOBNOST.....	18
1.5. NANOINDENTACE	19
2. NANOINDENTAČNÍ DATA	21
2.1. INDENTORY	21
2.2. INDENTAČNÍ TVRDOST A MODUL.....	23
2.2.1. Sférický hrot	24
2.2.2. Hrot typu Vickers	24
2.2.3. Hrot typu Berkovich	25
2.3. INDENTAČNÍ KŘIVKY	26
3. ANALÝZA NANOINDENTAČNÍCH VÝSLEDKŮ.....	29
3.1. INDENTAČNÍ PRÁCE	31
4. KOMPLIKACE MĚŘENÍ	34
4.1. TEPELNÝ DRIFT	34
4.2. POČÁTEČNÍ HLOUBKA PRŮNIKU	35
4.3. PODDAJNOST PŘÍSTROJE	35
4.4. TVAROVÁ FUNKCE HROTU	36
4.5. PILE-UP	36
5. NANOTEST.....	37
6. EXPERIMENTÁLNÍ PRÁCE.....	39
6.1. TESTOVANÉ MATERIÁLY	39
6.2. NANOINDENTAČNÍ EXPERIMENT	40
6.3. MĚŘENÍ PŘI POSTUPNÉM ZATĚŽOVÁNÍ	46
6.3.1. Ocel AISI-304 pro hrot Berkovich	46
6.3.2. Ocel AISI-304 pro sférický hrot.....	49
6.3.3. Polykarbonát pro hrot Berkovich	55
6.3.4. Polykarbonát pro sférický hrot.....	60
6.3.5. Tavený křemen pro hrot Berkovich	64
6.3.6. Tavený křemen pro sférický hrot	68
6.4. MĚŘENÍ S ČÁSTEČNÝM ODLEHČENÍM	72
6.4.1. Ocel AISI-304 pro hrot Berkovich	73
6.4.2. Ocel AISI-304 pro sférický hrot.....	75
6.4.3. Polykarbonát pro hrot Berkovich	77
6.4.4. Polykarbonát pro sférický hrot.....	79
6.4.5. Tavený křemen pro hrot Berkovich	81
6.4.6. Tavený křemen pro sférický hrot	83
7. ZÁVĚR	85
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ	87
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	88

Úvod

V minulosti lidé často potřebovali oddělit nebo jiným způsobem obrobit materiál, ať již to byl kus dřeva nebo skály, a tudíž hledali něco, čím by něco takového mohli provézt. Proto pro ně byla důležitá znalost tvrdosti různých materiálů, jakožto jejich odolnosti proti vnikání cizího tělesa. Z toho vyplynula i potřeba kvantifikovat a rozdělit materiály podle této vlastnosti. To vedlo k měření tvrdosti, což je úkon spočívající ve snaze úmyslně poškodit zkoumaný materiál o neznámých mechanických vlastnostech materiálem, jehož vlastnosti známe. Je třeba zdůraznit, že toto poškození je obvykle minimální a ve větším měřítku nedestruktivní. Testování tvrdosti je známé již mnoho tisíc let. Kvantifikace má ovšem prameny v Mohsově stupnici tvrdosti z roku 1822, z které postupně vychází i ostatní metody měření tvrdosti, a v které je materiál, zanechávající v jiném permanentní rýhu, vyhodnocen jako tvrdší. Mohsova stupnice se velmi často užívá v mineralogii, jedná se ovšem, podobně jako u hvězdných velikostí, pouze o relativní měřítko.¹ Dva nejvýznamnější body této stupnice jsou 1 pro mastek, čili nejměkčí materiál, a naopak 10 pro diamant jakožto nejtvrdší.

Postupná evoluce ve zkoumání tvrdosti materiálů zavedla nové metody, z nichž jednou je testování pomocí takzvané vtiskové zkoušky, neboli také indentační zkoušky. Při ní se předem definovaný hrot zatlačuje určitou silou do testovaného materiálu. Výstupem je následně vtisk, který vypovídá o tvrdosti a dalších vlastnostech materiálu. Tvrdost se v této metodě určuje jako podíl síly působící na hrot a velikosti kontaktní plochy.

Zmenšováním rozměrů vyráběných komponentů se došlo k situaci, kdy zkoumání tvrdosti při obvyklých rozměrech již nebylo možné. Tímto se postupně přešlo z indentací v makro měřítku k mikroindentacím. Ani toto ovšem postupem času nestačilo, a tak se velikosti indentací začaly provádět v řádech nanometrů – vzniklo takzvané nanoindentační testování.

Nanoindentace je jednoduše indentační měření, ve kterém se velikosti penetrací pohybují v řádech desítek až stovek nanometrů – přesněji jsou to hloubky vtisku $h \leq 0,2 \mu\text{m}$ ^{2,3}. Dalším rozdílem ve většině nanoindentačních testů je kromě velikosti i nepřímé měření kontaktní plochy – oblasti mezi indentorem¹ a vzorkem. Dříve byla standardně kontaktní plocha měřena přímo pomocí mikroskopu ze zbytkového, neboli reziduálního, vtisku, zanechaného v povrchu vzorku. V nanoindentaci jsou rozměry ale již tak malé, že detaily nejsou optickými přístroji rozeznatelné. Plocha se tedy vyhodnocuje kontinuálním měřením hloubky vtisku do daného materiálu a ze známé geometrie indentoru, tato technika se označuje jako „Instrumentovaná zkouška tvrdosti“². Výstupem nanoindentační zkoušky je nanoindentační křivka, která zobrazuje závislost hloubky vtisku na velikosti zatížení. Křivka může nabývat různých tvarů, což závisí na charakteru a typu testovaného materiálu (sklo, keramika, plast, kov, tenká vrstva³), jeho vlastnostech (tvrdost, modul pružnosti, Poissonovo číslo, koeficient deformačního zpevnění apod.), ale i na geometrii a materiálu použitého indentoru. Zároveň je třeba zdůraznit, že i samotné parametry testu mohou mít vliv na výslednou křivku, a tím i na měřené hodnoty. Kromě tvrdosti lze získat i další důležité charakteristiky materiálu, jako Youngův modul pružnosti, nebo různé viskoelastické vlastnosti.

Cílem této práce je zjistit, zda a jaký vliv mají změny experimentálních podmínek (rychlosti zatěžování a odlehčování indentoru, doby výdrže na maximálním zatížení) při nanoindentační zkoušce na získané hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu za použití různých hrotů (sférického a pyramidálního) na zcela odlišných materiálech (sklo, kov a plast).

¹ Indentor, neboli hrot, je část indentačního přístroje, která zajišťuje kontakt a vnikání do daného materiálu.

² Depth Sensing Indentation (DSI).

³ Často se mikrostrukturální vlastnosti tenkého filmu nebo vrstvy zřetelně liší od objemného materiálu kvůli přítomnosti reziduálních napětí, upřednostňovaných orientací krystalografických rovin, a morfologie mikrostruktur.

1. Základy indentačního testování

Původní zájem v měření mechanických vlastností tenkých vrstev a malých objemů materiálů, většinou vzorků určitého kovu, slitiny nebo keramiky, přerostl v měření prakticky všech možných materiálů, u kterých je cílem stanovit tvrdost a Youngův modul pružnosti z hodnot hloubky indentace, zatížení indentoru a kontaktní plochy při maximálním zatížení. Nanoindentace zahrnuje obvykle elasticko-plastické zatěžování, které se nejčastěji pohybuje v řádech milinewtonů, následované odlehčováním hrotu. Ten může být sférický, nebo pyramidální, můžeme se ale setkat s prakticky libovolnými tvary, kdy nejdůležitější je znalost geometrie. Měření síly působící na hrot při zatěžovacím cyklu má rozlišení v řádech jednotek nanonewtonů, u měření hloubky je rozlišení v řádech desetín nanometrů. V této kapitole jsou zmíněny obecné principy elastického a elasticko-plastického kontaktu a jejich vztah k nanoindentaci.

1.1. Elastický kontakt

Konkrétní zájem je v indentačním testování o napětí a deformaci vznikajících při kontaktu mezi dvěma elastickými pevnými látkami. Hertz^{4,5} zjistil, že poloměr kontaktního kruhu a při měření sférickým indentorem je spojený se zatížením indentoru P , jeho poloměrem R a elastickými vlastnostmi E^* materiálů, které jsou v kontaktu, vztahem:

$$a^3 = \frac{3PR}{4E^*}. \quad (1)$$

Redukovaný modul E^* , který kombinuje modul pružnosti indentoru a vzorku je definován vztahem⁶:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu)^2}{E} + \frac{(1-\nu')^2}{E'}, \quad (2)$$

kde ν je tzv. Poissonův poměr (jeden pro indentor a druhý pro vzorek).

Jsou-li obě kontaktní plochy zakřivené, výsledné R se nazývá relativní poloměr a vypočítá se vztahem:

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

Pokud je sférický indenter zatlačován do povrchu o nekonečném poloměru (roviny), druhý člen lze zanedbat. Relativní poloměr je parametr, který se využívá k výpočtu středního kontaktního tlaku.

Střední kontaktní tlak p_m , což je užitečný normalizující parametr mající fyzikální význam, získáme z podílu zatížení indentoru a kontaktní plochy.

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2} \quad (4)$$

Kombinací (1) a (4) získáme rovnici:

$$p_m = \left(\frac{4E^*}{3\pi}\right) \frac{a}{R}. \quad (5)$$

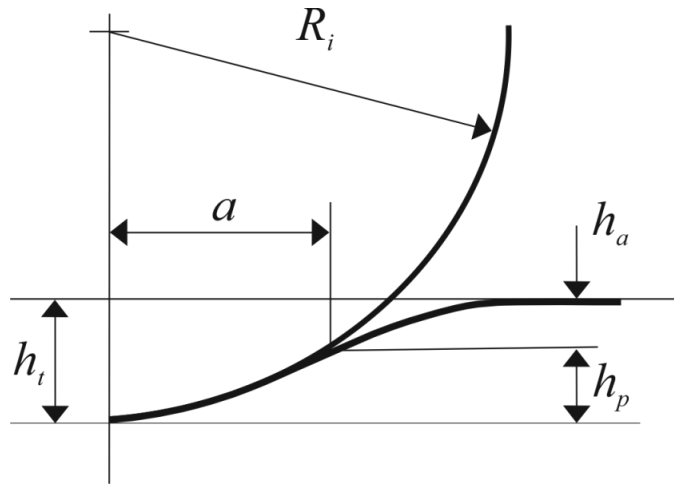
O středním kontaktním tlaku se často mluví jako o „indentačním napětí“ a o podílu $\frac{a}{R}$ jako o „indentační deformaci“. Tento funkční vztah mezi p_m a $\frac{a}{R}$ poukazuje na existenci odezvy napětí-deformace, která je analogická s výstupy z konvenčních jednoosových (uniaxiálních) napěťových a tlakových testů.

V indentačním testování jsou nejobvyklejší sférické indentory, kde se Hertzovy rovnice používají přímo, nebo pyramidální indentory, mezi něž patří například čtyřstranné indentory Vickers a třístranné indentory Berkovich. Zvláštní zájem je v indentačním testování o kontaktní plochu získanou z rozměrů kontaktního kruhu.

Pro sférické indentory je poloměr kontaktního kruhu dán z rovnice:

$$a = \sqrt{2R_i h_p - h_p^2} \approx \sqrt{2R_i h_p}, \quad (6)$$

kde h_p je hloubka kontaktního kruhu (viz obr. 1).



Obrázek 1) Schéma kontaktu mezi tuhým sférickým indentorem a rovinným vzorkem (převzato z [2]).

Pro sílu působící na indentor platí vztah:

$$P = \frac{4}{3} E^* a h_e, \quad (7)$$

kde h_e je elastické vytlačení při odlehčování, které vychází ze vztahu:

$$h_e = 2(h_t - h_p) = \frac{a^2}{R}, \quad (8)$$

kde h_t je celková hloubka indentace.

Vzorce (7) a (8) lze tedy přepsat do podoby:

$$P = \frac{4}{3} E^* a h_e = \frac{8}{3} E^* a (h_t - h_p) = \frac{4}{3} E^* \frac{a^3}{R}. \quad (9)$$

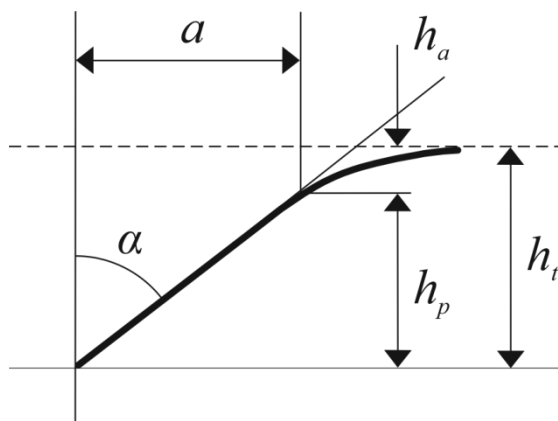
Pro konický indentor je poloměr kontaktního kruhu:

$$a = h_p \tan \alpha, \quad (10)$$

a platí podobné rovnice, kde poloměr kontaktního kruhu souvisí se zatížením indentoru⁷:

$$P = \frac{\pi a}{2} E^* a \cot \alpha. \quad (11)$$

Veličina $a \cot \alpha$ je hloubka penetrace h_p měřená z kontaktního kruhu (viz obr. 2).



Obrázek 2) Geometrie kontaktu s konickým indentorem (převzato z [2]).

1.2. Elasticko-plastický kontakt

Indentační testování většiny materiálů ústí v elastickou i plastickou deformaci vzorku. V křehkých materiálech se plastická deformace (trvalá deformace bez porušení) často objevuje jen při použití zašpičatělého (ostrého) indentoru, naopak v tvárných materiálech může být plasticita navozena i tupým indentorem, jako například sférou nebo plochým razníkem.

Smysl měření tvrdosti byl předmětem značného zaujetí u vědců a inženýrů od počátku 18. století. Jedna z dřívějších metod měření tvrdosti, jako například metoda škrábání (Mohsova metoda), zahrnovala do vědecké definice tvrdosti příliš mnoho proměnných. Proto byly poprvé použity jednodušší statické (kvazistatické) indentační testy jako základ pro teorie tvrdosti. Ve srovnání s dynamickými testy se snížil počet proměnných na zvládnutelnou úroveň, což umožnilo zavádět různá kritéria tvrdosti. Nejznámější kritérium je Hertzovo, který uvedl, že absolutní hodnota tvrdosti je nejmenší hodnota tlaku pod sférickým indentorem nezbytná k překonání limitu elasticity (meze kluzu) ve středu kontaktní plochy a vytvoření plastické deformace doprovázené vznikem reziduálního vtisku⁸.

1.3. Vztah tvrdosti a meze kluzu

Hodnota středního kontaktního tlaku p_m , která se s narůstajícím zatížením již nezvyšuje (pod indentorem existuje plně rozvinutá plastická zóna), přímo souvisí s tvrdostí H . Ukazuje se, že střední tlak, tedy tvrdost, mezi indentorem a vzorkem, který je přímo úměrný k mezi kluzu, může být vyjádřen vztahem:

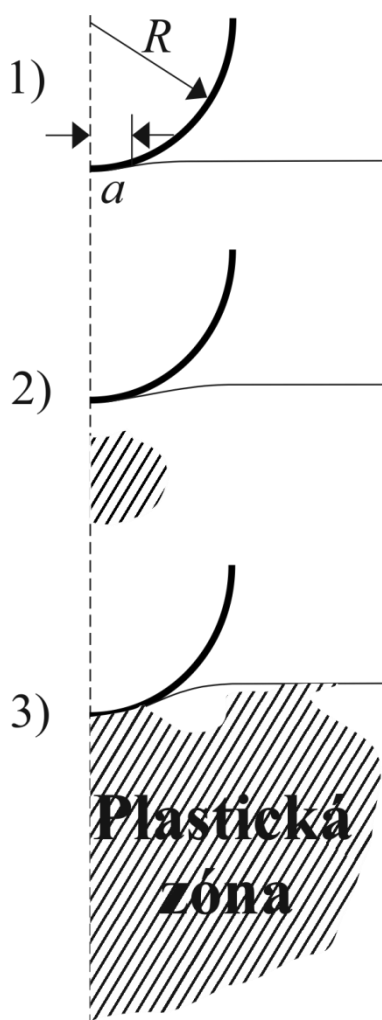
$$H \approx CY, \quad (12)$$

kde Y vyjadřuje mez kluzu materiálu. Z toho plyne, že střední kontaktní tlak je větší než tlak potřebný k zahájení kluzu ve srovnání s jednoosým kompresním napětím. Konstanta C je dle anglické literatury nazývána „Constraint factor“, což nemá český ekvivalent (dále se tedy bude mluvit pouze o konstantě C) a je to hodnota, která závisí na typu vzorku, indentoru a dalších experimentálních parametrech. Pro zmíněné indentační metody, experimenty i teorie se předpokládá $C \approx 3$ pro materiály s vysokou hodnotou poměru $\frac{E}{Y}$ (např. kovy) a $C \approx 1,5$ pro materiály s nízkou hodnotou poměru $\frac{E}{Y}$ (např. skla^{9,10}). Mez tečení nebo kluzu Y je v tomto kontextu tlak, při kterém se poprvé objeví výrazná deformace.

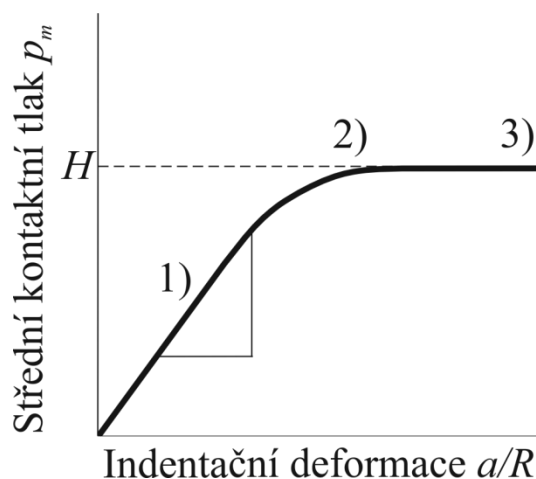
1.3.1. Indentační odezva materiálu

Hodnota tvrdosti materiálu je úzce spojená se středním kontaktním tlakem p_m pod indentorem při plně rozvinuté plastické zóně (viz obr. 3). Hodnotná informace o elastických a plastických vlastnostech materiálu může být získána pomocí sférických indentačů v případě, že střední kontaktní tlak p_m , nebo „indentační tlak“, je vyneseno proti poměru $\frac{a}{R}$, „indentační deformaci“.

Indentační odezva napětí-deformace elasticko-plastického pevného tělesa může být obecně rozdělena do tří oblastí, které závisí na mezi kluzu Y při kompresní zkoušce materiálu¹¹:



- 1) $p_m < 1,1Y$ – plně elastická odezva bez permanentních, neboli reziduálních, vtisků v testovaném vzorku po odlehčení.
- 2) $1,1Y < p_m < CY$ – plastická deformace existuje pod povrchem, ale je omezena obklopujícím elastickým materiálem, kde C je konstanta, jejíž hodnota závisí na materiálu a geometrii indentoru.
- 3) $p_m = CY$ – plastická oblast zasahuje do povrchu vzorku a pokračuje v růstu do doby, kdy indentační kontaktní plocha roste v takové míře, že poskytuje jen malý nebo žádný přírůstek na velikosti středního kontaktního tlaku pro další zvyšování zatížení indentoru.



Obrázek 3) Průběh vývinu plastické zóny při zatěžování a znázornění jednotlivých fází v grafu „střední kontaktní tlak-indentační deformace“. (převzato z [12]).

Pro odstavec 1) je v průběhu počátečního zatížení odezva materiálu elastická a může být určena z rovnice (5), která předpokládá lineární průběh elasticity a nebere ohled na plasticitu v testovaném materiálu. Pro plně rozvinutou elastickou odezvu je hlavní smykové napětí pro sférické indentory maximální v hodnotě $\approx 0,47p_m$ a v hloubce $\approx 0,5a$ pod povrchem vzorku přímo pod indentorem.¹² V případě Trescova smykového kritéria nastává plastické tečení při $\tau \approx 0,5Y$, proto je možno plastickou deformaci ve vzorku pod sférickým indentorem očekávat při $p_m \approx 1,1Y$ ⁴.

Teoretické řešení událostí v odstavci 2) je obtížné kvůli detailní neznalosti týkající se velikosti tvaru rozvíjející se plastické oblasti. Při vysokých hodnotách indentační deformace (odstavec 3) je způsob deformace závislý na typu indentoru a materiálu vzorku.

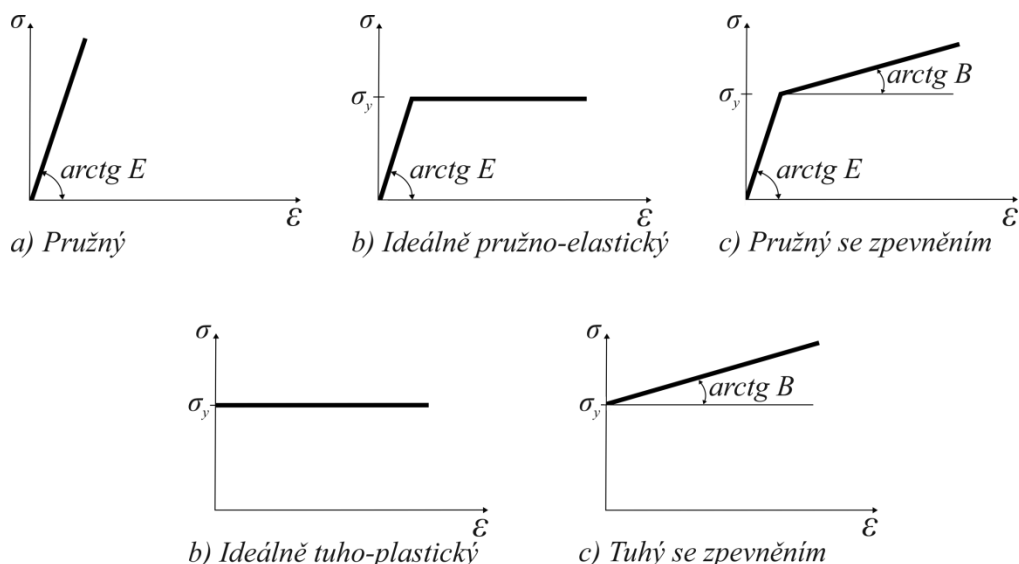
1.3.2. Materiálově-fyzikální podstata měření tvrdosti

Teoretické aproximace tvrdosti mohou být obecně kategorizovány podle charakteristik indentoru a odezvy materiálu. Pro pyramidální nebo konické indentory je obvykle pozorovatelné značně se zvyšující tečení, a protože elastické napětí je tímto zanedbatelné v porovnání s plastickým napětím, vzorek může být zhodnocen jako ideálně tuho-plastický⁵ (viz obr. 4).

Je zahrnutý stříhový mechanismus a pod indentorem jsou tvořeny nové povrchy, zatímco objem vytlačený indentorem je přizpůsobován vzrůstajícímu tečení plasticky deformovaného materiálu. Konstanta C z tohoto důvodu vzrůstá v důsledku tečení a faktorů rychlosti. Pro tupé indentory se vzorek chová elasticko-plasticky a plastické tečení je obvykle popisováno z hlediska elastického omezení poskytovaného okolním materiálem.

⁴ $0,47p_m = 0,5Y \gg p_m \approx 1,1Y$

⁵ Nevykazuje známky elasticity, je dokonale plastický



Obrázek 4) Idealizované křivky „napětí-deformace“ pro různé chování materiálů, kdy E značí elastický modul a B značí deformační zpevnění materiálu.

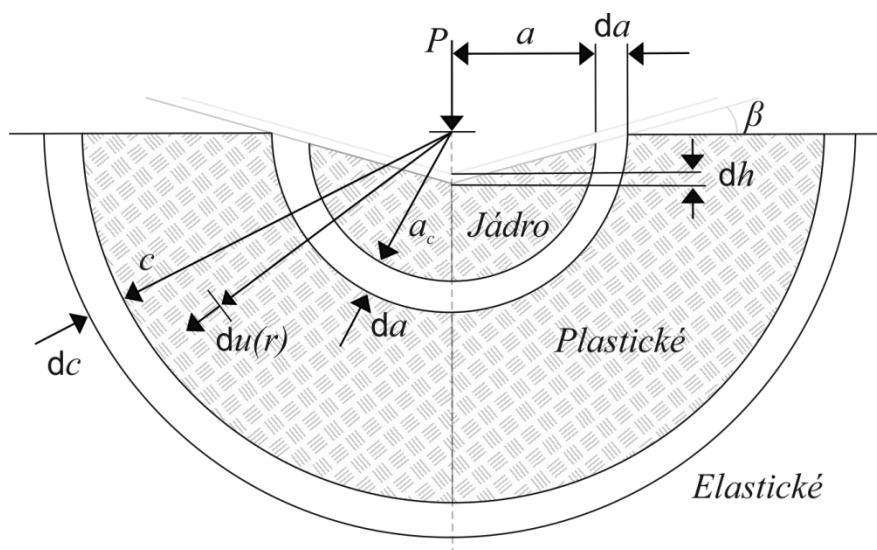
Podle Samuelse a Mulhearna¹³ se způsob plastické deformace při indentaci tupým indentorem, za podmínky plně rozvinuté plastické oblasti, jeví spíše jako výsledek stlačení než stříhu. Je předpokládáno, že objem materiálu, posunutý indentorem, se elasticky stlačí v oblasti kolem indentoru. Tato myšlenka upoutala větší pozornost Marshe¹⁴, který porovnával plastickou deformaci v blízkosti indentoru s tou, které se nachází během radiálního rozšiřování sférické dutiny podléhající vnitřnímu tlaku (toto bylo dříve analyzováno Hillem¹⁵). Nejširší přijaté chování materiálu pochází od Johnsona^{16,17}, který nahradil rozšiřování dutiny nestlačitelným hemisférickým jádrem materiálu, který je vystavován vnitřnímu tlaku, kdy tlak jádra přímo souvisí se středním kontaktním tlakem. Toto je nazýváno jako tzv. „model rozšiřující se dutiny“ (viz obr. 5).

Užitím tohoto výsledku Johnson ukazuje pro konický indentor, že tlak v jádře může být vypočítán z rovnice:

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

kde p je tlak uvnitř jádra a β je úhel sklonu indentoru (viz obr. 5) s povrchem vzorku.

Pro geometricky stejnoměrné indentace, jako v případě konického indentoru, se poloměr plastické oblasti zvyšuje stejnou rychlostí jako poloměr jádra.



Obrázek 5) Model rozšiřující se dutiny pro konický indentor. Kontaktní povrch indentoru je zapouzdřený hydrostatickým „jádro“ o poloměru a_c , které je následně obklopeno hemisférickou plastickou zónou o poloměru c . Přírůstek průniku dh indentoru má za následek rozšíření jádra da a objem posunutý indentorem je vyrovnáván radiálním pohybem atomů $du(r)$ na hranici jádra. Toto následně způsobuje zvětšování poloměru plastické zóny o dc (převzato z [2]).

Střední kontaktní tlak získáme z:

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

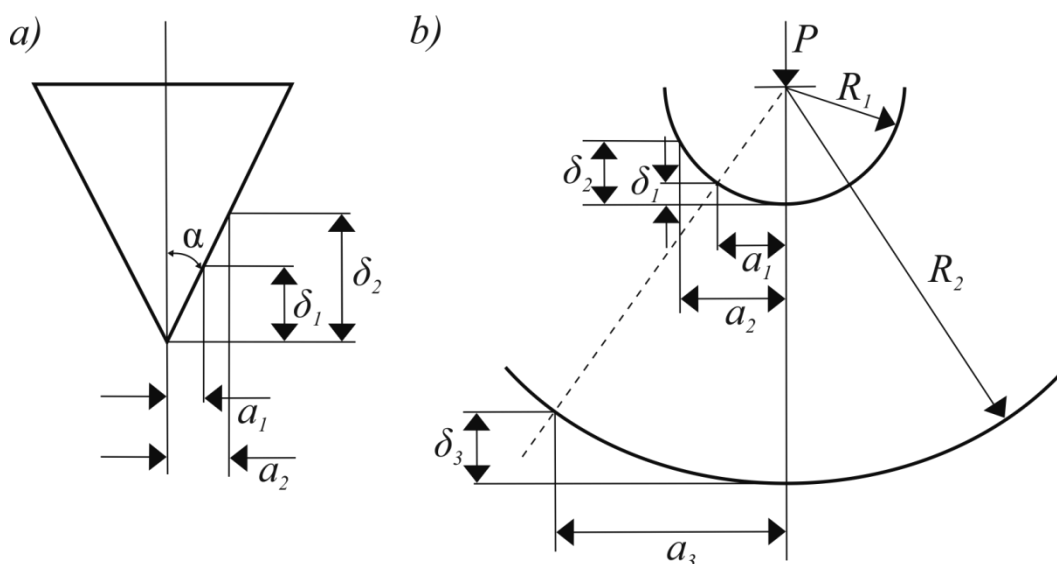
což vede k hodnotě konstanty C . Pokud volný povrch vzorku začne znatelně ovlivňovat tvar plastické oblasti a plastický materiál již není elasticky omezen, objem materiálu vytlačený indentorem je zaujímán zvyšujícím se tečením kolem indentoru. Vzorek poté nabývá charakteristik tuho-plastické pevné látky, protože přítomnost jakýchkoliv elastických deformací je o mnoho menší než plastické tečení neomezovaného materiálu.

1.4. Geometrická podobnost

S pyramidálním nebo konickým indentorem poměr délky diagonály nebo poloměru kontaktního kruhu k hloubce indentace⁶, $\frac{a}{\delta}$, zůstává při zvyšujícím se zatížení konstantní (obr. 6a). Indentace tohoto typu mají charakter „geometrické podobnosti“. Pro geometricky podobné indentace je indentační deformace uvnitř materiálu konstantní, nezávisle na zátěži aplikované na indentor.

Poloměr kontaktního kruhu pro sférický indentor roste rychleji než hloubka indentace se zvyšujícím se zatížením. Poměr $\frac{a}{\delta}$ roste se vzrůstající zátěží. Indentace se sférickým indentorem tedy nejsou geometricky podobné.

Geometricky podobné indentace lze ale dosáhnout sférickými indentory o různých poloměrech (obr. 6b). Pokud je indentační deformace, $\frac{a}{R}$, trvale konstantní, pak je konstantní i střední kontaktní tlak, a indentace jsou geometricky podobné.



Obrázek 6) Geometrická podobnost pro a) diamantový pyramidální nebo kónický indentor; b) sférický indentor. Pro kónický indentor $a_1/\delta_1 = a_2/\delta_2$. Pro sférický indentor $a_1/\delta_1 \neq a_2/\delta_2$, ale $a_1/\delta_1 = a_3/\delta_3$, když $a_1/R_1 = a_2/R_2$ (převzato z [2]).

⁶ δ zde označuje indentační hloubku měřenou z kontaktního kruhu

1.5. Nanoindentace

Současná nanoindentační oblast vyrostla z potřeby po měření mechanických vlastností tenkých vrstev a povrchově upravených materiálů⁷ na začátku 80. let 20. století. Přístroje pro testování mikrotvrdosti dostupné v těchto letech nedokázaly aplikovat dostatečně malé síly k penetračním hloubkám menším než požadovaných 10% celkové tloušťky tenké vrstvy tak, aby se minimalizoval vliv z přítomnosti substrátu.

Jelikož se rozměry vtisku nedají pohodlně měřit, moderní nanoindentační techniky obvykle využívají měření hloubky penetrace indentoru a známou geometrii indentoru k vyhodnocení kontaktní plochy. Navíc se velikost deformace stala v oblastech nanoindentace srovnatelnou s velikostí materiálových poruch, jako například dislokace nebo velikost zrn. Proces snímání hloubky je ovšem naprosto přípustné využívat i v makroskopických rozměrech^{18,19}.

Výsledky nanoindentačních testů poskytují informace o elastickém modulu pružnosti, deformačním zpevnění (odraz hromadění dislokací uvnitř materiálu, zapříčiněných zvýšenou deformací, směřující ke zvýšené hustotě dislokace a snížené vzdálenosti mezi dislokacemi²⁰), tvrdosti, praskání, fázových přeměnách a creepu. Velikost vzorku může být velmi malá a test může být v mnoha případech považován za nedestruktivní.

Nanoindentace je instrumentovanou zkouškou tvrdosti a závisí na spojitém měření hloubky penetrace se vzrůstajícím zatížením a na znalosti geometrie hrotu. První měření, ale v mikronovém měřítku, byla předvedena Fröhlichem, Grauem a Grellmannem²¹ v roce 1977, kde byly zkoumány zatěžovací a odlehčovací křivky pro různé druhy materiálů a bylo naznačeno použití techniky pro měření vlastností materiálových povrchů. Postupně v následujících letech došlo k prohlubování znalostí a vylepšování metod indentace (následně i nanoindentace) pro různé druhy hrotů. Mezi zásadní lze považovat práce Tabora¹¹ nebo Crippse². Podrobnější chronologický přehled milníků lze nalézt například v [2].

⁷ Například po kalení, leštění, leptání atd.

Nanoindentace lze provádět i pomocí AFM (mikroskopu atomárních sil), ale nastávají při tom značné problémy. V AFM mikroskopu je obvykle hrot tvořen křemíkem o poloměru v řádu 5 – 10 nm, obvykle ale není známa jeho přesná geometrie. Hrot je užíván za účelem zobrazování, a informace o geometrii tedy již není potřebná. Kterákoliv řízená technika navíc využívá převod mezi analogovými a digitálními daty, a protože sledovaný signál (hloubka penetrace) je jen malou částí celkového signálu, je zde značná ztráta rozlišení⁸. Toto, dohromady s nejistotou týkající se tvaru hrotu, omezuje použití nástroje tohoto typu pro získávání materiálových vlastností.

Nanoindentační přístroje jsou typicky uživatelsky jednoduché, řízené počítačem a nepotřebné vakuových komor nebo jiného nákladného laboratorního vybavení. Často je ovšem zapotřebí udržovat v prostoru indentačního stroje ideální podmínky pro dané testování bez fluktuací teploty a vlhkosti.

⁸ Hrot AFM je navíc zavěšený na nosníku, která se může různě prohýbat, což může mít za následek zkreslení naměřených dat.

2. Nanoindentační data

V nanoindentačním testování je hloubka průniku pod povrch vzorku měřena po dobu aplikování zatížení, výdrže na jeho maximální hodnotě i dobu odlehčování zátěže působící na indenter. Známa geometrie indenteru poté umožňuje vyhodnotit velikost kontaktní plochy. Proces umožňuje též vyhodnotit redukovaný modul pružnosti.

2.1. Indentory

Nejpoužívanějším materiálem pro výrobu indenterů je v dnešní době diamant. Diamantové hroty jsou velmi tvrdé, ale také velmi křehké a lehce se štípou nebo lámou. Mechanické vlastnosti diamantu se liší v závislosti na orientaci měření v důsledku krystalické podstaty diamantové struktury. Hodnota modulu je mezi 800 GPa a 1200 GPa, v analýze nanoindentačních výsledků se obvykle využívá hodnota ≈ 1141 GPa spolu s hodnotou Poissonova poměru 0,07. Hrot musí být při měření naprosto čistý a zbavený jakýchkoliv kontaminantů, a měl by být velmi opatrně upevněn do přístroje.

Výběr indenteru je důležitý a závisí především na informaci, která má být z nanoindentačního testu získána. Typická deformace ve vzorku materiálu pro geometricky podobné indentace (vytvořené například hroty typu Vickers a Berkovich, obr. 7c a 7d) závisí výhradně na efektivním úhlu kužele indenteru (jak lze vidět z obr. 6a, mezi konickým a pyramidálním indentorem v tomto ohledu není rozdíl; deformace je tím větší, čím ostřejší je úhel). Podle Tabora ¹¹ je typická deformace pro konický hrot (obr. 7b) dána rovnicí:

$$\varepsilon = 0,2 \cot \alpha. \quad (17)$$

Její velikost pro hroty typu Vickers a Berkovich vychází přibližně 8%. Pokud je požadována větší deformace, například k navození praskání nebo jiných jevů, je nutné použít ostřejší hrot (například typická deformace pro hrot tvaru rohu krychle činí 22%). Indentace pomocí ostrých hrotů navozují obecně plasticitu již v počátku kontaktu (zanedbáváme jakékoliv efekty zakulacení hrotu).

Sférické indentory (obr. 7a) nabízí postupný přechod z elastické do elasticko-plastické odezvy. Typická deformace se mění s aplikováním zatížení podle:

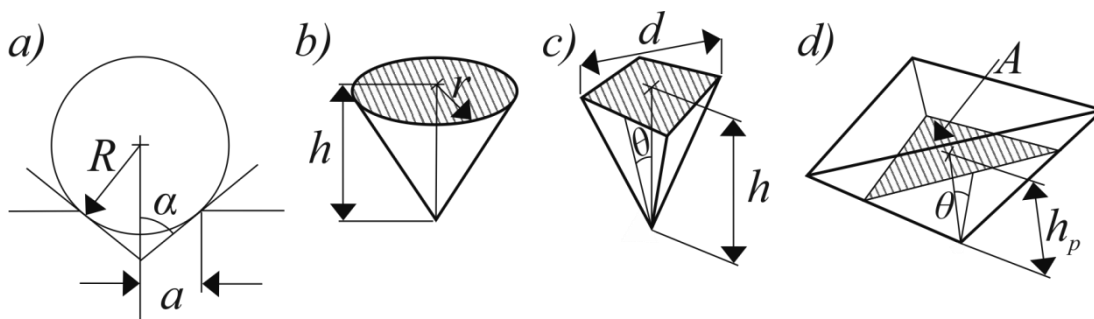
$$\varepsilon = 0,2 a/R. \quad (18)$$

Je důležité, že při měření tvrdosti pomocí sférického hrotu je třeba dosáhnout plně rozvinuté plastické oblasti. Mění se deformace při indentacích pomocí sférického hrotu umožňuje zkoumat elastické a elasticko-plastické vlastnosti vzorku spolu s vlastnostmi deformačního zpevnování.

Indentor typu Berkovich²² je obecně užíván ve studiích malých indentací a má tu výhodu, že stěny pyramidy jsou jednodušeji konstruovány tak, aby se potkaly v jediném bodě (lépe než možná dlátovitá linie objevující se u čtyřstranné pyramidy typu Vickers).

Indentor typu Knoop je čtyřstranná pyramida se dvěma rozdílnými čelními úhly. Měření nerovnocenných délek diagonál zbytkového vtisku je velmi užitečné při vyšetřování anizotropie vzorku. Indentor byl původně navržen pro testování velmi tvrdých materiálů, kde delší diagonálu je možno měřit lépe i pro mělké hloubky zbytkového vtisku. Velmi oblíbený v nanoindentacím testování je i indentor tvaru rohu krychle.

Sférické indentory jsou užívané z toho důvodu, že dokáží poskytnout plynulý přechod z elastického do elasticko-plastického kontaktu, viz obr. 3. Je to vhodné zejména pro měření měkkých materiálů a napodobování kontaktního poškození v pracovních podmínkách. Indentor je typicky vyráběn jako sféro-konický, kdy pouze úplná špička je využita pro penetraci povrchu vzorku.



Obrázek 7) Schématické znázornění a) sférického, b) kónického, c) Vickersova, d) Berkovichova hrotu (převzato z [2]).

2.2. Indentační tvrdost a modul

Jeden z hlavních zájmů indentačního testování je zaměřen na střední kontaktní tlak. Střední kontaktní tlak určený za podmínek plně rozvinuté plastické oblasti je obecně definován jako „indentační tvrdost“, H_{IT} .² Pro extrémní případ tuho-plastické látky (viz obr. 4), u které je malé elastické zotavení materiálu, je střední kontaktní tlak ve stavu plně rozvinuté plastické oblasti skutečnou reprezentací odporu materiálu k permanentní deformaci. Pokud existuje značné elastické zotavení, kde je poměr $\frac{E}{H}$ vysoký⁹, střední kontaktní tlak ve stavu plně rozvinuté plastické oblasti není skutečným měřením odporu materiálu k plastické deformaci, ale spíše mírou odporu materiálu ke kombinaci elastických a plastických deformace.

Rozdíl může být znázorněn na gumě, která se může deformovat elasticky v indentačním testu, ale přitom prodělává velmi malou permanentní deformaci. V tomto případě může být limitní hodnota středního kontaktního tlaku (zdánlivá indentační tvrdost) velmi nízká, ale materiál je ve skutečnosti velmi odolný proti permanentní deformaci a tedy i vypočítaná tvrdost je abnormálně vysoká, což neodpovídá skutečnosti. Tvrdost se měří v době, kdy se zvyšujícím se poměrem $\frac{a}{R}$ již nestoupá velikost středního kontaktního tlaku – je zde plně rozvinutá plastická oblast, tedy byla překročena mez kluzu a materiál se deformuje plasticky, což není v případě gummy oproti jiným „měkkým“ materiálům tak snadno dosažitelné.

V technikách instrumentované vtiskové zkoušky tvrdosti, využívaných v nanoindentaci, může být elastický modul vzorku vyhodnocen ze sklonu odlehčovací části indentační křivky. Modul měřený touto cestou je formálně nazýván „indentační modul“ materiálu, E_{IT} . Ideálně má indentační modul stejný význam jako „Youngův modul“, ovšem toto neplatí u všech materiálů. Hodnota indentačního modulu může být značně ovlivněna chováním materiálu (např. pile-up efekt – vytlačování materiálu po stranách vtlačovaného indentoru), které není zahrnuto v analýze dat zátěžového vytlačování. Z tohoto důvodu je důležité dávat pozor na srovnávání modulů materiálů získávaných rozdílnými testovými technikami a u rozdílných typů vzorků.

⁹ Například v keramikách

2.2.1. Sférický hrot

Střední kontaktní tlak, a tedy i indentační tvrdost, je pro vtisky sférickým indentorem dán vzorcem²:

$$p_m = H = \frac{P}{A} = \frac{4P}{\pi d^2}, \quad (19)$$

kde d je průměr kontaktního kruhu při plném zatížení¹⁰. Pro výpočet kontaktní plochy u sférického hrotu lze využít rovnici

$$A = \pi(2R_i h_p - h_p^2) \approx 2\pi R_i h_p \quad (20)$$

v případě, kdy je indentační hloubka ve srovnání s poloměrem indentoru malá.

Střední kontaktní tlak vyhodnocený z (19) je založen na měření promítnuté kontaktní plochy a je často nazýván jako „Meyerova“ tvrdost H .² Naproti tomu dříve používaný koncept podle Brinella (Brinellovo číslo tvrdosti – Brinell Hardness Number, BHN) využívá skutečnou plochu zakřiveného povrchu vtisku a lze ho získat z:

$$BHN = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (21)$$

kde D je průměr indentoru.

2.2.2. Hrot typu Vickers

Vickersův diamantový indentor má tvar pyramidy se čtvercovou podstavou a poloúhlem 68° .

Střední kontaktní tlak, nebo Meyerovu tvrdost, nalezneme použitím promítnuté kontaktní plochy, v tomto případě:

$$p_m = H = \frac{2P}{d^2} = \frac{P}{A}. \quad (22)$$

Promítnutá kontaktní plocha je dána vzorcem:

$$A = 4h_p^2 \tan^2 68 = 24,504h_p^2. \quad (23)$$

¹⁰ Předpokládá se rovnost s průměrem zbytkového vtisku v povrchu

Existuje přímý přepočítání mezi Vickersovou tvrdostí (Vickers Hardness, HV) a Meyerovou tvrdostí H :³

$$HV = 94,5H. \quad (24)$$

Jednotkou tvrdosti H je GPa. Obvykle je možno vypočítat HV pomocí Vickersovy diamantové tvrdosti (Vickers Diamond Hardness, VDH), která je přibližně o 7% nižší než střední kontaktní tlak (a tedy i Meyerova tvrdost) a dá se vypočítat z:

$$VDH = \frac{2P}{d^2} \sin \frac{136^\circ}{2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}, \quad (25)$$

kde d je rovno délce uhlopříčky měřené z rohu do rohu reziduálního vtisku v povrchu vzorku. Pro přepočítání na HV se d dosazuje v mm a P v kilopondech (= 9,806 N).

2.2.3. Hrot typu Berkovich

Berkovichův indentor je běžně používán při nanoindentacním testování, protože se snadněji navrhuje do ostřejšího bodu, než dovoluje čtyřstranná geometrie Vickersova indentoru. Jeho poloúhel činí $65,27^\circ$, což nám ovšem dává stejnou hodnotu poměru promítnuté plochy k hloubce jako u Vickersova indentoru.

Velikost středního kontaktního tlaku, tedy tvrdosti, je v tomto případě:

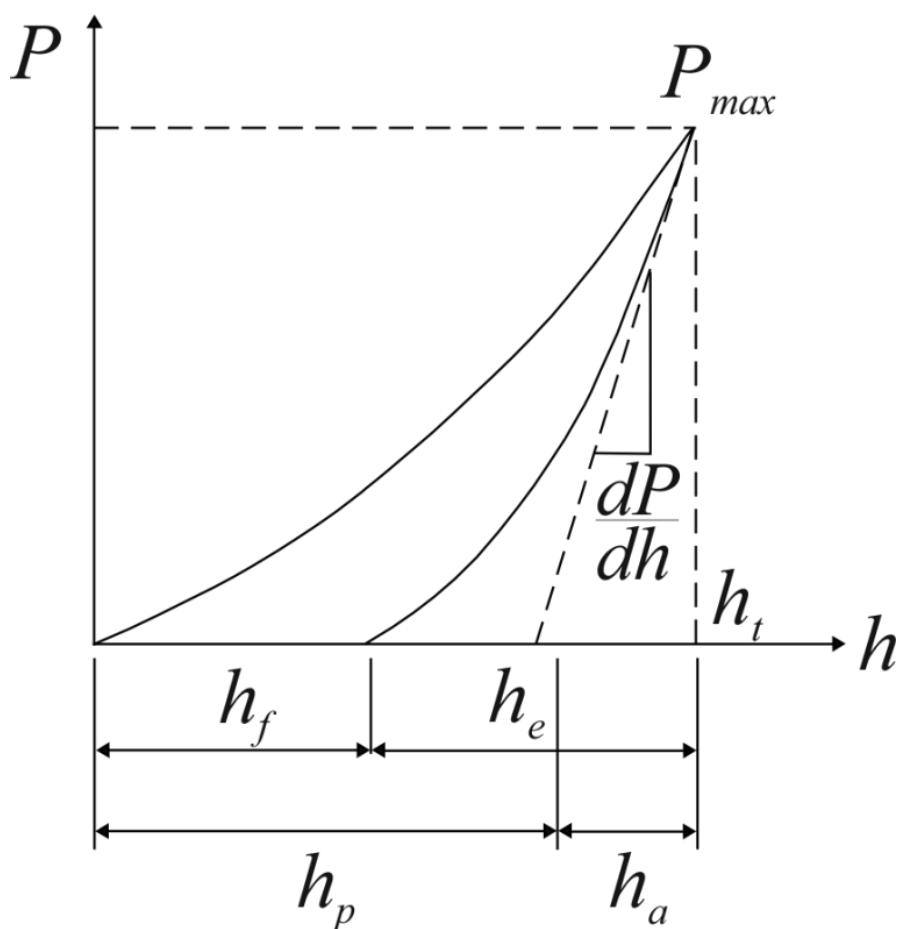
$$p_m = H = \frac{P}{24,5h_p^2}, \quad (26)$$

a promítnutá kontaktní plocha je dána vztahem:

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 \theta = 24,494h_p^2 \approx 24,5h_p^2. \quad (27)$$

2.3. Indentační křivky

Zatížení a hloubka penetrace v klasickém testu jsou zaznamenávány jako zatížení aplikované od nuly k nějakému maximu a následně z daného maxima zpět na nulu (viz obr. 8). Pokud se objeví plastická deformace, po hrotu zůstane v povrchu vzorku zbytkový vtisk. Pokud je zatížení z indentoru odstraněno, materiál se snaží dosáhnout své původní podoby, čemuž je ovšem zabráněno kvůli plastické deformaci. Nicméně existuje zde nějaký stupeň zotavení díky relaxaci elastických deformací uvnitř materiálu. Analýza počáteční části této elastické odlehčovací reakce dává odhad elastického modulu testovaného materiálu.



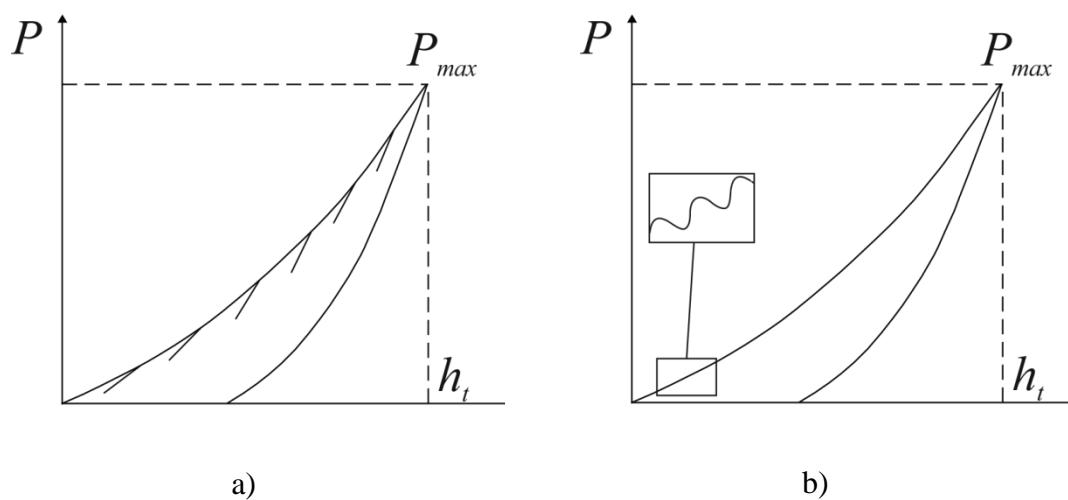
Obrázek 8) Indentační křivka s rozdělením hloubek (převzato z [12]).

Ve většině případů závisí metody analýzy na předpokladu elasticko-plastického zatěžování následovaného elastickým odlehčováním – bez plastické deformace objevující se při odlehčovací části. Indentační modul je obvykle určován ze sklonu odlehčovací křivky při maximálním zatížení. V rovnici (28) lze vidět redukovaný modul E^* jako funkci $\frac{dP}{dh}$ a kontaktní plochy:

$$E^* = \frac{1}{2} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} \frac{dP}{dh}. \quad (28)$$

Tento vztah se využívá pro kterýkoliv indentor, který může být popsán jako rotační těleso hladké funkce a není tedy limitován pouze na specifickou geometrii.²³

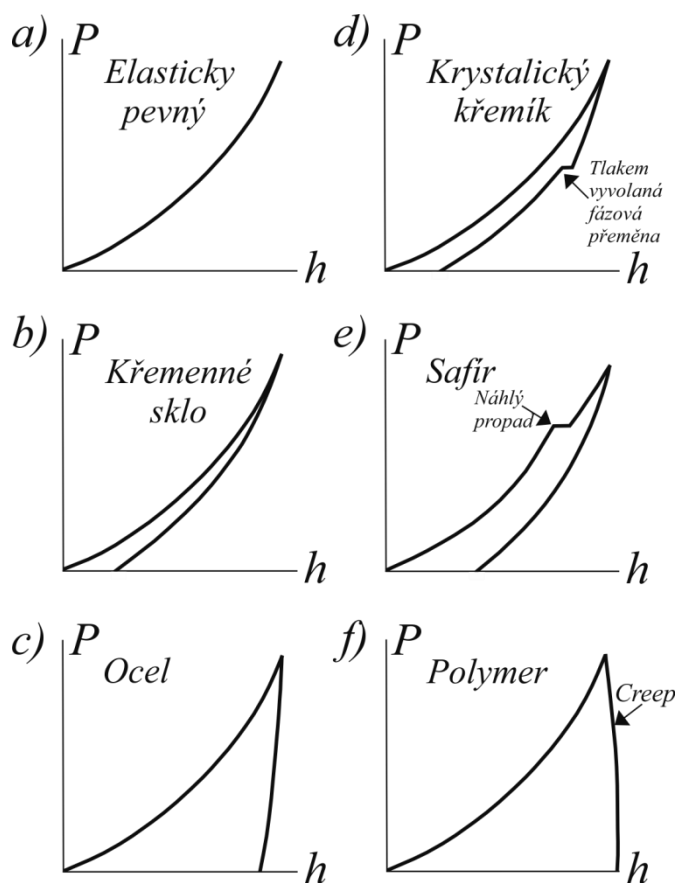
Kromě základního indentačního cyklu (obr. 8) existují i další možné přístupy. Cyklus zatížení – odlehčení může existovat například s částečným odlehčením po určitém procentuálním přírůstku zatížení (viz obr. 9a), nebo může být v průběhu zatěžování na lineárně rostoucí zátěžnou sílu superponována harmonická složka (Continuous stiffness measurement, viz obr. 9b). Indentační přístroj může být nastaven pro řízení zatížení, nebo hloubky. Při řízení zatížení uživatel nastaví maximální sílu (obvykle v mN), při řízení hloubky uživatel specifikuje maximální hloubku penetrace.



Obrázek 9) Indentační křivka a) s částečným odlehčením po určitém procentuálním přírůstku zatížení, b) se zatěžovací částí tvořenou harmonickou složkou (převzato a upraveno podle [12]).

Data při výdrži na maximálním zatížení mohou být použita pro měření tečení uvnitř vzorku, nebo tepelného driftu zařízení během testu. Výdrž pro měření tepelného driftu se nejlépe provádějí na konci indentačního testu při malém zatížení, čímž se minimalizují jakékoliv efekty tečení uvnitř vzorku.

V praxi je nanoindentace prováděna na široké škále látek (obr. 10), od měkkých polymerů po diamantu podobné uhlíkové tenké vrstvy. Tvar křivky zatížení-posunutí je vždy pokládán za bohatý zdroj informací, ne pouze pro poskytování prostředků k výpočtu modulu a tvrdosti materiálu, ale také pro možnost identifikace nelineárních událostí jako jsou fázové přeměny, praskání a delaminace (separace) filmů. Je třeba podotknout, že v mnoha případech není permanentní deformace nebo zbytkový vtisk výsledkem plastického tečení, ale může zahrnovat praskání nebo fázové přeměny uvnitř vzorku.



Obrázek 10) Schématické příklady křivek zatížení-posunutí pro různé materiály: a) čistě elastický materiál, b) křehký pevný materiál, c) houževnatý pevný materiál, d) krystalický materiál, e) křehký pevný materiál s praskáním v průběhu zatěžování, f) polymer projevující creep (převzato z [2]).

3. Analýza nanoindentačních výsledků

K vyhodnocení nanoindentačních dat se nejčastěji využívá metoda Oliver-Pharr pro výpočet redukovaného modulu a tvrdosti.^{24,25} Mezi tři klíčové parametry analýzy nanoindentačních výsledků patří vrcholové zatížení (P_{max}), hloubka při vrcholovém zatížení (h_t) a počáteční odlehčovací kontaktní tuhost¹¹ (S_{max}).

Prvním krokem analýzy nanoindentačních dat je proložení odlehčovací křivky vztahem mocninné funkce ve tvaru²⁵:

$$P = \alpha(h_t - h_f)^m, \quad (29)$$

kde P je zatížení, $(h_t - h_f)$ je elastické posunutí a α a m jsou empiricky vyhodnocované parametry. V maximu zatěžovací křivky jsou zatížení a posunutí psána jako P_{max} a h_t . Při odlehčování jsou elastická posunutí zotavena, a pokud je indentor plně vyjmut, konečná hloubka zbytkového vtisku je h_f . Kdykoliv v průběhu zatěžování lze celkovou hloubku h_t psát ve tvaru:

$$h_t = h_p + h_s, \quad (30)$$

kde h_p je kontaktní hloubka a h_s je posunutí povrchu v obvodu kontaktu. Průmět kontaktní plochy při vrcholovém zatížení je vyhodnocován z geometrie indentoru a hloubky kontaktu h_p , pro kterou lze psát:

$$h_p = h_t - h_s. \quad (31)$$

Jelikož h_t může být experimentálně měřena, klíčem k analýze je poté otázka, jak může posunutí povrchu v kontaktním obvodu, h_s , být zjištěno z dat zatížení-posunutí.

Posunutí povrchu v kontaktním obvodu závisí na geometrii indentoru. Pro konický hrot mohou být použita Sneddonova vyjádření pro tvar povrchu vně plochy kontaktu²⁶ v rovnici

$$h_s = \frac{(\pi-2)}{\pi} (h_t - h_f). \quad (32)$$

¹¹ Kontaktní tuhost je definována jako: $S = dP/dh$, a měří se na počátku odlehčování, tedy v bodě $[h_{max}, P_{max}]$

Zároveň platí vztah

$$(h_t - h_f) = 2 \frac{P}{S}, \quad (33)$$

a substitucí rovnice (33) do rovnice (32) získáme

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S}. \quad (34)$$

Zpětnou substitucí rovnice (34) do rovnice (31) dostáváme vztah

$$h_p = h_t - \varepsilon \frac{P_{max}}{S}, \quad (35)$$

kde ε je geometrická konstanta, pro konický indentor dána rovnicí

$$\varepsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2) = 0,72. \quad (36)$$

Pokud jsou vytvořeny podobné podmínky pro plochý razník a rotační paraboloid, rovnice (36) je opět získána s různými geometrickými konstantami. Pro plochý razník $\varepsilon = 1$ a pro rotační paraboloid $\varepsilon = 0,75$.

Kontaktní plocha A je funkčně závislá na kontaktní hloubce h_p , tedy

$$A = f(h_p), \quad (37)$$

Kontaktní tuhost S lze získat ze vztahu

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

kde E^* je redukovaný elastický modul definovaný rovnicí (2) a A je promítnutá plocha²⁵. Tato rovnice byla původně odvozena pro konický indentor, ovšem Bulychev a kol. ukázali, že se rovnice dá využít i pro sférický a válcovitý indentor a uvažovali i o možnostech využití pro další geometrie.²⁷

Pharr, Oliver a Brotzen později ukázali, že rovnice (38) se vztahuje na jakýkoliv indentor, který může být popsán jako rotační těleso hladké funkce.²³ Do rovnice zařadili korekční faktor β , čímž jí dali tvar²⁵:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A}. \quad (39)$$

Faktor β byl použit kvůli odchylkám v tuhosti způsobených nedostatečnou osovou symetrií pyramidálních indentorů, a jeho velikost se rovná 1,034²⁵ pro Berkovichův indentor. Rovnice pro tuhost při testování pomocí sférického hrotu má podobu²⁵:

$$S = 2\sqrt{R}E^*(h_t - h_f)^{1/2}. \quad (40)$$

Pokud provedeme kalibraci na vzorku o známém redukovaném modulu, a experimentálně určíme tuhost vzorku, můžeme zpětně určit kontaktní plochu, která se dá následně využít k vyhodnocování redukovaného modulu u neznámých vzorků (hrot je kalibrován) a můžeme též vyhodnotit tvrdost materiálu z klasické rovnice

$$H = \frac{P_{max}}{A}. \quad (41)$$

Tato tvrdost může být ovšem různá od té, ve které se plocha stanovuje přímým měřením velikosti reziduálního vtisku. Důvodem rozdílu je, že v některých materiálech není část kontaktní plochy pod zatížením plasticky deformována, a výsledkem je, že kontaktní plocha měřena pozorováním reziduálního vtisku může být menší, než ta při vrcholovém napětí.

3.1. Indentační práce

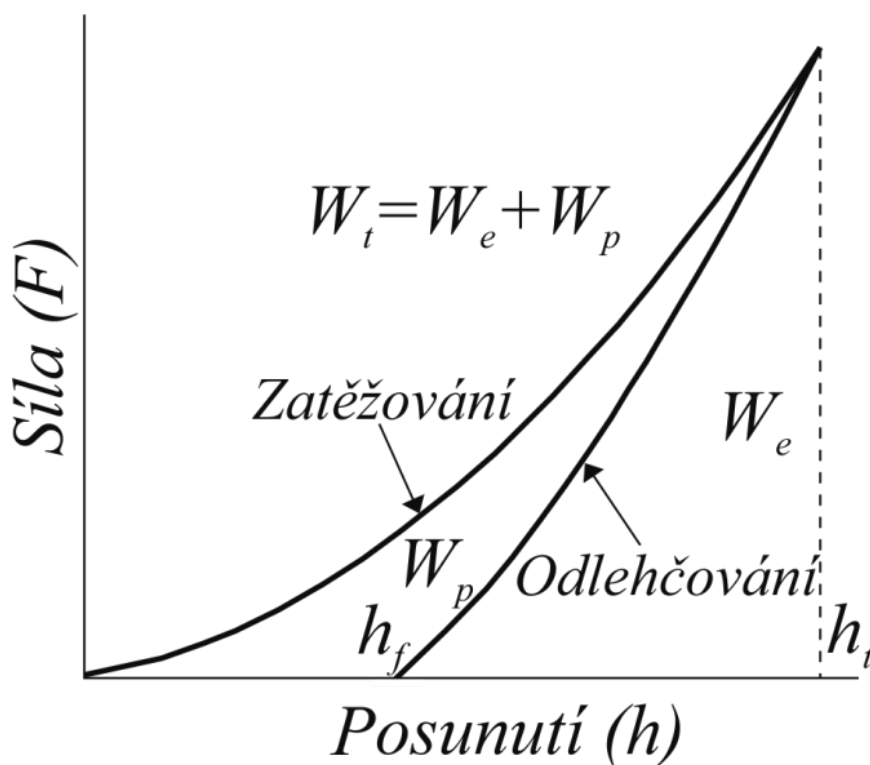
Obecně indentační proces obnáší elasticko-plastické zatěžování, následované elastickým odlehčováním, ve kterém zatížení P a hloubka penetrace h vystupují v obecném vztahu²⁴:

$$P = \alpha h^m, \quad (42)$$

kde α a m jsou fitované konstanty mocninné funkce.

Indentační práce může být snadno získána integrováním zatěžovacích a odlehčovacích křivek (obr. 11). Plocha pod zatěžovací křivkou je celková práce, W_t , plocha pod odlehčovací křivkou je vratná (elastická) práce, W_e . Celková práce, W_t , po odečtení práce elastické (plocha ohrazená zatěžovací a odlehčovací křivkou) je práce nevratná (plastická), W_p , neboli

$$W_t = W_e + W_p. \quad (43)$$



Obrázek 11) Indentační křivka se znázorněnými energiemi zatěžování a odlehčování (převzato z [27]).

Celková práce W_t , vynaložena indentorem k vytvoření elastické a plastické deformace při maximální hloubce indentoru, je dána rovnicí²⁸:

$$W_t = \int_0^{h_t} F dh = \int_0^{h_t} K h^2 dh, \quad (44)$$

kdy $K = \frac{2E}{(1-\nu^2)\pi} \tan \theta$. Samotná elastická práce, W_e , lze zapsat vztahem²⁸:

$$W_e = \int_{h_f}^{h_t} F dh. \quad (45)$$

Příspěvek plastické energie v celkové energii je reprezentován indexem houževnatosti (Ductility index), který je definován jako poměr plastické energie vytvářející reziduální vtisk, a celkové práce při vrcholném zatížení, tedy²⁹:

$$D_h = \frac{W_p}{W_t}. \quad (46)$$

Index houževnatosti reprezentuje též poměr konečné hloubky h_f k maximální hloubce penetrace h_t . Naopak vyjádření $(1 - D_h = W_e/W_t)$ je tzv. index elasticity, který reprezentuje příspěvek elastické energie W_e k materiálové deformaci. Pro dokonale plastické materiály jsou indexy houževnatosti a elasticity 1 a 0, přesně naopak je tomu pro dokonale elastické materiály. Jde o materiálovou charakteristiku, která je nezávislá na vrcholovém zatížení, maximální hloubce a rychlosti zatěžování.³⁰

4. Komplikace měření

Nanoindentační měření mohou být ovlivněna různými nechtěnými faktory, které komplikují přesné určování měřených veličin, ať už tvrdosti, nebo elastického modulu. Mezi nejvýznamnější z nich patří tepelný (termální) drift, určení počáteční hloubky penetrace, geometrie indentoru, poddajnost přístroje, fázové transformace, pile-up nebo zakulacení hrotu. Lze se setkat i s problémem anizotropie materiálu, což může vyřešit indentační měření pomocí sférického hrotu (jsou zahrnuty všechny krystalografické směry, což tento problém redukuje).³¹ Většina těchto komplikací může být vyřešena včasným zásahem pracovníka, nebo správnou přípravou a korektním využitím měřicího zařízení. Velmi často se ovšem musí člověk, vyhodnocující naměřená data, uchýlit ke korekčním výpočtům.

4.1. Tepelný drift

Kromě creepu, jako výsledku plastického tečení, je dalším důvodem změny hloubky při konstantním zatížení tepelný (termální) drift, který je zapříčiněn teplotním roztažením nebo kontrakcí zařízení i samotného vzorku, což zavádí chybu do reálného měření hloubky. Pokud je rychlost snímání změny hloubky za určitý čas měřena pro konstantní hodnotu zatížení na nějakém bodě během testu, může být rychlost termálního driftu změřena a výsledek se zakomponuje do výpočtu konečné hloubky.

Jedním z možných zdrojů tepelného driftu může být produkce tepla uvnitř plastické zóny indentace, tento problém ale obecně není v nanoindentačním testování uvažován, i přes to, že vypočtená teplota³² uvnitř materiálu může dosahovat až přibližných 100°C. Objemy materiálu jsou totiž tak malé, že jakákoliv změna lineárního rozměru vzorku je menší než 0,1% celkové hloubky penetrace a drift může být bezpečně ignorován (nemusí platit vždy). V článku Chudoby a kol.³³ lze vidět korekci driftu pomocí lineárního prokládání dat intervalu výdrže. Článek se také dále zabývá korekcí počáteční hloubky průniku.

4.2. Počáteční hloubka průniku

Před začátkem měření je nutné, aby hrot vytvořil kontakt s povrchem vzorku. Obvykle je snaha zajistit, aby počáteční kontaktní hloubka byla co možná nejmenší. Je tedy možno dosáhnout počáteční kontaktní síly v řádech 1 μN . Indentor se uvede do kontaktu s povrchem pomocí velmi malé „počáteční kontaktní síly“, která může mít ovšem za následek nevyhnutelný počáteční průnik povrchem. Toto je ale možno přibližně korigovat.

K objasnění tvarových nepravidelností indentoru, odchylek zatěžovací konstrukce a materiálového pile-up efektu (vytlačování materiálu po stranách indentoru nad úroveň povrchu) v okolí indentoru je potřeba zavést další korekce. Tyto efekty přispívají k chybám zaznamenaných hloubek, což následně vyústí i k chybám ve vyhodnocování tvrdosti a modulu.

4.3. Poddajnost přístroje

Při indentačním testování se přístroj sám deformuje a tato míra deformace je dána hodnotou poddajnosti, C_f . Deformace se pohybuje v řádech několika nanometrů, přesto ji nelze zanedbat (zvláště u vysoce přesných měření).³⁴ Poddajnost C_f zatěžovacího přístroje je definovaná jako obrácená hodnota tuhosti ($1/S$) a je uváděná v jednotkách [nm/mN]. Příspěvek z přístroje, C_f , zahrnuje poddajnost zatěžovací konstrukce, násady indentoru a držáku vzorku. Při známém zatížení lze vypočítat hloubku, která se následně použije ke korekci, čímž se získá přesnější a reálnější hodnota naměřené hloubky.

Například špatně nasazený indentor snižuje tuhost celého systému a tedy zvyšuje jeho poddajnost. Kombinace vzorek/indentor a zatěžovací konstrukce mohou být považovány za pružiny v sérii, a v takovém případě může být poddajnost každého rovnou započítána k celkové poddajnosti dh/dP změřené přístrojem:

$$\frac{dh}{dP} = \frac{1}{S} + C_f. \quad (47)$$

4.4. Tvarová funkce hrotu

Plochy A předpokládají dokonalou geometrii indentoru, což je v praxi nedosažitelná okolnost. Je tedy nezbytné aplikovat na rovnice ploch, uváděných v kapitole 2.2.1. až 2.2.3., korekční faktory. Skutečná plocha kontaktu je dána symbolem A , ideální plocha kontaktu pro danou hloubku h_p je poté A_i . Aplikovaný korekční faktor je poměr A_i/A .

Běžně se využívá nepřímá metoda pro vyhodnocování funkcí plochy, kde postupem je vykonání série indentací s rozdílným maximálním zatížením (plochou A) na standardních testovacích vzorcích, jejichž elastický modul a Poissonův poměr jsou známy (například křemenné sklo s $E^* = 69,64$ GPa a $\nu = 0,17$). Poté následuje zpětný výpočet plochy A .

4.5. Pile-up

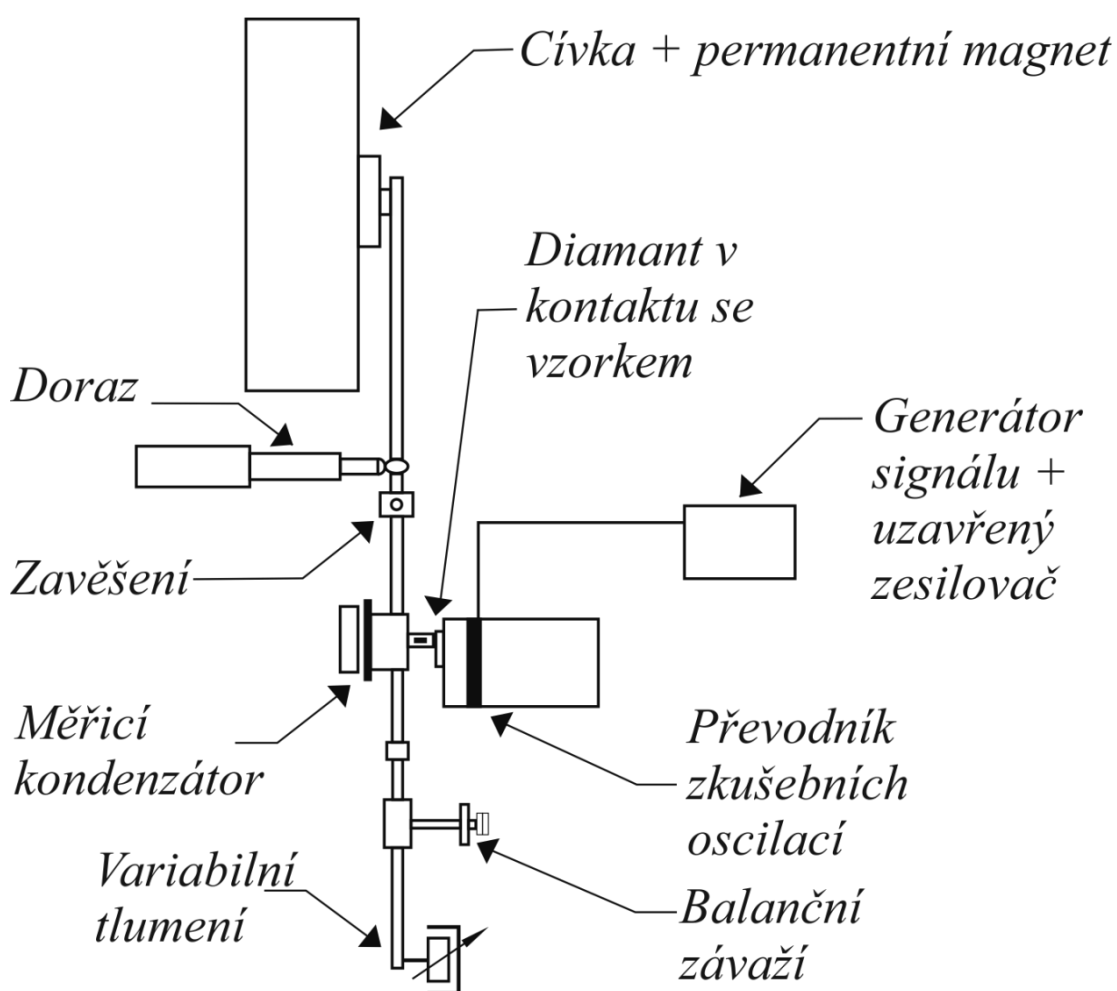
Při nanoindentacích testech se často objevuje tzv. pile-up efekt, kdy materiál je při zatlačování hrotu vytlačován po jeho bocích nad úroveň povrchu (opačný efekt se nazývá sink-in), což může působit problémy při vyhodnocování hloubky indentace. Bolshakov a Pharr³⁵ navrhli vztah založený na poměru penetrační hloubky, h_f/h_t , a deformačního zpevnování, který předpovídá, zda se efekt dostaví, nebo ne.

Pokud $h_f/h_t < 0,7$, pile-up se neobjeví, bez ohledu na deformační zpevnování. Pokud ale $h_f/h_t > 0,7$, pile-up se může objevit v závislosti na efektu deformačního zpevnování. Giannakopoulos a Suresh³⁶ ukázali, že pro hrot Berkovich se pile-up objeví, pokud $h_f/h_t > 0,875$. V Ladaniho³⁷ výzkumu se ovšem ukázalo, že ani pro poměr h_f/h_t v rozmezí 0,76 – 0,80 se pile-up efekt neobjevil.

5. NanoTest

Přístroj pro nanoindentační měření NanoTest firmy Micro Materials (obr. 12) byl navržen pro několik druhů měření. Kromě nanoindentace zvládne i nano-impaktní (nárazová dynamická měření), nebo nano-scratchové testování (škrábání).

Kalibrovaný indentor je přiváděn do kontaktu s povrchem vzorku díky síle aplikované prostřednictvím cívky a magnetu, umístěných na vrcholu kyvadla. Kyvadlo je speciálním zavěšením upevněno k rámu přístroje. Výsledné posunutí indentoru do povrchu je monitorováno pomocí citlivého kapacitního převodníku a zobrazováno v reálném čase jako funkce zatížení.



Obrázek 12) Schéma konstrukce pro přístroj NanoTest (převzato z [2]).

Přístroj NanoTest je umístěn v uzavřeném boxu, ve kterém se udržuje konstantní teplota (zpravidla se zkoušky v oblasti nano a mikro provádějí při pokojových teplotách $23\pm 1^\circ\text{C}$ a relativní vlhkosti nepřevyšující 50%)³. Poté, co je měřený vzorek upnut na přístroj, a byl vybrán vyhovující, resp. požadovaný indentační hrot, začíná samotné měření (zkušební povrchy musí ležet kolmo ke směru indentace³).

Přístroj má dvě pracovní pozice, kdy jedna je vybavena kamerou spojenou s obrazovkou, a v druhé se provádí samotná indentace. Pracovník musí v první poloze nejdříve najít vzorek, poté na vzorku hledá nejvýhodnější pozici pro provedení indentace (resp. indentací; je obvyklé provádět více vtisků v sérii) a danou pozici „zafixuje“. Operátor nastaví v příslušném softwaru všechny náležité predispozice, které jsou nezbytné pro dané měření (zatížení, resp. hloubka vtisku, počet vtisků, jejich jednotlivé vzdálenosti od sebe, doby pro zatížení, výdrž a odlehčování, popř. čas spuštění a jiné). Poslední fází, která následuje až po provedení měření, je vyjmutí vzorku (případně i hrotu) a vyhodnocení výsledků indentace (software poskytne průběhy a výsledky měření, a indentační křivky). Při určité potřebě lze vtisk vyhodnotit i pomocí jiných přístrojů, jako je například AFM.

6. Experimentální práce

Experimentální část této práce se zabývá vlivem různých experimentálních podmínek na indentační (přesněji nanoindentační) zkoušky tvrdosti a redukovaného modulu pro různé typy materiálů.

Měření se uskutečnilo pomocí přístroje NanoTest (viz kapitola 5). Naměřená data byla uložena do souborů, které se dále vyhodnotily v příslušném softwaru NanoTest Platform Three a ve kterých se eliminovala nestandardní měření (výskyt chyb, odchylek, nebo jiných dalších komplikací, patrných z naměřených dat a křivek). Každé měření nám poskytlo hodnoty maximální hloubky, plastické hloubky, maximálního zatížení, tvrdosti, redukovaného modulu a plastické a elastické práce. Plastická a elastická práce dále posloužila k vyhodnocení celkové práce a poměru mezi plastickou a celkovou prací. Měřené hodnoty průběhů indentací se dále využily k vytvoření názorných grafů pro jejich demonstraci jako doplněk k ostatním vlastnostem a informacím získaným z nanoindentačního testu a pro případná srovnání měřených materiálů.

6.1. Testované materiály

Všechny materiály byly podrobeny testům, jejichž parametry byly voleny v širokém rozsahu reálných hodnot dob zatěžování, výdrže na maximální hodnotě a odlehčování. Získané výsledky, jejich porovnání a celkové zhodnocení je uvedeno v následujícím textu. Měřené materiály byly voleny dle strukturních vlastností tak, aby vybrané typy byly zcela odlišné povahy. Konkrétně se jedná o metalografický výbrus oceli AISI-304 (polykrystalický materiál), polykarbonát (polymer) a tavený křemen (amorfní sklo).

Ocel AISI-304 je jedním z nejvyužívanějších druhů nerezové oceli. Její chemické složení, mechanické vlastnosti, svařitelnost a odolnost proti korozi a oxidaci (žiháním) poskytuje nejlepší obecné řešení za relativně nízkou cenu. Kromě výborných vlastností při nízkých teplotách má skvělou odezvu na tvrzení při zpracovávání za studena. Tento druh oceli se řadí mezi tzv. austenitické oceli, obsah uhlíku je tedy maximálně 0,08%.³⁸

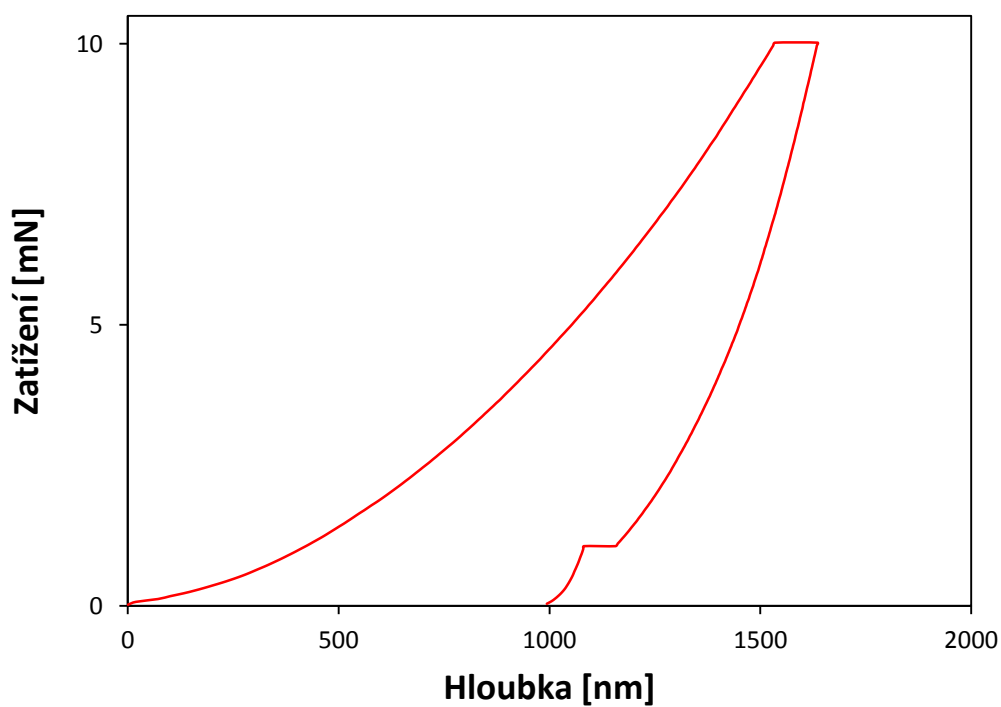
Polykarbonát je krystalický termoplast s dobrými mechanickými vlastnostmi, vysokou odolností proti nárazu, dobrou tepelnou (samo hasící) a oxidační stabilitou. Je transparentní, málo absorbuje vlhkost a využívá se ve strojírenství. V přítomnosti benzínu má při působícím napětí tendence praskat. Využívá se především na CD, neprůstřelné vesty (Kevlar), okna, zasklení střešních světlíků, čočky automobilových reflektorů, ochranná skla a jiné optické aplikace.³⁹

Tavený křemen je druh izotropního amorfního skla, tvořeného jediným komponentem (SiO_2) s unikátní kombinací termálních, optických a mechanických vlastností, což z něj vytváří materiál, který je upřednostňovaný a využívaný v mnoha procesech a aplikacích, kde ostatní materiály nevyhovují. Vykazuje pevnost a tvrdost s minimální rozpínavostí a je extrémně čistý (přes 99,9%). Díky velmi malému koeficientu tepelné roztažnosti může být rapidně zahříván a ochlazován s prakticky nulovým rizikem prasknutí díky termálnímu šoku. Je také odolný proti většině substancí (prakticky všem kyselinám), umožňující jeho použití v náročných a nepříznivých prostředích.⁴⁰

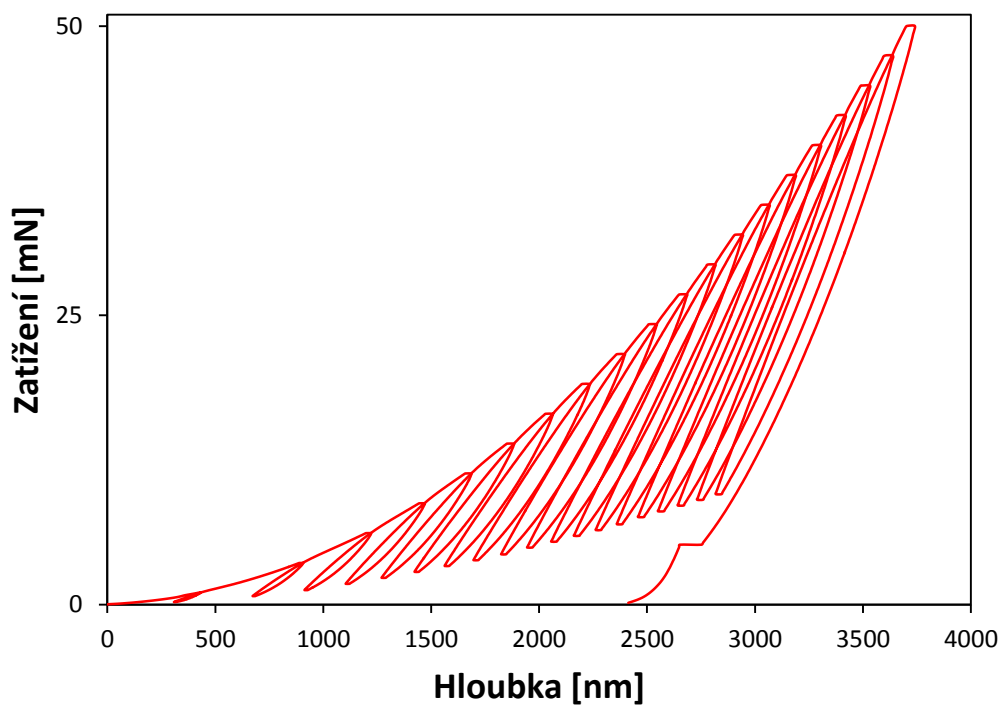
6.2. Nanoindentační experiment

Nanoindentační experiment proběhl dvěma způsoby. První představuje klasické indentační testování (obr. 13), při němž se hrot po určitou dobu zatěžuje až na maximální hodnotu, poté setrvá v klidu, při čemž se materiál dále plasticky deformuje a přizpůsobuje vtlačnému hrotu, a následně je v určitém časovém úseku zase odlehčen, při čemž materiál vykazuje elastickou regeneraci. Délka regenerace je závislá na typu materiálu a může mít délku i několika hodin.

Druhý způsob vykazuje určitou podobnost s předchozím zmíněným, ovšem zde je hrot postupně zatěžován a odlehčován v určitých (procentuálních) úsecích (viz obr. 14).



Obrázek 13) Ilustrační nanoindentační křivka postupného zatěžování (polykarbonát indentovaný hrotem Berkovich).



Obrázek č. 14) Ilustrační nanoindentační křivka částečného odlehčení (polykarbonát indentovaný hrotem Berkovich).

Materiálové vlastnosti se testovaly dvěma různými indentory, hrotem typu Berkovich (trojstěnná pyramida) a sférickým hrotem. Odlišné vlastnosti daných hrotů, popsané v předešlých kapitolách, zapříčiňují i odlišné způsoby rozvoje plastické deformace a následně i teoreticky různé průběhy indentací a výstupní měřené vlastnosti.

Testy jsou popsány v tabulce 1 pro ocel AISI-304, v tabulce 2 pro polykarbonát a v tabulce 3 pro tavený křemen. Byla provedena řada experimentů s různou dobou zatěžování, výdrže na maximálním zatížení a odlehčování. Každá tabulka obsahuje označení testu, které se skládá z třímístné (pro postupné zatěžování) nebo čtyřmístné (pro částečné odlehčení) kombinace číslic. Pro postupné zatěžování je konvence **doba zatěžování – doba výdrže na maximu zatížení – doba odlehčování** (například 5-20-5 znamená 5s zatěžování na maximální hodnotu, 20s výdrž na této hodnotě a 5s odlehčování).

Pro metodu částečného odlehčení byla zvolena konvence **doba zatěžování na lokální maximum – doba výdrže na lokálním maximu – doba odlehčování na procentuální část lokálního maxima – doba výdrže na procentuální části lokálního maxima** (například 5-1-5-1 znamená 5s zatěžování na lokální maximum, 1s výdrž na tomto maximu, 5s odlehčování na určité procento lokálního maxima a 1s výdrž na určitém procentu lokálního maxima). V provedených testech se odlehčuje na 20% lokálního maxima, pokud není uvedeno jinak. Rychlost zatěžování nebo odlehčování lze vypočítat z podílu síly působící na indenter a doby zatěžování nebo odlehčování.

Tabulka 1 Parametry indentačních testů provedených pro ocel AISI-304

Materiál	Hrot	Druh testu	Zatížení	Označení testu	Rychlost zatěžování [mN/s]
Ocel AISI-304	Sférický	Postupné zatěžování	100 mN	1-20-1	100,0
				5-20-5	20,0
				10-20-10	10,0
				20-20-20	5,0
				60-20-60	1,7
				10-60-10	10,0
				20-60-20	5,0
				10-120-10	10,0
				20-120-20	10,0
				10-1200-1	10,0
				10-1200-10	10,0
				10-1200-60	10,0
				60-1200-60	1,7
				S částečným odlehčením	10-200 mN
	5-1-5-1	20,0			
	5-5-5-5	20,0			
	10-1-10-1	10,0			
	10-5-10-5	10,0			
	20-5-20-5	5,0			
	Berkovích	Postupné zatěžování	100 mN	1-20-1	100,0
				5-20-5	20,0
				10-20-10	10,0
				20-20-20	5,0
				60-20-60	1,67
				10-60-10	10,0
				20-60-20	5,0
				10-120-10	10,0
				20-120-20	5,0
				10-1200-1	10,0
				10-1200-60	10,0
60-1200-10				1,67	
S částečným odlehčením		10-200 mN	1-1-1-1	100,0	
			5-1-5-1	20,0	
S částečným odlehčením	10-200 mN	5-5-5-5	20,0		
		10-1-10-1	10,0		
		10-5-10-5	10,0		
		20-5-20-5	5,0		
		20-5-20-5	5,0		

Tabulka 2 Parametry testů pro polykarbonát

Materiál	Hrot	Druh testu	Zatížení	Označení testu	Rychlost zatěžování [mN/s]
Polykarbonát	Sférický	Postupné zatěžování	10 mN	10-20-10	10,0
				20-20-20	5,0
				0,5-60-0,5	200,0
				1-60-1	100,0
				5-60-5	20,0
				10-60-10	10,0
				20-60-20	5,0
				60-60-60	1,7
				10-120-10	10,0
				20-120-20	5,0
				10-1200-1	10,0
				10-1200-10	10,0
				10-1200-60	10,0
		60-1200-10	1,7		
		S částečným odlehčením	1-10 mN	1-30-1-0 - 20%	100,0
				1-30-1-0 - 90%	100,0
				10-30-10-0 - 20%	10,0
				10-30-10-0 - 90%	10,0
				20-30-20-0 - 20%	5,0
	20-30-20-0 - 90%			5,0	
	Berkovich	Postupné zatěžování	100 mN	1-20-1	100,0
				5-20-5	20,0
				10-20-10	10,0
				20-20-20	5,0
				60-20-60	1,7
				10-60-10	10,0
				20-60-20	5,0
				10-120-10	1,7
				20-120-20	5,0
				10-1200-1	10,0
				10-1200-60	10,
		60-1200-20	1,7		
		S částečným odlehčením	10-200 mN	1-1-1-1 - 20%	100,0
5-1-5-1 - 20%				20,0	
5-5-5-5 - 20%	20,0				
				10-1-10-1 - 20%	10,0
				10-5-10-5 - 20%	10,0
				20-5-20-5 - 20%	5,0
				40-5-40-5 - 20%	2,5

Tabulka 3) Parametry testů pro tavený křemen

Materiál	Hrot	Druh testu	Zatížení	Označení testu	Rychlost zatěžování [mN/s]
Tavený křemen	Sférický	Postupné zatěžování	100 mN	1-20-1	100,0
				5-20-5	20,0
				10-20-10	10,0
				20-20-20	5,0
				60-20-60	1,7
				10-60-10	10,0
				20-60-20	5,0
				10-120-10	10,0
				20-120-20	5,0
		S částečným odlehčením	10-200 mN	1-1-1-1	100,0
				5-1-5-1	20,0
				5-5-5-5	20,0
	10-1-10-1			10,0	
	10-5-10-5			10,0	
	20-5-20-5			5,0	
	Berkovich	Postupné zatěžování	100 mN	1-20-1	100,0
				5-20-5	20,0
				10-20-10	10,0
				20-20-20	5,0
				60-20-60	1,7
				10-60-10	10,0
				20-60-20	5,0
				10-120-10	10,0
				20-120-20	5,0
S částečným odlehčením		10-200 mN	1-1-1-1	100,0	
			5-1-5-1	20,0	
			5-5-5-5	20,0	
	10-1-10-1		10,0		
	10-5-10-5		10,0		
	20-5-20-5		5,0		

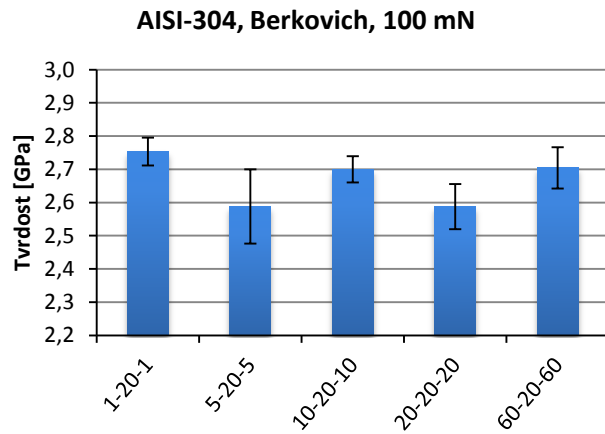
6.3. Měření při postupném zatěžování

V následujícím textu jsou diskutovány rozdíly v tvrdosti, redukovaném modulu a podíl vynaložené plastické práce a práce celkové pro sférický hrot a hrot typu Berkovich na třech různých materiálech – oceli, skle a polymeru při měření s postupným zatěžováním.

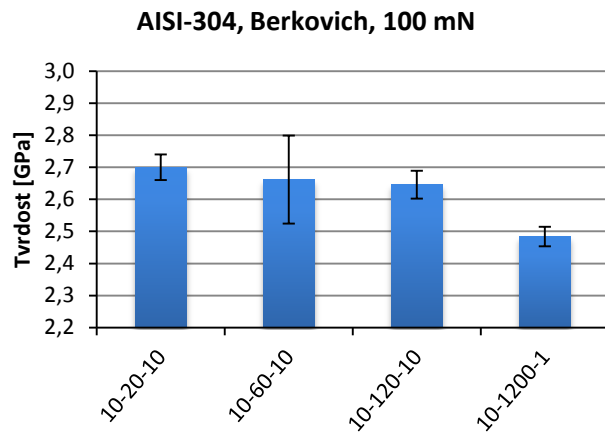
6.3.1. Ocel AISI-304 pro hrot Berkovich

Pro měření oceli AISI-304 při maximálním zatížení indentoru o velikosti 100 mN byly vytvořeny grafy tvrdosti (obr. 15 a obr. 16) a redukovaného modulu (obr. 18 a obr. 19), u kterých je vždy minimálně jeden parametr stejný (doba zatěžování, výdrže nebo odlehčování). Dále byly vypracovány grafy sumarizující všechny měřené parametry (obr. 17 a obr. 20) a graf poměru plastické a celkové práce (obr. 21).

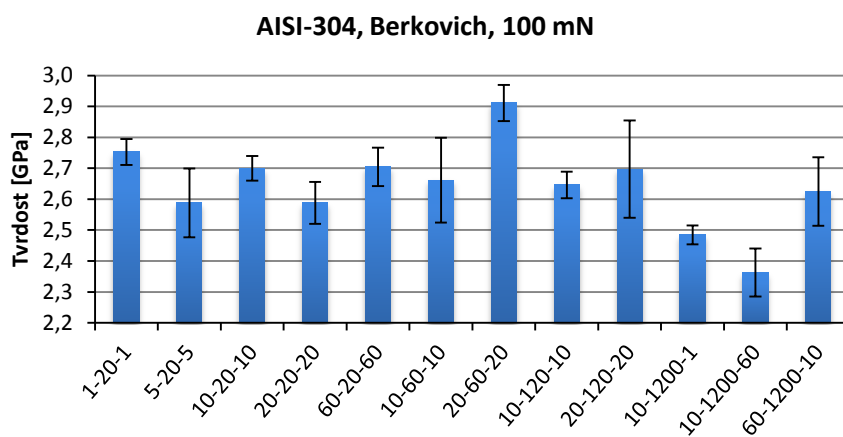
Protože doba výdrže 1200s byla zhodnocena jako extrémní parametr (obvykle se využívá při studování creepu daného materiálu), byly určeny dvě hodnoty průměrné tvrdosti a redukovaného modulu, jedna pouze pro indentační testy s délkou výdrže 1200s, a druhá s vynecháním testů s dobou výdrže 1200s (toto platí i pro polykarbonát). Vypočítaný průměr tvrdosti pro dobu výdrže 1200s činí $(2,49 \pm 0,14)$ GPa, bez ní poté $(2,69 \pm 0,27)$ GPa. Při pohledu na obr. 16 lze vidět lehce klesající trend tvrdosti s rostoucí dobou výdrže, ale při pohledu na obr. 17 a vzetí v úvahu průměr tvrdosti vidíme, že se hodnoty drží v rozsahu nejistoty měření. To znamená, že ač mají parametry indentačního testu vliv na hodnoty tvrdosti, tak se stále pohybují v mezích daných směrodatnou odchylkou. Závěrem tedy můžeme říci, že kromě doby výdrže 1200s nemá změna parametrů testu v případě měření oceli AISI-304 hrotem Berkovich na hodnoty tvrdosti vliv.



Obrázek 15) Tvrđost měřená pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.

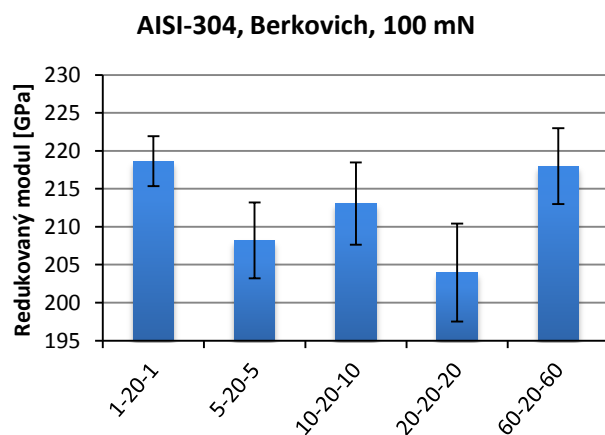


Obrázek 16) Tvrđost měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.

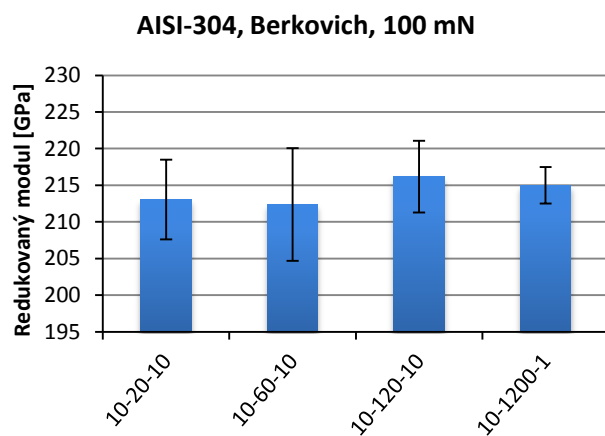


Obrázek 17) Srovnání hodnot tvrđostí získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

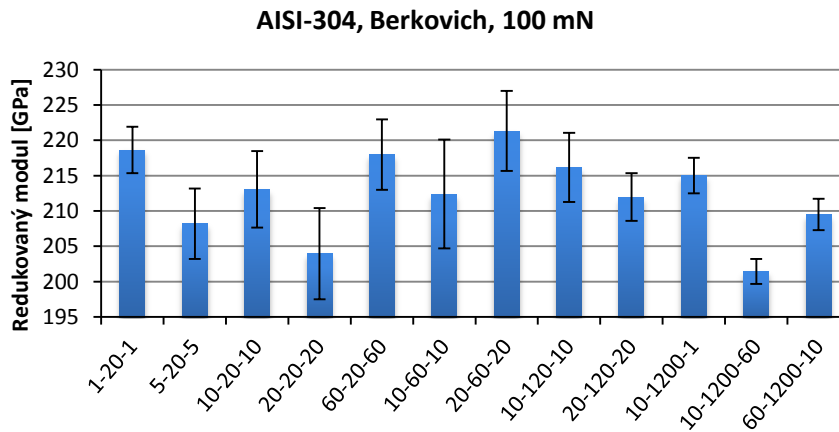
Hodnoty redukovaného modulu, jak lze vidět z obr. 20, jsou v rozsahu 195–230 GPa, kdy vypočítaný průměr pro dobu výdrže 1200s nabývá hodnot $(208,7 \pm 3,8)$ GPa a bez parametru 1200s hodnot $(213,7 \pm 16,1)$ GPa. I přes to, že se v měření vyskytovalo několik extrémních hodnot, se všechny parametry nachází v rozsahu směrodatných odchylek. Poměr plastické a celkové práce je mezi 84 a 93%, jak je patrné z obr. 21, což znamená, že materiál podléhá z větší části plastické deformaci a jen málo elasticky relaxuje.



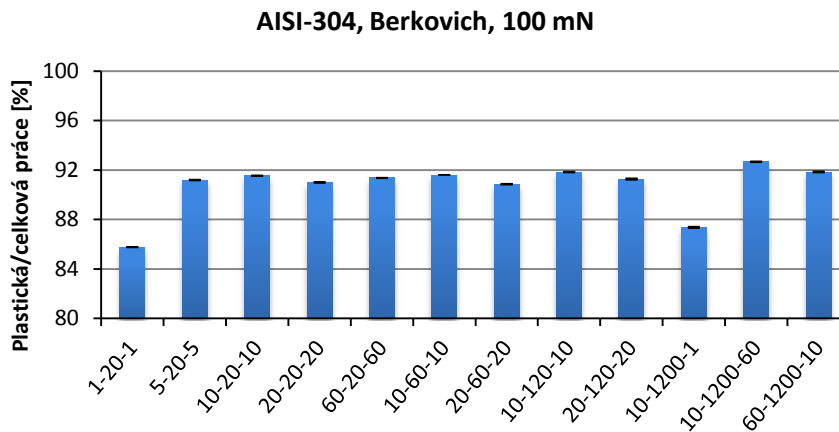
Obrázek 18) Redukovaný modul měřený pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



Obrázek 19) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zátěžování 10s.



Obrázek 20) Srovnání hodnot redukovaného modulu získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.



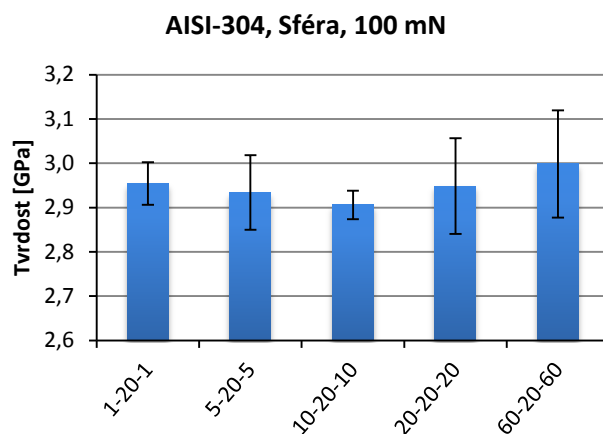
Obrázek 21) Srovnání vypočítaných hodnot poměru plastické a celkové práce z indentačního testu při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

6.3.2. Ocel AISI-304 pro sférický hrot

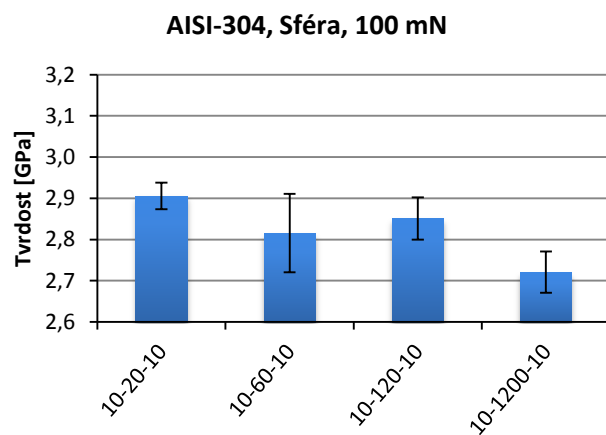
Pro sférický hrot byly vybrány téměř totožné parametry jako pro hrot Berkovich. Větší různorodostí měřených dob zatěžování, výdrže a odlehčování bylo možno vytvořit více „skupin“ s jedním stejným parametrem, kterým je daná skupina charakteristická. Pro maximální zatížení hrotu 100 mN byly vytvořeny grafy tvrdosti (obr. 22 až 25) a redukovaného modulu (obr. 27 až 30). Dále byly vypracovány grafy sumarizující všechna měření na oceli AISI-304 pro sférický hrot (obr. 26 a obr. 31) a graf poměru plastické a celkové práce (zobrazeno na obr. 32). Na závěr je uvedeno porovnání mezi použitím sférického a Berkovichova indentoru v případě indentace oceli AISI-304.

Vypočítaný průměr tvrdosti pouze pro délku výdrže 1200s činí $(2,73 \pm 0,15)$ GPa, bez ní potom $(2,91 \pm 0,23)$ GPa. Trend rostoucí tvrdosti s rostoucí dobou zatěžování a odlehčování lze vidět až na obr. 25 pro dobu výdrže 1200s, i když není nijak výrazný. Pověšinou ale změna parametrů žádný jasný vliv nemá, a pokud vezmeme v úvahu průměrnou tvrdost a její odchylku, tak do tohoto kritéria spadají všechny měřené hodnoty.

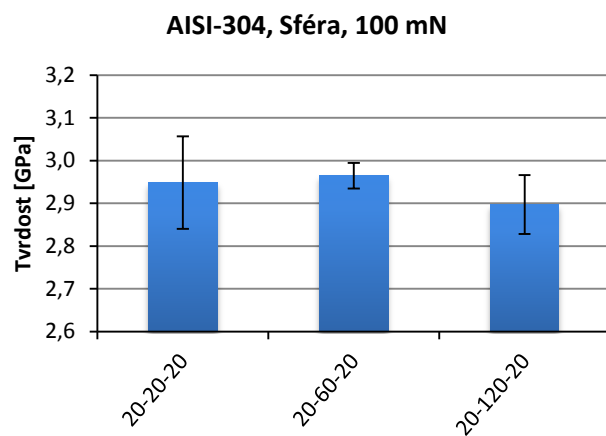
Při porovnání měření tvrdosti hrotem Berkovich a sférickým hrotem lze z výsledků vyčíst, že rozdíly v tvrdosti jsou nepatrné. Rozdíl průměrů pro délku výdrže 1200s je v porovnání obou hrotů přibližně stejný, jako je tomu u průměrů bez tohoto parametru, tedy kolem 8%. Dle výsledků tedy na měření tvrdosti nemá výrazný vliv ani zvolený typ hrotu, ani zvolené parametry testu.



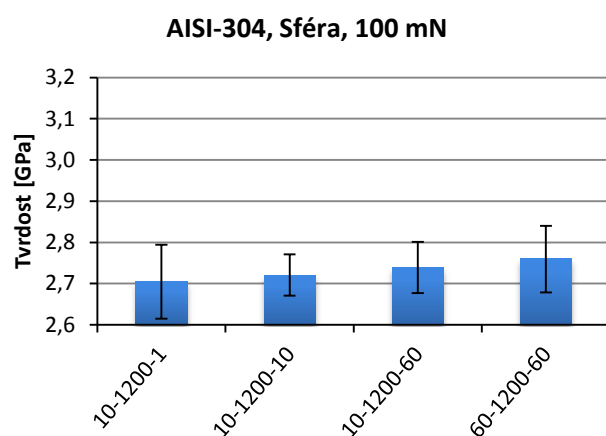
Obrázek 22) Tvrdost měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



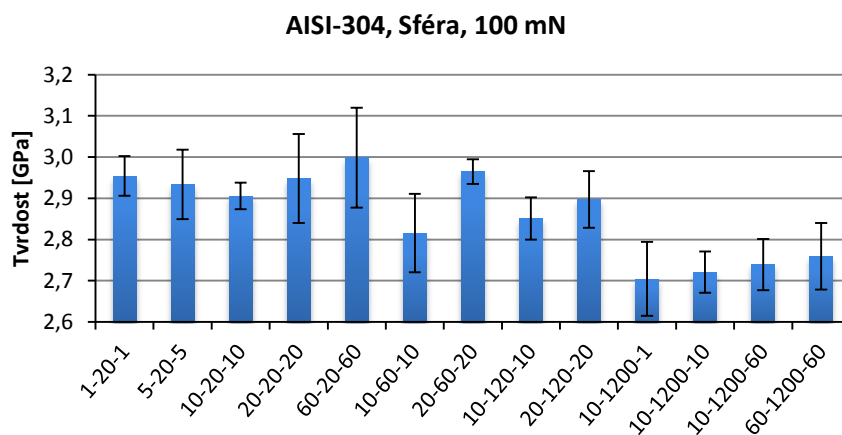
Obrázek 23) Tvrdost měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



Obrázek 24) Tvrdost měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 20s.



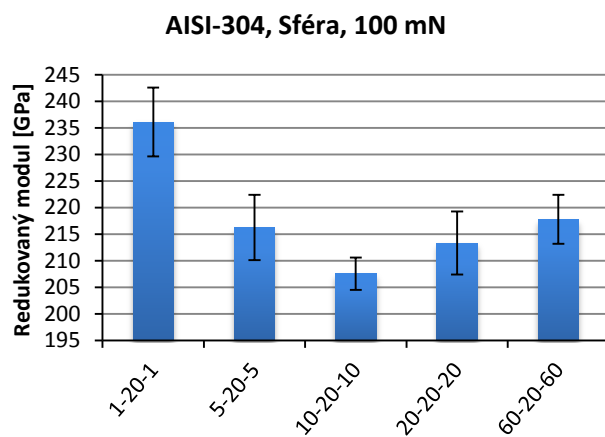
Obrázek 25) Tvrdost měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 1200s.



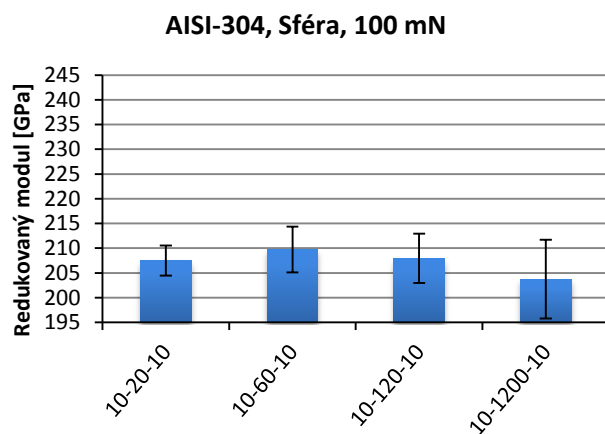
Obrázek 26) Srovnání hodnot tvrdostí získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

V grafech pro redukovaný modul (obr. 27 až 30) nebyla pozorována žádná jednotná závislost na změně parametrů, vypočítaný průměr redukovaného modulu pro dobu výdrže 1200s činí $(214,5 \pm 11,9)$ GPa, pro ostatní parametry poté $(214,7 \pm 16,4)$ GPa. Jejich rozdíl je tedy minimální, což lze poznat i z obr. 31, kdy kromě dvou extrémních hodnot při parametrech 1-20-1 a 10-1200-10 jsou všechny hodnoty v rozmezí přibližně 25 GPa. Hodnota redukovaného modulu při 1-20-1 je dokonce vyšší, než meze směrodatné odchylky. Toto může být následkem příliš rychlého zatěžování a odlehčování. Pokud bychom vynechali měření 1-20-1, tak poměr plastické a celkové práce se nachází mezi 86 a 92% (obr. 32).

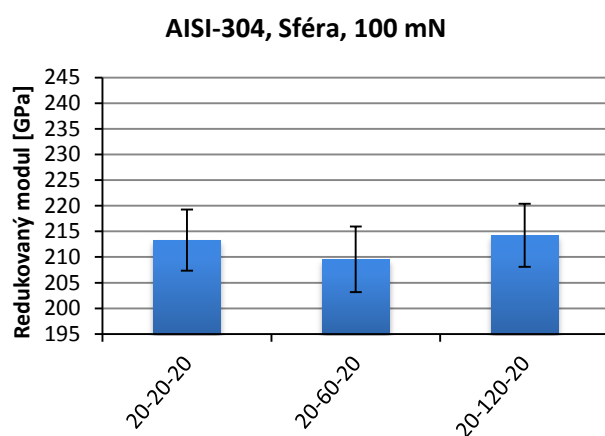
Při porovnání obou hrotů dojdeme k závěru, že pro redukovaný modul je naměřená hodnota u sférického hrotu přibližně o 0,5% vyšší, než u hrotu Berkovich. Závěrem tedy můžeme říci, že ani na redukovaný modul nemá výběr hrotu účinek.



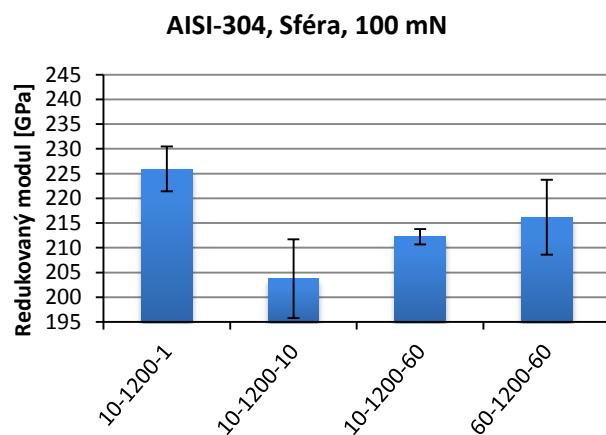
Obrázek 27) Redukovaný modul měřený pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



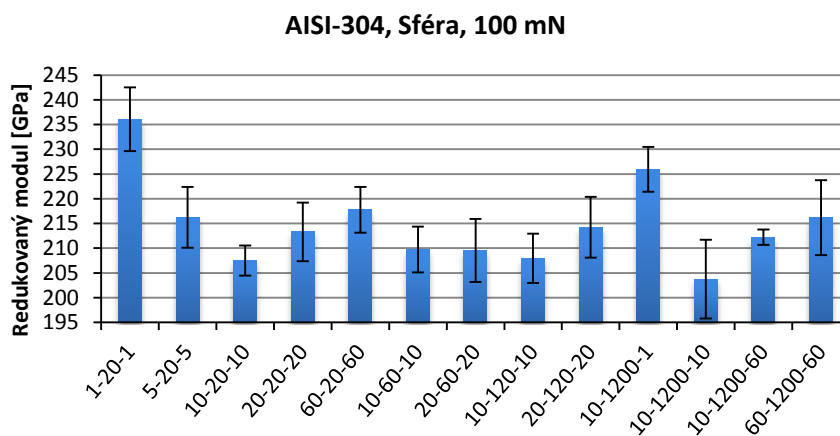
Obrázek 28) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



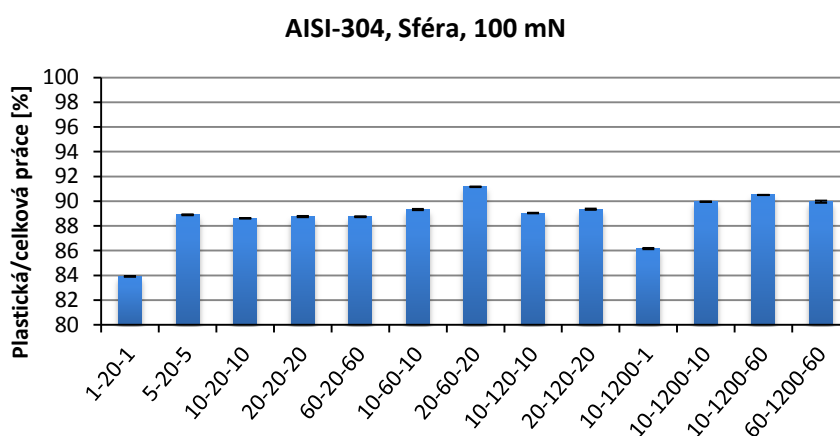
Obrázek 29) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 20s.



Obrázek 30) Redukovaný modul měřený pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 1200s.



Obrázek 31) Srovnání hodnot redukovaného modulu získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.



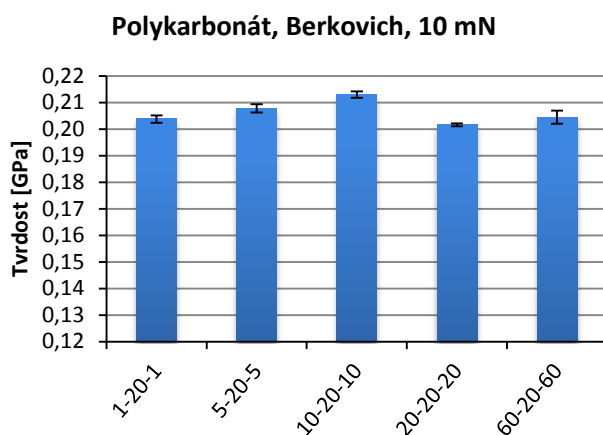
Obrázek 32) Srovnání vypočítaných hodnot poměru plastické a celkové práce z indentačního testu při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

6.3.3. Polykarbonát pro hrot Berkovich

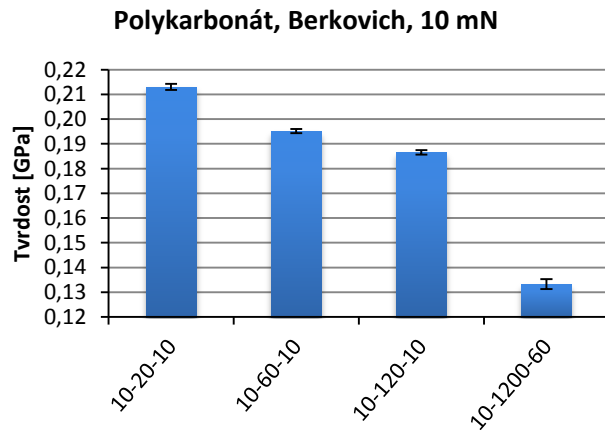
Pro hrot Berkovich bylo v případě polykarbonátu měřeno při maximálním zatížení o velikosti 10 mN, doby zatěžování, výdrže a odlehčování byly voleny podobně jako v případě oceli AISI-304, viz tabulka 1 a tabulka 2. Pro dané parametry byly vytvořeny grafy tvrdosti (obr. 33 až 36) a redukovaného modulu (obr. 38 až 41), Dále byly vypracovány grafy sumarizující všechny získané hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu (obr. 37 a obr. 42) a graf poměru plastické a celkové práce (uvedený na obr. 43).

Vypočítaný průměr tvrdosti pro dobu výdrže 1200s má velikost $(0,136 \pm 0,003)$ GPa, bez ní nabývá hodnot $(0,199 \pm 0,004)$ GPa. Trend klesající tvrdosti s rostoucí dobou výdrže lze pozorovat pro stejnou dobu zatěžování 10s na obr. 34, podobný trend lze vidět i pro konstantní dobu zatěžování 20s na obr. 35, ovšem zde není pokles tak znatelný. Pro dobu výdrže 1200s jsou z obr. 37 velmi patrné rozdíly v tvrdosti oproti ostatním parametrům. Pokud srovnáme naměřené hodnoty s průměrnou hodnotou bez délky výdrže 1200s, zjistíme, že tomuto vyhovují pouze parametry 1-20-1, 20-20-20, 10-60-10 a 20-60-20. Ostatní hodnoty nejsou nijak rapidně rozdílné, ale do daných mezí směrodatné odchylky už nespádají.

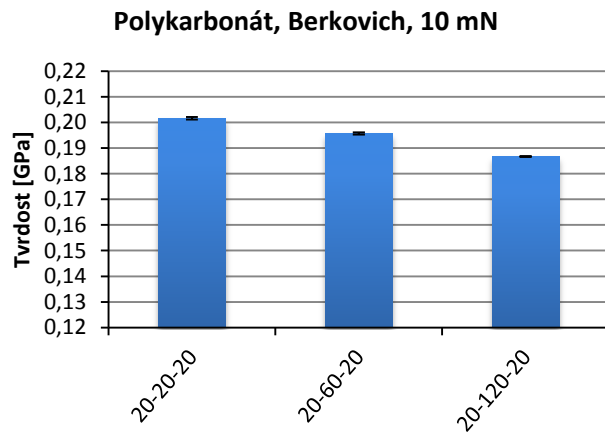
Na obr. 37 můžeme ale také pozorovat klesající trend, a to v rámci zvyšování doby výdrže. Doba výdrže 1200s je nejspíše i zde příliš extrémní a neměla by se v měření tvrdosti využívat.



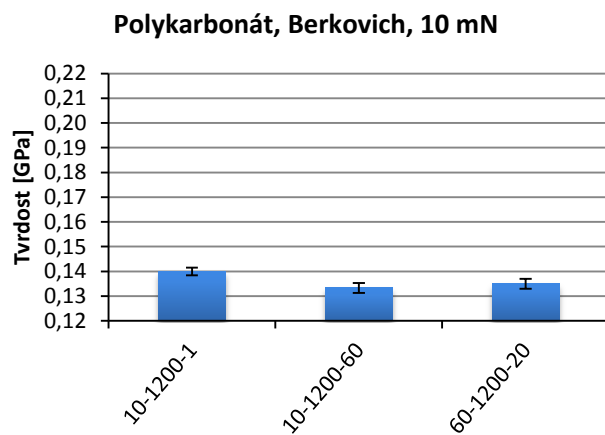
Obrázek 33) Tvrdost měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



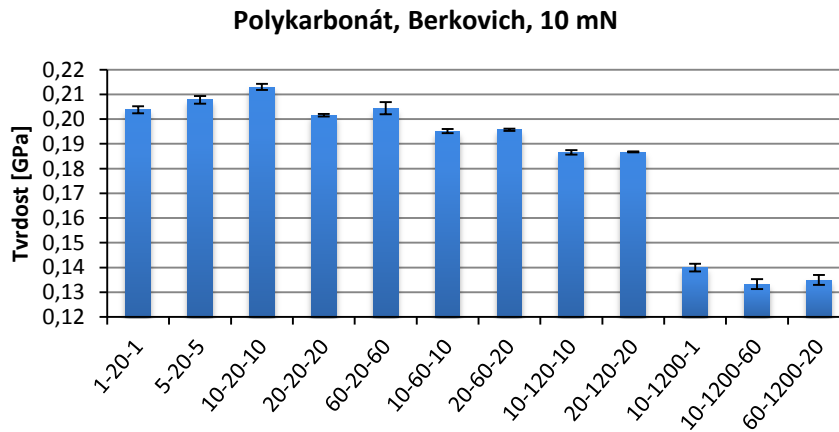
Obrázek 34) Tvrdość měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



Obrázek 35) Tvrdość měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 20s.



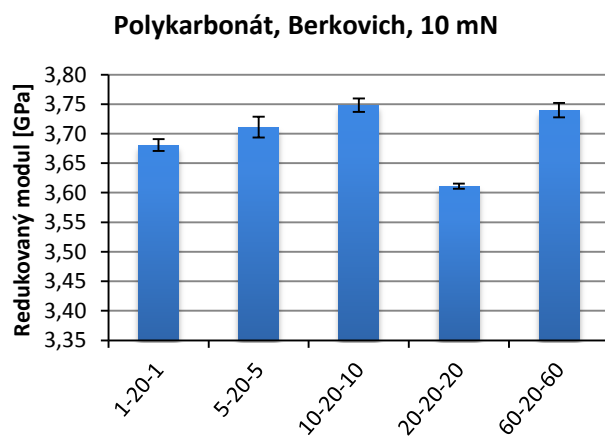
Obrázek 36) Tvrdość měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 1200s.



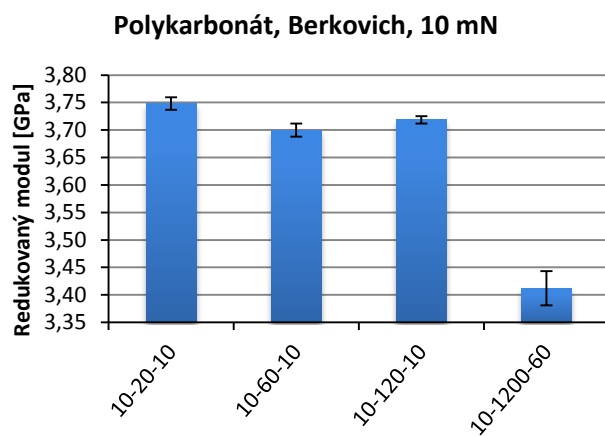
Obrázek 37) Srovnání hodnot tvrdostí získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

Zaměříme-li se na grafy a hodnoty redukovaného modulu, dojdeme v první řadě k závěru, že pro dobu zatěžování 20s (obr. 40) redukovaný modul se zvyšující se dobou výdrže lehce roste. Určitý trend lze vidět i na obr. 42, kde se sumarizují všechny naměřené hodnoty. Pro doby výdrže 60 a 120s se zdá, že hodnoty redukovaného modulu se zvyšující se dobou zatěžování a odlehčování klesají, ovšem takovýto závěr nelze s jistotou potvrdit. Pro dobu výdrže 1200s je pozorován výrazný vliv rychlosti zatěžování a odlehčování, což je patrné z pozorování na obr. 42.

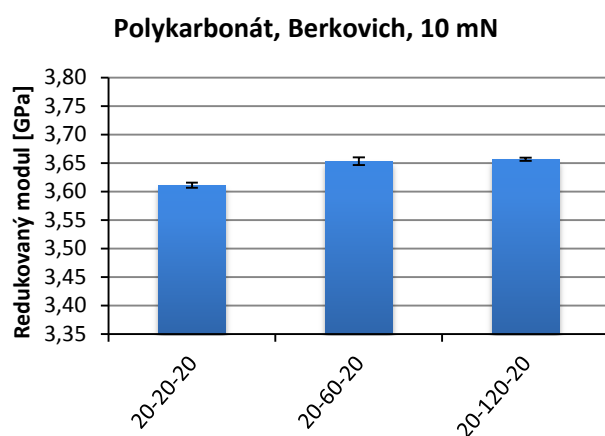
Vypočítaný průměr redukovaného modulu s délkou výdrže 1200s činí $(3,50 \pm 0,04)$ GPa, bez tohoto parametru potom $(3,69 \pm 0,03)$ GPa. Rozdíl je tedy kolem 5%. Do průměru bez doby výdrže 1200s většina hodnot spadá, nebo se k nim velmi přibližuje a závěrem můžeme říci, že změna parametrů nemá nijak rapidní vliv na měření redukovaného modulu. Parametr 10-1200-1 má podobné hodnoty redukovaného modulu jako ostatní s nižší dobou výdrže, tohle by mohlo mít na svědomí příliš rychlé odlehčení hrotu. Pokud nebudeme brát v úvahu dobu výdrže 1200s, potom je poměr plastické a celkové práce mezi 60 a 68% (obr. 43), což znamená, že materiál podléhá více plastické než elastické deformaci. Poměr práce pro dobu výdrže 1200s nabývá hodnot až kolem 78%, což je o 10% více než v rámci předešlého. Z poměru lze tedy potvrdit, že parametr doby výdrže 1200s ani zde nejspíš nebude ideální pro měření.



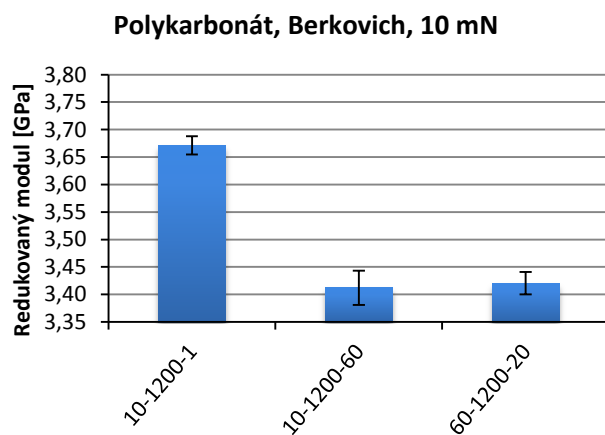
Obrázek 38) Redukovaný modul měřený pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



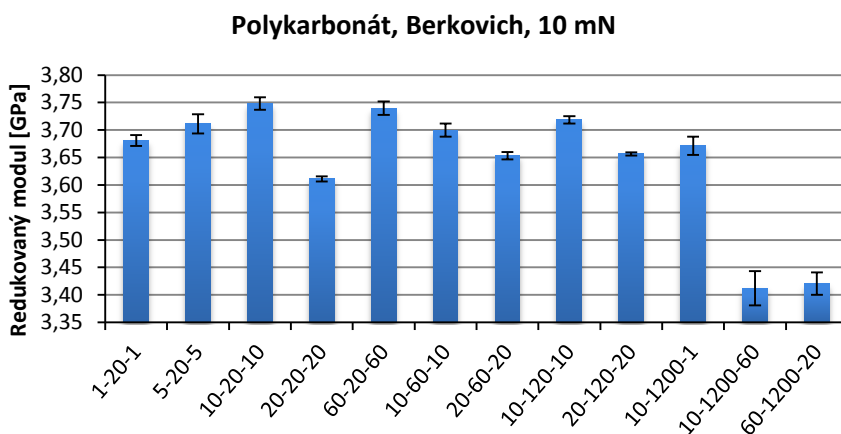
Obrázek 39) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



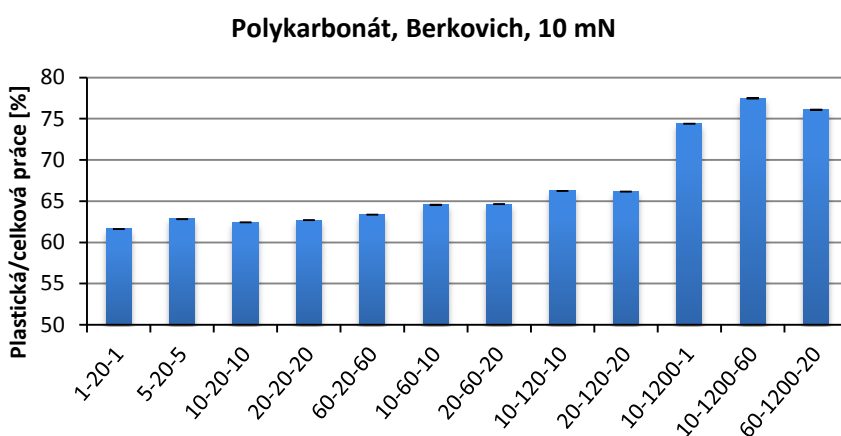
Obrázek 40) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 20s.



Obrázek 41) Redukovaný modul měřený pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 1200s.



Obrázek 42) Srovnání hodnot redukovaného modulu získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.



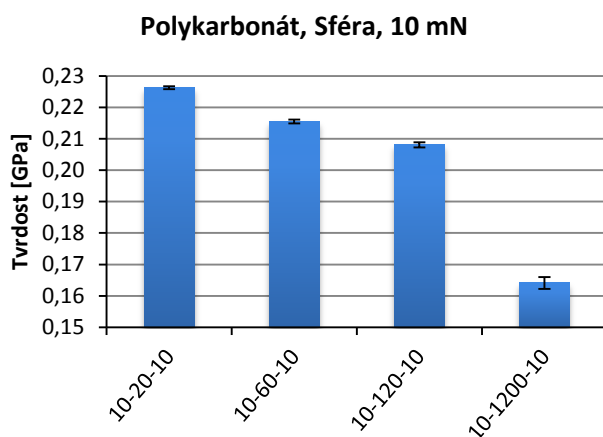
Obrázek 43) Srovnání vypočítaných hodnot poměru plastické a celkové práce z indentačního testu při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

6.3.4. Polykarbonát pro sférický hrot

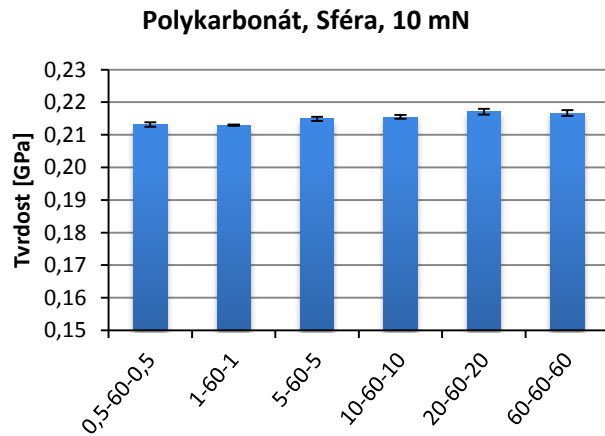
Pro sférický hrot byly oproti předešlému testu lehce pozměněny parametry měření, a to jak doby zatěžování a odlehčování, tak i doby výdrže, viz tabulka 2. Měřeno bylo při maximálním zatížení o velikosti 10 mN. Tvrdost pro měřené doby zatěžování, výdrže a odlehčování je zobrazena na obr. 44 až 46, redukovaný modul následně na obr. 48 až 50. Sumarizace všech měření tvrdosti a redukovaného modulu pro polykarbonát indentovaný sférickým hrotem zobrazuje obr. 47 pro tvrdost a obr. 51 pro redukovaný modul. Poměr plastické a celkové práce ukazuje obr. 52.

Vypočítaný průměr tvrdosti pro výdrž 1200s má velikost $(0,165 \pm 0,007)$ GPa, pro ostatní doby výdrže potom $(0,216 \pm 0,002)$ GPa. Trend klesající tvrdosti s rostoucí dobou výdrže lze pozorovat pro konstantní dobu zatěžování 10s na obr. 44, pro výdrž 60s (obr. 45) lze na druhou stranu pozorovat velmi poklidný růst tvrdosti. Kromě doby výdrže 1200s se hodnoty ale drží v určitém rozumném rozmezí a kromě výdrže 120s se nachází i v relaci průměrné hodnoty a její směrodatné odchylky.

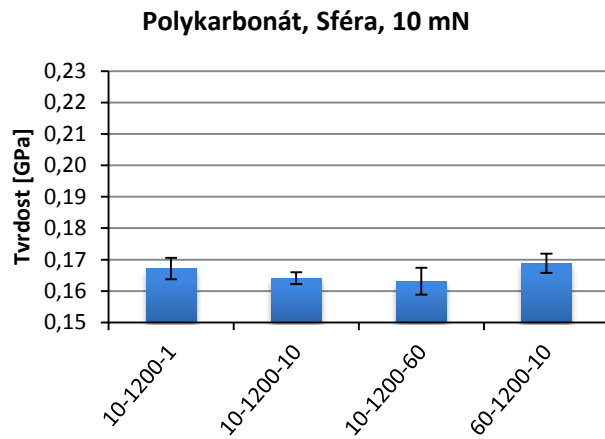
Při srovnání sférického a Berkovichova hrotu dojdeme k závěru, že rozdíly opět nebudou nijak markantní, přibližně 8%. Je to přibližně stejné jako v případě AISI-304, a závěrem tedy můžeme říci, že pro měření tvrdosti můžeme zvolit v případě polykarbonátu jak sférický hrot, tak hrot Berkovich. V obou případech jsou hodnoty naměřené pro dobu výdrže 1200s výrazně jiné a i pro polykarbonát mohou být zhodnoceny jako extrémní a nevyhovující měření tvrdosti.



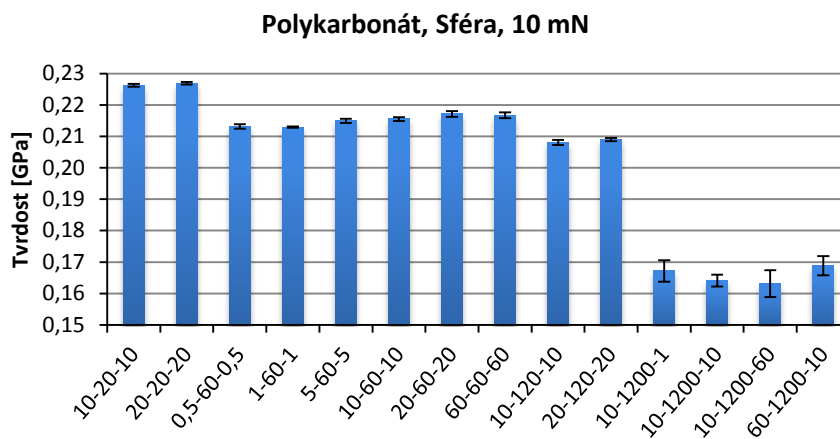
Obrázek 44) Tvrdost měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



Obrázek 45) Tvrdość měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 60s.



Obrázek č. 46) Tvrdość měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 60s.

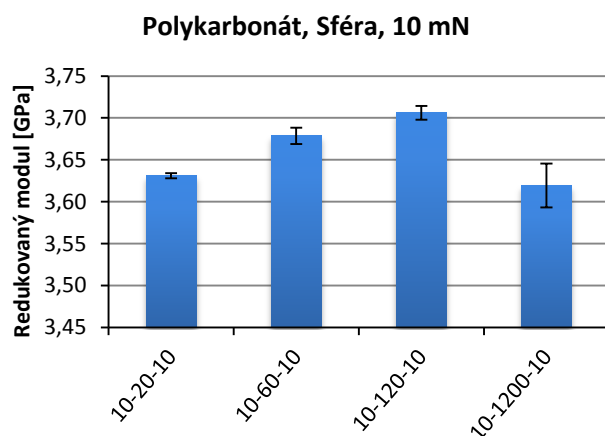


Obrázek 47) Srovnání hodnot tvrdośćí získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

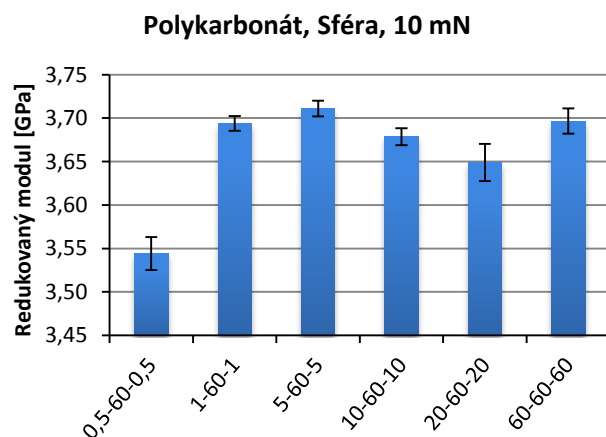
Při pohledu na grafy redukovaného modulu není pozorovaný žádný patrný trend vývoje se změnou dob zatěžování, výdrže nebo odlehčování. Na obr. 49 a 51 lze ovšem vidět, že pro parametr 0,5-60-0,5 nastává výrazný pokles hodnoty redukovaného modulu. Toto může mít na svědomí příliš vysoká rychlost zatěžování a odlehčování.

Vypočítaný průměr redukovaného modulu nabývá hodnot $(3,63 \pm 0,06)$ GPa pro dobu výdrže 1200s, pro měření bez této doby poté $(3,67 \pm 0,04)$ GPa. Rozdíl je zde minimální (kolem 1%). Do průměru bez délky výdrže 1200s většina hodnot spadá, nebo se k nim velmi přibližuje a závěrem můžeme říci, že změna parametrů nemá ani zde nijak rapidní vliv na měření redukovaného modulu. Možná lze jen podotknout, že příliš krátká doba zatěžování a odlehčování ústí ve výsledky, které se s ostatními příliš neshodují. Pokud nebude brát v úvahu dobu výdrže 1200s, potom je poměr plastické a celkové práce mezi 55 a 68% (obr. 52). Poměr práce pro dobu výdrže 1200s nabývá hodnot až kolem 75%, což je téměř o 10% více než v rámci předešlého.

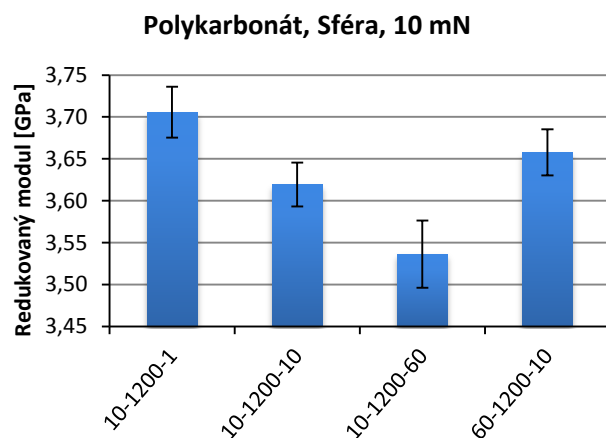
Při porovnání obou hrotů dojdeme k závěru, že rozdíl v redukovaném modulu je maximálně 1%, což nás utvrzuje v tom, že ani zde nezáleží na použitém hrotu. Opět se ale lze shodnout na předešlém tvrzení, že doba výdrže 1200s je problematickým parametrem pro měření tvrdosti i redukovaného modulu.



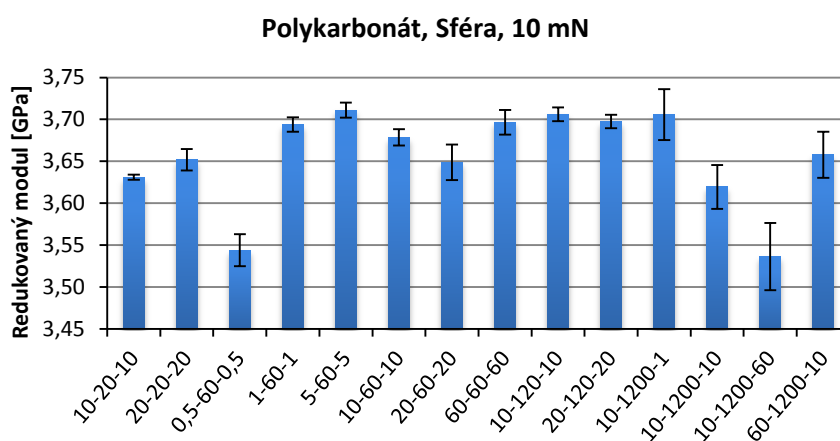
Obrázek 48) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



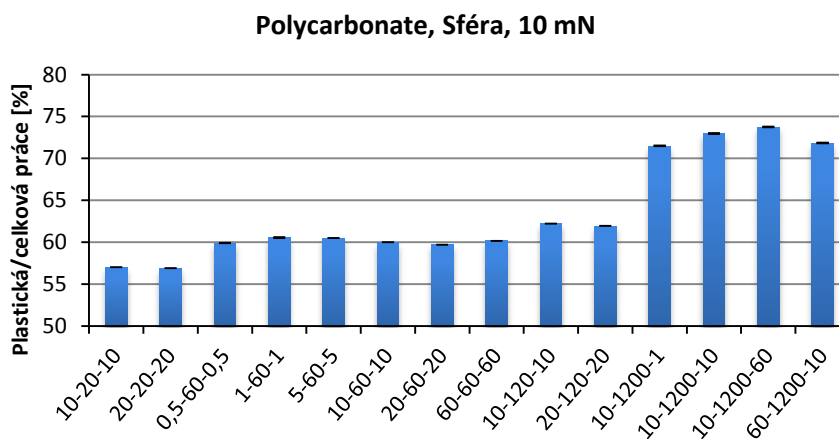
Obrázek 49) Redukovaný modul měřený pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 60s.



Obrázek 50) Redukovaný modul měřený pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 1200s.



Obrázek 51) Srovnání hodnot redukovaného modulu získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

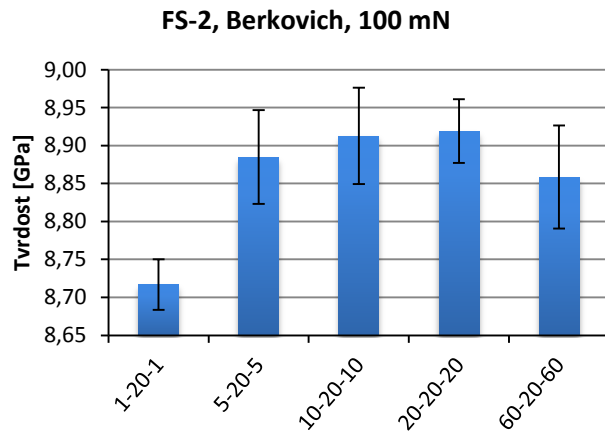


Obrázek 52) Srovnání vypočítaných hodnot poměru plastické a celkové práce z indentačního testu při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

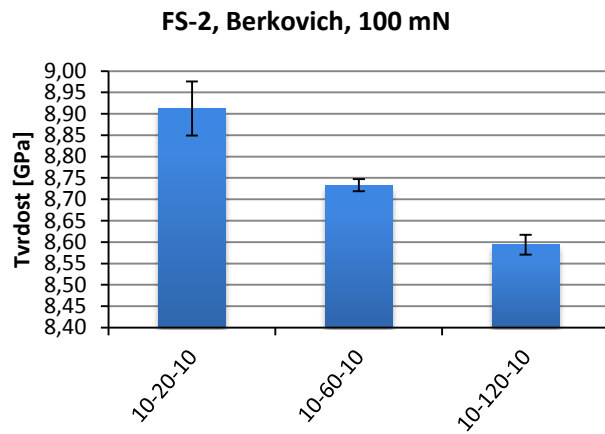
6.3.5. Tavený křemen pro hrot Berkovich

Pro tavený křemen proběhlo měření s podmínkami testu podobnými jako u oceli AISI-304 a polykarbonátu, ovšem s tím rozdílem, že byly vynechány doby výdrže delší než 120s, viz tabulka 3. Testováno bylo při maximálním zatížení 100 mN. Pro dané parametry byly vytvořeny grafy tvrdosti (obr. 53 až 55) a redukovaného modulu (obr. 57 až 59), Všechna měření tvrdosti a redukovaného modulu jsou sesumarizovány na obr. 56 pro tvrdost a na obr. 60 pro redukovaný modul. Obr. 61 znázorňuje poměr plastické a celkové práce.

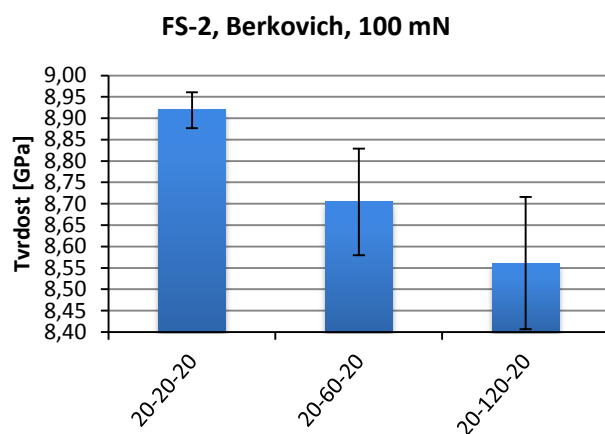
Vypočítaný průměr tvrdosti je $(8,77 \pm 0,24)$ GPa. Trend klesající tvrdosti se zvyšující se dobou výdrže lze pozorovat pro stejnou dobu zatěžování 10s na obr. 54, podobný trend lze vidět i pro konstantní dobu zatěžování 20s na obr. 55. Pokud si ale prohlédneme hodnoty na obr. 56, zjistíme, že všechna měření spadají do relace průměru a mezí směrodatné odchylky, což vede k závěru, že ač má změna parametrů vliv na hodnoty tvrdosti, nejsou nijak extrémní.



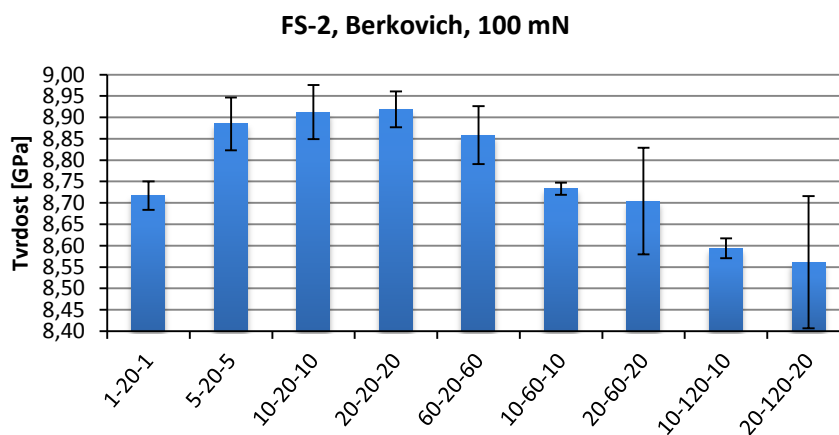
Obrázek 53) Tvrdost měřená pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



Obrázek 54) Tvrdost měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



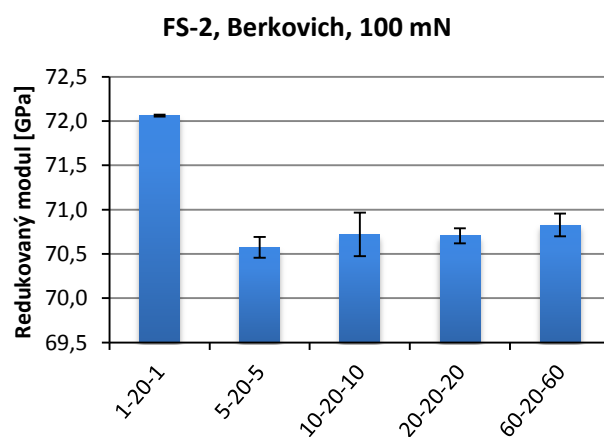
Obrázek 55) Tvrdost měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 20s.



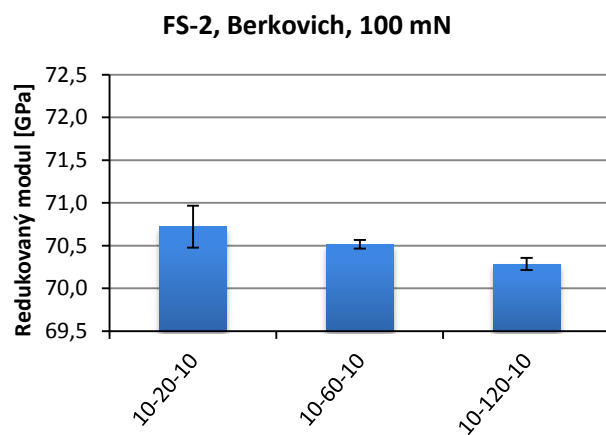
Obrázek 56) Srovnání hodnot tvrdostí získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

Pro redukovaný modul lze vidět při stejné době zatěžování 10s a 20s (obr. 58 a obr. 59), že tak jako u hodnot tvrdosti i zde hodnoty klesají. Vypočítaný průměr redukovaného modulu nabývá hodnot $(70,72 \pm 0,75)$ GPa. Při pohledu na obr. 60 lze vidět, že do daného průměru spadají všechna měření kromě 1-20-1, u kterého je hodnota redukovaného modulu vyšší než u ostatních. Tento parametr by mohl být problémový, a neměl by být v měřeních zakomponován.

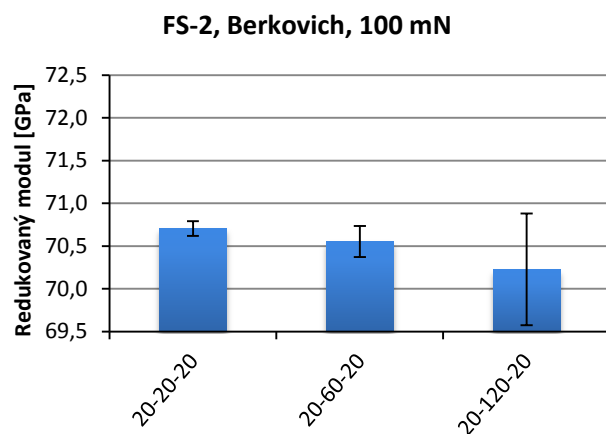
Poměr plastické a celkové práce je mezi 35 a 39% (obr. 61). To poukazuje na fakt, že tavený křemen se ve velké míře elasticky navrácí a plasticky se deformuje jen z přibližně jedné třetiny celkové deformace.



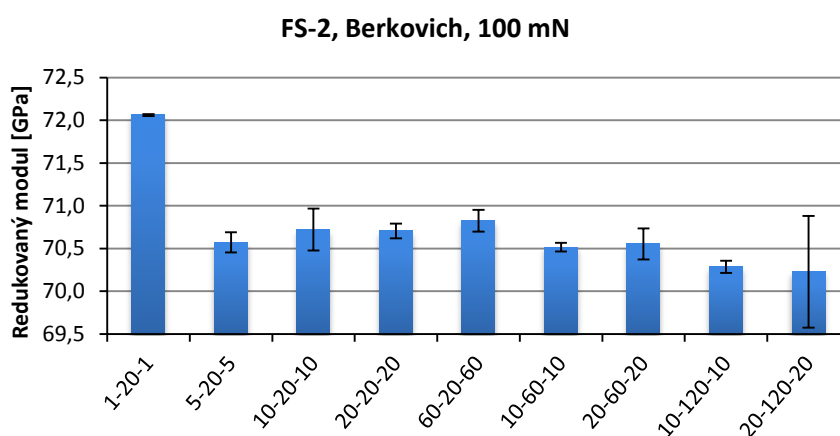
Obrázek 57) Redukovaný modul měřený pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



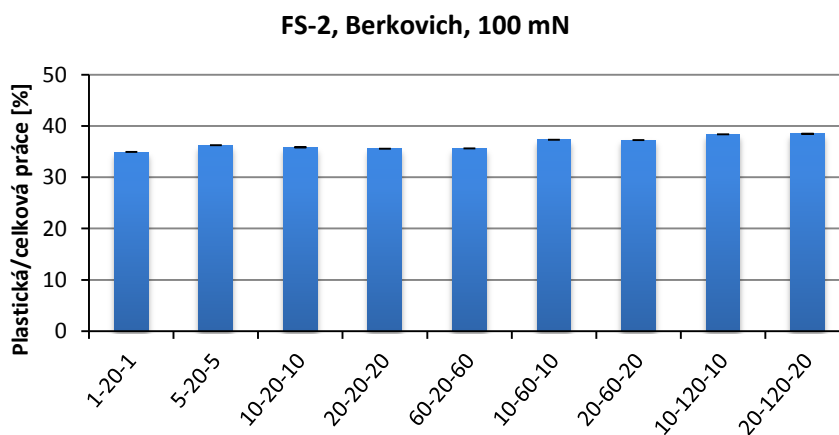
Obrázek 58) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



Obrázek 59) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 20s.



Obrázek 60) Srovnání hodnot redukovaného modulu získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.



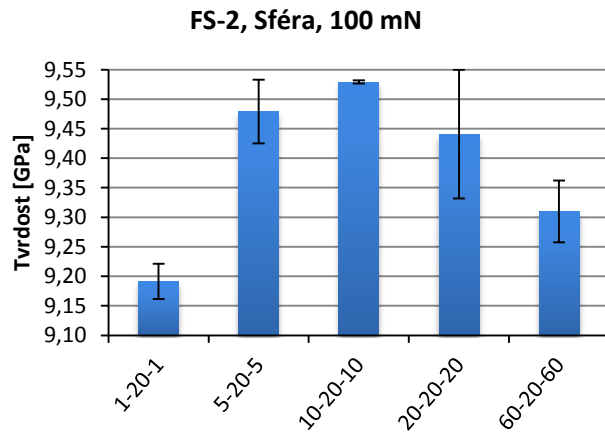
Obrázek č. 61) Srovnání vypočítaných hodnot poměru plastické a celkové práce z indentačního testu při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

6.3.6. Tavený křemen pro sférický hrot

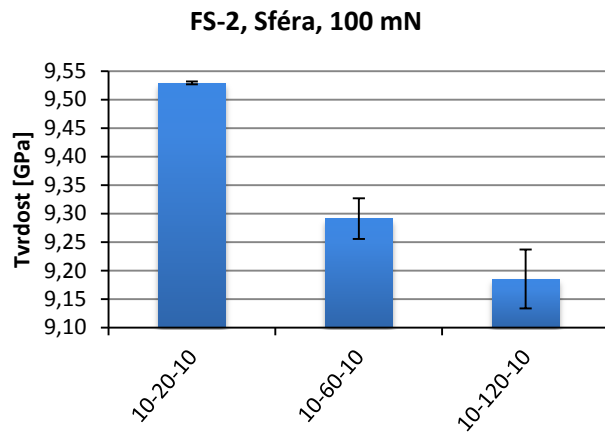
Pro sférický hrot proběhlo měření se stejnými parametry jako u hrotu Berkovich. Testováno bylo při maximálním zatížení 100 mN. Pro dané testování byly vytvořeny grafy tvrdosti (obr. 62 až 64) a redukovaného modulu (obr. 66 až 68), Dále byly vypracovány grafy sumarizující všechny měřené parametry (obr. 65 a obr. 69) a graf poměru plastické a celkové práce (obr. 70).

Vypočítaný průměr tvrdosti je $(9,34 \pm 0,18)$ GPa. Trend klesající tvrdosti lze pozorovat pro stejnou délku zatěžování 10s na obr. 63, podobný trend lze vidět i pro konstantní délku zatěžování 20s na obr. 64. Stejný průběh je pozorovatelný i pro hrot Berkovich na obr. 54 a 55 pro stejné parametry. Pokud si ale prohlédneme hodnoty na obr. 65, zjistíme, že všechna měření spadají do relace průměru a mezí, daných jeho směrodatnou odchylkou, což vede ke stejnému závěru jako v případě hrotu Berkovich, tedy že ač má změna parametrů vliv na hodnoty tvrdosti, nejsou nijak extrémní.

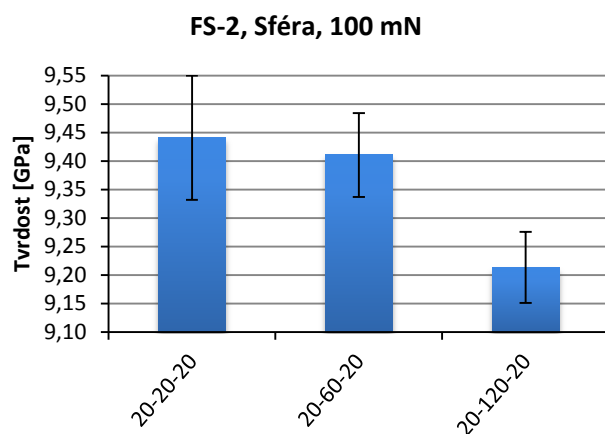
Při srovnání sférického hrotu a hrotu Berkovich lze pozorovat určitou podobnost, hlavně v trendech pro konstantní doby zatěžování 10s a 20s. Indentace sférickým hrotem vykazuje ovšem v rámci tvrdosti, viz obr. 65 a obr. 56. U obou hrotů lze ovšem vidět, že parametr 1-20-1 ústí v pochybné hodnoty tvrdosti a neměl by být používán. Naměřené průměrné hodnoty tvrdosti jsou vyšší u sférického hrotu, a to přibližně o 6%.



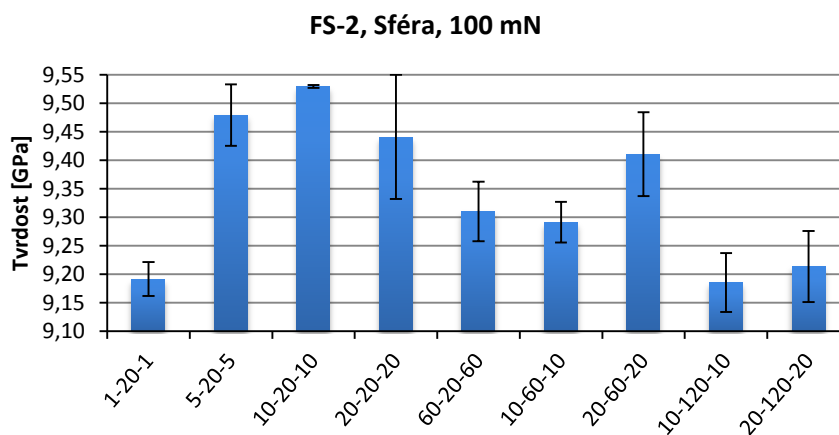
Obrázek č. 62) Tvrdość měřená pro různé doby zátěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



Obrázek 63) Tvrdość měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zátěžování 10s.



Obrázek 64) Tvrdość měřená pro různé doby výdrže a konstantní dobu zátěžování 20s.

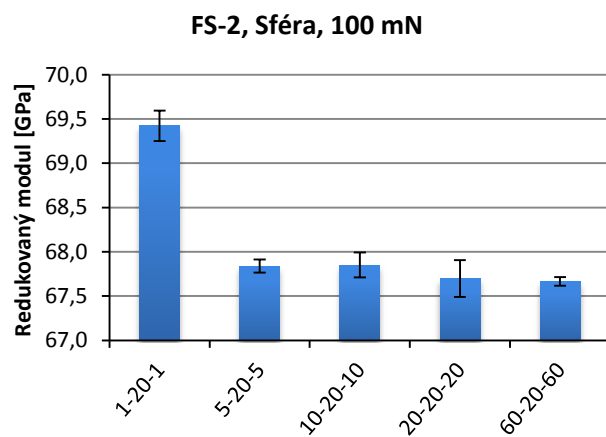


Obrázek 65) Srovnání hodnot tvrdostí získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

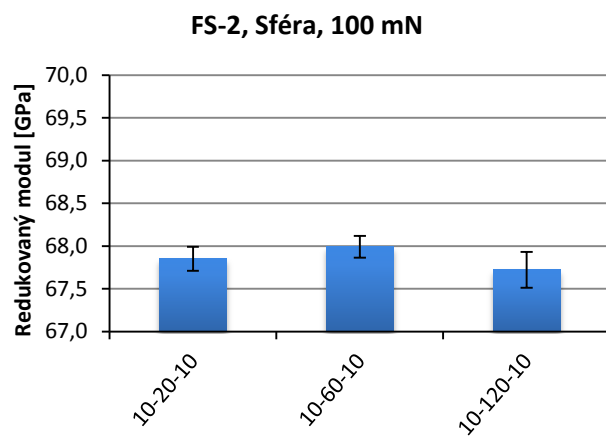
Pro redukovaný modul není viditelný žádný jasný trend, a kromě parametru 1-20-1 se všechny hodnoty redukovaného modulu pohybují v okolí vypočítaného průměru, který činí $(9,34 \pm 0,18)$ GPa.

Poměr plastické a celkové práce je mezi 25 a 30% (obr. 70), což je ještě méně, než v případě Berkovichova indentoru. Vede to ovšem ke stejnému závěru jako u hrotu Berkovich, tedy že materiál se plasticky deformuje jen z jedné třetiny celkové deformace, a tedy se značná část materiálu po odlehčení elasticky navrácí. Vyšší podíl elastické práce také poukazuje na fakt, že sférický hrot je vhodnější pro měření elastických vlastností, což je i v souladu s teorií.

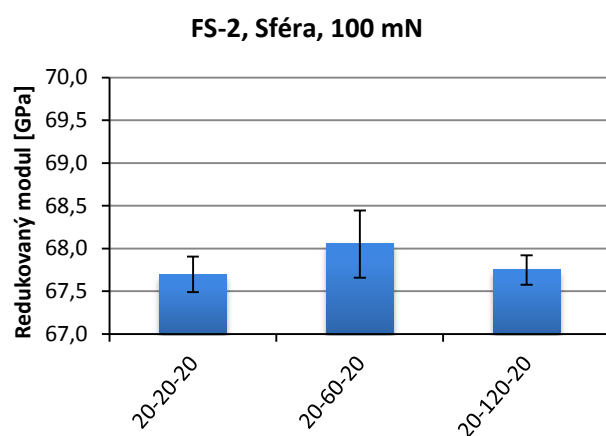
Při srovnání měření redukovaného modulu pro sférický hrot a hrot Berkovich vidíme, že v obou případech se, až na parametr 1-20-1, všechny hodnoty pohybují kolem průměrné hodnoty. Průměrná vypočítaná hodnota je u Berkovichova hrotu přibližně o 4% vyšší, než u sférického hrotu, a ani v tomto případě tedy nezáleží na výběru indentoru. Měření pro 1-20-1 se i zde vymyká standardu a neměl by být používán ani při měření redukovaného modulu.



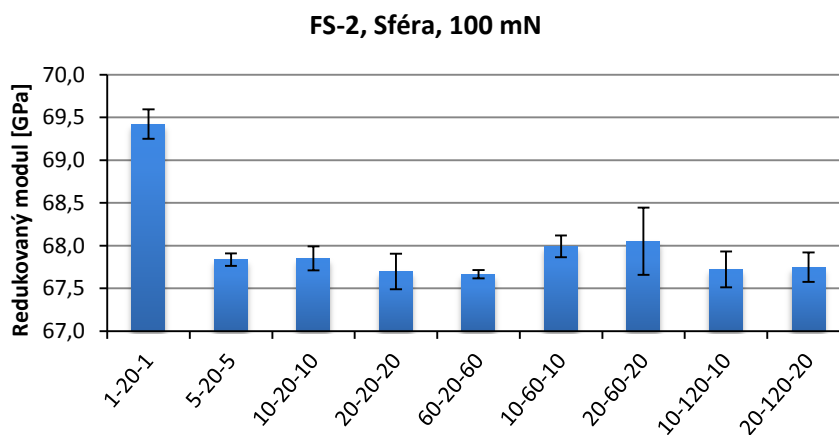
Obrázek 66) Redukovaný modul měřený pro různé doby zatěžování a odlehčování při konstantní době výdrže 20s.



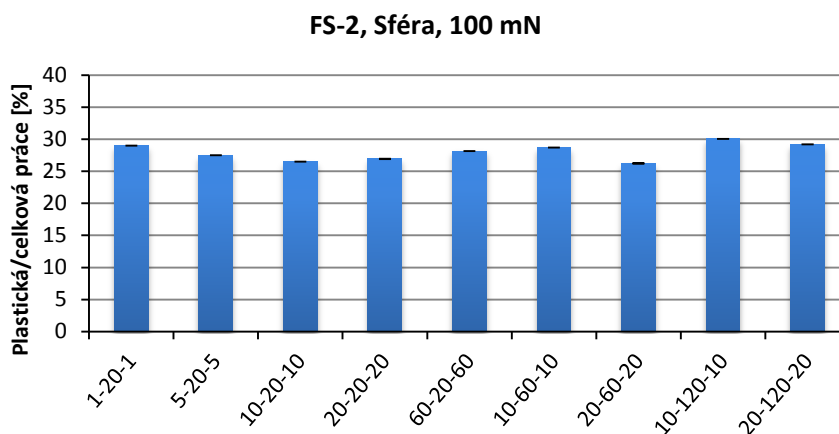
Obrázek 67) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



Obrázek 68) Redukovaný modul měřený pro různé doby výdrže a konstantní dobu zatěžování 10s.



Obrázek 69) Srovnání hodnot redukovaného modulu získaných indentačním testem provedeným při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.



Obrázek 70) Srovnání vypočítaných hodnot poměru plastické a celkové práce z indentačního testu při různých dobách zatížení, výdrže a odlehčení.

6.4. Měření s částečným odlehčením

Při testových cyklech s částečným odlehčením jsou parametry testu například 5-1-5-1, což znamená, že hrot se zatěžuje po dobu 5s na lokální maximum, 1s na tomto maximu setrvává, 5s se odlehčuje na lokální minimum a 1s na tomto minimu setrvává. Poslední číslo udává procentuální hodnotu lokálního maxima zatížení, na kterou se indenter odlehčí (například na 20% lokálního maxima). Indentace, kde není uvedeno jinak, se odlehčují právě na hodnotu 20% lokálního maxima.

V následujícím textu jsou vyobrazeny případné rozdíly v tvrdosti, redukovaném modulu a podíl vynaložené plastické práce a práce celkové pro sférický hrot a hrot typu Berkovich na třech různých materiálech – oceli, skle a polymeru při měření s částečným odlehčením. Jsou zde zhodnoceny i rozdíly mezi oběma metodami, kdy jako srovnávaná hodnota bude průměr bez doby výdrže 1200s.

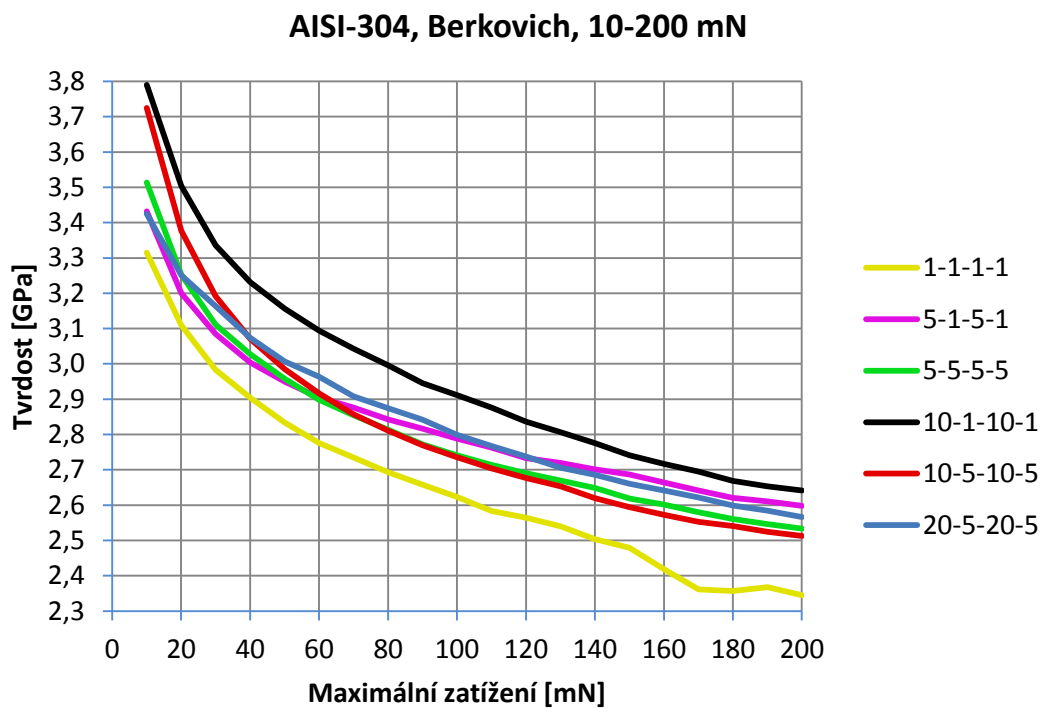
6.4.1. Ocel AISI-304 pro hrot Berkovich

Při indentaci s částečným odlehčením bylo u oceli AISI-304 pro hrot Berkovich voleno zatěžování od 10 mN až po maximum 200 mN.

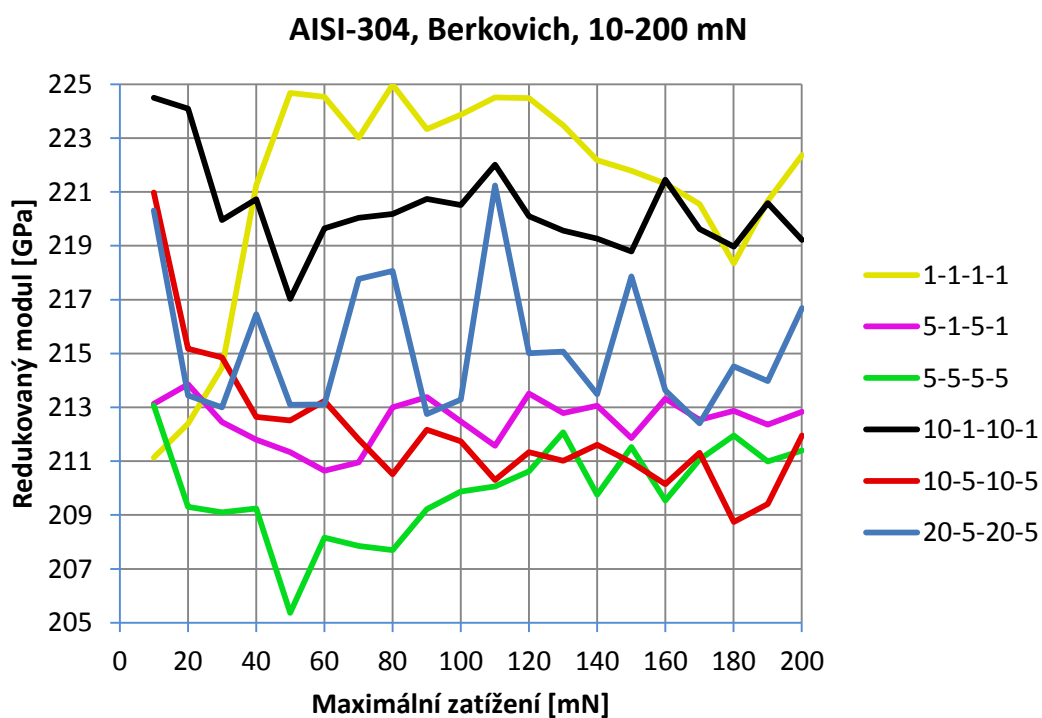
Tvrdot postupně klesá z hodnot mezi 3,3 a 3,8 GPa při 10 mN na hodnoty mezi 2,3 a 2,7 GPa při 200 mN (obr. 71). Nejvyšší tvrdost lze naměřit při parametrech 10-1-10-1, nejnižší při 1-1-1-1, hodnoty ostatních měření se pohybují kolem střední hodnoty. Při srovnání této metody s předešlou jsou zde při 100 mN hodnoty v rozsahu 2,69–2,99 GPa, zatímco průměrná tvrdost naměřená klasickou indentací dává hodnotu $(2,69 \pm 0,27)$ GPa. Částečným odlehčením dostaneme tedy vyšší hodnoty tvrdosti, než v případě postupného zatěžování.

Ač jsou hodnoty redukovaného modulu v rozmezí 205–225 GPa při 10 mN, dle grafu jsou v průběhu testu velmi proměnné a ke konci testu jsou v rozmezí 211–223 GPa při 200 mN, nejbliže střední hodnotě se pohybuje test 20-5-20-5 (obr. 72). Při srovnání této metody s předešlou dostáváme zde při 100 mN hodnoty v rozsahu 209,9–223,9 GPa, průměrný redukovaný modul naměřený klasickou indentací dává hodnotu $(213,7 \pm 16,1)$ GPa.

Výdrž na lokálním maximu a minimu o délce 1s není optimální, protože dává extrémní hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu, viz obr. 71 a obr. 72. Toto je způsobeno nedostatečnou dobou pro relaxaci materiálu.



Obrázek 71) Srovnání všech parametrů měření tvrdosti.



Obrázek 72) Srovnání všech parametrů měření redukovaného modulu.

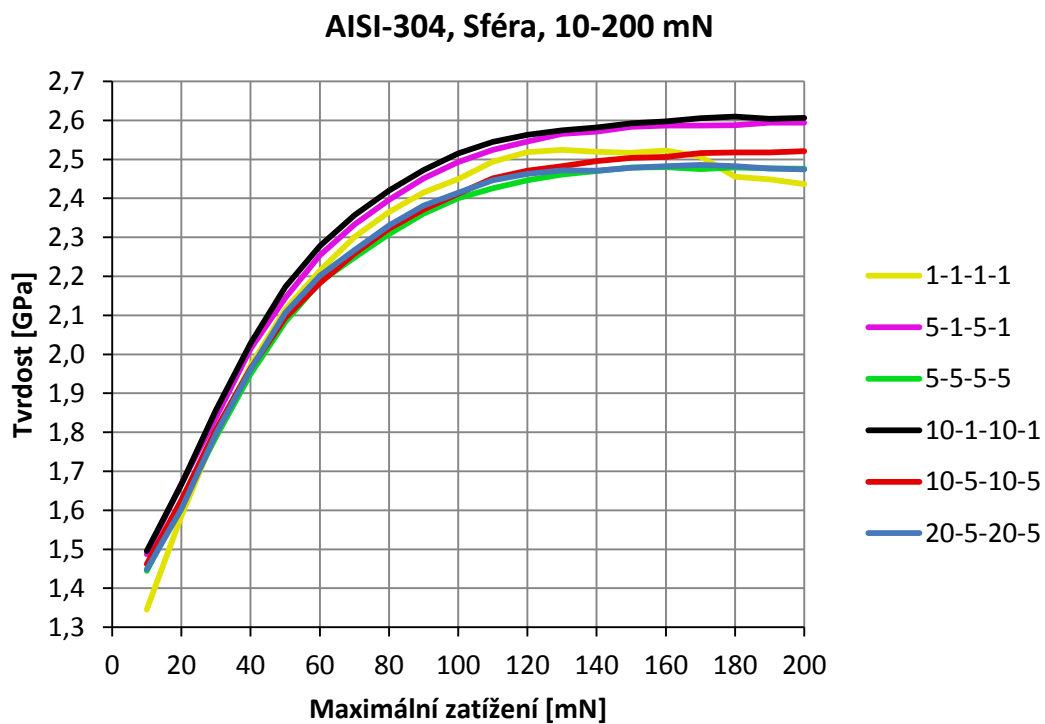
6.4.2. Ocel AISI-304 pro sférický hrot

Při indentaci s částečným odlehčením bylo u oceli AISI-304 pro sférický hrot voleno totožné zatěžování, jako pro hrot Berkovich, tedy od 10 mN až po maximum 200 mN.

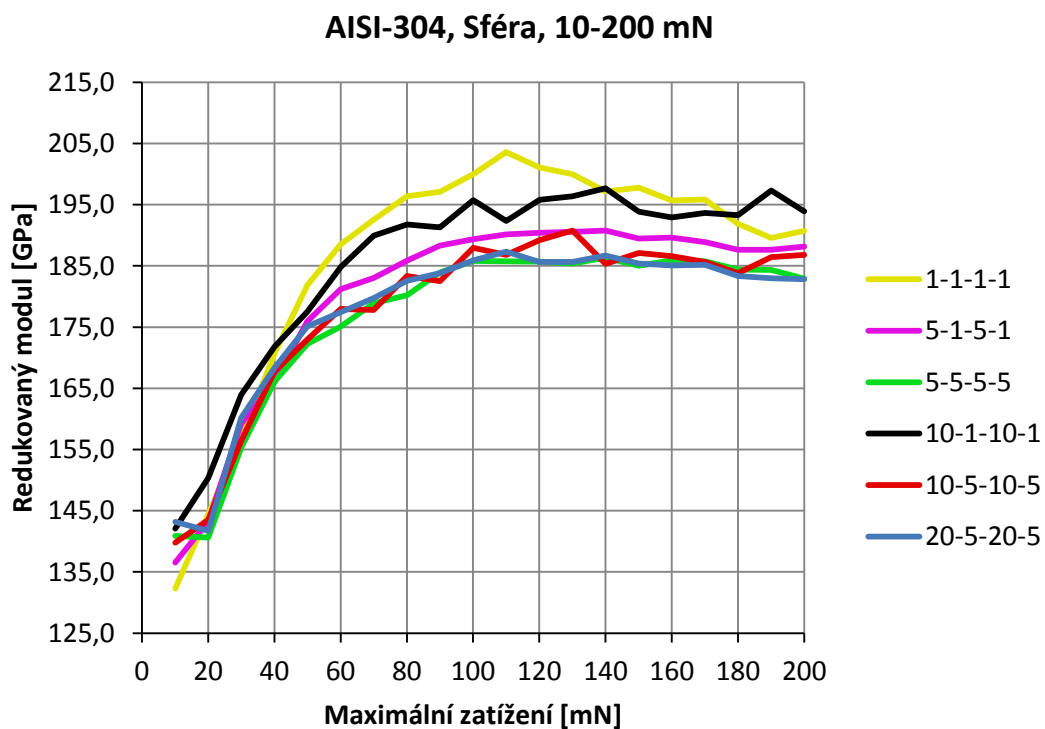
Tvrдость oproti hrotu Berkovich postupně roste z hodnot v rozmezí 1,3–1,5 GPa na hodnoty mezi 2,4 a 2,6 GPa (viz obr. 73). Při srovnání této metody s předešlou dostáváme zde při 100 mN hodnoty v rozsahu 2,41–2,51 GPa, průměrná tvrďost naměřená klasickou indentací dává hodnotu $(2,92 \pm 0,231)$ GPa. Částečným odlehčením tedy dostaneme nižší hodnoty tvrďosti, než v případě postupného zatěžování, oproti předešlému hrotu je to přesný opak.

Počáteční hodnoty redukovaného modulu jsou v rozmezí 125–145 GPa, v průběhu testu ale rostou až do hodnot v rozmezí 180–195 GPa. Nejbližší střední hodnotě se pohybuje test s parametry 10-5-10-5 (obr. 72). Při srovnání této metody s předešlou zde dostáváme při 100 mN hodnoty v rozsahu 185,9–199,9 GPa, průměrný redukovaný modul naměřený klasickou indentací dává hodnotu $(214,7 \pm 16,4)$ GPa, z čehož je patrné, že metoda částečného odlehčení je v tomto případě opět přesnější.

Při srovnání hrotů vidíme diametrální rozdíly, jak v měření tvrďosti, tak redukovaného modulu, kdy tvrďost má v případě hrotu Berkovich (obr. 71) přesně opačný průběh, než u sférického hrotu (obr. 73) – roste. Toto má nejspíš spojitost s rozvojem plastické zóny pod sférickým a pyramidálním hrotem probírané v kap. 1.2. Redukovaný modul má v případě sférického hrotu (obr. 74) stejný průběh jako tvrďost.



Obrázek 73) Srovnání všech parametrů měření tvrdosti.



Obrázek 74) Srovnání všech parametrů měření redukovaného modulu.

6.4.3. Polykarbonát pro hrot Berkovich

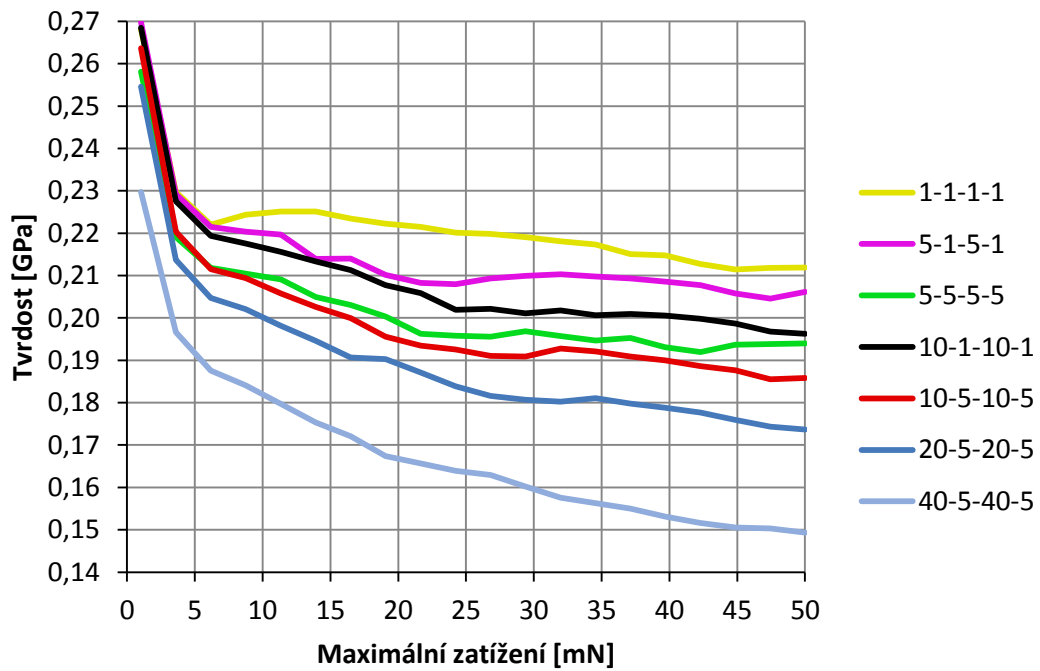
Při indentaci s částečným odlehčením bylo u polykarbonátu pro hrot Berkovich voleno zatěžování od 1 mN až po maximum 50 mN.

Tvrдость postupně klesá z hodnot mezi 0,23 a 0,27 GPa na hodnoty mezi 0,15 a 0,21 GPa (obr. 75). Při srovnání této metody s předešlou dostáváme zde při 10 mN hodnoty v rozsahu 0,179–0,225 GPa, průměrná tvrдость naměřená klasickou indentací dává hodnotu $(0,199 \pm 0,004)$ GPa.

Hodnoty redukovaného modulu v rozmezí 4,2–4,5 GPa, dle grafu jsou v průběhu testu od přibližně 10 mN velmi proměnné a ke konci testu jsou v rozmezí 3,1 – 3,6 GPa. Při srovnání této metody s předešlou dostáváme zde při 10 mN hodnoty v rozsahu 3,53–3,69 GPa, průměrný redukovaný modul naměřený klasickou indentací dává hodnotu $(3,69 \pm 0,03)$ GPa.

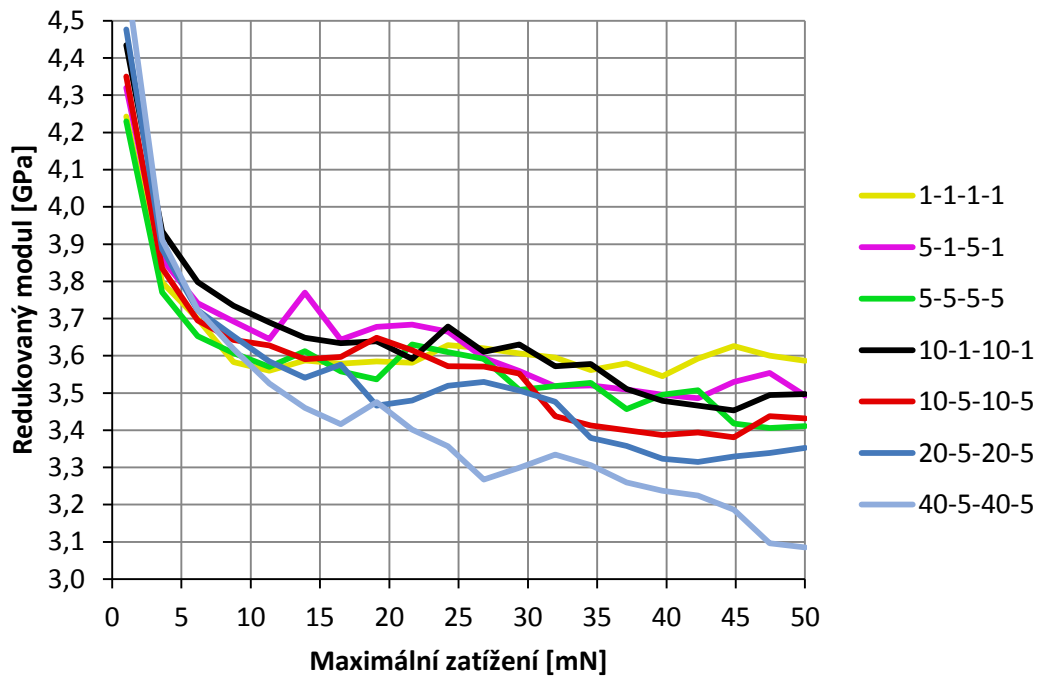
Pro polymerní materiály, jak je zřejmé z obrázků 75 a 76, není vhodné používat příliš pomalé rychlosti zatěžování a odlehčování – toto lze vidět na parametrech 20-5-20-5 a 40-5-40-5, a ani příliš krátké doby zatěžování a odlehčování (1-1-1-1).

Polykarbonát, Berkovich, 1-50 mN



Obrázek 75) Srovnání všech parametrů měření tvrdosti.

Polykarbonát, Berkovich, 1-50 mN



Obrázek 76) Srovnání všech parametrů měření redukovaného modulu.

6.4.4. Polykarbonát pro sférický hrot

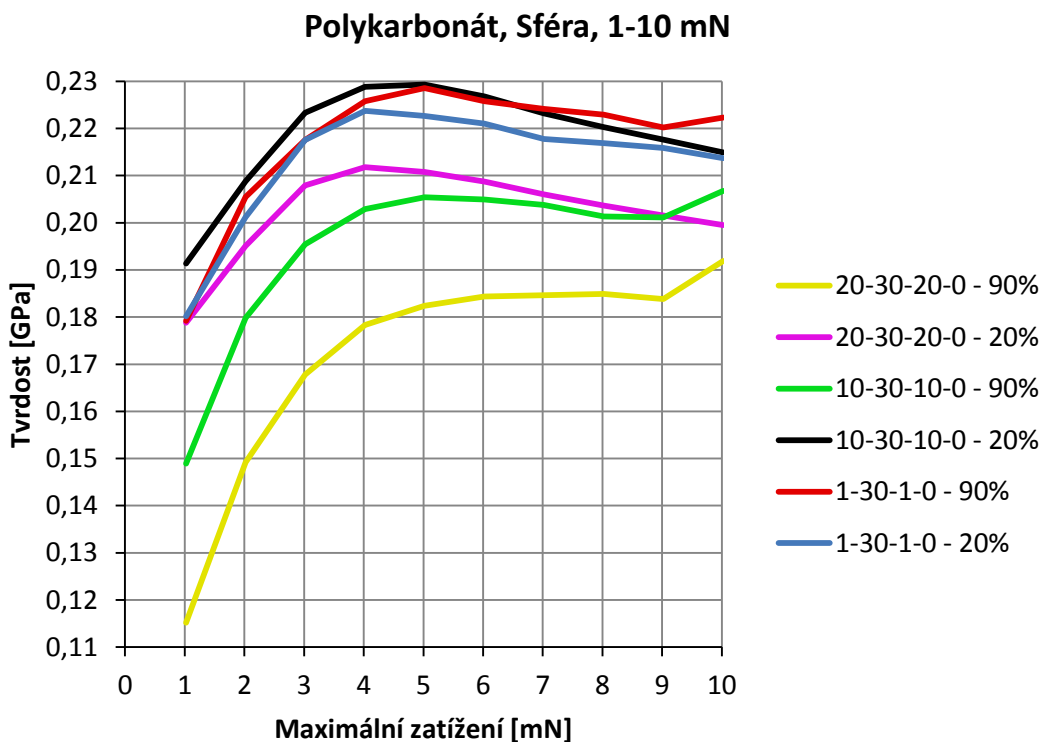
Při indentaci s částečným odlehčením bylo u polykarbonátu pro sférický hrot voleno zatěžování od 1 mN až po maximum 10 mN. Byly zvoleny tři rozdílné parametry testů s tím, že pro každý z nich docházelo k částečnému odlehčení na 20% a na 90% lokálního maxima.

Tvrdoost oproti hrotu Berkovich postupně roste z hodnot mezi 0,11 a 0,19 GPa při 1 mN na hodnoty mezi 0,19 a 0,23 GPa (obr. 77). Při zatížení 10 mN, což je v obou případech zatížení maximální, se hodnoty pro částečné odlehčení nachází v rozsahu 0,192–0,222 GPa, průměrná tvrdoost naměřená klasickou indentací dává hodnotu $(0,217 \pm 0,002)$ GPa.

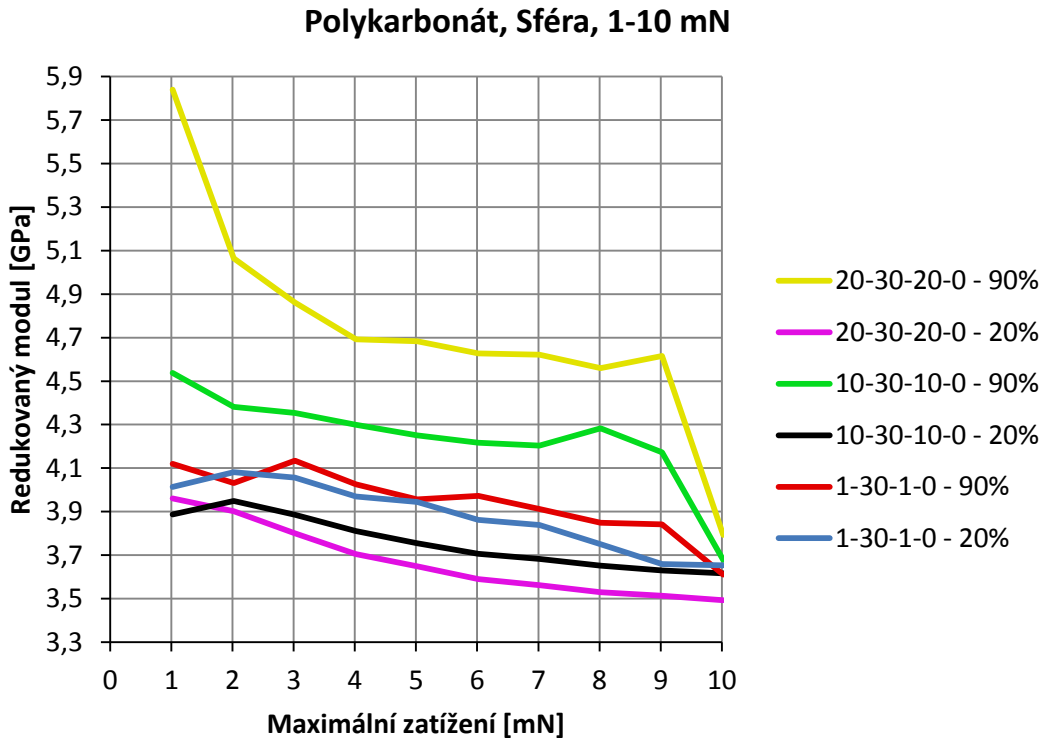
Počáteční hodnoty redukovaného modulu jsou v rozmezí 3,9 – 5,9 GPa při 1 mN, v průběhu testu ale klesají až do hodnot v rozmezí 3,5–3,8 GPa (obr. 78). Při srovnání této metody s předešlou dostáváme při 10 mN hodnoty v rozsahu 3,49–3,68 GPa, průměrný redukovaný modul naměřený klasickou indentací dává hodnotu $(3,67 \pm 0,08)$ GPa.

Odlehčení na 90% lokálního maxima se jeví jako nevhodný parametr pro měření při postupném odlehčování, jak je patrné z obr. 77 a obr 78.

Při srovnání hrotů vidíme diametrální rozdíly v měření tvrdoosti, u redukovaného modulu je průběh sice rozdílný, ale směřuje stejným směrem (od hodnot vyšších k nižším). Tvrdoost má v případě hrotu Berkovich (obr. 75) přesně opačný průběh, než u sférického hrotu (obr. 77) – klesá. Pro sférický hrot byly naměřeny trochu vyšší hodnoty, ale rozdíl není nijak extrémní. Toto přímo souvisí s teorií indentace, kdy u sférického indentoru se plastická zóna rozvíjí postupně s rostoucí zátěží. Zatímco pro ostrý Berkovichův hrot je tvořena okamžitě po kontaktu.



Obrázek 77) Srovnání všech parametrů měření tvrdosti.



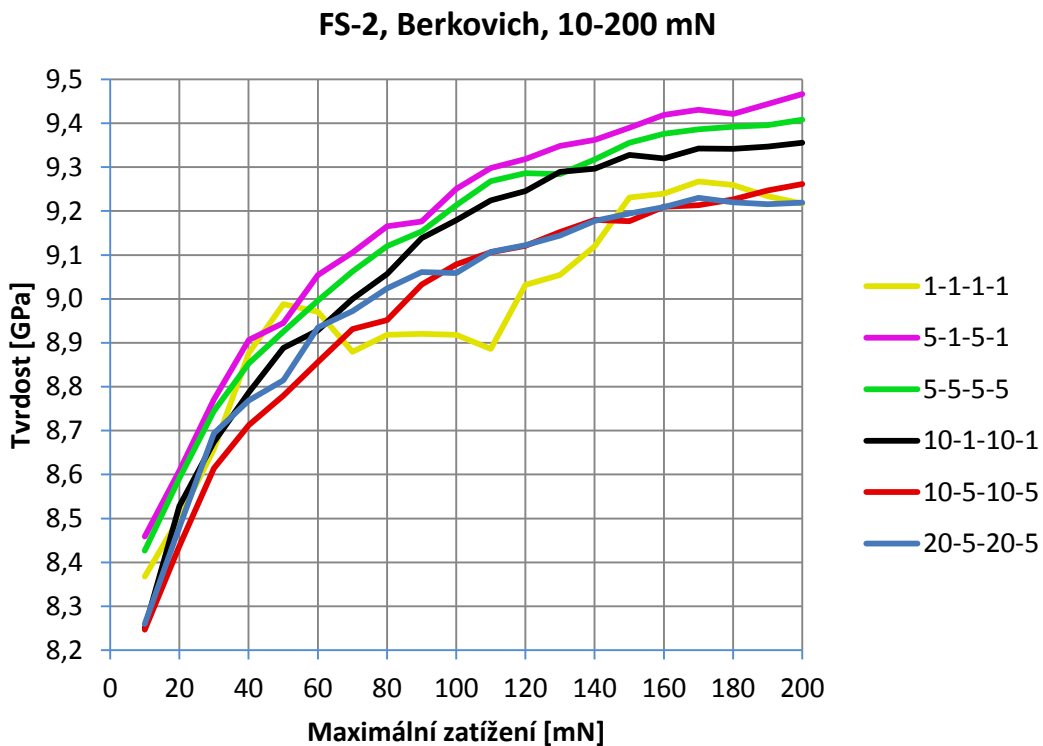
Obrázek 78) Srovnání všech parametrů měření redukovaného modulu.

6.4.5. Tavený křemen pro hrot Berkovich

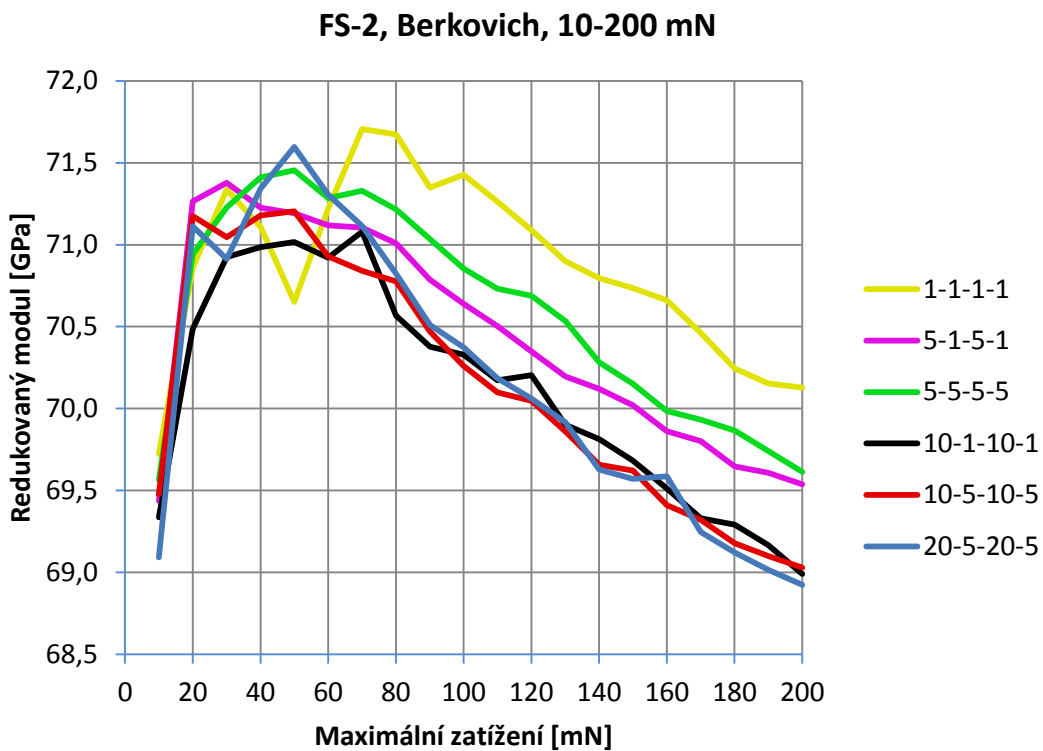
Při indentaci s částečným odlehčením bylo u taveného křemene pro hrot Berkovich voleno zatěžování od 10 mN až po maximum 200 mN.

Tvrдость postupně roste z hodnot mezi 8,2 a 8,5 GPa pro nejnižší zátěže (hloubky okolo 250 nm) na hodnoty mezi 9,2 a 9,5 GPa pro 200 mN (obr. 79). U metody částečného odlehčení jsou při 100 mN hodnoty v rozsahu 8,92–9,25 GPa, průměrná tvrdost naměřená klasickou indentací dává hodnotu $(8,77 \pm 0,24)$ GPa. Při postupném zatěžování získáme nižší hodnotu tvrdosti, ale s větším rozptylem.

Redukovaný modul se na počátku pohybuje v rozmezí 69–70 GPa, poté roste, ale při zatížení přibližně 40 mN začne opět klesat k hodnotám mezi 68,5 a 70,5 GPa. Při srovnání této metody s metodou postupného zatěžování dostáváme při 100 mN hodnoty v rozsahu 68,9–70,1 GPa, průměrný redukovaný modul naměřený klasickou indentací dává hodnotu $(70,7 \pm 0,8)$ GPa. V tomto případě jsou obě metody velmi přesné a není mezi nimi velký rozdíl. Pro připomenutí, nominální hodnota redukovaného modulu pro tavený křemen je 69,64 GPa.



Obrázek 79) Srovnání všech parametrů měření tvrdosti



Obrázek 80) Srovnání všech parametrů měření redukovaného modulu

6.4.6. Tavený křemen pro sférický hrot

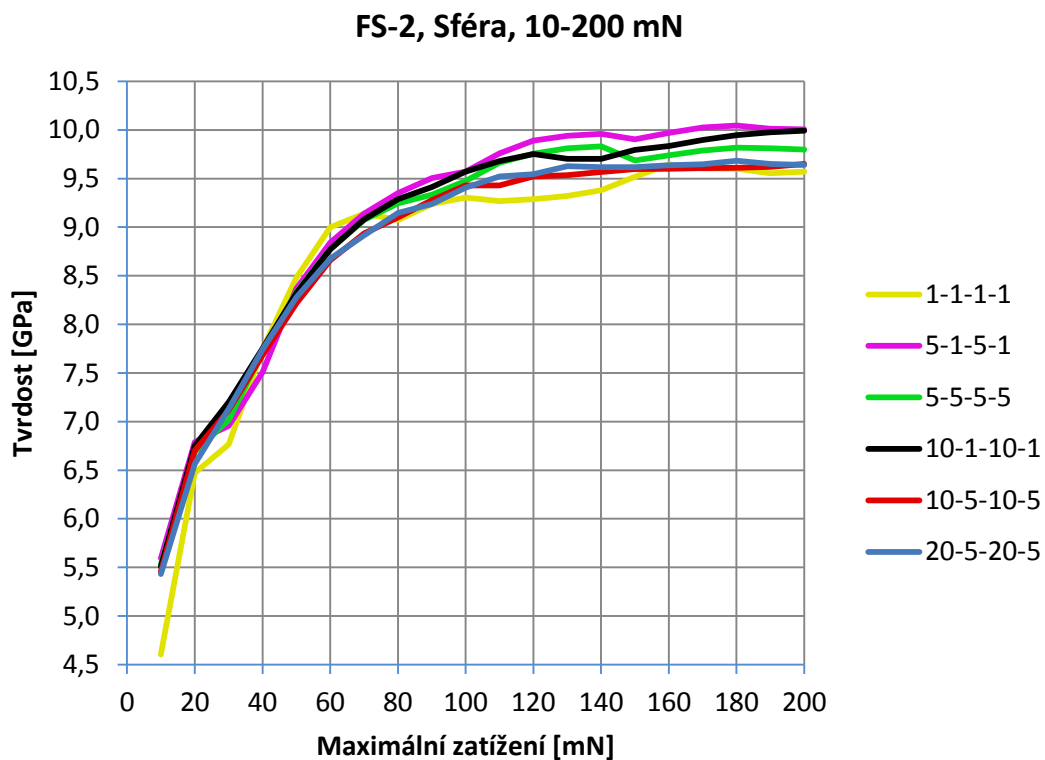
Při indentaci s částečným odlehčením bylo u taveného křemene pro sférický hrot stejně jako pro hrot Berkovich voleno zatěžování od 10 mN až po maximum 200 mN.

Tvrdoost oproti hrotu Berkovich postupně roste z hodnot v rozmezí 4,5–5,0 GPa na hodnoty mezi 9,5 a 10,0 GPa (obr. 81). Při srovnání této metody s předešlou dostáváme při 100 mN hodnoty v rozsahu 9,31–9,57 GPa, průměrná tvrdoost naměřená klasickou indentací dává hodnotu $(9,34 \pm 0,18)$ GPa. Při postupném zatěžování tedy dostaneme nižší hodnoty tvrdoosti, než v případě částečného odlehčení. Oproti hrotu Berkovich jsou hodnoty tvrdoosti u sférického hrotu vyšší.

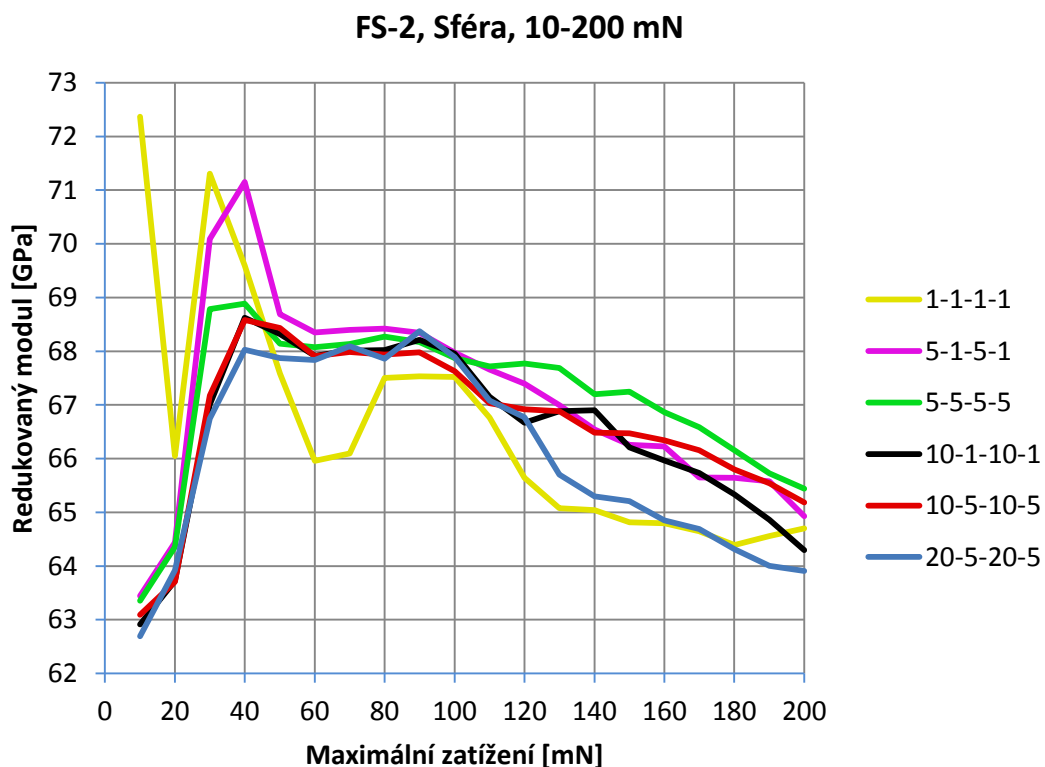
Počáteční hodnoty redukovaného modulu jsou v rozmezí 62,5–72,5 GPa, v průběhu testu ale klesají až do hodnot v rozmezí 64,0 – 65,5 GPa (obr. 82). Při srovnání obou metod při 100 mN dostáváme pro částečné odlehčení hodnoty v rozsahu 67,52–67,98 GPa, průměrný redukovaný modul naměřený klasickou indentací dává hodnotu $(67,99 \pm 0,59)$ GPa. Ač je rozptyl u postupného zatěžování větší, obě metody dávají přibližně stejný výsledek.

Průběh tvrdoosti a redukovaného modulu u parametru 1-1-1-1 dává i zde extrémní hodnoty. Pokles redukovaného modulu při vyšších zátěžích by mohl být v případě sférického i Berkovichova hrotu následkem praskání skla.

Při srovnání hrotů vidíme velmi podobné průběhy při měření tvrdoosti i redukovaného modulu. V měření tvrdoosti i redukovaného modulu, jsou hodnoty získané pomocí hrotu Berkovich (obr. 79 a obr. 80) lehce vyšší, než u sférického hrotu (obr. 81 a obr 82). Srovnáním obou metod pro sférický hrot můžeme vyvodit závěr, že pro sklo nemá výběr metody žádný podstatný efekt.



Obrázek 81) Srovnání všech parametrů měření tvrdosti.



Obrázek 82) Srovnání všech parametrů měření redukovaného modulu.

7. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo zjistit, zda při nanoindentacním testování existuje vliv změny parametrů experimentu (doby zatěžování, odlehčování a výdrže na maximální hodnotě) na získané hodnoty tvrdosti a redukovaného elastického modulu. Výše zmíněné proběhlo pro dva typy nanoindentacního cyklu, pro cyklus postupného zatěžování (klasický nanoindentacní cyklus) a cyklus s částečným odlehčením (po určitém inkrementu zatížení na indenter následuje odlehčení na dané procento z lokálního maxima, toto se děje po několika po sobě jdoucích krocích). Indentace se prováděly pomocí dvou hrotů, sférického, a pyramidálního Berkovichova, do různých typů materiálů, mezi něž patřila ocel AISI-304, polykarbonát, a tavený křemen.

Při testování vlivu parametrů u metody postupného zatěžování se došlo k závěru, že pokud se délky zatěžování, výdrže a odlehčování pohybují v určitém rozmezí, tak jejich změna má minimální vliv na naměřené hodnoty tvrdosti nebo redukovaného modulu. Ty se většinou pohybovaly v určitých mezích, určených průměrem všech hodnot daného měření a jeho směrodatnou odchylkou.

Jedním ze závěrů je i to, že nejvíce podléhá plastické deformaci ocel AISI-304 (přibližně z 90ti procent), následovaná polykarbonátem, který se plasticky deformuje přibližně z 60ti procent. Tavený křemen podléhá plastické deformaci přibližně z jedné třetiny celkové deformace, ze dvou třetin elasticky relaxuje. Pro sférický hrot u taveného křemene byl vypočítán vyšší podíl elastické práce, než tomu bylo v případě Berkovichova indentoru, což poukazuje na fakt, že sférický hrot je vhodnější pro měření elastických vlastností. To je i v souladu s teorií. Tento rozdíl je patrný pouze na taveném křemeni.

Měření s extrémně nízkou dobou zatěžování a odlehčování (do 5s), nebo s velmi dlouhou dobou výdrže na maximálním zatížení (1200s, využívá se ke studování creepu) ovšem ústí v nestandardní výsledky a tyto parametry testů jsou tedy silně nedoporučovány pro měření tvrdosti a redukovaného modulu.

U testování vlivu parametrů za použití metody částečného odlehčení bylo hodnocení výsledků komplikovanější. Výstupem testů totiž nebyla jedna jediná hodnota tvrdosti nebo redukovaného modulu, ale jejich vývoj se zvyšujícím se inkrementem zatížení, jinými slovy hloubkový profil. V tomto případě mohl mít na měření vliv jak typ testovaného materiálu (mohlo docházet například k deformačnímu zpevňování nebo praskání), tak použitý indenter (rozvoj plastické oblasti je pro oba indentory rozdílný).

Měření s odlehčením na extrémně vysoké procento lokálního maxima (90%), s velmi dlouhými dobami zatěžování a odlehčování, nebo velmi krátkými dobami zatěžování a odlehčování není doporučeno, protože ústí v nestandardní výsledky. Výdrž na lokálním maximu a minimu o délce 1s není optimální, protože ústí v pochybné hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu. Toto je nejspíše způsobeno nedostatečnou dobou pro relaxaci materiálu.

Změny hodnot tvrdosti a redukovaného modulu v průběhu testování jsou s nejvyšší pravděpodobností způsobeny rozdíly v rozvoji plastické zóny pod sférickým a pyramidálním indentorem. U sférického indentoru se plastická zóna rozvíjí postupně s rostoucí zátěží, zatímco pro ostrý Berkovichův hrot je vytvořena okamžitě po kontaktu.

Výsledky ukázaly, že ani typ indentoru, pokud je správně kalibrována jeho tvarová funkce (kalibrace probíhá na taveném křemenu) nevykazuje extrémní rozdíly v měřených hodnotách. Pokud tedy nechceme studovat rozdílný vývoj hodnot tvrdosti a redukovaného modulu se zvyšujícím se zatížením, nezáleží, zda použijeme hrot sférický nebo Berkovichův. Obecně se ovšem pro měření elastických vlastností materiálu využívá sférický hrot. Naopak Berkovichův indenter se využívá především pro měření tvrdosti daného materiálu.

Seznam použitých symbolů

a	poloměr kontaktního kruhu
A	promítnutá kontaktní plocha
A_i	ideální kontaktní plocha
BHN	Brinellovo číslo tvrdosti
C	konstanta C (Constraint factor)
C_f	poddajnost přístroje
d	průměr kontaktního kruhu
D	průměr indentoru
D_h	index houževnatosti
E	Youngův modul pružnosti indentoru
E'	Youngův modul pružnosti vzorku
E^*	redukovaný modul
E_{IT}	indentační modul
h	hloubka
h_a	hloubka kontaktního kruhu měřená z volného povrchu
h_e	elastické vytlačení
h_f	finální hloubka, konečná hloubka zbytkového vtisku
h_p	hloubka kontaktního kruhu
h_s	posunutí povrchu v kontaktním obvodu
h_t	celková hloubka
H	tvrdost
HV	Vickersova tvrdost
H_{IT}	indentační tvrdost
K	konstanta
p	tlak
p_m	střední kontaktní tlak
P	zatížení indentoru
R	poloměr indentoru
S	kontaktní tuhost
VDH	Vickersova diamantová tvrdost
W_e	elastická práce
W_p	plastická práce
W_t	celková práce
Y	mez kluzu
β	korekční faktor tuhosti
δ	indentační hloubka měřená z kontaktního kruhu
ε	deformace
ν	Poissonův poměr
σ	hlavní (osové) napětí
τ	smykové napětí

Seznam použité literatury

- [1] Wolf, B., *Inference of Mechanical Properties from Instrumented Depth Sensing Indentation at Tiny Loads and Indentation Depths*. 2000, Institut für Kristallographie und Festkörperphysik, Dresden, Germany. p. 377-399.
- [2] Fischer-Cripps, A.C., *Nanoindentation*. 2nd ed. . 2004, New York: Springer-Verlag. 226.
- [3] ČSN, *ČSN EN ISO 14577-1:2002 - Kovové materiály-Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů*. 2002.
- [4] Hertz, H., *On the contact of elastic solids*. J. Reine Angew. Math 92, 1881: p. 156-171.
- [5] Hertz, H., *On hardness*. Verh. Ver. Beförderung Gewerbe Fleisses 61, 1882.
- [6] Timoshenko, S. and J.N. Goodyear, *Theory of Elasticity*. 2nd ed, ed. McGraw-Hill. 1951, N.Y.
- [7] Sneddon, I.N., *Boussinesq's problem for a rigid cone*. 1948, Proc. Cambridge Philos. Soc. 44. p. 492-507.
- [8] Fischer-Cripps, A.C., *Introduction to Contact Mechanics*. 2nd ed. 2007, New York: Springer-Verlag. 226.
- [9] Swain, M.V. and J.T. Hagan, *Indentation plasticity and the ensuing fracture of glass*. J. Phys. D: Appl. Phys. , 1976. 9: p. 2201-2214.
- [10] Shaw, M.C., *The fundamental basis of the hardness test*, in *The Science of Hardness Testing and its Research Applications*, J.H. Westbrook and H. Conrad, Editors. 1973, American Society for Metals: Ohio, OH. p. 1-15.
- [11] Tabor, D., *The Hardness of Metals*. 1951, Oxford: Clarendon Press.
- [12] Huber, M.T., *Contact of solids elastic bodies*. Ann. D. Physik, 1904. 14 1: p. 153-163.
- [13] Samuels, L.E. and T.O. Mulhearn, *An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions*. J. Mech. Phys. Solids, 1957. 5: p. 125-134.
- [14] Marsh, D.M., *Plastic flow in glass*. 1964, Proc. Roy. Soc. . p. 420-435.
- [15] Hill, R., *The Mathematical Theory of Plasticity*. 1950, Oxford: Clarendon Press.
- [16] Johnson, K.L., *The correlation of indentation experiments*. J. Mech. Phys. Solids 18, 1970: p. 115-126.
- [17] Johnson, K.L., *"Contact Mechanics"*. 1985, Cambridge: Cambridge University Press.
- [18] Ahn, J.H. and D. Kwon, *Derivation of plastic stress-strain relationship from ball indentations: Examination of strain definition and pileup effect*. J. Mater Res. 16 11, 2001: p. 3170-3178.
- [19] Thurn, J., D.J. Morris, and R.F. Cook, *Depth-sensing indentation at macroscopic dimensions*. J. Mater Res. 17 10, 2002: p. 2679-2690.
- [20] W.D.Callister, J., *Materials Science and Engineering: An Introduction*. seventh ed. 2007, New York: John Wiley and Sons, Inc.
- [21] Fröhlich, F., P. Grau, and W. Grellmann, *Performance and analysis of recording microhardness tests*. Phys. Stat. Sol. (a), 1977. 42: p. 79-89.
- [22] Berkovich, E.S., *Three-faceted diamond pyramid for micro-hardness testing*. Ind. Diamond Rev. 11, 1951. 127: p. 129-133.
- [23] Pharr, G.M., W.C. Oliver, and F.R. Brotzen, J. Mater. Res., 1992. 7(613).

- [24] Oliver, W.C. and G.M. Pharr, *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. 1992. p. 20.
- [25] Oliver, W.C. and G.M. Pharr, *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements of methodology*. 2004. p. 18.
- [26] Sneddon, I.N., *Int. J. Engng. Sci.*, 1965. 3(47).
- [27] Bulychev, S.I., et al., *Zavod. Lab.*, 1975. 41(1137).
- [28] Cheng, Y.-T. and C.-M. Cheng, *Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements*. *Materials Science and Engineering R* 44, 2004.
- [29] Alao, A.-R. and L. Yin, *Nanoindentation characterization of the elasticity, plasticity and machinability of zirconia*. *Materials Science & Engineering A*, 2015. 628: p. 181-187.
- [30] Sakai, M. and J. Mater, *The Meyer hardness: A measure for plasticity?* *Journal of Materials Research*, 1999. 14(09): p. 3630-3639.
- [31] Chudoba, T., N. Schwarzer, and F. Richter, *New possibilities of mechanical surface characterization with spherical indenters by comparison of experimental and theoretical results*, in *Thin Solid Films*. 1999, Technical University of Chemnitz, Institute of Physics: Chemnitz, Germany.
- [32] Fischer-Cripps, A.C., *Unpublished work*. 2003.
- [33] Chudoba, T., et al., *Young's modulus measurements on ultra-thin coatings*. *J. Mater Res.*, 2004. 19(1): p. 14.
- [34] Chudoba, T., et al., *Determination of mechanical film properties of a bilayer system due to elastic indentation measurements with a spherical indenter*, in *Thin Solid Films*. 2000, Technical University of Chemnitz (Institute of Physics) and Federal Institute of Materials Research and Testing: Germany.
- [35] A., B. and P. G., *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*. *J. Mater Res.*, 1998. 13(4): p. 1049-1058.
- [36] A., G. and S. S., *Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation*. *Scr. Mater* 1999. 40(10): p. 1191-1198.
- [37] Ladani, L., et al., *Effect of Varying Test Parameters on Elastic-plastic Properties Extracted by Nanoindentation Tests*. *Experimental Mechanics*, 2013. 53: p. 1299-1309.
- [38] Stainless, N.A. *Long Products Stainless Steel Grade Sheet - Grade-304-304L*. 2010; Available from: <http://www.northamericanstainless.com/wp-content/uploads/2010/10/Grade-304-304L.pdf>.
- [39] Charles E. Carraher, J., *Seymour/Carraher's Polymer Chemistry*. Sixth ed. 2003, College of Science, Florida Atlantic University Boca Raton, and Florida Center for Environmental Studies Palm Beach Gardens, Florida, U.S.A.
- [40] Spezialglas, H. *DataSheet: FSUV1 (Fused Silica) and FQViS2 (Fused Quartz)*. Available from: http://www.hebo-glass.com/public/pdf/datasheet_quartz.pdf.