



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MECHANIKY TĚLES, MECHATRONIKY A BIOMECHANIKY

INSTITUTE OF SOLID MECHANICS, MECHATRONICS AND BIOMECHANICS

VÝPOČTOVÉ MODELOVÁNÍ NANOINDENTAČNÍ ZKOUŠKY S ROTAČNĚ SYMETRICKÝMI INDENTORY

COMPUTATION MODELLING OF THE NANOINDENTATION TEST WITH THE AXISYMMETRIC INDENTERS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Igor Ballo

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Jaroslav Kovář

BRNO 2023

Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky
Student:	Bc. Igor Ballo
Studijní program:	Inženýrská mechanika a biomechanika
Studijní obor:	Inženýrská mechanika
Vedoucí práce:	Ing. Jaroslav Kovář
Akademický rok:	2022/23

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

Výpočtové modelování nanoindentační zkoušky s rotačně symetrickými indentory

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Nanoindentační zkouška slouží k určování lokálních mechanických vlastností materiálu, zejména jeho tvrdosti a modulu pružnosti. Tyto vlastnosti jsou určovány z měřené závislosti síly na posuvu indentoru (tzv. indentační křivky), která se určuje vtiskáváním indentoru do vzorku. Vzhledem k velmi malým rozměrům vtisků je pro pochopení mechanismů, které nastávají při nanoindentaci nutné použití výpočtového modelování.

Pro rotačně symetrické indentory existují analytické výpočty, se kterými je za použití výrazných zjednodušujících předpokladů možné určit indentační křivky a kontaktní tlaky. Pomocí těchto vztahů je taktéž možné určit modul pružnosti. Pro kuželový indenter bylo odvozeno Sneddonovo řešení, které předpokládá indentaci elastického poloprostoru tuhým kuželovým indentorem. Pro sférický indenter je možné použít Hertzovu teorii a s jejím rozšířením je možné vykreslit napěťová pole pod indentorem.

Práce bude zaměřena na porovnání výsledků výpočtového modelování pomocí metody konečných prvků v softwaru ANSYS s výsledky analytických výpočtů. K tomu bude použit některý z běžně používaných softwarů (Matlab, Excel, Maple...), se kterým bude určen modul pružnosti z indentačních křivek. Z výsledků budou posouzeny odchylky, které způsobují předpoklady použité pro analytické výpočty a vymezena oblast, ve které jsou tyto výpočty použitelné.

Cíle diplomové práce:

- 1) Provést rešerši vztahující se k tématu nanoindentace a analytických výpočtů, které se k ní vztahují
- 2) Vytvořit výpočtové modely nanoindentační zkoušky s rotačně symetrickými indentory
- 3) Provést deformačně–napěťovou analýzu indentační zkoušku wolframu s kuželovým indentorem bez uvažování plastické deformace a porovnat numerické výsledky s analytickým řešením
- 4) Provést deformačně–napěťovou analýzu indentační zkoušku wolframu s kuželovým indentorem s uvažováním plastické deformace a určit vliv plasticity na výsledky indentační zkoušky
- 5) Provést deformačně–napěťovou analýzu indentační zkoušku wolframu sférickým indentorem a analyzovat použitelnost analytických vztahů pro určování modulu pružnosti

Seznam doporučené literatury:

- [1] OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, 7(06), 1564-1583. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.1992.1564
- [2] OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research* [online]. 2004, 19(01), 3-20, ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3
- [3] SNEDDON, Ian N. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science*. 1965, 3(1), 47-57. ISSN 00207225. Dostupné z: doi:10.1016/0020-7225(65)90019-4

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

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Jindřich Petruška, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Táto diplomová práca sa zaoberá nanoindentačnou skúškou, ktorá je stále častejšie využívaná na určenie mechanických vlastností materiálov. V práci je podrobne popísaný celý proces nanoindentácie a jej výhody, ako napríklad možnosť testovania tenkých vrstiev alebo rôznych povlakov. Okrem toho sú predstavené základné metódy analytického spracovania výsledných dát pomocou Sneddonovej, Hertzovej a Oliver-Pharr analýzy. Praktická časť tejto práce je zameraná práve na overenie týchto zjednodušených analytických vzťahov pomocou výpočtových modelov nanoindentačnej skúšky kužeľového a sférického indentoru vytvorených použitím metódy konečných prvkov. V tejto časti sa neoveruje iba presnosť samotných metód ale aj aplikovateľnosť a nutnosť použitia modifikácií a korekcií spojených s týmito analýzami. Skúšobné teleso pozostávalo z materiálu volfrámu, ktorého model materiálu bol v jednom prípade uvažovaný ako lineárne-elastický a v druhom prípade ako elasto-plastický. Poznatky z tejto práce môžu byť užitočné pre ďalší výskum v tejto oblasti ako aj pri rôznych aplikáciách nanoindentačnej skúšky.

Kľúčové slová

nanoindentácia, kužeľový indenter, sférický indenter, Sneddonovo riešenie, Hertzov model, metóda Oliver-Pharr

Abstract

This diploma thesis deals with the nanoindentation test, which is increasingly used to determine the mechanical properties of materials. The entire process of nanoindentation and its advantages, such as the possibility of testing thin layers or different coatings, are described in more detail in the thesis. In addition, the basic methods of analytical processing of the resulting data using Sneddon's, Hertz's and Oliver-Pharr analysis are presented. The practical part of this thesis is focused precisely on the verification of these simplified analytical relationships using numerical models of the nanoindentation test of conical and spherical indenter created using the finite element method. In this part, not only the accuracy of the methods themselves is verified, but also the applicability and necessity of using modifications and corrections associated with these analyses. The test body consisted of tungsten material, the model of which was considered in one case as linear elastic and in the other as elasto-plastic. Knowledge from this work can be useful for further research in this area as well as for various applications of nanoindentation testing.

Key words

nanoindentation, conical indenter, spherical indenter, Sneddon's solution, Hertz model, Oliver-Pharr method

Bibliografická citácia

BALLO, Igor. Výpočtové modelování nanoindentační zkoušky s rotačně symetrickými indentory. Brno, 2023. Dostupné také z: <https://www.vut.cz/studenti/zav-prace/detail/148214>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky. Vedoucí práce Jaroslav Kovář.

Čestné prehlásenie

Prehlasujem, že som predloženú prácu vypracoval samostatne pod vedením Ing. Jaroslava Kováča a s použitím literatúry uvedenej v zozname.

V Brne dňa 26.5.2023

.....

Igor Ballo

Pod'akovanie

Najmä by som chcel pod'akovať svojmu vedúcemu práce Ing. Jaroslavovi Kovárovi za odborné vedenie, vecné pripomienky a hlavne jeho ochotu venovať mi svoj čas pri tvorbe tejto diplomovej práce. Ďalej by som sa chcel pod'akovať svojim rodičom za ich neustálu podporu, bez ktorej by som si moje štúdium nevedel predstaviť.

Obsah

1 Úvod	16
1.1 Popis problémovej situácie.....	17
1.2 Formulácia problému	17
1.3 Formulácia cieľov práce.....	17
2 Nanoindentácia	18
2.1 Princíp nanoindentácie	18
2.1.1 Druhy indentorov	19
2.1.2 Pile-up a Sink-in.....	20
2.1.3 Analytické spracovanie	21
2.2 Analýza podľa Sneddona	22
2.3 Analýza podľa Hertza.....	25
2.4 Analýza podľa Oliver-Pharr	27
2.4.1 Priemet kontaktnej plochy	28
2.4.2 Radiálne posuvy.....	29
2.4.3 Efektívny tvar indentora.....	30
2.4.4 Finálna podoba Oliver-Pharr analýzy	31
3 Deformačne napät'ová analýza nanoindentáčnej skúšky s kužel'ovým indentorom ..	32
3.1 Konfigurácia výpočtového modelu	32
3.1.1 Model geometrie	32
3.1.2 Model materiálu	33
3.1.3 Nastavenie siete prvkov	33
3.1.4 Okrajové podmienky.....	35
3.2 Výsledky.....	36
3.2.1 Spracovanie numerických výsledkov.....	36
3.2.2 Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom.....	39
3.3 Citlivostná analýza veľkosti geometrie na tvar indentačnej krivky	42
3.3.1 Citlivostná analýza veľkosti skúšobného telesa.....	42
3.3.2 Citlivostná analýza veľkosti indentoru	43
3.4 Výsledky pre zväčšený výpočtový model.....	45
3.4.1 Spracovanie numerických výsledkov.....	45
3.4.2 Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom.....	47
4 Deformačne napät'ová analýza nanoindentáčnej skúšky s kužel'ovým indentorom s uvažovaním plastických deformácií.....	50
4.1 Konfigurácia výpočtového modelu	50
4.1.1 Model geometrie	50

4.1.2	Model materiálu.....	51
4.1.3	Nastavenie siete prvkov.....	52
4.1.4	Okrajové podmienky	53
4.1.5	Faktor tolerancie penetrácie	53
4.2	Výsledky	54
4.2.1	Spracovanie numerických výsledkov	54
4.2.2	Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom	59
5	Deformačne napät'ová analýza nanoindentačnej skúšky so sférickým indentorom s uvažovaním plastických deformácií	62
5.1	Konfigurácia výpočtového modelu.....	62
5.1.1	Model geometrie.....	62
5.1.2	Model materiálu.....	63
5.1.3	Nastavenie siete prvkov.....	63
5.1.4	Okrajové podmienky	64
5.2	Overenie analýzy podľa Hertza	65
5.3	Výsledky	68
5.3.1	Spracovanie numerických výsledkov	68
5.3.2	Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom	73
6	Záver	76
7	Zoznam použitých zdrojov.....	78
8	Zoznam použitých skratiek, symbolov a veličín	81
9	Zoznam obrázkov	83
10	Zoznam tabuliek	86

1 Úvod

Nanoindentácia je menej známa ale stále častejšie využívaná metóda na určenie mechanických vlastností materiálov. Táto metóda je založená na princípe vtláčania telesa do skúšobnej vzorky, ktorej vlastnosti sú predmetom skúmania. Z tohto procesu sa zaznamenáva hĺbka vtláčania telesa vnikajúceho do vzorky a aplikovaná sila, z ktorých po analytickom spracovaní je možné získať mechanické vlastnosti testovaného materiálu. Veľkou výhodou nanoindentácie je práve veľkosť odtlačku v skúšobnom telese po vykonaní tejto skúšky, ktorého rozmery sa pohybujú v rádoch nanometrov až mikrometrov. Vďaka tomuto sa často používa aj na testovanie veľmi tenkých vrstiev prípadne rôznych povlakov, a je dokonca často označovaná aj ako relatívne nedeštruktívna skúška.

Nanoindentory sa prvý krát začali objavovať až v 80. rokoch minulého storočia, pričom nanoindentáčna skúška bola založená na analytických výpočtov odvodených už v polovici 20. storočia. Tieto výpočty nesú názov Sneddonova analýza, ktorá v tej dobe pracovala len s vtláčaním kužeľu do vzorky. Najväčším obmedzením tejto analýzy je, že sa dá použiť iba v prípade lineárne-elastického materiálu skúšobného telesa. Až na konci 20. storočia bola vytvorená Oliver-Pharr analýza, ktorá dokáže zobrať do úvahy, nie len elastické, ale aj plastické správanie materiálu skúšobného telesa. Aj najmä vďaka tomuto pokroku sa nanoindentácia začala pomaly rozširovať, čo prispelo k vzniku ďalších štúdií s novými korekciami a vylepšeniami pôvodnej metódy.

Praktická časť tejto práce je zameraná práve na aplikovanie zjednodušených analytických vzťahov na výsledné dáta z výpočtových modelov nanoindentáčnych skúšok, určených za pomoci metódy konečných prvkov, a overenie ich platnosti a použiteľnosti. Prvý výpočtový model pozostáva z kužeľovitého telesa, nazývaného indentor, vnikajúceho do skúšobného telesa tvoreného lineárne-elastickým modelom materiálu. Tento model bližšie overuje platnosť Sneddonovej analýzy. Samotná Sneddonova analýza položila základy pre odvodenie Oliver-Pharr analýzy, a preto druhý výpočtový model, ktorý overuje platnosť Oliver-Pharr analýzy, pozostáva z rovnakej geometrickej konfigurácie, ako predchádzajúci model, ale je tvorený elasto-plastickým modelom materiálu skúšobného telesa. Aby bola overená aj univerzálnosť tejto metódy na zmenu tvaru indentoru, posledný výpočtový model pozostával z guľovitého indentoru, ktorého skúšobné teleso je znova tvorené elasto-plastickým modelom materiálu. Pri tomto modeli bola použitá Oliver-Pharr analýza, ktorá bola kvôli guľovému tvaru indentora modifikovaná Hertzovou analýzou. Táto práca prispieva k lepšiemu pochopeniu nanoindentáčnej skúšky a jej analytického spracovania, pričom samotné výsledky z praktickej časti overujú nie len platnosť a použiteľnosť týchto použitých analýz ale taktiež aj ich modifikácií a korekcií, ktoré by mohli prispieť k budúcim štúdiám tejto témy.

1.1 Popis problémovej situácie

Nanoindentácia je technika používaná na meranie mechanických vlastností materiálov pomocou vtlačenia indentoru do materiálu, pričom hĺbka vtlačenia je v desiatkach až stovkách nanometrov. Zahŕňa vtlačenie ostrého hrotu indentoru do povrchu materiálu a meranie výslednej hĺbky vtlačenia a aplikovanej sily. Táto technika je široko používaná na štúdium mechanických vlastností materiálov, obzvlášť modulu pružnosti a tvrdosti.

V praxi najpoužívanejším indentorom pri nanoindentáčnej skúške je Berkovičová trojboká pyramída. Všetky analytické vzťahy však boli odvodené pre kužeľový tvar indentora, práve kvôli jeho jednoduchej symetrickej geometrii. Vďaka podobnosti týchto dvoch tvarov indentorov je možné aplikovať tieto analytické vzťahy aj na Berkovičov indentor za použitia vhodnej korekcie.

Pre rotačne symetrické indentory existujú analytické vzťahy, s ktorými je za použitia výrazných zjednodušujúcich predpokladov možné určiť charakteristiku aplikovanej sily ku hĺbke vtlačenia. Použité analytické vzťahy sa nazývajú Sneddonova analýza, ktorá predpokladá indentáciu elastického polopriestoru tuhým rotačne symetrickým indentorom. Z tejto analýzy bol následne odvodený vzťah pre určenie modulu pružnosti za znalosti kontaktnej tuhosti, ktorú je možné určiť pomocou Oliver-Pharr analýzy.

1.2 Formulácia problému

Overenie zjednodušených analytických vzťahov pre výpočty nanoindentáčnej skúšky pre indentáciu pomocou kužeľového a sférického indentoru a porovnanie ich výsledkov s výsledkami získaných pomocou numerického riešenia za použitia MKP. Porovnanie bude vykonané pre nanoindentáciu volfrámu, ktorý najprv bude modelovaný pomocou lineárne-elastického modelu materiálu, ktorý by sa mal viac priblížiť k predpokladom analytických vzťahov a následne bude použitý elasto-plastický model materiálu pre posúdenie vplyvu plastickej deformácie.

1.3 Formulácia cieľov práce

- Rešeršná štúdia vzťahujúca sa k téme nanoindentácia a analytické výpočty, ktoré sa k nej vzťahujú
- Vytvorenie výpočtového modelu nanoindentáčnej skúšky s rotačne symetrickými indentormi
- Uskutočniť deformačne-napät'ovú analýzu indentačnej skúšky volfrámu s kužeľovým indentorom bez uvažovania plastickej deformácie a porovnať numerické výsledky s analytickým riešením
- Uskutočniť deformačne-napät'ovú analýzu indentačnej skúšky volfrámu s kužeľovým indentorom s uvažovaním plastickej deformácie a určiť vplyv plasticity na výsledky indentačnej skúšky.
- Uskutočniť deformačne-napät'ovú analýzu indentačnej skúšky volfrámu sférickým indentorom a analyzovať použiteľnosť analytických vzťahov pre určovanie modulu pružnosti.

2 Nanoindentácia

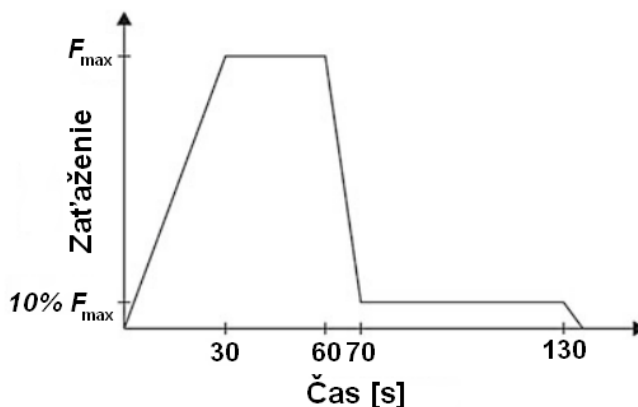
Medzi jednu z najnovších metód na zistenie mechanických vlastností materiálov patrí práve nanoindentácia. Prvé zmienky o indentačnej skúške pochádzajú už z konca 19. storočia, kedy bola len spomenutá a nebola ďalej matematicky rozpracovaná [1]. Až neskôr v 80. rokoch 20. storočia boli prvý krát predstavené matematické metódy na odvodenie vzťahu pre kontaktnú tuhosť, ktoré položili základy pre ďalšie štúdie nanoindentácie [2]. V 90. rokoch minulého storočia nasledovali technologické vylepšenia prístrojového vybavenia a metód na získavanie mechanických vlastností z testov [2]. Tieto vylepšenia prispeli k popularizácii nanoindentácie a zavedení tejto skúšky ako dôležitého nástroja pri materiálovom výskume. Odvtedy sa táto metóda začala rozvíjať veľmi rýchlo, jak technologicky tak aj v samotnej škále materiálov, na ktoré sa mohla aplikovať.

Nanoindentácia primárne slúži na určenie modulu pružnosti a tvrdosti skúšobného telesa. Výhodu oproti iným mechanickým skúškam, ako napríklad jednoosá ťahová skúška alebo šmyková skúška, nachádza vo forme nenáročnosti na tvar vzorky. Napríklad pri jednoosej ťahovej skúške je nutná normovaná vzorka z daného testovaného materiálu, ktorej výroba a následné testovanie môže zabráť veľa času. Pri nanoindentácii nie je nutný žiaden špeciálny tvar, pričom jediná nutná podmienka je aby vzorka mala dostatočne veľké rozmery, vzhľadom k hĺbke vtlačenia, a veľmi hladký povrch. Ďalším dôležitým rozdielom oproti iným skúškam je, že v skúšobnom telese po nanoindentácii ostane len odtlačok v rádoch nanometrov až mikrometrov, a preto sa bežne uvádza ako relatívne nedeštruktívna skúška [3]. Nanoindentácia sa aktuálne môže použiť na zistenie mechanických vlastností širokej škály materiálov, od vysoko pevných superzliatin až po mäkké biomateriály, čo z nej robí veľmi univerzálnu skúšku [4]. V poslednej dobe získala svoju popularitu aj najmä vďaka zisťovaniu mechanických vlastností tenkých filmov a vzoriek s malou hrúbkou.

2.1 Princíp nanoindentácie

Princíp nanoindentačnej skúšky spočíva vo vtlačaní vnikajúceho telesa, nazývaného indenter, do skúšobného telesa. Celá táto skúška prebieha na úrovni nanometrov až mikrometrov z čoho vyplýva jej názov. Kvôli mierke v akej skúška prebieha je nutné mať veľmi citlivé senzory s vysokou frekvenciou zaznamenávania dát, ktoré slúžia na zaznamenávanie zaťaženia aplikovaného na indenter a posuv tohto indentoru v smere penetrácie do skúšobného telesa počas skúšky. Aby výsledok z tejto skúšky bol čo najpresnejší je nutné aby skúšobný stroj bol zabezpečený proti rázom a vibráciám, prievanu a teplotným zmenám [5]. Celý tento skúšobný proces prebieha tak, že sa zvolí riadiaci parameter, ktorým môže byť buď zaťaženie alebo hĺbka vtlačenia. Stanoví sa bod dotyku indentoru so skúšobným telesom, pričom typická rýchlosť približovania indentoru je okolo 10 až 20 nm/s, ktorá je v konečnom štádiu približovania ešte pomalšia [5]. Je dôležité aby indenter nedosadol na skúšobné teleso príliš rýchlo, pretože by sa mohli zmeniť vlastnosti povrchu skúšobného telesa rázom. Bod dotyku musí byť umiestnený do vzdialenosti aspoň trojnásobku priemeru vtlačenia od rozhraní alebo voľných povrchov, pretože tie by tiež mohli ovplyvniť výsledok skúšky [5]. Samotná skúška začne prebiehať tak, že zaťaženie pôsobiace na indenter sa začne meniť lineárne, čo sa prejaví vo forme vtlačania indentoru do skúšobného telesa. Po dosiahnutí požadovanej maximálnej hodnoty zaťaženia sa na určitú dobu ponechá indenter na tejto hodnote, aby sa umožnilo zníženie creepových efektov [2]. Nasleduje fáza odľahčenia, kde sa indenter odľahčí a podrží na hodnote približne 10 % maximálneho zaťaženia, aby sa odmeral tzv. "thermal drift" nástroja, po ktorom nasleduje

úplne odľahčenie. Thermal drift alebo tepelná odchýlka sa pri nanoindentácií vyskytuje najmä pri senzoroch posuvu, kde aj pri malej zmene teploty, obzvlášť pri meraniach na škále nanometrov, dochádza k významným odchýlkam od skutočných hodnôt [6]. Presne preto sa indenter odľahčí a podrží na hodnote 10 % maximálneho zaťaženia, aby bola získaná tepelná odchýlka, ktorá môže byť neskôr korigovaná pri spracovaní dát. Pre lepšiu predstavu je celý zaťažovací cyklus zobrazený na Obr. 2.1. V prípade neistoty merania je možné vykonať ďalšie skúšky do rovnakého skúšobného telesa a výsledky spriemerovať. Nasledujúce skúšky však musia podľa normy ISO 14577-1 prebehnúť vo vzdialenosti, medzi jednotlivými vtlačeníami, minimálne päťnásobku najväčšieho priemeru vtlačenia, aby predošlé vtlačenia neovplyvnili nasledujúce výsledky [5].



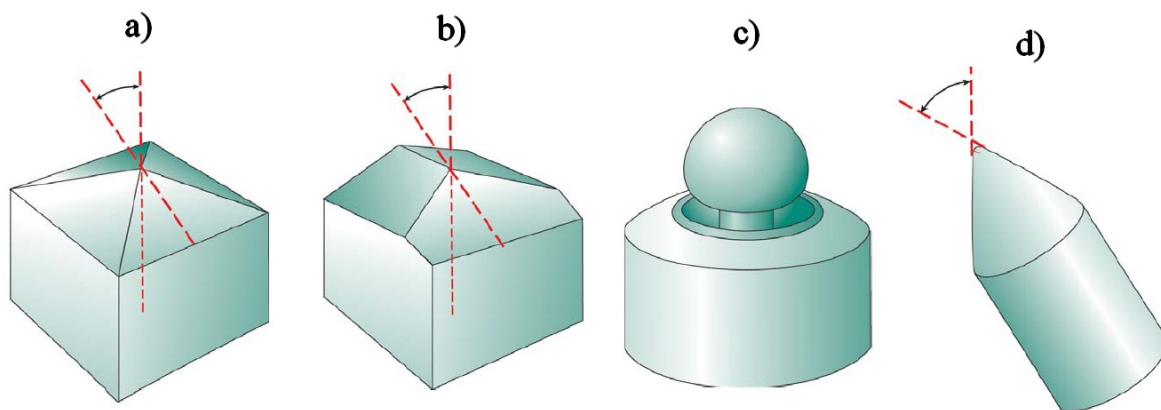
Obr. 2.1: Zaťažovací cyklus indentačnej skúšky [2]

Existujú prípady modifikácie tejto skúšky, kedy sa skúšobné teleso zaťaží a odľahčí niekoľko krát po sebe. Takto uvedený proces prebieha tak, že indenter sa zaťaží na maximálnu hodnotu a následne pri odľahčovaní sa odľahčí na 10 % maximálnej hodnoty, pričom tento cyklus sa niekoľkokrát po sebe zopakuje. Neodporúča sa úplne odľahčiť, medzi jednotlivými cyklami, kvôli tomu, aby bol stále zachovaný kontakt medzi indenterom a skúšobným telesom. Tento proces sa vykonáva najmä za účelom pozorovania vratnej deformácie a uistenia, že dáta z odľahčovacej krivky sú najmä elastické (viď. kap. 2.1.3 a kap. 2.4).

2.1.1 Druhy indenterov

Pri nanoindentácií je snahou aby sa indenter vtlačil do skúšobného telesa pri jeho čo najmenej deformácií. Preto je nutné aby indenter bol oproti skúšobnému telesu tuhší, ideálne až tak, aby vykazoval vlastnosti perfektne tuhého telesa. Ďalším dôvodom pre výber čo najviac tuhého indentora je, aby výsledky boli čo najmenej ovplyvnené otupením hrotu indentora počas procesu indentácie. Preto sa v praxi najčastejšie využívajú indentory vyrobené z diamantu, volfrámových karbidov alebo zafíru, ktoré disponujú veľmi vysokou tvrdosťou a odolnosťou [2]. Ďalším faktorom, ktorý ovplyvňuje skúšku je práve tvar indentora. Najznámejšími typmi indenterov sú Vickersonov, Berkovičov, guľový a kuželový indenter (viď. Obr. 2.2), pričom medzi najpoužívanejšie v praxi patria práve Vickersonov a Berkovičov indenter [3]. Tieto indentory sa líšia v počte hrán, pričom Vickersonov indenter má tvar štvorhrannej pyramídy a Berkovičov indenter trojhrannej pyramídy, okrem toho sú navrhnuté tak, aby ich pomer premietnutej plochy ku hĺbke vtlačenia bol rovnaký [7]. Berkovičov indenter je všeobecne viac používaný, kvôli tomu, že tvar jeho špičky hrotu zaisťuje menšie otupenie samotného hrotu, a taktiež kvôli jeho jednoduchšej výrobe [8]. Guľový indenter ponúka hladký prechod

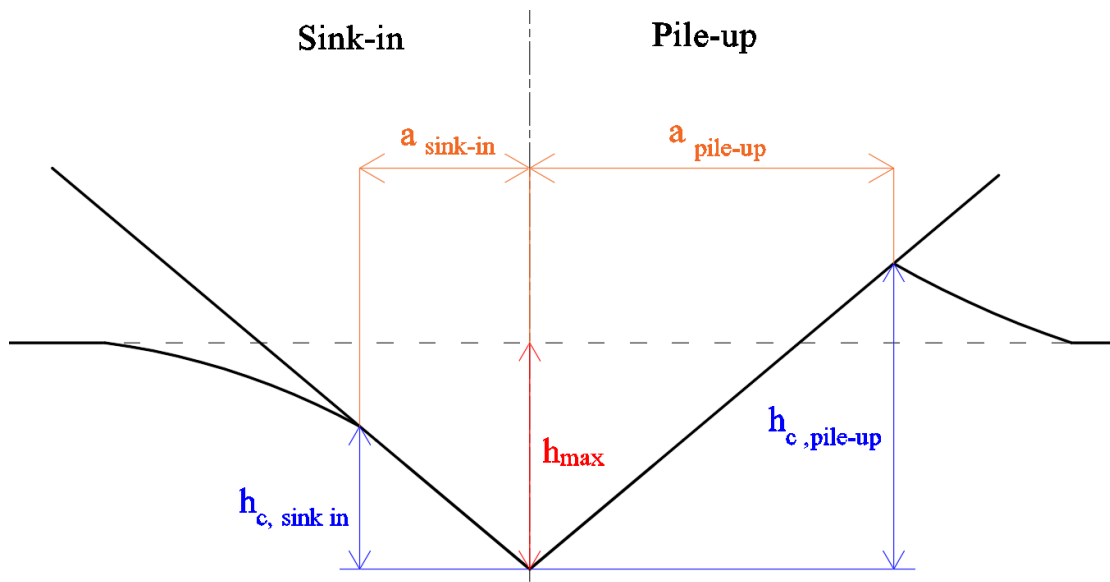
z elastického do elasto-plastického kontaktu, keďže nemá hrany, ktoré by pôsobili ako koncentrátoři napätia [7]. Tento indenter je v tvare kužeľu, ktorého špička je zaoblená do tvaru gule. Kvôli tomu je výroba tohto indentoru, na škále nanometrov, veľmi komplikovaná až nemožná. Kužeľový indenter sa v praxi veľmi nevyužíva najmä, kvôli tomu, že nie je možné vyrobiť dokonale ostrý hrot, avšak na tomto tvare bola odvodená celá analytická teória nanoindentácie, ktorá je bližšie rozpísaná v nasledujúcich kapitolách. Okrem toho kužeľový tvar indentora našiel svoje použitie vo forme výpočtového modelovania metódou konečných prvkov (MKP), kde sa bežne používa ako adekvátna náhrada za Berkovičov indenter [9]. Táto náhrada sa používa najmä za účelom zjednodušenia a zrýchlenia numerických výpočtov, a to vďaka využitiu osovej súmernosti u kužeľového indentoru. Táto práca sa bližšie zameriava na výpočtové modely kužeľového a guľového tvaru indentoru za použitia MKP.



Obr. 2.2: Tvary indentorov: a) Vickersonov, b) Berkovičov, c) guľový, d) kužeľový [10]

2.1.2 Pile-up a Sink-in

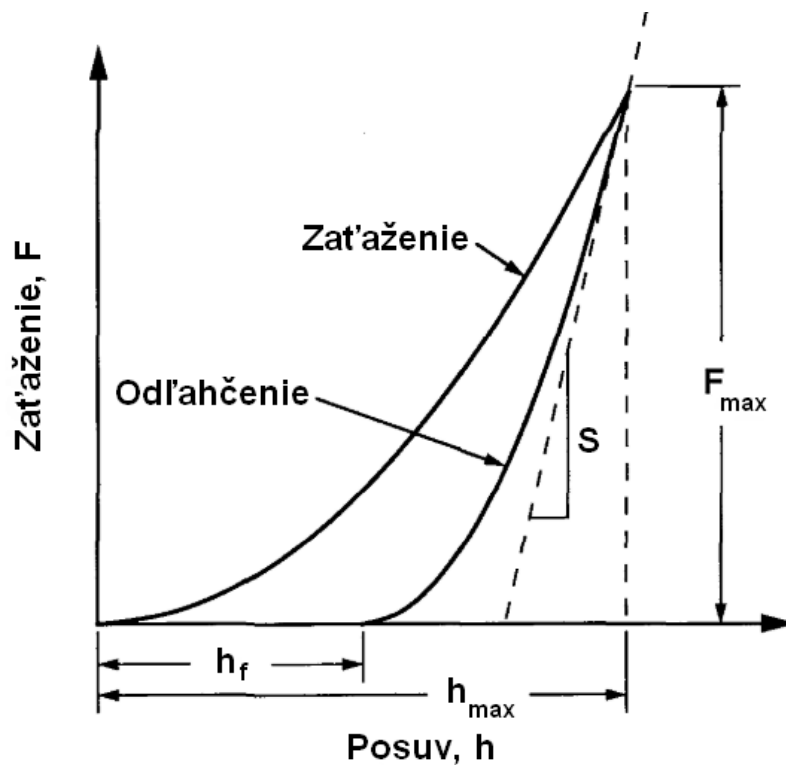
Jedna z vlastností, ktoré sa vyskytujú u skúšobného telesa, a s ktorými treba pri výpočtoch pracovať je tzv. "pile-up" a "sink-in". Pile-up a sink-in nastávajú pri indentácii v podobe deformácie materiálu v blízkom okolí indentoru. Pile-up označuje deformáciu materiálu v smere proti pôsobeniu zaťaženia a naopak sink-in označuje deformáciu materiálu v smere pôsobenia zaťaženia (viď Obr. 2.3). Toto správanie materiálu je dôsledkom jeho vlastností, a konkrétne sink-in nastáva pri materiáloch s významným spevňovaním, a naopak pile-up nastáva pri materiáloch s nízkym až žiadnym spevňovaním materiálu [11]. Takýto typ deformácie má za následok, že pri indentácii sa kontaktná plocha kvôli pile-up zväčšuje a pri sink-in znižuje, čo je dôležité zahrnúť pri analytických výpočtoch. Čo sa týka pravidelnosti vytvorenia deformácie pile-up v okolí indentoru, tak tá závisí čisto od tvaru indentoru. Ak sa jedná o osovo symetrický indenter tak pile-up bude taktiež symetrický, ak sa jedná o trojbokú alebo štvorbokú pyramídu tak významný pile-up bude na troch alebo štyroch miestach.



Obr. 2.3: Znáznornenie sink-in a pile-up

2.1.3 Analytické spracovanie

Pri nanoindentácii pozorujeme a zaznamenávame zaťaženie a posuv indentora v smere posuvu do skúšobného telesa. Tieto charakteristiky sa nazývajú indentačné krivky a bežne sa zobrazujú v podobe vid'. Obr. 2.4.

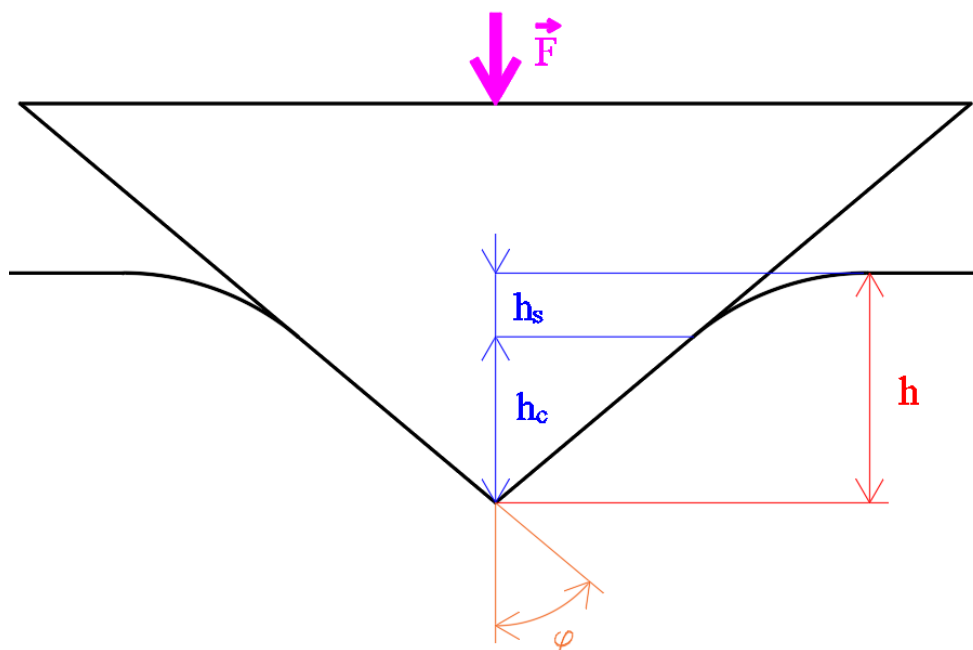


Obr. 2.4: Graf zaťaženia ku vtlačeniu indentora [12]

Ako vyplýva z grafu jedná sa o elasto-plastickú odozvu skúšobného telesa na vtláčenie indentora. Pri vtláčaní indentora do skúšobného telesa dochádza postupne najprv k vratnej, elastickej deformácii skúšobného telesa, a potom po aplikovaní väčšieho zaťaženia nastáva aj trvalá, plastická deformácia. U indentorov s ostrou špičkou hrotu, ako je napríklad Berkovičov, je elastickej deformácia zanedbateľne malá. Po dosiahnutí maximálneho zaťaženia nasleduje odľahčovanie, ktoré sa z časti elasticky vráti späť no ale v dôsledku plastických deformácií sa vzorka nevráti úplne späť do svojho pôvodného tvaru. Samozrejme u každého materiálu to je individuálne, niektoré môžu počas celého procesu indentácie vykazovať iba elasticke správanie a naopak niektoré sa už od začiatku deformujú plasticky, čo samozrejme súvisí aj od veľkosti zaťažovania. Ďalej budú predstavené modely pomocou, ktorých môžeme indentačné krivky analyticky popísať.

2.2 Analýza podľa Sneddona

Jeden z prvých a základných modelov na popis indentačnej krivky sa nazýva Sneddonov model. Sneddon vychádzal z prístupu od Boussinesqa, ktorý študoval kontakt medzi dvomi lineárnymi izotropnými tuhými látkami za použitia teórie potenciálu [13]. Sneddon vďaka tomuto prístupu v roku 1948 odvodil tento model pre tuhý kužeľový indentor a následne ho v roku 1965 odvodil pre ľubovoľný osovo symetrický indentor [14], [15].

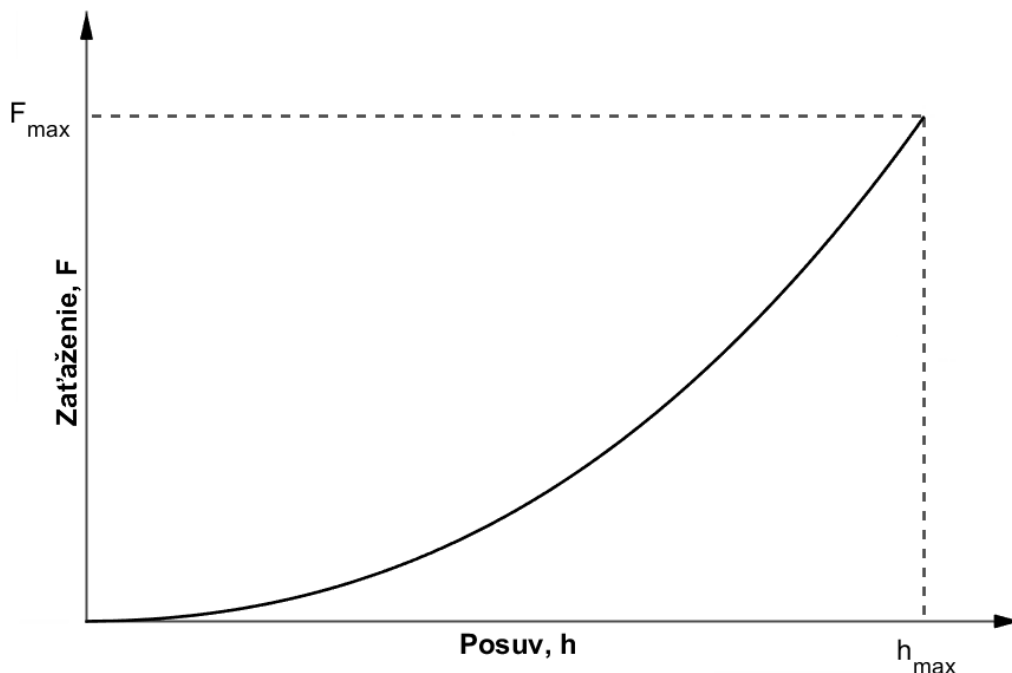


Obr. 2.5: Schéma vtláčenia kužeľovitého tvaru indentoru do skúšobného telesa

Tento model aby vykazoval korektné výsledky musí však striktné dodržiavať určité predpoklady a to konkrétne, aby skúšobné teleso bolo v tvare nekonečne veľkého polo-priestoru, indentor musí mať ideálnu geometriu so známymi parametrami, materiál skúšobného telesa musí byť lineárne-elastický a nestlačiteľný, a pri kontakte medzi indentorom a skúšobným telesom sa zanedbáva trenie [3]. Po splnení týchto podmienok je možné napísať Sneddonov vzťah pre zaťaženie pôsobiace na ideálne tuhé indentor v tvare:

$$F = \frac{2 \cdot E_s \cdot \tan(\varphi)}{\pi \cdot (1 - \mu_s^2)} \cdot h^2, \quad (2.1)$$

kde F je zaťaženie pôsobiace na indentor, E_s a μ_s sú Youngov modul pružnosti a Poissonov pomer skúšobného telesa, φ je polovica vrcholového uhlu indentora, a h je posuv indentora. Aj napriek tomu, že správnosť Sneddonovho modelu sa vzťahuje iba pre lineárne-elastický materiál, bežne sa aplikuje aj na elasto-plastické indentácie, kde sa použije úvaha, že tvar začiatku odľahčovacej krivky má lineárny tvar o čom podrobnejšie sa rozpisuje kap. 2.4 [3].



Obr. 2.6: Indentačná krivka lineárne-elastického materiálu (Sneddonova analýza)

Pri elastických indentáciach, kde odľahčovacia krivka kopíruje zaťažovaciu krivku (viď. Obr. 2.6), a následne odvođenje je platné pre všetky posuvy indentora h platí, že deriváciou rovnice (2.1) podľa posuvu h sa určí sklon indentačnej krivky:

$$S = \frac{dF}{dh} = \frac{4 \cdot E_s \cdot \tan(\varphi)}{\pi \cdot (1 - \mu_s^2)} \cdot h, \quad (2.2)$$

kde S sa nazýva kontaktná tuhosť. Ďalej je nutné si ukázať vzťah pre priemet kontaktnej plochy A_c do roviny povrchu skúšobného telesa, ktorá opisuje prierez indentora vo vzdialenosti od hrotu indentora až po výšku h_c pri maximálnom zaťažení. Tento priemet je závislý od tvaru indentora. Nasledujúci vzťah je odvodený pre kužeľový tvar indentora:

$$A_c = \pi \cdot r_c^2, \quad (2.3)$$

kde r_c pre kužeľ je kontaktný polomer vtlačenia. Tento polomer je možné si vyjadriť a rozpisat' pomocou goniometrických funkcií (viď. Obr. 2.5) na tvar:

$$A_c = \pi \cdot \tan^2(\varphi) \cdot h_c^2, \quad (2.4)$$

kde h_c je výška od hrotu indentoru až po posledný bod kontaktu indentoru so skúšobným telesom (viď. Obr. 2.5). Za úvahy, že posuv h je na maximálnej hodnote, táto vzdialenosť je rovná:

$$h_c = h - h_s, \quad (2.5)$$

kde h_s je maximálna hodnota prepadnutia povrchu skúšobného telesa, ktorú odvodil Sneddon pre ideálny kužeľ [15]:

$$h_s = \frac{2 \cdot (\pi - 2)}{\pi} \cdot \frac{F}{S}. \quad (2.6)$$

V literatúre sa bežne označuje koeficient na pravej strane rovnice (2.6) ako bezrozmerná konštanta závislá na tvare indentoru, označujúca sa ε . Bolo dokázané, že pre kužeľový indentor platí $\varepsilon = 0,72$, a pre rotačne parabolický indentor platí $\varepsilon = 0,75$, čo sa považuje ako aproximácia gule [15]. Do takto upraveného vzťahu sa dosadí zaťaženie F a kontaktná tuhosť S , a následne sa dosadí do rovnice (2.5). Takto upravené h_c sa môže dosadiť do vzťahu (2.4) a po menších úpravách je možné ďalej dosadiť do rovnice (2.2), ktorá bude v tvare:

$$S = \frac{2 \cdot \sqrt{A_c} \cdot E_s}{\sqrt{\pi} \cdot (1 - \mu_s^2)}, \quad (2.7)$$

Vo vzťahu (2.7) stačí už iba poprehadzovať členy a samozrejme zarátať odchýlky od rôznych tvarov indentorov, v podobe korekčného parametru, a výsledná rovnica bude mať podobu:

$$\frac{E_s}{(1 - \mu_s^2)} = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}}, \quad (2.8)$$

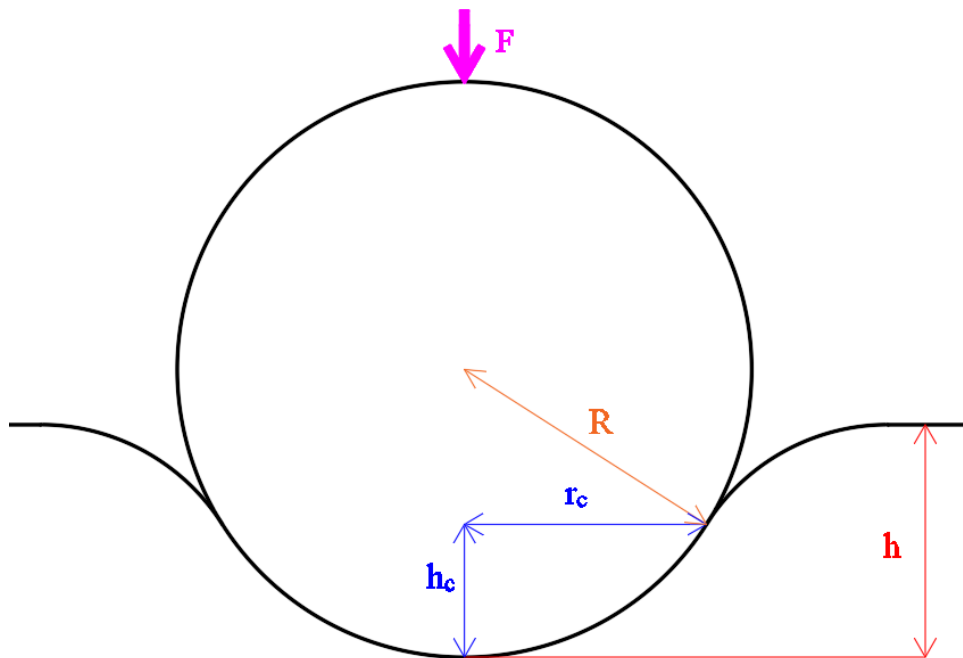
kde β je bezrozmerný korekčný koeficient, ktorý sa využíva kvôli korekciám pyramídových indentorov, kde do výpočtu započítava tvarový rozdiel od kužeľovitého indentoru. Hodnota korekčného koeficienta β pre kužeľový indentor je teoretický rovná 1, pričom pri Berkovičovom indentore sa pohybujú v hodnotách približne $1,0226 \leq \beta \leq 1,085$, čo samozrejme závisí na mnoho faktoroch a odkazuje sa na to mnoho literatúr [16]. Vzťah (2.8) je teda finálna podoba Sneddonovho modelu pre lineárne-elastický materiál za použitia tuhého indentoru v tvare pyramídy alebo kužeľu. Ľavá strana rovnice (2.8), sa bežne označuje ako redukovaný modul pružnosti E_r , určuje obidve materiálové charakteristiky skúšobného telesa, pričom ak chceme presne určiť modul pružnosti alebo Poissonov pomer je nutné poznať aspoň jednu z týchto charakteristík dopredu. Pri použití nie tuhého indentoru ale reálneho indentoru je nutné redukovaný modul pružnosti E_r dopočítať pomocou vzťahu:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \mu_s^2)}{E_s} + \frac{(1 - \mu_i^2)}{E_i}, \quad (2.9)$$

pričom indexy pri materiálových charakteristikách sa označujú s ako "specimen" a teda skúšobné teleso, a i ako "indenter" a teda ako indentor. Tento tzv. redukovaný modul pružnosti berie do úvahy nie len deformáciu skúšobného telesa ale taktiež deformáciu reálneho indentoru počas procesu indentácie.

2.3 Analýza podľa Hertza

Keďže analýza podľa Sneddona sa zameriavala hlavne na pyramídové a kužeľové tvary indentorov, ďalším krokom bolo analyticky opísať nanoindentáciu aj pomocou guľovitého tvaru indentoru. Vďaka tomuto sa začala používať v nanoindentácii Hertzová analýza, ktorá pôvodne bola odvodená pre kontakt dvoch guľových plôch, dvoch cylindrických plôch alebo kontaktu rovnej a guľovej plochy [17].



Obr. 2.7: Schéma vtlačenia guľovitého tvaru indentoru do skúšobného telesa

Hertzová analýza, a teda používanie guľového indentoru, sa veľmi rozšírilo najmä pri mäkkých skúšobných telesách ako sú napríklad biomateriály a biologické vzorky [18]. To najmä z dôvodu, že indentory s ostrým hrotom, ako napríklad Berkovičov, by pri indentácii mohli ľahko, úplne roztrhnúť tieto veľmi mäkké vzorky [18]. Hertzová analýza obdobne ako Sneddonová analýza môže byť aplikovaná len za splnenia niekoľko podmienok. Medzi ne patrí, aby skúšobný materiál bol lineárne-elastický a nestlačiteľný, ďalej aby hĺbka vtlačenia indentoru bola niekoľko násobne menšia ako polomer indentoru a v poslednom rade, aby sa pri kontakte medzi indentorom a skúšobným telesom neuvažovalo trenie [19]. Iba ak sú splnené tieto podmienky a považujeme indentor za ideálne tuhý a guľovitého tvaru môžeme povedať, že platí vzťah:

$$F = \frac{4}{3} \cdot \frac{E_s}{(1 - \mu_s^2)} \cdot \sqrt{R} \cdot h^{3/2}, \quad (2.10)$$

kde F je zaťaženie pôsobiace na indentor, E_s a μ_s sú Youngov modul pružnosti a Poissonov pomer skúšobného telesa, R je polomer indentoru a h je posuv indentoru. Ďalej pri aplikovaní rovnakej úvahy ako pri Sneddonovej analýze, je možné získať deriváciou pôsobiaceho zaťaženia F podľa posuvu h , kontaktnú tuhosť S :

$$S = \frac{dF}{dh} = 2 \cdot \frac{E_s}{(1 - \mu_s^2)} \cdot \sqrt{R} \cdot \sqrt{h}. \quad (2.11)$$

Ďalej zadefinujeme vzťah pre priemet kontaktnej plochy A_c pre guľový tvar indentora ako:

$$A_c = \pi \cdot r_c^2, \quad (2.12)$$

kde A_c je priemet kontaktnej plochy a r_c je kontaktný polomer vtlačenia. Tento polomer sa dá odvodiť z Pytagorovej vety (viď Obr. 2.7) ako:

$$R^2 = r_c^2 + (R - h_c)^2. \quad (2.13)$$

Po rozpísaní zátvorky na pravej strane rovnice a vykonaní menších úprav je možné z rovnice (2.13) vyňať r_c a zapísať ako:

$$r_c^2 = 2 \cdot R \cdot h_c - h_c^2. \quad (2.14)$$

Z podmienky vyplývajúcej zo začiatku kapitoly vyplýva, že polomer R je omnoho väčší ako posuv h a teda je možné povedať, že člen h_c^2 z rovnice (2.14) je zanedbateľný. Takto upravený vzťah sa aplikuje na rovnicu (2.12). Ďalej je nutné odvodiť vzťah medzi vtlačením h a h_c . Z Obr. 2.7 vyplýva:

$$h_c = h - h_s, \quad (2.15)$$

kde h_s predstavuje maximálnu hĺbku prepadnutia povrchu skúšobného telesa, ktorý sa opíše vzťahom (2.6), avšak tentokrát upraveného na tvar s bezrozmerným koeficientom ε :

$$h_s = \varepsilon \cdot \frac{F}{S}, \quad (2.16)$$

kde ε je bezrozmerná konštanta s hodnotou 0,75 (viď. kap. 2.2). Po dosadení vzťahov (2.10) a (2.11) do vzťahu (2.16) je možné ľahko odvodiť, že pre h_c platí

$$h_c = \frac{h}{2}. \quad (2.17)$$

Po tomto odvodení je možné vzorec (2.11) doplniť, upraviť a prepísať na tvar:

$$\frac{E_s}{(1 - \mu_s^2)} = \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}} . \quad (2.18)$$

Takto upravený vzťah je finálna podoba Hertzovej analýzy na určenie materiálových parametrov lineárne-elastického materiálu skúšobného telesa za použitia ideálne tuhého indentora. Ľavá strana rovnice sa bežne označuje ako redukovaný modul pružnosti (viď. kap. 2.2). Ako je možné si všimnúť tento vzťah je totožný so vzťahom (2.8) zo Sneddonovej analýzy. Na tento fakt poukázali Oliver, Pharr a Brotzen vo svojej štúdií [12], kde dokázali, že tento vzťah je univerzálny a dá sa aplikovať na všetky osovo symetrické tvary indentorov.

2.4 Analýza podľa Oliver-Pharr

Obidve metódy, ktoré boli spomenuté vyššie sa zameriavali na lineárne-elastický materiál, kvôli čomu ďalej vznikla potreba analyticky opísať nanoindentáciu aj pre elasticko-plastický materiál. Avšak opisovanie plastického kontaktu je oveľa komplexnejší problém, práve kvôli nutnosti zahrnúť veľké množstvo materiálových parametrov do nelineárnych konštitutívnych vzťahov pre opis správania tohto materiálu [12]. Vzniklo mnoho štúdií, ktoré sa snažili o opis tohto problému, pričom najznámejšia spomedzi všetky ostatné bola práve štúdia [12] od Oliver a Pharr, vďaka ktorej sa nanoindentácia veľmi rozšírila. Oliver a Pharr vychádzali z prístupu, ktorý opísali Doerner a Nix [12]. Tí zistili, z mnohá pokusov, že počas počiatočnej fázy odľahčovania indentoru sa kontaktná plocha indentoru a skúšobného telesa nemení [12]. Ďalej tvrdili, že odľahčovacia kontaktná tuhosť sa dá spočítať z lineárneho preloženia krivky na prvú tretinu odľahčovacej krivky [12]. Toto tvrdenie bolo neskôr dokázané, že je nepresné a Oliver a Pharr zistili, že na preloženie krivky sa oveľa viac hodí jednoduchá mocninová funkcia v tvare [12]:

$$F = \alpha \cdot (h - h_f)^m , \quad (2.19)$$

kde F je zaťaženie pôsobiace na indentor, h je posuv indentoru, h_f je konečná hĺbka po úplnom odľahčení, ktorá ostane v skúšobnom telese, a α a m sú konštanty pre správne preloženie mocninatej funkcie na odľahčovaciu krivku. Konštanty α a m sú závislé čisto od tvaru odľahčovacej krivky a teda toho ako sa elasticky deformuje naspäť materiál pri odľahčovaní. Okrem týchto konštant sa tam vyskytuje aj hĺbka h_f , ktorá sa odčítava od pôvodnej indentačnej hĺbky, aby sa zobrala do úvahy aj plastická deformácia materiálu vzniknutá počas procesu indentácie. Je dôležité podotknúť, že pri ostatných analýzach sa nevyskytuje táto hĺbka z dôvodu, že predošlé analýzy sa zaoberali výhradne skúšobnými telesami z lineárne-elastických materiálov a teda ich odľahčovacie krivky kopírovali tvary zaťažovacích kriviek (viď Obr. 2.6). Zo vzťahu (2.19) je možné, obdobne ako pri minulých analýzach, získať kontaktnú tuhosť S deriváciou podľa posuvu h :

$$S = \alpha \cdot m \cdot (h - h_f)^{m-1} . \quad (2.20)$$

Ďalším krokom je zistiť priemet kontaktnej plochy A_c . Táto plocha musí byť dôkladne zmeraná nezávislými meraniami, aby sa neskôr mohli zohľadniť odchýlky od ideálnej geometrie indentoru [16]. Tieto odchýlky môžu byť veľmi významne najmä pri hrote indentoru, kvôli tomu, že počas procesu indentácie nastáva nevyhnutné otupovanie hrotu. Na určenie priemetu kontaktnej plochy sa v dnešnej dobe využíva najmä metóda založená na reverznom princípe indentácie referenčného skúšobného telesa alebo metóda priameho zobrazenia priemetu kontaktnej plochy [20].

2.4.1 Priemet kontaktnej plochy

Prvá metóda je založená na znalosti materiálových charakteristík, ako je tvrdosť alebo modul pružnosti, skúšobného telesa [20]. S týmito znalosťami je možné opačným prístupom, ako pri Oliver-Pharr analýze, dopočítať priemet kontaktnej plochy. Pri znalosti modulu pružnosti skúšobného telesa je možné po upravení vzťahu (2.28), ktorý bude bližšie predstavený v nasledujúcich kapitolách, dostať požadovanú plochu. Je dôležité dodať, že aby výsledky boli použiteľné je taktiež nutné mať dopredu určené všetky bezrozmerné korekčné koeficienty. Na druhú stranu pri znalosti tvrdosti je nutné použiť nasledujúci vzťah:

$$H = \frac{F}{A_c}, \quad (2.21)$$

kde H je tvrdosť skúšobného telesa, z ktorého taktiež po upravení vieme určiť kontaktnú plochu. Keďže kontaktná plocha sa počas indentácie mení je možné povedať, že priemet kontaktnej plochy A_c závisí od kontaktnej hĺbky vtlačenia h_c , kvôli čomu sa zvykne nazývať aj ako funkcia plochy $A_c(h_c)$. Oliver a Pharr vo svojej štúdií [12] navrhli, že na preloženie dát z meraní veľmi dobre slúži vzťah:

$$A_c(h_c) = \sum_{n=0}^8 C_n(h_c)^{2-n} = C_0 \cdot h_c^2 + C_1 \cdot h_c + C_2 \cdot h_c^{1/2} \dots + C_8 \cdot h_c^{1/128}, \quad (2.22)$$

kde C_0 až C_8 sú konštanty určené priamo z preloženia nameraných dát [12]. Dôležitou poznámkou je, že tento vzťah nebol zvolený kvôli jeho fyzikálnej podstate ale čisto kvôli jeho schopnosti presného preloženia nameraných dát [16]. Dôkazom toho, že tento vzťah je vyhovujúci na preloženie týchto dát svedčí aj to, že pri aplikovaní tohto vzťahu na ideálnu geometriu kužeľového alebo pyramídového indentoru stačí použiť iba prvý výraz rovnice (2.22). Podobne ako v predchádzajúcej vete pri preložení dát nameraných napríklad s ideálnou geometriou guľového indentoru stačí použiť iba prvé dva výrazy rovnice (2.22). Oliver a Pharr ďalej dokázali, že pre ideálny tvar Berkovičovho indentoru na rýchlu aproximáciu priemetu kontaktnej plochy je možné použiť vzťah [12]:

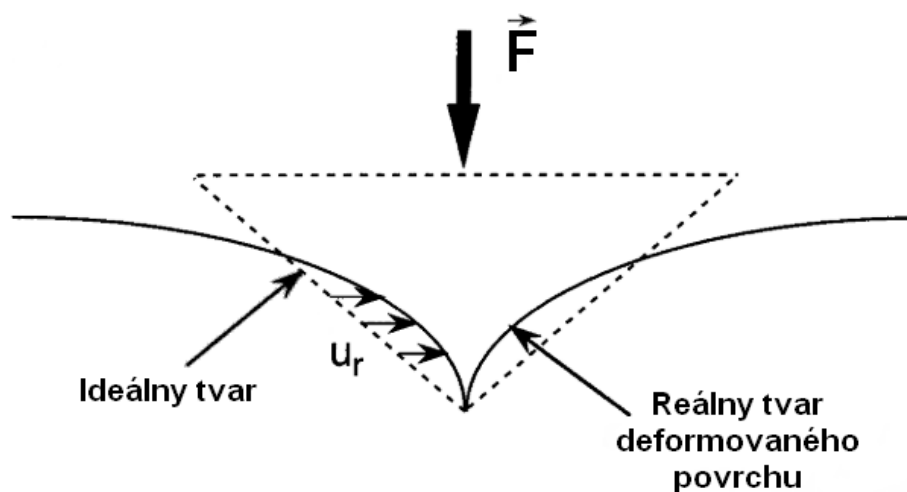
$$A_c = 24,5 \cdot h_c^2. \quad (2.23)$$

Tento vzťah ide rovnako dobre použiť aj na aproximáciu priemetu kontaktnej plochy pre ideálny kužeľový indentor s vrcholovou polovicou uhlu $70,3^\circ$. Hodnota tohto uhlu je zvolená kvôli tomu, že kužeľový indentor s takýmto rozmerom má rovnaký vzťah vtláčenia ku ploche ako Berkovičov indentor [16]. Ostatné konštanty rovnice (2.22) sa využívajú najmä pri odchýlkach od ideálnych tvarov v podobe otupenia alebo nepresností vzniknutých pri výrobe.

Druhá metóda je založená na priamom zobrazení hrotu vhodnou skenovacou technikou. V posledných rokoch veľa štúdií využilo techniku s názvom "atomic force microscopy" (AFM) ale okrem nej sa taktiež dá použiť aj napríklad metóda "confocal laser scanning microscopy" (CLSM) [20]. Tieto metódy zvyčajne celkom presne vedia zmerať závislosť plochy na hĺbke vtláčenia. Po zmeraní tejto plochy sa pomocou vyššie uvedených postupov určí hĺbka h_c , vďaka čomu sa môže presne určiť veľkosť kontaktnej plochy A_c . Avšak pri použití vyššie spomenutých metód je pre správny výsledok veľmi dôležitá kalibrácia samotných meracích prístrojov [20]. Odchýlky od skutočných hodnôt pri tejto metóde môžu vzniknúť pri radiálnych posuvoch skúšobného telesa alebo pri samotnej deformácii hrotu indentoru, ktoré táto metóda zanedbáva.

2.4.2 Radiálne posuvy

Pri reálnych elasto-plastických materiáloch sa často objavujú počas indentácie aj tzv. radiálne posuvy skúšobného telesa. Tieto radiálne posuvy nastávajú počas indentácie, kedy materiál skúšobného telesa, ktorý je v kontakte s indentorom, sa deformuje smerom k stredu pôsobenia indentoru (viď. Obr. 2.8) [21].



Obr. 2.8: Vizualizácia radiálnych posuvov [21]

Na Obr. 2.8 je znázornená kontaktná plocha s uvažovaním radiálnych posuvov, pričom pri uvažovaní radiálnych posuvov je dosiahnutá celkovo väčšia kontaktná plocha ako v prípade Sneddonovej analýzy pre kužeľový indentor, ktorá zanedbáva radiálne posuvy materiálu. Samotná ilustrácia Obr. 2.8 slúži čisto na znázornenie radiálnych posuvov a v skutočnosti nedosahuje až také extrémne hodnoty. Sneddon vo svojich štúdiách taktiež odvodil vzťah pre radiálny posuv kontaktných bodov na povrchu, z ktorého vyplýva, že radiálne posuvy sú zanedbateľné v prípade, že materiál je nestlačiteľný (má Poissonov pomer 0,5) alebo polovica vrcholového uhlu indentoru φ dosahuje hodnoty 90° [15]. Kvôli tomu, že väčšina prípadov nanoindentácie nespĺňa tieto podmienky, tak bola navrhnutá korekcia v podobe bezrozmerného koeficientu γ [21]:

$$\gamma = \pi \cdot \frac{\frac{\pi}{4} + 0,15483073 \cdot \cot g(\varphi) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot \mu_s)}{4 \cdot (1 - \mu_s)}}{\left(\frac{\pi}{2} - 0,83119312 \cdot \cot g(\varphi) \cdot \frac{(1 - 2 \cdot \mu_s)}{4 \cdot (1 - \mu_s)}\right)^2}, \quad (2.24)$$

kde φ je polovica vrcholového uhlu indentora a μ_s je Poissonov pomer pre materiál skúšobného telesa. Vyššie uvedený vzťah bol odvodený ako korekcia iba pre kužeľový tvar indentora a teda pre Sneddonovú analýzu a preto sa tento vzťah nedá použiť v rovnakej podobe aj pre guľový tvar indentora. Pre guľový tvar indentora a konkrétne Hertzovú analýzu bola až neskôr odvodená korekcia pre radiálne posuvy v nasledujúcej podobe [22]:

$$\gamma = 1 + \frac{2 \cdot (1 - 2 \cdot \mu_s)}{3 \cdot \pi \cdot (1 - \mu_s)} \cdot \frac{r_c}{R}, \quad (2.25)$$

kde r_c je kontaktný polomer vtláčenia a R je polomer guľového indentora (viď. Obr. 2.7). Taktiež ako v predošlom vzťahu radiálne posuvy sú priamo závislé od Poissonovho pomeru skúšobného telesa. V čom sa líšia je to, že korekčný koeficient Hertzovej analýzy nie je závislý od vrcholovej polovice uhla indentora ale od pomeru kontaktného polomeru vtláčenia ku polomeru vtláčaného indentora. Z toho vyplýva, že korekčný koeficient radiálnych posuvov pri Hertzovej analýze sa kontinuálne mení so zväčšujúcou hĺbkou vtláčenia indentoru, na rozdiel od Sneddonovej analýzy, kde za použitia materiálu s rovnakým Poissonovým pomerom a rovnakou geometriou indentora ostáva tento koeficient počas celého procesu indentácie konštantný. Aj napriek tomu, že sa tieto vzťahy od seba odlišujú samotné hodnoty bezrozmerných korekčných koeficientov radiálnych posuvov sú pri maximálnej hĺbke vtláčenia veľmi podobné ako pri Sneddonovej analýze tak aj pri Hertzovej analýze. Táto korekcia sa môže uplatniť vo všetkých vyššie uvedených analýzach, kde čiastočne dokáže zahrnúť vplyv radiálnych posuvov pri procese nanoindentácie.

2.4.3 Efektívny tvar indentora

Pojem efektívny tvar indentora zaviedol Oliver a Pharr vo svojej štúdií [16], kde pozorovali elastické správanie materiálu skúšobného telesa, indentovaného kužeľovým indentorom pri odľahčovaní a opakovanom zaťažení na pôvodnú maximálnu hodnotu dosiahnutú pred odľahčovaním [16]. Popri týchto pozorovaniach zistili, že pri maximálnom zaťažení deformácia skúšobného telesa kopíruje tvar indentora, avšak po odľahčení sa tento tvar dôsledkom vratných elastických deformácií čiastočne zmenil. Pri opakovanom zaťažení kontaktná plocha indentora a skúšobného telesa sa kontinuálne zväčšovala až dokým sa nedosiahlo maximálne pôvodné zaťaženie, pričom tento proces je opačný k procesu odľahčovania dôsledkom toho, že tieto procesy sa deformujú iba elasticky [16]. Nelinearita odľahčovacích kriviek je spôsobená práve týmto kontinuálnym zväčšovaním kontaktnej plochy počas týchto procesov. Preto bolo snahou opísať ich matematicky tvar indentora, ktorý by simuloval rovnaké normálové povrchové posuvy na rovný povrch skúšobného telesa ako kužeľový indentor pri odľahčovaní [16]. Tieto pozorovania viedli k vzťahu na presnejšie odvodenie bezrozmerného geometrického koeficienta ε pre jednotlivé reálne skúšobné telesá:

$$\varepsilon = m \cdot \left[1 - \frac{2 \cdot \Gamma\left(\frac{m}{2 \cdot (m-1)}\right)}{\sqrt{\pi} \cdot \Gamma\left(\frac{1}{2 \cdot (m-1)}\right)} \cdot (m-1) \right], \quad (2.26)$$

kde Γ je "gamma" funkcia alebo taktiež nazývaná ako faktorial funkcia [16]. Vďaka mnohým experimentom bolo cez tento vzorec zistené, že typická hodnota tohto koeficienta ε dosahuje hodnotu 0,75, ktorá môže byť použitá pre celkom presný výsledok [16]. Samozrejme pre každý prípad to je individuálne a preto je vhodné si najprv preložením experimentálnych dát zistiť hodnotu exponentu m a následne cez vzťah (2.26) dopočítať príslušné ε .

2.4.4 Finálna podoba Oliver-Pharr analýzy

Vďaka predchádzajúcim kapitolám bolo ukázané, že v reálnom elasto-plastickom materiály môže dochádzať, počas indentácie až k niekoľkým nelinearitám, ktoré pri zanedbaní môžu veľmi zhoršiť kvalitu výsledku. Pri ďalšom analytickom postupe je uvažovaný Berkovičov indenter, najmä kvôli faktu, že v praxi sa používa najčastejšie. Priemet kontaktnej plochy sa zistí buď pomocou priamej metódy alebo pomocou vzťahu (2.23), kde hodnotu h_c je možné dopočítať cez:

$$h_c = h - \varepsilon \cdot \frac{F}{S}, \quad (2.27)$$

kde za bezrozmerný koeficient ε sa môže použiť vyššie uvedená hodnota 0,75 alebo sa presne dopočíta pre daný materiál pomocou vzťahu (2.26). Dôležitou poznámkou je, že vyššie uvedený vzťah neberie do úvahy pile-up skúšobného telesa. Po znalostiach všetkých týchto parametrov a korekcií je možné nadviazať na začiatok kap. 2.4 a odvodiť finálny vzťah pre redukovaný modul pružnosti ako:

$$E_r = \frac{1}{\gamma} \cdot \frac{1}{\beta} \cdot \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}}, \quad (2.28)$$

kde γ je bezrozmerný korekčný koeficient radiálnych posuvov (viď. kap. 2.4.2) a β je bezrozmerný korekčný koeficient geometrie pyramídových indenterov oproti kužeľovým indenterom (viď. kap. 2.2). Čo sa týka tejto metódy tak aj napriek tomu, že bola primárne odvodená pre Berkovičov tvar indentora tak je ju možné aplikovať aj pre kužeľový tvar indentora, pričom v takom prípade by mal byť bezrozmerný korekčný koeficient β rovný 1. Rovnako dobre sa dá táto metóda aplikovať aj na guľový tvar indentora, pri ktorom je samozrejme nutné aby boli splnené všetky podmienky spomenuté v kap. 2.3 [16].

3 Deformačne napät'ová analýza nanoindentačnej skúšky s kuželovým indentorom

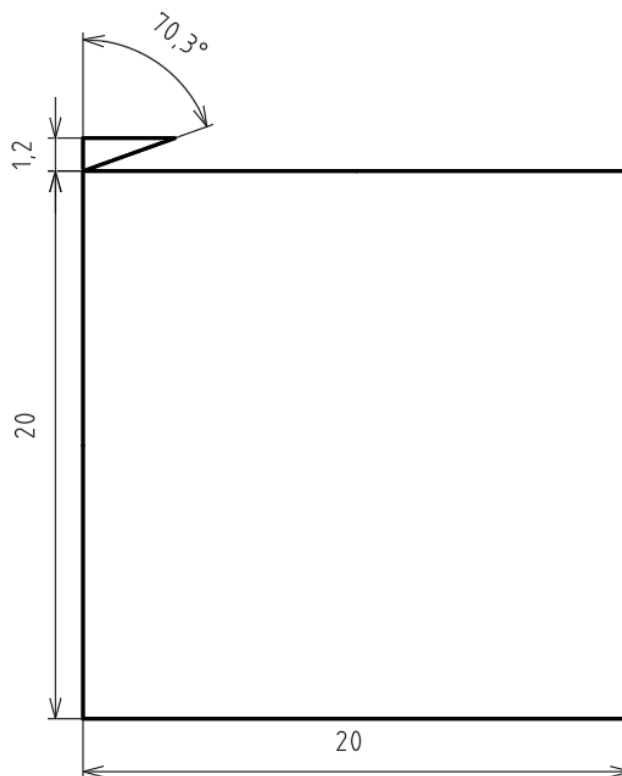
Táto kapitola práce sa zaoberá vytvorením výpočtového modelu nanoindentačnej skúšky s rotačne symetrickým kuželovým indentorom. V tejto časti je materiál skúšobného telesa uvažovaný ako lineárne-elastický volfrám a indentor je uvažovaný ako ideálne tuhý. Nezávisle od tohto výpočtového modelu bude urobený ďalší rovnaký model, ale indentor bude pozostávať z lineárne-elastického modelu materiálu diamantu, kvôli porovnaniu výsledkov. Výstupom z tejto kapitoly je porovnanie indentačných kriviek získaných z MKP analýzy a z analytických výpočtov. Keďže geometria indentoru výpočtového modelu pozostáva z rotačne symetrického kuželu a modely materiálu použité pri tomto výpočte sú lineárne-elastické, poprípade ideálne tuhé bola na analytické výpočty zvolená Sneddonova analýza (viď. kap. 2.2).

3.1 Konfigurácia výpočtového modelu

Na vykonanie numerických výpočtov bol zvolený program Ansys Workbench a konkrétne jeho verzia 2022 R2. Model geometrie nanoindentačnej skúšky bol vytvorený za pomoci vstavaného programu s názvom Spaceclaim s rovnakou verziou. Celý numerický výpočet bol prevedený pomocou statickej štruktúrálnej analýzy.

3.1.1 Model geometrie

Keďže konfigurácia nanoindentačnej skúšky pozostáva z rotačne symetrického kuželu, je možné celú geometriu výpočtového modelu vytvoriť ako rovinné teleso s osou symetrie prechádzajúcou priamo cez hrot indentoru. Použitie 2D analýzy v kombinácii so symetriou je možnosť ako výrazne znížiť počet prvkov a tak znížiť celkový výpočtový čas. Ako riadiaci parameter nanoindentačnej skúšky bola zvolená hĺbka vtlačenia $0,715\ \mu\text{m}$. Vzhľadom k tomuto parametru boli zvolené veľkosti indentora a skúšobného telesa. Indentor bol teda modelovaný za úvahy symetrie, a teda ako pravouhlý trojuholník s dĺžkou ľavej hrany $1,2\ \mu\text{m}$ a veľkosťou uhlu medzi touto hranou a preponou $70,3^\circ$ (viď. Obr. 3.1). Tento špecifický uhol bol zvolený pre kuželový indentor, kvôli jeho podobnosti s Berkovičovým indentorom (viď. kap. 2.4.1). Skúšobné teleso bolo modelované ako štvoruholník, pričom hrany mali veľkosť 5 násobku najväčšieho priemeru vtlačenia indentoru, konkrétne $20\ \mu\text{m}$. Tento rozmer vyplýva priamo z normy, kde je uvádzaný ako minimálna vzdialenosť medzi jednotlivými indentáciami [5]. Vytvorenie týchto telies v programe Spaceclaim spôsobilo komplikáciu najmä, kvôli ich samotnej veľkosti. Základné jednotky programu Spaceclaim sú milimetre a pri modelovaní geometrie v rozmeroch mikrometrov až nanometrov nastávalo zaokrúhľovanie na tisíce milimetrov a teda vznikali nepresnosti už pri samotnej tvorbe geometrie. Preto bolo nutné pred samotným spustením Spaceclaim prestaviť priamo v Ansyse základne jednotky na nanometre.



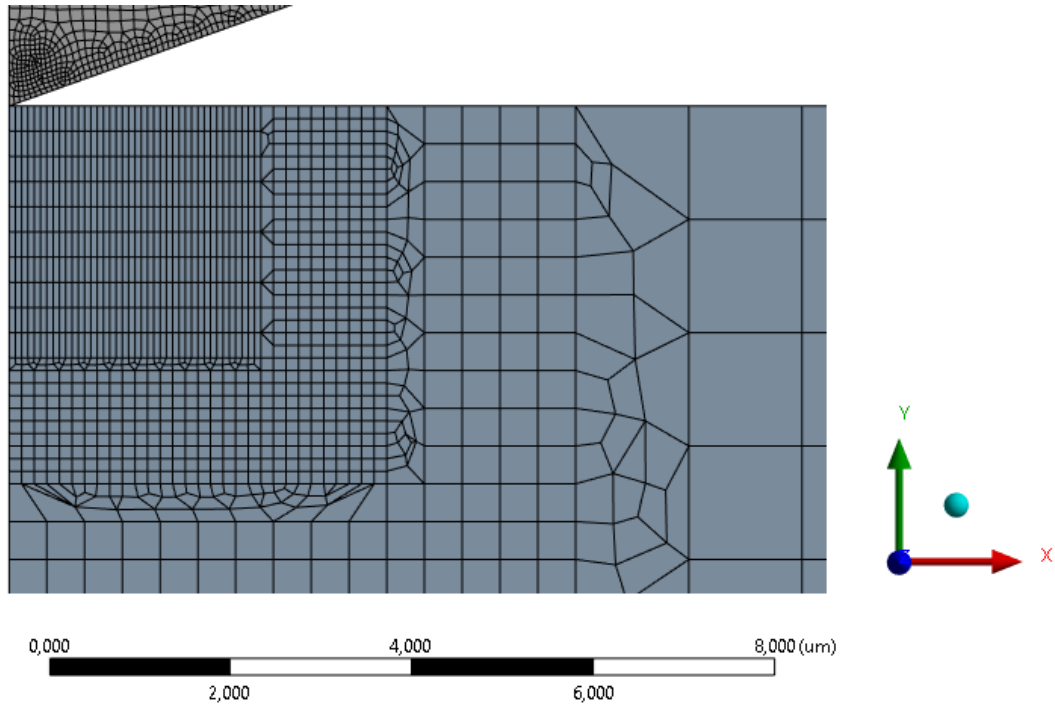
Obr. 3.1: Geometria nanoindentačnej skúšky s kuželovým indentorom (rozmery sú uvádzané v mikrometroch)

3.1.2 Model materiálu

Ako bolo vyššie spomenuté skúšobné teleso pozostávalo z volfrámu. Pre túto analýzu bol tento materiál uvažovaný iba ako lineárne-elastický a preto stačilo v programe určiť iba jeho Youngov modul pružnosti a Poissonov pomer. Pre volfrám bol použitý modul pružnosti s hodnotou 407 GPa a Poissonov pomer s hodnotou 0,28 [23]. Aby vynikli rozdiely medzi jednotlivými materiálmi boli paralelne na seba vytvorené dve analýzy, pričom prvá bola tvorená tuhým indentorom a druhá lineárne-elastickým materiálom modelom diamantu. Hodnota modulu pružnosti a Poissonovho pomeru pre diamant je 1 050 GPa a 0,18 [24].

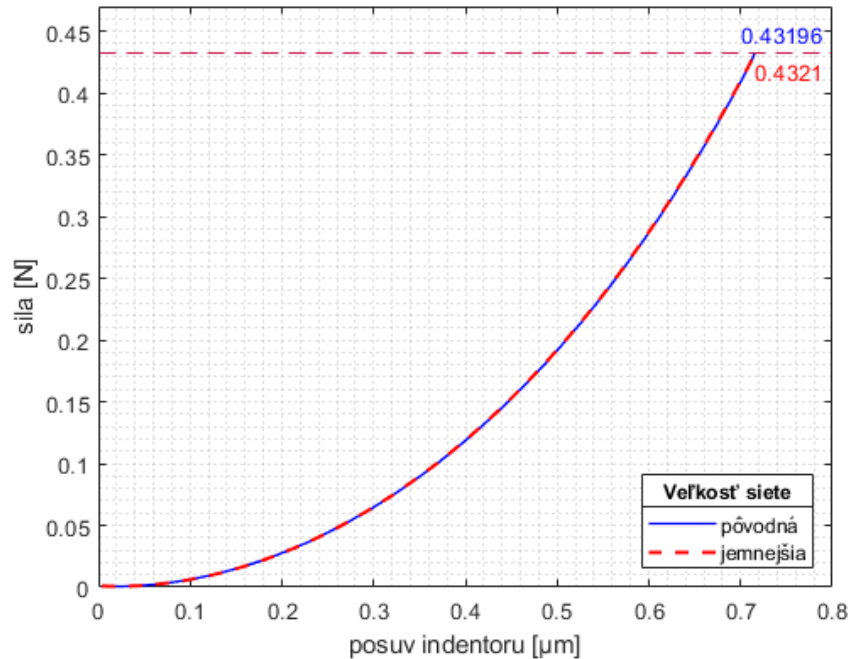
3.1.3 Nastavenie siete prvkov

Po vytvorení geometrie a modelu materiálu bolo nutné vytvoriť sieť konečných prvkov. Veľkosti jednotlivých prvkov boli nastavené tak aby v okolí kontaktu indentoru a skúšobného telesa, boli prvky dostatočne jemné. Ďalej od kontaktu sú prvky postupne zväčšované, kvôli tomu aby bol znížený počet prvkov, pretože výsledky na opačnom konci skúšobného telesa nie sú prioritou tejto analýzy. Prvky na skúšobnom telese, priamo pod indentorom, boli zámerné zväčšené do výšky, pretože pri fázy zaťažovania sa objavovali problémy s deformáciou prvkov a samotnou konvergenciou výpočtu. Sieť je tvorená najmä pravidelnými obdĺžnikovými prvkami, pričom niekoľko trojuholníkových prvkov vzniklo na indentore a prechodných oblastiach skúšobného telesa (viď. Obr. 3.2). Konkrétne na vytvorenie siete boli použité rovinné prvky PLANE 183 a kontaktné prvky CONTA 172 a TARGE 169, ktoré sa nachádzali v mieste kontaktu. Dokopy celá sieť pozostáva z približne 5 600 uzlov.



Obr. 3.2: Detail siete konečných prvkov výpočtového modelu s kužeľovým indentorom

Aby bolo overené, že veľkosť prvkov je dostačujúca bola vykonaná citlivostná analýza zmeny veľkosti prvkov, ako na skúšobnom telese, tak aj na indentore, voči zmene tvaru indentačnej krivky a maximálnej hodnoty sily. Vychádzalo sa zo siete na Obr. 3.2, ktorá bola viacej zjemnená, aby bolo dokázané, že veľkosť tejto siete je dostačujúca. Zjemňovala sa iba časť v okolí kontaktu, pričom sa menila iba šírka prvkov, kvôli tomu, že výška prvkov bola nastavená na svojom minime a pri znížení týchto prvkov by dochádzalo k problémom s konvergenciou. Tvar siete sa nastavoval pomocou počtu delení, a konkrétne na Obr. 3.2 je štvoruholníkový úsek na skúšobnom telese, priamo pod indentorom, rozdelený do šírky na 40 častí, vďaka čomu jeden prvok dosahuje šírku približne 69,45 nm. Pre zachovanie približne rovnakej veľkosti prvkov, bol na hrane prepony indentoru nastavený počet delení na 55, čo pre jeden prvok predstavuje šírku 64,72 nm. Pri zjemnenej sieti bol upravený tento počet delení na 60 častí na skúšobnom telese, čo pre jeden prvok predstavuje šírku 46,30 nm a na počet častí 75 na indentore, čo pre jeden prvok predstavuje šírku 47,46 nm. Samotná kontrola prebiehala tak, že sa porovnávali tvary výsledných indentačných kriviek a maximálne hodnoty síl z oboch prípadov. Podrobný postup ako boli vykreslené indentačné krivky z numerických modelov je popísaný v kap. 3.2.1.



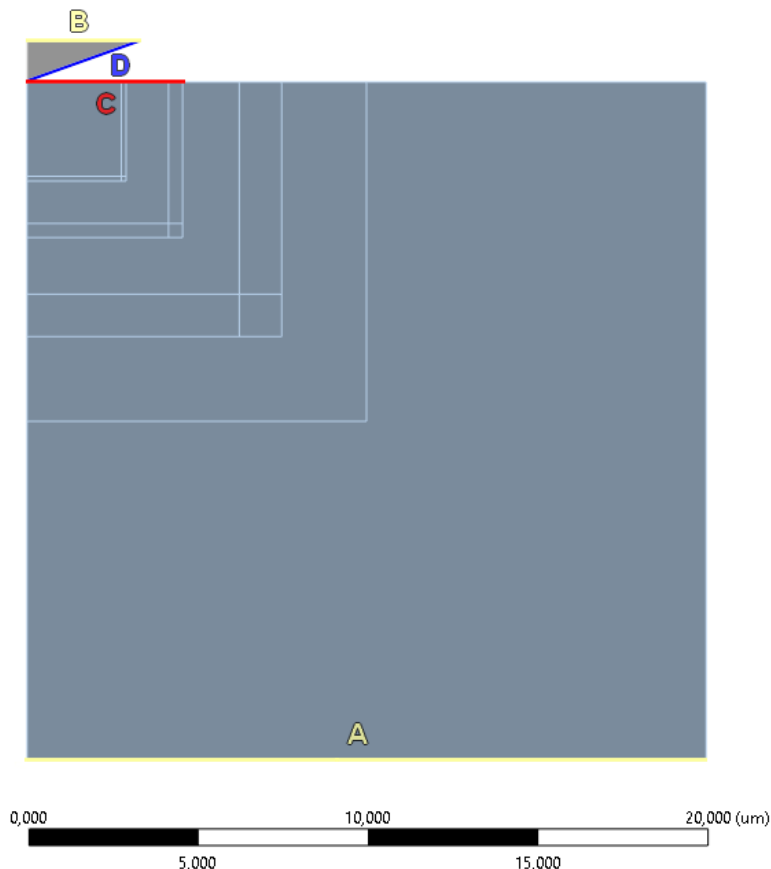
Obr. 3.3: Porovnanie indentačných kriviek pri zmene veľkosti siete

Na Obr. 3.3 je možné pozorovať vykreslené indentačné krivky získané z výpočtových modelov s hrubšou a jemnejšou sieťou. Indentačné krivky sa na Obr. 3.3 úplne prekrývajú, čo poukazuje na to, že sú takmer totožné. Maximálna hodnota sily bola v prípade pôvodnej siete 432 mN a v prípade jemnejšej siete 432 mN. Odchýlky medzi tvarmi indentačných kriviek a aj maximálnymi hodnotami síl sú veľmi zanedbateľné, z čoho sa usudzuje, že pôvodná sieť ma dostatočnú veľkosť.

3.1.4 Okrajové podmienky

Posledným krokom pred spustením samotného výpočtu je zadefinovanie okrajových podmienok. Keďže úloha je riešená cez osovú symetriu na ose y , tak treba na začiatku celú analýzu nastaviť ako osovo symetrickú, ktorá v podstate zabezpečí, v tomto prípade, zamedzenie posuvu na všetkých telesách v smere osy x na ich ľavých hranách. Ďalej treba nastaviť kontakt medzi indentorom a skúšobným telesom. V tomto prípade je zanedbané trenie medzi telesami a preto bol zvolený kontakt bez trenia, pri ktorom ako kontaktná hrana bola zvolená horná hrana skúšobného telesa (označená písmenom C na Obr. 3.4) a ako cieľová hrana bola zvolená prepona z trojuholníka znázorňujúceho indentor (označená písmenom D na Obr. 3.4). Ďalej bola zadefinovaná okrajová podmienka zamedzenia posuvu v smere y na spodnú hranu skúšobného telesa, znázornená písmenom A na Obr. 3.4. Poslednou okrajovou podmienkou je práve samotný riadiaci parameter výpočtového modelu. Ten bol nastavený v podobe posuvu umiestneného na hornú hranu indentora smerujúceho proti smeru osy y , s hodnotou $0,715 \mu\text{m}$, znázorneného písmenom B na Obr. 3.4. Pri výpočtovom modeli s tuhým indentorom sa objavil problém v podobe toho, že pri 2D osovo symetrickej analýze nebolo možné nastaviť model materiálu indentoru ako ideálne tuhý. Kvôli tomu bol vytvorený nový model materiálu s veľmi veľkým modulom pružnosti, ktorého vlastnosti napodobňovali ideálne tuhý materiál. Okrem toho bol v tomto modeli nastavený aj posuv indentoru na celú plochu indentora a nie len na jeho hornú hranu.

S takto nastavenými okrajovými podmienkami posledným krokom pred spustením výpočtu je nastavenie analýzy. V tomto prípade stačí nastaviť jeden výpočtový krok, pretože zaťažovacia aj odľahčovacia krivka majú, pri lineárne-elastickom materiáli, rovnaký tvar. Počet pod-krokov bol nastavený na minimálne 100, aby bolo získané dostatočné množstvo bodov zaťažovacej krivky. Okrem toho boli zapnuté veľké deformácie, kvôli tomu, že pri tejto úlohe nastávajú relatívne veľké posuvy. S takto nastaveným výpočtovým modelom je možné spustiť výpočet.

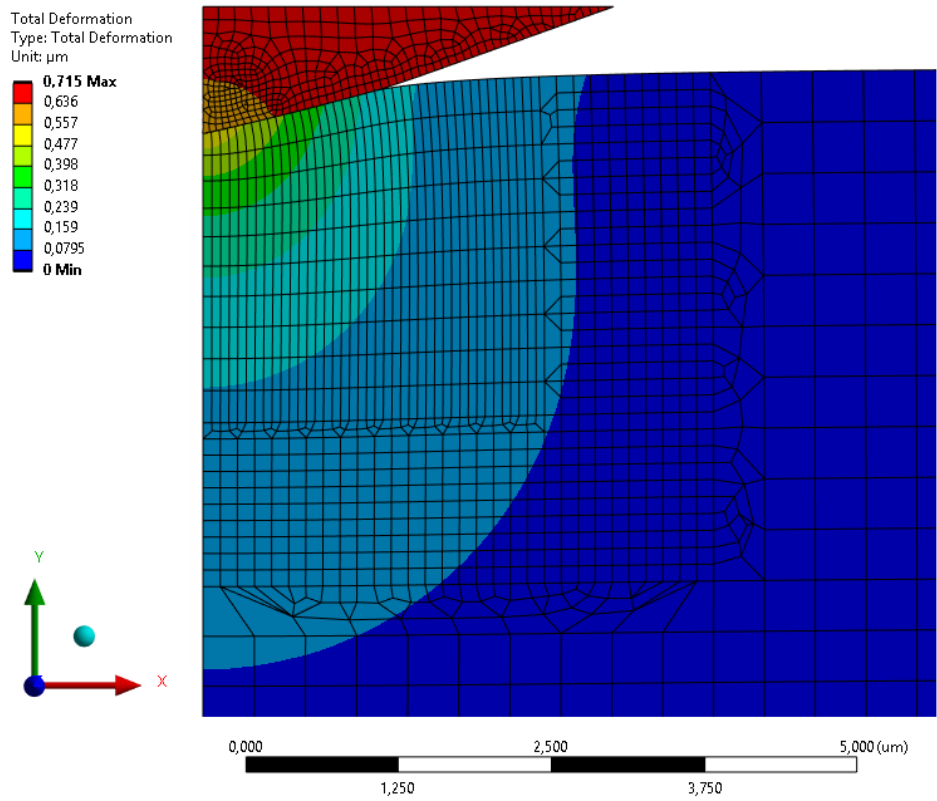


Obr. 3.4: Okrajové podmienky a kontaktné hrany výpočtového modelu za použitia kužeľového indentoru

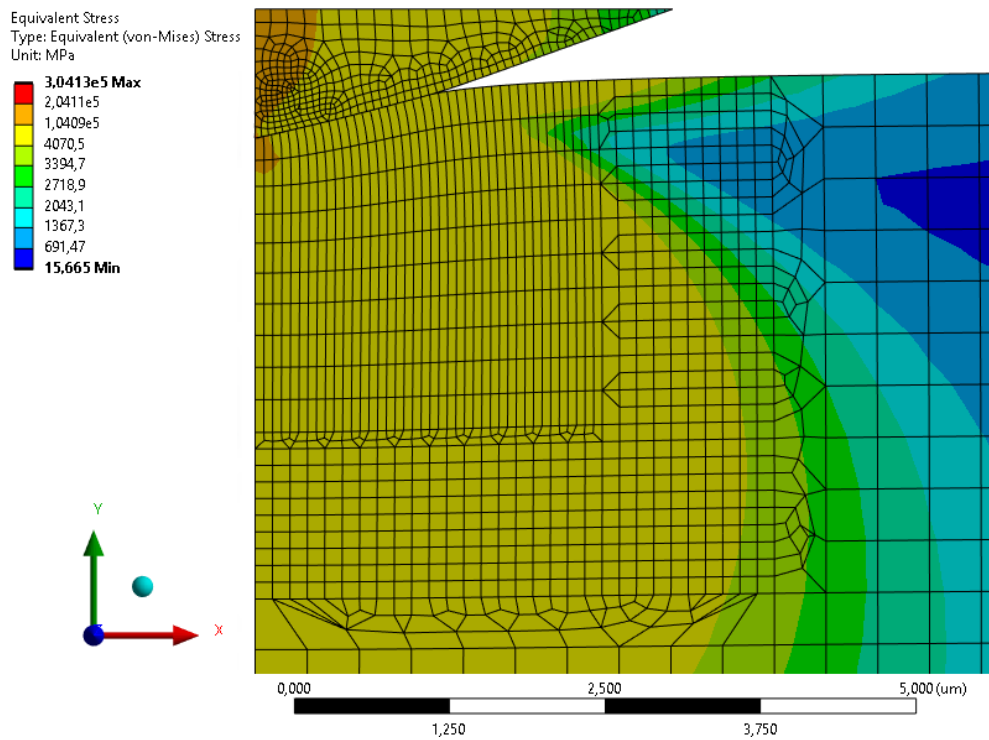
3.2 Výsledky

3.2.1 Spracovanie numerických výsledkov

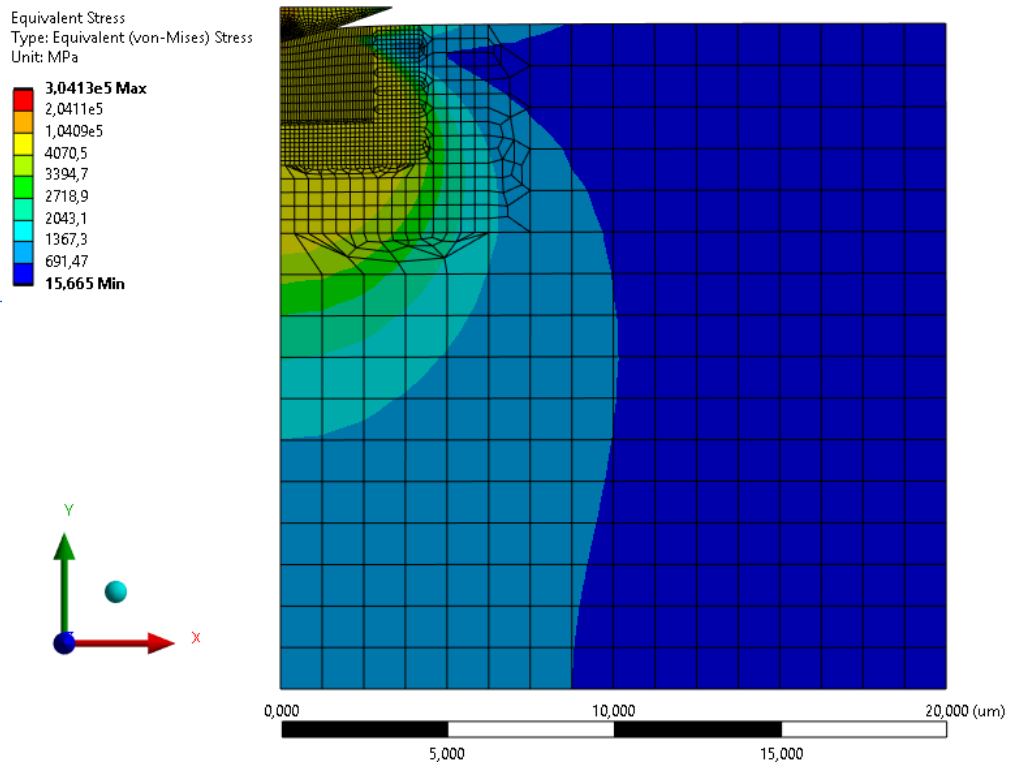
Vďaka tomu, že úloha bola riešená v rovine pomocou osovej symetrie a relatívne malému počtu uzlov sa výpočtový čas pohyboval iba okolo 2 minút. Na nasledujúcich obrázkoch sú vykreslené celkové posuvy a redukované napätia podľa podmienky HMH ("von Mises") na výpočtovom modeli s diamantovým indentorom.



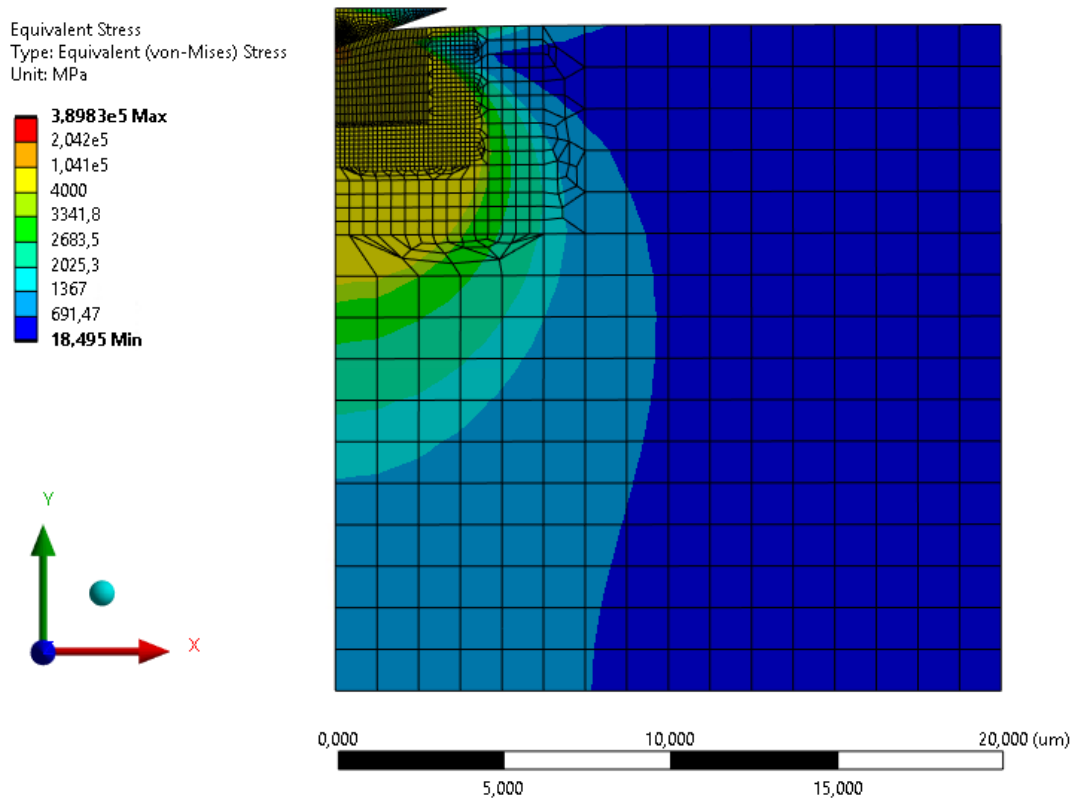
Obr. 3.5: Celkové posuvy pri maximálnom zaťažení –
diamantový kužeľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)



Obr. 3.6: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení –
diamantový kužeľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)



Obr. 3.7: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení –
diamantový kuželový indentor (pohľad na celý model)



Obr. 3.8: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení –
tuhý kuželový indentor (pohľad na celý model)

Na Obr. 3.5 a Obr. 3.6 je možné vidieť detail na miesto kontaktu indentora a skúšobného telesa. Je možné pozorovať, že najväčšia deformácia na skúšobnom telese spolu s najväčším redukovaným napätím sa nachádza priamo pod ostrým hrotom indentora. Deformácia pod hrotom dosahuje iba približne 0,552 μm oproti prednastavenému posuvu 0,715 μm na hornej hrane indentora. Čo sa týka maximálneho redukovaného napätia tak priamo pod hrotom sa nachádza koncentrátor napätia, spôsobený ostrým hrotom indentoru. Na týchto výsledkoch je možné pozorovať, že napätie v okolí kontaktu je nereálne vysoké a v realite by už dávno nastala plastická deformácia. Práve kvôli tomuto lineárne-elastickému charakteru výpočtu má indentor nereálne veľkú deformáciu hrotu indentoru. Čo sa týka výpočtového modelu s tuhým indentorom (viď. Obr. 3.7), jeho priebehy deformácií a redukovaných napätí boli veľmi podobné. Ako je možné si všimnúť na tomto modeli, aj napriek tomu, že sa jedná o tuhý indentor sa vykresľuje redukované napätie, čo je spôsobené, kvôli použitiu lineárne-elastického modelu materiálu s veľkou hodnotou modulu pružnosti (viď. kap. 3.1.4). Na Obr. 3.7 a Obr. 3.8 sa objavili celkom významné miesta zvýšeného napätia na dolnom konci skúšobného telesa a u výpočtového modelu s diamantovým indentorom aj na hornej hrane indentoru. Keďže zvýšené hodnoty napätia v týchto miestach sú v rozpore s očakávaním budú tieto výsledky ďalej analyzované v kap. 3.3.

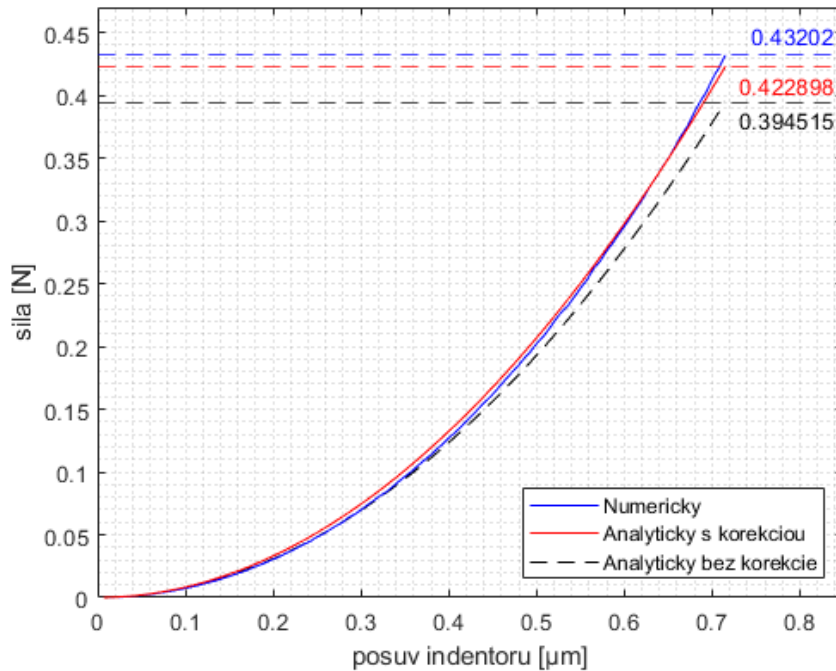
Z numerického výpočtu boli použité dáta posuvu hornej hrany indentoru proti smeru osy y a aplikovaná sila na vtlačenie indentora do skúšobného telesa. Aplikovaná sila bola získaná ako silová reakcia v smere posuvu indentoru. Tieto dva parametre boli vybraté kvôli tomu aby bolo možné vykresliť indentačnú krivku, ktorá má v tomto prípade pri zaťažovaní aj pri odľahčovaní rovnaký tvar, pretože sa jedná o lineárne-elastický materiál. Vykreslenie indentačnej krivky a ďalšie spracovanie týchto dát prebiehali v programe Matlab a konkrétne v jeho verzii R2021a. Ako bolo spomenuté vyššie na analytické spracovanie bola použitá Sneddonova analýza.

3.2.2 Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom

K vykresleniu indentačnej krivky analytickým prístupom bol použitý vzťah (2.1) na určenie sily, odvodený Sneddomom, ktorý je korigovaný koeficientom pre radiálne posuvy. Avšak pri vykreslení indentačnej krivky je nutné brať do úvahy s akým druhom indentoru pracoval numerický výpočet. Za použitia výpočtu s tuhým indentorom je možné priamo dosadiť jednotlivé veličiny do vzťahu (2.1). Ako je ale spomenuté vyššie tento vzťah musí byť korigovaný koeficientom radiálnych posuvov (viď. kap. 2.4.2) a teda jeho finálna podoba je:

$$F = \gamma \cdot \frac{2 \cdot E_s \cdot \tan(\varphi)}{\pi \cdot (1 - \mu_s^2)} \cdot h^2, \quad (3.1)$$

kde za Youngov modul pružnosti a Poissonov pomer (E_s a μ_s) boli dosadené hodnoty volfrámu a teda konkrétne 407 GPa a 0,28, a za vrcholovú polovicu uhla indentora φ bola dosadená hodnota 70,3°. Za parameter h bol vkladáný posuv indentora získaný z numerického výpočtu s tuhým indentorom. Koeficient pre radiálne posuvy dosahuje hodnotu 1,07, ktorý bol získaný dosadením Poissonovho pomeru volfrámu a vrcholovej polovice uhla indentora do vzťahu (2.24). Na nasledujúcom obrázku je možné pozorovať tvar indentačnej krivky získaný z numerického a analytického prístupu za použitia tuhého indentoru.



Obr. 3.9: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého indentoru

Aby bol znázornený prínos korekcie pre radiálne posuvy boli v prípade Obr. 3.9 vykreslené, okrem indentačnej krivky z numerického prístupu aj indentačné krivky z analytického prístupu s použitím, a bez použitia korekcie na radiálne posuvy. Inak povedané v prípade analytickej indentačnej krivky s korekciou bola hodnota γ presne určená zo vzťahu (2.24) a v prípade krivky bez korekcie bola za γ zvolená hodnota 1. Z porovnania na Obr. 3.9 vyplýva, že pre presnejšie výsledky je vhodné aplikovať korekciu na radiálne posuvy, a preto sa bude v nasledujúcom postupe ďalej používať.

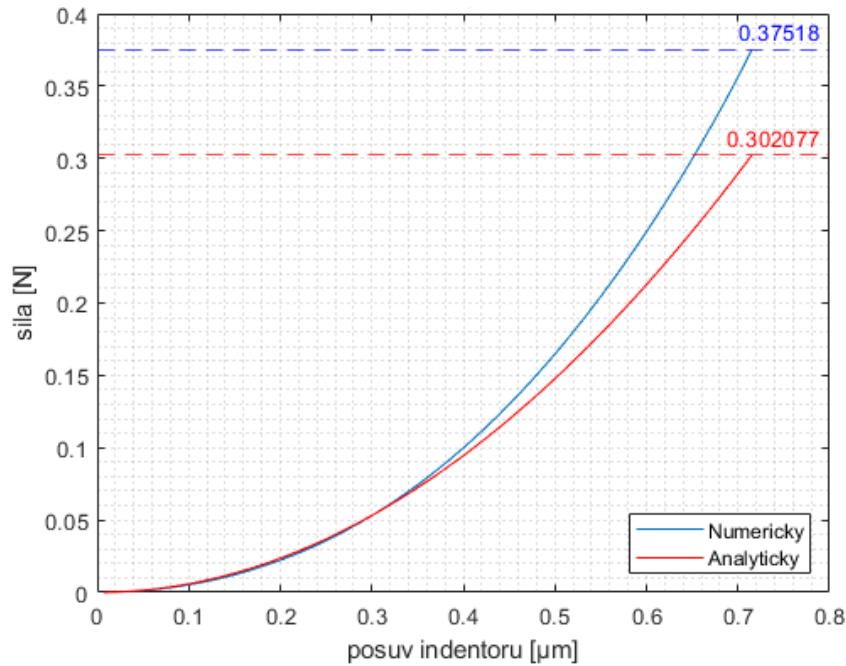
Za použitia diamantového indentoru je nutné do vzťahu (2.1) zaradiť aj vplyv samotnej deformácie indentoru. To je možné spraviť pomocou redukovaného modulu pružnosti (viď. kap. 2.2), ktorý čiastočne dokáže zahrnúť aj vplyv poddajnosti indentoru. Použitie redukovaného modulu pružnosti síce zahrnie do analytického výpočtu aj elastickú deformáciu indentora, avšak tento postup, kvôli aproximáciám materiálových charakteristík oboch telies v kontakte vnesie do výpočtu určitú nepresnosť. Redukovaný modul pružnosti je možné dostať z predchádzajúcej rovnice za rovnakej úvahy ako pri rovnici (2.8), kde ľavá strana rovnice môže byť nahradená redukovaným modulom pružnosti. Pri nahradení rovnakých členov vo vzťahu (3.1) redukovaným modulom pružnosti je možné dostať tvar:

$$F = \gamma \cdot E_r \cdot \frac{2 \cdot \tan(\varphi)}{\pi} \cdot h^2. \quad (3.2)$$

Ďalším rozpísaním redukovaného modulu pružnosti pomocou rovnice (2.9) je možné dostať finálny tvar použitý pri tejto analýze:

$$F = \gamma \cdot \left(\frac{1}{\frac{(1 - \mu_s^2)}{E_s} + \frac{(1 - \mu_i^2)}{E_i}} \right) \cdot \frac{2 \cdot \tan(\varphi)}{\pi} \cdot h^2, \quad (3.3)$$

kde za E_i a μ_i sa dosadí Youngov modul pružnosti a Poissonov pomer diamantu, a teda konkrétne 1 050 GPa a 0,18. Ostatné hodnoty ostávajú rovnaké ako v predošlom prípade, až na posuvy h , za ktoré sa dosadia posuvy indentora získané z numerického výpočtu s diamantovým indentorom.



Obr. 3.10: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia diamantového indentora

Na Obr. 3.9 a Obr. 3.10 je možné vidieť porovnanie medzi tvarmi indentačných kriviek získaných numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého a diamantového modelu materiálu indentora. Už od prvého pohľadu je možné vidieť, že za použitia tuhého indentora sú získané presnejšie výsledky, čo korešponduje s tým, že analytické vzťahy boli odvodené práve pre tuhý indenter. Za použitia tuhého indentora bola dodatočne vykreslená aj indentačná krivka bez použitia korekcie na radiálne posuvy, aby bol ukázaný prínos tejto korekcie. Konkrétne indentačná krivka bez použitia korekcie síce pri nižších hĺbkach vtlačenia presne kopíruje tvar indentačnej krivky z numerického prístupu, ale pri vyšších hĺbkach vtlačenia, kde sa zvyšuje vplyv radiálnych posuvov materiálu, sa krivky rozchádzajú. Za použitia tuhého indentora s korekciou sa krivky od počiatku takmer prekrývajú, kde numerická hodnota je o niečo nižšie ako analytická a približne v hodnote vtlačenia 0,64 μm sa prekrížia, a numerická hodnota dosiahne vyššie hodnoty. Maximálna hodnota sily získaná za použitia tuhého indentora, pri analytickom prístupe s korekciou dosahovala hodnoty 0,423 N a pri numerickom prístupe 0,432 N. Za použitia diamantového indentora sa krivky prekrývajú iba na začiatku, približne do hodnoty vtlačenia 0,32 μm a následne sa rozchádzajú, pričom numerický prístup dosahuje vyššie hodnoty. Maximálne hodnoty sily v tomto prípade sú oveľa viac odlišné a konkrétne pri analytickom prístupe bola dosiahnutá hodnota 0,302 N a pri numerickom prístupe 0,375 N.

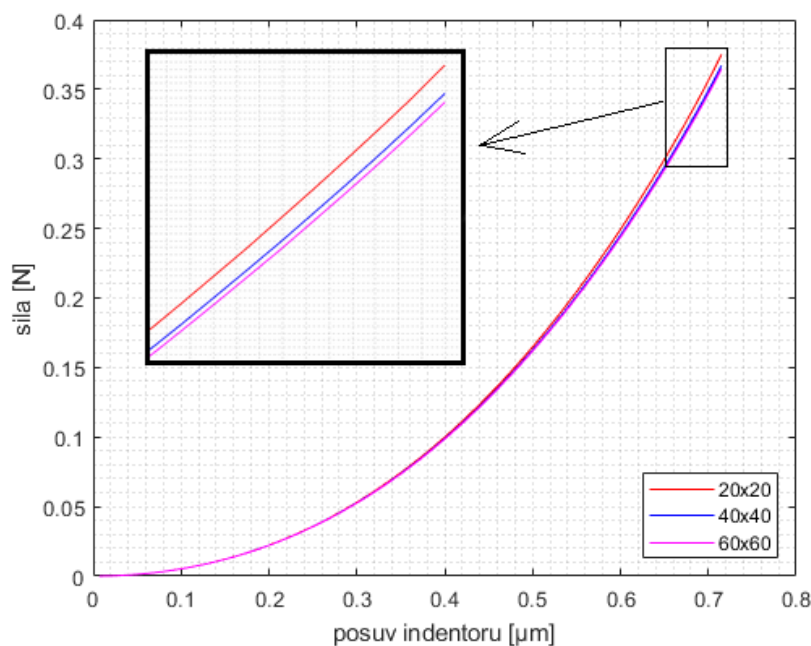
V prípade diamantového indentoru je rozdiel medzi indentačnými krivkami významný, čo nemohlo byť spôsobené len kvôli nepresnosti vnesenej redukovaným modulom pružnosti. Percentuálny rozdiel medzi maximálnymi hodnotami síl u tuhého indentoru je približne okolo 2 % a u diamantového indentoru až okolo 22 %. Tieto výsledky viedli k spätnej revízií výpočtových modelov. Za možnú príčinu tejto nepresnosti sa považuje, už vyššie spomenuté, miesta so zvýšeným redukovaným napätím na spodnej hrane skúšobného telesa a na hornej hrane indentoru. Keďže rozmery skúšobného telesa a aj indentora sú v realite oveľa väčšie ako v tomto výpočtovom modeli, k presnejšiemu výsledku by mohlo dopomôcť práve zväčšenie jednotlivých telies. Za tejto úvahy bola vykonaná citlivostná analýza tvaru indentačnej krivky, a teda maximálnej dosiahnutej sily, na veľkosť ako skúšobného telesa tak aj veľkosť indentoru.

3.3 Citlivostná analýza veľkosti geometrie na tvar indentačnej krivky

Celá citlivostná analýza prebiehala za použitia výpočtového modelu s diamantovým indentorom pomocou MKP. Stačilo analyzovať len jeden druh výpočtového modelu, pretože ich priebehy boli veľmi podobné. Vybraný bol práve model s diamantovým indentorom, kvôli jeho väčšej odchýlke. Taktiež, kvôli tomu, že maximálne redukované napätia na tuhom indentore sú vo výpočtovom modeli prirodzene nulové.

3.3.1 Citlivostná analýza veľkosti skúšobného telesa

Prvým krokom je overiť veľkosť skúšobného telesa na tvar indentačnej krivky resp. maximálnej hodnoty sily. To je docielené postupným zväčšovaním skúšobného telesa o 10 μm ako do šírky tak aj do výšky, aby bol zachovaný pomer hrán. Pri zväčšovaní skúšobného telesa veľkosť indentoru mala konštantnú výšku s hodnotou 1,2 μm . Ako bolo zistené výpočtovými modelmi s novými rozmermi, tak veľkosť skúšobného telesa naozaj vplýva na tvar indentačnej krivky. Preto bol model skúšobného telesa zväčšovaný dovtedy, dokým rozdiel maximálnej hodnoty sily, medzi jednotlivými zväčšeniami bol zanedbateľný.



Obr. 3.11: Rozdiel medzi indentačnými krivkami pri rôznych veľkostiach skúšobných telies

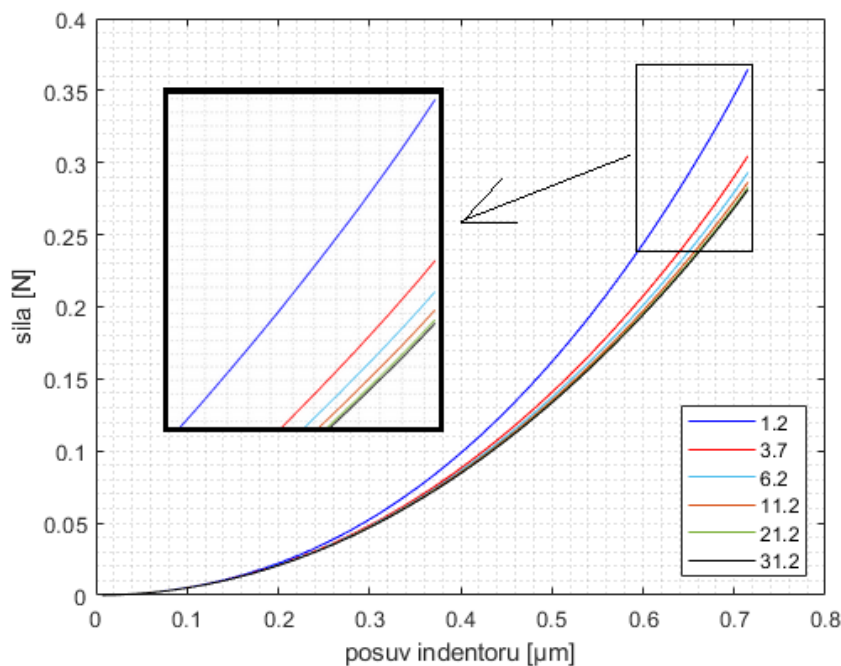
Z Obr. 3.11 je možné pozorovať, že maximálna hodnota sily sa so zväčšením skúšobného telesa zmenšila. Celkový tvar krivky ostal zachovaný aj keď hodnoty v druhej polovici krivky o niečo klesli. Porovnania maximálnych hodnôt síl pri jednotlivých veľkostiach skúšobného telesa sú zobrazené v Tab. 3.1. Rozdiel maximálnych síl medzi vzorkami 40x40 a 60x60 je menší než 1 %, čo predstavuje dostatočne malý rozdiel, a preto bolo pre ďalšie výpočty zvolené skúšobné teleso s rozmermi 60x60 μm .

Tab. 3.1: Maximálne hodnoty sily pri rôznych veľkostiach skúšobných telies

	Veľkosť skúšobného telesa [μm]		
	20x20	40x40	60x60
Maximálna hodnota sily [N]	0,3752	0,3672	0,3648

3.3.2 Citlivostná analýza veľkosti indentoru

Druhým krokom bolo overiť aký vplyv má na tvar indentačnej krivky veľkosť indentoru. Pri lineárne-elastickom modeli materiálu indentora je nutné zachovať vrcholovú polovicu uhla $70,3^\circ$, pričom ako meniaci parameter bola zvolená výška indentora. Rovnako ako v predchádzajúcej časti, výška bola zväčšovaná o 10 μm , samozrejme ale pri zachovaní konštantnej veľkosti skúšobného telesa, tentokrát už s novými rozmermi, 60x60 μm .



Obr. 3.12: Rozdiel medzi indentačnými krivkami pri rôznych výškach indentoru

Ako je vidieť na Obr. 3.12 rozdiel medzi výškou 1,2 μm a 11,2 μm bol tak obrovský, že boli vytvorené ešte dve dodatočné výšky, medzi týmito hodnotami, ktoré bližšie poukazujú na náhlu zmenu maximálnej hodnoty sily pri zmene čo i len na približne trojnásobok pôvodnej hodnoty. Rovnako ako v predchádzajúcom prípade, pri zväčšení výšky indentoru došlo k poklesu síl. Jednotlivé hodnoty maximálnych síl sú zobrazené v Tab. 3.2. Rozdiel maximálnej hodnoty sily medzi výškami indentoru 21,2 μm a 31,2 μm dosiahol obdobne ako v predchádzajúcom prípade hodnotu nižšiu než 1 %, a preto za výšku indentora bola zvolená hodnota 31,2 μm ako dostačujúca.

Tab. 3.2: Maximálne hodnoty sily pri rôznych výškach indentoru

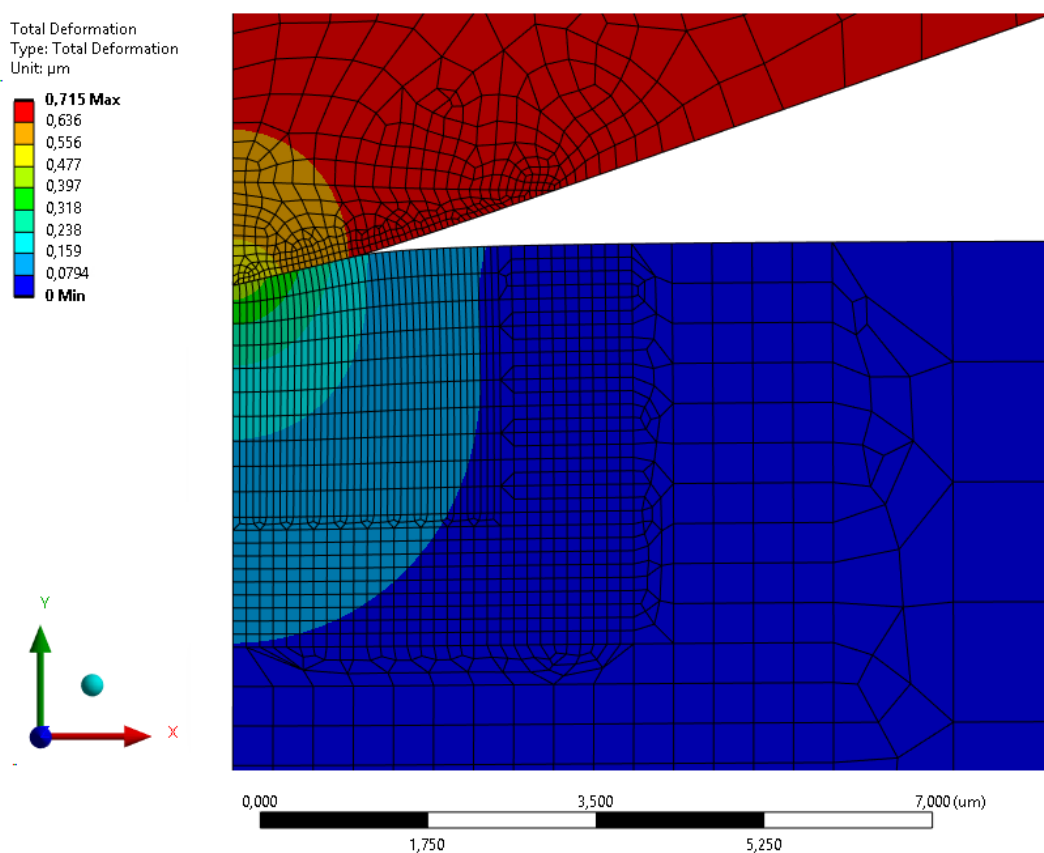
	Výška indentoru [μm]					
	1,2	3,7	6,2	11,2	21,2	31,2
Maximálna hodnota sily [N]	0,3648	0,3047	0,2932	0,2863	0,2827	0,2814

Zväčšovaním modelu skúšobného telesa a indentoru bolo poukázané na to, že veľkosti týchto telies naozaj kriticky vplyvajú na výsledný tvar indentačnej krivky a teda maximálnu hodnotu sily. Obzvlášť kritická bola veľkosť indentora, ktorej prvotná hodnota bola zvolená veľmi nešťastne. Táto chyba v podobe zvýšenej výslednej maximálnej hodnoty sily bola spôsobená tým, že obidve telesá boli uvažované ako veľmi malé. Takto malé telesá mali v spomenutých miestach zvýšeného redukovaného napätia umiestnené okrajové podmienky zamedzenia posuvu, ktoré bránili ďalšiemu posuvu materiálu, obzvlášť pri väčších hĺbkach indentácie. Na tento fakt sa dá poukázať aj pri indentačnej krivke z Obr. 3.10, kde pri malých indentáciách numerický výsledok presne kopíruje analytický, pričom pri zväčšovaní indentácie sa začínali výsledky už rozchádzať. Presne kvôli týmto okrajovým podmienkam, v týchto miestach, bola v pôvodných výsledkoch maximálna hodnota sily vyššia oproti analytickému prístupu. Už aj z teórie vyplýva, že tieto vyššie hodnoty redukovaného napätia na okrajoch sú v rozpore s predpokladom nekonečne veľkého polopriestoru. Zväčšením obidvoch telies je umožnené posuvu materiálu, v týchto miestach, vďaka čomu sa tam nebude objavovať zvýšené redukované napätie. Treba podotknúť, že maximálne redukované napätie na pravej strane skúšobného telesa už pri veľkosti 20x20 μm bolo relatívne malé, ktorého hodnota sa pohybovala okolo 10 MPa. To poukazuje aj na to, že zväčšenie skúšobného telesa v smere osy x nemalo významný vplyv na tvar indentačnej krivky. Ako sa ukázalo výsledná hodnota výšky skúšobného telesa z tejto citlivostnej analýzy vyšla dokonca omnoho vyššie ako odporúča norma ISO 14577-1, a to približne až päťnásobne [5]. Táto citlivostná analýza teda ukázala, že v prípade indentácie do 0,715 μm sa za dostačujúce veľkosti telies u výpočtového modelu považuje výška indentoru 31,2 μm a veľkosť skúšobného telesa 60x60 μm . Tieto veľkosti telies budú použité pre znovu vytvorenie výpočtového modelu s lineárne-elastickým modelom materiálu a porovnanie s analytickým prístupom.

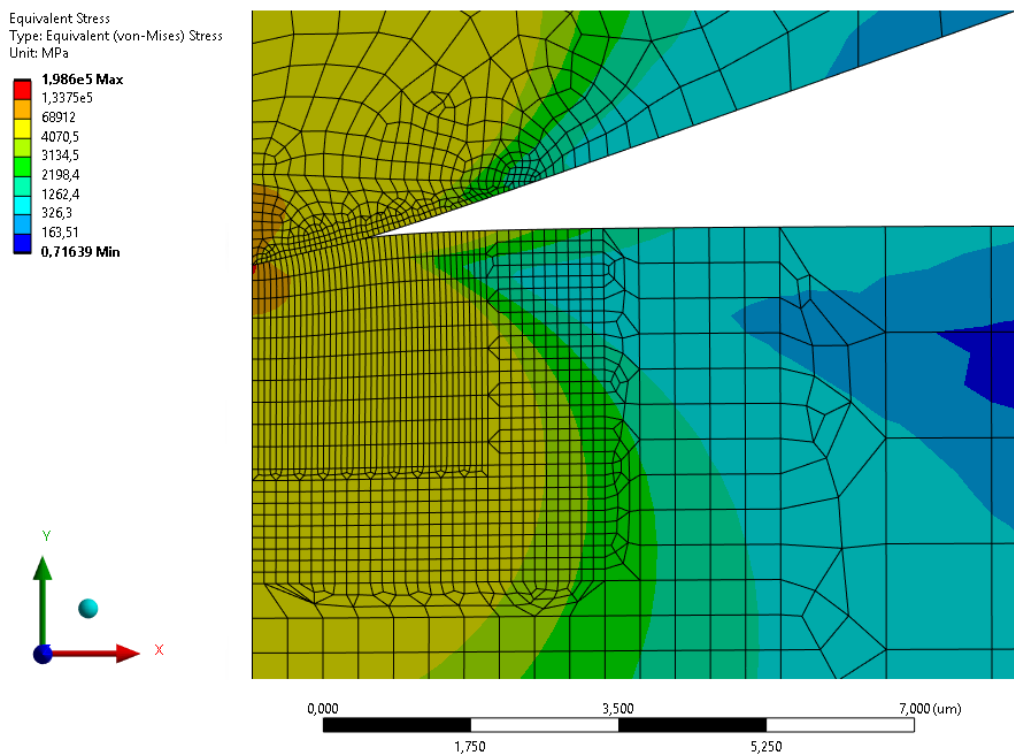
3.4 Výsledky pre zväčšený výpočtový model

3.4.1 Spracovanie numerických výsledkov

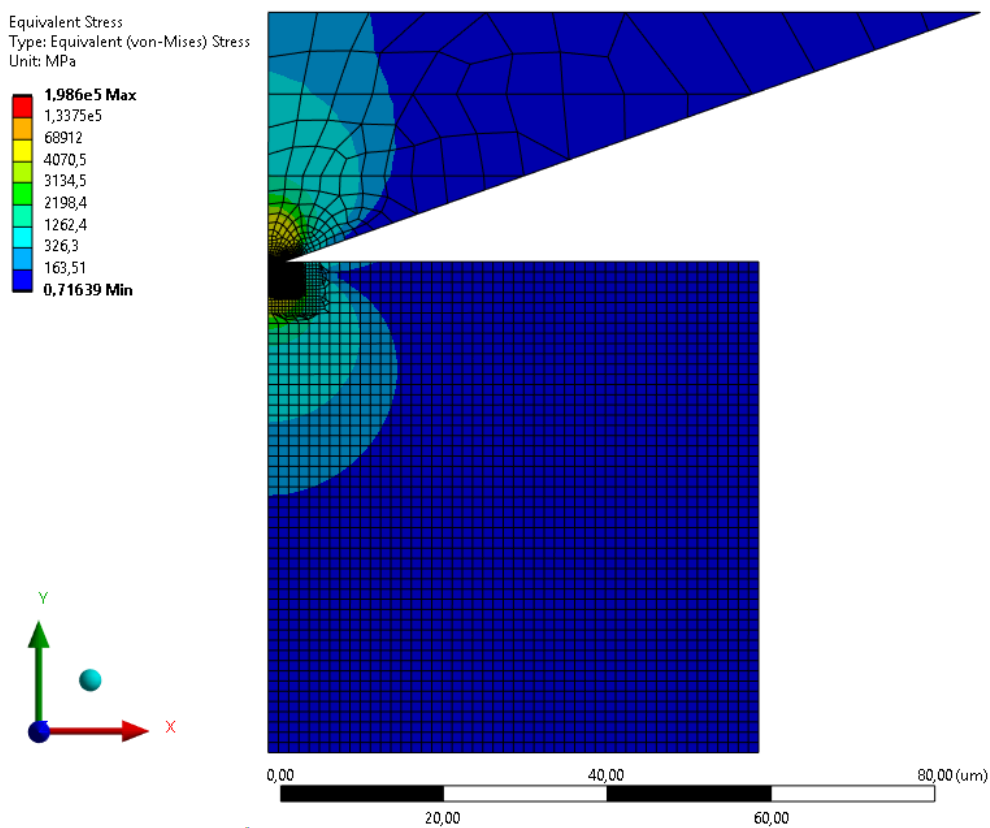
Keďže numerické výsledky z kap. 3.2 dosahovali významné odchýlky s analytickými výsledkami, najmä v prípade diamantového indentora, bola vykonaná revízia výpočtových modelov. Pri revízií bolo zistené, že na výsledný tvar indentačnej krivky má obrovský vplyv samotná veľkosť jednotlivých telies. Vďaka citlivostnej analýze v kap. 3.3 bolo ukázané, že v prípade týchto výpočtových modelov je nutné upraviť rozmery telies. Konkrétne sa upravila pri výpočtovom modeli s diamantovým indentorom výška indentora na 31,2 μm a šírka a výška skúšobného telesa na 60x60 μm . Pri výpočtovom modeli s tuhým indentorom stačilo upraviť len rozmery skúšobného telesa na 60x60 μm . Ostatné rozmery rovnako ako aj okrajové podmienky ostali bez zmeny.



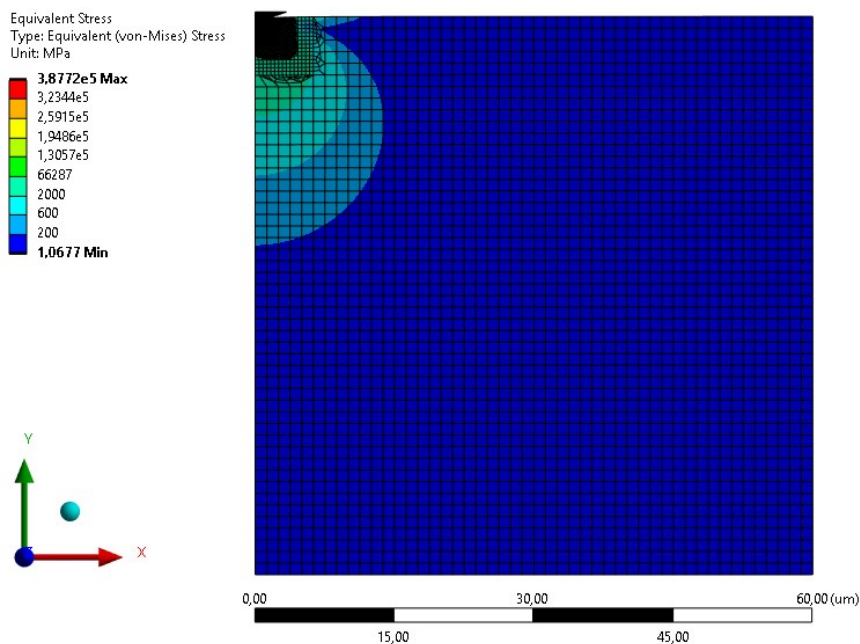
Obr. 3.13: Celkové posuvy pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s diamantovým kužeľovým indentorom (detail na kontaktnú oblasť)



Obr. 3.14: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s diamantovým kuželovým indentorom (detail na kontaktnú oblasť)



Obr. 3.15: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s diamantovým kuželovým indentorom (pohľad na celý model)

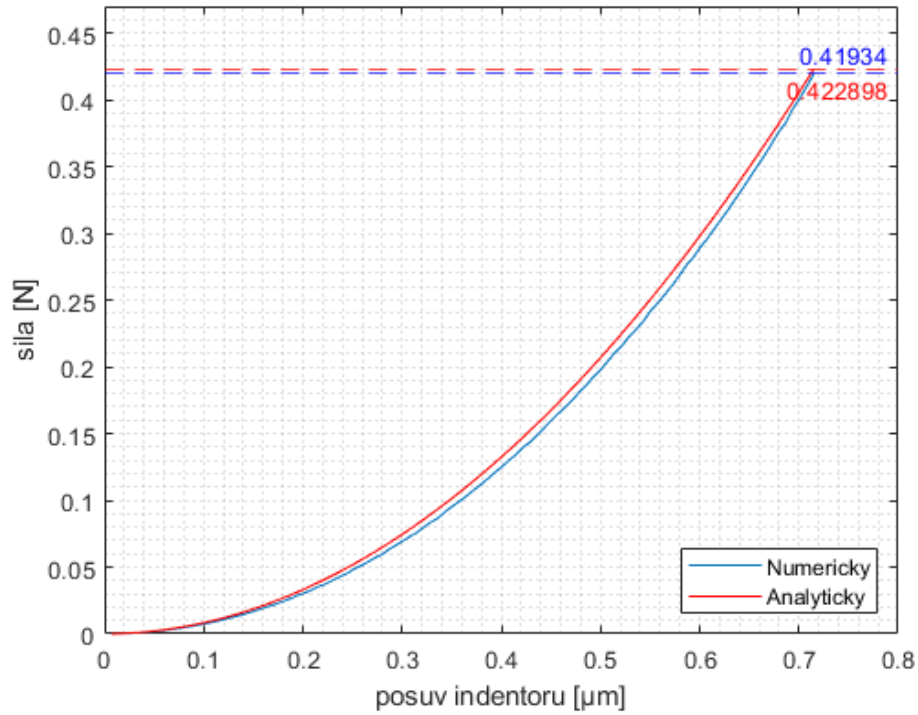


Obr. 3.16: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s tuhým kuželovým indentorom (pohľad na celý model)

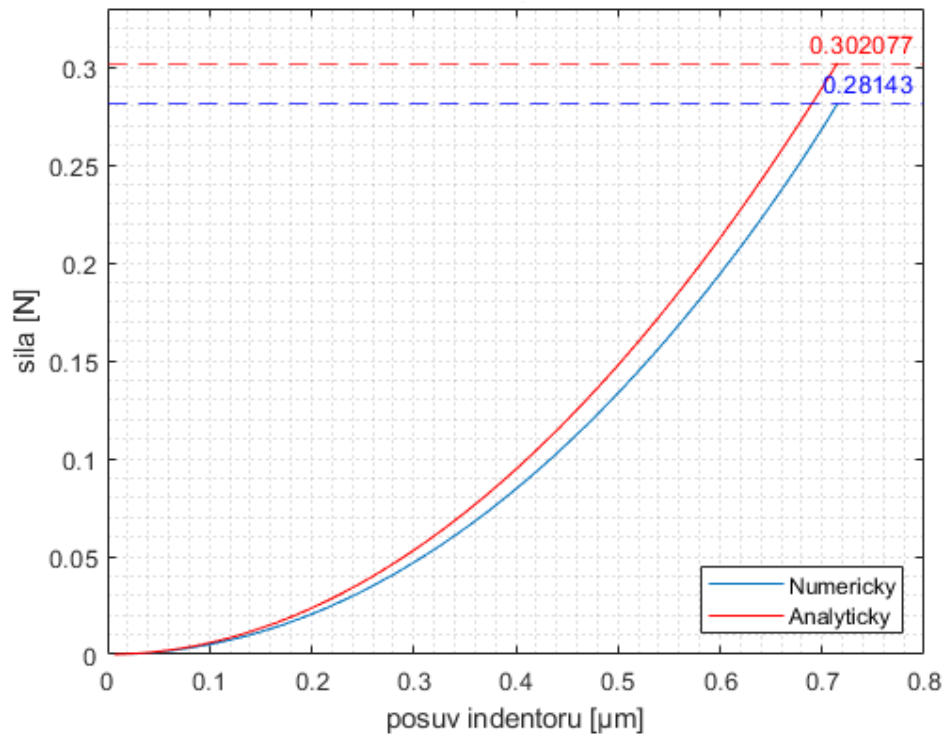
Na obrázkoch vyššie je možné pozorovať, že samotné priebehy ostali rovnaké ako v prípade originálnych veľkostí telies. Detail celkovej deformácie z Obr. 3.13 ukazuje, že najväčšia deformácia v skúšobnom telese sa objavuje znova priamo pod hrotom indentora, pričom dosahuje hodnotu $0,48 \mu\text{m}$. Redukované napätia (Obr. 3.15 a Obr. 3.16) majú totožný priebeh ako v predchádzajúcom prípade. Čo sa týka napätí na koncoch telies, v prípade skúšobného telesa na dolnom a pravom konci je redukované napätie zanedbateľné v oboch prípadoch. V prípade diamantového indentoru na vrchnej hrane sa redukované napätie pohybuje až okolo 300 MPa , avšak citlivostná analýza ukázala, že táto hodnota nemá na výsledok významný vplyv (viď. kap. 3.3.2).

3.4.2 Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom

Dáta z výpočtového modelu boli rovnako ako v predchádzajúcom prípade importované do programu Matlab, kde boli spracované. Na spracovanie dát získaných pomocou, ako tuhého, tak aj diamantového indentoru boli použité úplne rovnaké metódy s rovnakými parametrami, ako z kap. 3.2.2. Na nasledujúcich obrázkoch sú vykreslené porovnania indentačných kriviek získaných analytickým a numerickým prístupom pre tuhý a diamantový indentor s použitím korekcie pre radiálne posuvy materiálu.



Obr. 3.17: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého indentoru – zväčšený model



Obr. 3.18: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia diamantového indentoru – zväčšený model

V obidvoch prípadoch nastalo zlepšenie. Pri tuhom indentore je možné pozorovať, že tvar krivky získanej z numerického prístupu skoro presne kopíruje tvar krivky získanej analytickým prístupom, pričom hodnoty z analytického prístupu sú v tomto prípade stále väčšie a nedochádza k vzájomnému prekríženiu. Maximálna hodnota sily získaná numerickým prístupom je o niečo menšia oproti analytickému prístupom, avšak ich hodnoty sú takmer totožné. Pri použití tuhého indentora nenastala taká výrazná zmena tvaru indentačnej krivky ako v prípade diamantového indentora, táto skutočnosť je daná tým, že hlavný vplyv na zmenu tvaru krivky mala zmena výšky indentora, ktorá v prípade tuhého indentora nehrala podstatnú úlohu. Za použitia diamantového indentora indentačná krivka z numerického prístupu je dokonca nižšie než krivka získaná analytickým prístupom, pričom ale celkom presne kopíruje jej tvar. Maximálna hodnota sily, v tomto prípade, získaná numericky výrazne klesla oproti pôvodnej veľkosti telies. Percentuálny rozdiel maximálnych hodnôt síl u diamantového indentora sa pohybuje okolo 7 % a u tuhého indentora dokonca až pod 1 %. Výsledky týchto maximálnych hodnôt síl, ako pre pôvodné veľkosti telies, tak aj pre aktuálne rozmery sú zobrazené v Tab. 3.3. Z tohto porovnania je možné potvrdiť, že presnejšie výsledky vychádzajú pre tuhý indentor, pre ktorý boli priamo odvodené analytické vzťahy. Pri diamantovom indentore nastala nereálne veľká deformácia hrotu indentora, s ktorou analytické vzťahy nepočítajú, pričom aj výsledné vysoké redukované napätia v okolí kontaktu dokazujú, že v týchto miestach by už dávno nastala plastická deformácia. Samozrejme ďalšia nepresnosť pri diamantovom indentore bola vytvorená samotným redukovaným modulom pružnosti, ktorý len aproximuje samotne materiálové vlastnosti týchto dvoch materiálov v kontakte. Tieto výsledky maximálnych hodnôt síl a aj tvarov jednotlivých indentačných kriviek, aj napriek menším odchýlkam je možné považovať za relatívne presné. Preto ďalším krokom tejto práce je práve pozorovanie správania výpočtového modelu nanoindentácie s elasto-plastickým modelom materiálu volfrámu.

Tab. 3.3: Porovnanie maximálnych hodnôt síl

	Rozmery [μm]		Maximálna hodnota sily [N]		Relatívny rozdiel [%]
	Skúš. teleso	Indentor	Analytický	Numerický	
Tuhý	20x20	1,2	0,4229	0,4320	2,11
	60x60	31,2	0,4229	0,4193	0,95
Diamantový	20x20	1,2	0,3021	0,3752	21,57
	60x60	31,2	0,3021	0,2814	7,20

4 Deformačne napät'ová analýza nanoindentačnej skúšky s kužel'ovým indentorom s uvažovaním plastických deformácií

Po bližšom preskúmaní výpočtového modelu s lineárne-elastickým materiálom bolo zistených niekoľko nedostatkov, ktoré zabraňujú použitiu tohto modelu v praxi. Jedným z hlavných nedostatkov bola nereálne veľká deformácia hrotu indentoru sprevádzaná veľmi vysokým redukovaným napätím v okolí tohto kontaktu. Toto redukované napätie bolo natoľko vysoké, že by u skúšobného telesa došlo k výraznej plastickej deformácii. Práve táto plastická deformácia skúšobného telesa je hlavným zameraním tejto kapitoly. Jedným z charakteristických znakov elasto-plastického materiálu pri nanoindentácii je tvar indentačnej krivky. Tvar tejto krivky, oproti lineárne-elastickému materiálu, sa líši v odľahčovacej fáze, kde krivka nekopíruje krivku zo zaťažovacej fázy, ale klesá strmšie a jej hodnota posuvu sa nevracia do pôvodného bodu, z ktorého začínala v zaťažovacej fáze (viď. Obr. 2.4). To je spôsobené vyššie spomenutou plastickou deformáciou, ktorá zvyčajne nastáva aj v realite. Analytické výpočty sa zameriavajú práve na odľahčovaciu časť krivky, aby v analýze bolo zohľadnené aj plastické správanie indentovaného materiálu. Cieľom tejto kapitoly je overenie použiteľnosti Oliver-Pharr analýzy, prípadne jej korekcií, pomocou spätného dopočítania modulu pružnosti indentovaného skúšobného telesa z dát získaných pomocou MKP (viď. kap. 2.4).

4.1 Konfigurácia výpočtového modelu

Pre vytvorenie výpočtového modelu boli použité rovnaké programy ako v predchádzajúcej kapitole. Samotný proces vytvorenia dvoch paralelných, na seba nezávislých výpočtových modelov s diamantovým a tuhým indentorom ostal rovnaký. Tento proces sa osvedčil, pretože pri tuhom indentore sa zisťuje odchýlka výpočtového modelu od odvodených analytických vzťahov, a následne pri diamantovom indentore sa overuje aplikovateľnosť týchto vzťahov na poddajný indentor.

4.1.1 Model geometrie

Geometrická konfigurácia pozostáva z rovnakých prvkov ako v predchádzajúcej kapitole, a to konkrétne zo skúšobného telesa a rotačne symetrického kužel'ovitého indentoru. Preto bola použitá znovu 2D analýza v kombinácii s osovou symetriou. Aj napriek tomu, že okrajové podmienky sa významne nemenili, bola vykonaná obdobná citlivostná analýza ako v kap. 3.3. Keďže na rozdiel od predchádzajúcej kapitoly, výstupom z tejto kapitoly je priamo modul pružnosti skúšobného telesa, tak sa porovnávala zmena veľkosti skúšobného telesa a indentoru vo výpočtovom modeli voči zmene výsledného modulu pružnosti tohto telesa. V tomto prípade sa ukázalo, že dostačujúce rozmery pre indentor ostali zachované, konkrétne výška indentoru 31,2 μm a pre skúšobné teleso sa zmenila šírka a výška na 400x400 μm . Samozrejme vrcholová polovica uhla indentora ostala zachovaná s hodnotou 70,3°.

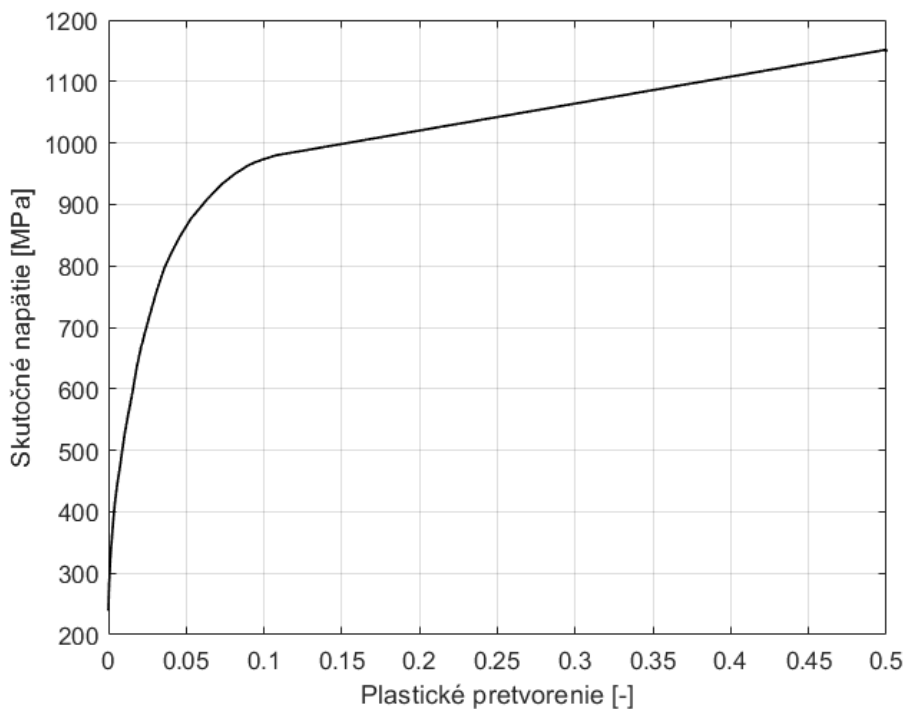
4.1.2 Model materiálu

Najväčšou zmenou v tejto kapitole je práve zmena lineárne-elastického modelu materiálu skúšobného telesa na elasto-plastický, pozostávajúci znova z volfrámu s modulom pružnosti 407 GPa a Poissonovým pomerom 0,28 [23]. Tento model materiálu bol bližšie určený multilineárnym izotopickým spevňovaním. Keďže dáta pre tento multilineárny model bohužiaľ neboli k dispozícii a vykonať experimentálnu jednoosú ťahovú skúšku nebolo možné, boli dáta prevzaté z verejne dostupných zdrojov. Snahou bolo vybrať dáta ťahovej skúšky volfrámu, ktorý nebol nijako špeciálne modifikovaný, poprípade inak upravovaný. Najvhodnejšie dáta boli z článku [25], v ktorom bola vykreslená závislosť zmluvného napätia na pretvorení. Táto závislosť pred tým než bola vložená do výpočtového modelu musela byť prevedená na skutočné napätie a pretvorenie. To bolo možné za pomoci nasledujúcich vzťahov:

$$\varepsilon_{\text{skutočné}} = \ln(1 + \varepsilon_{\text{zmluvné}}). \quad (4.1)$$

$$\sigma_{\text{skutočné}} = \sigma_{\text{zmluvné}} \cdot (1 + \varepsilon_{\text{zmluvné}}). \quad (4.2)$$

Použitelnosť týchto rovníc sa však vzťahuje iba do medze pevnosti. Priebeh za medzou pevnosti bol vykreslený dotyčnicou ku krivke v mieste tesne pred bodom medze pevnosti. Táto dotyčnica bola vytvorená do pretvorenia až 50 %, čo po predchádzajúcej analýze sa ukázalo ako výrazne dostačujúce. Pred samotným vložením dát do Ansysu bolo nutné odrátať od skutočného pretvorenia elastickú časť skutočného pretvorenia, ktorú je možné dopočítať ako podiel skutočného napätia ku modulu pružnosti daného materiálu. Takýmto spôsobom bol určený multilineárny model materiálu volfrámu.

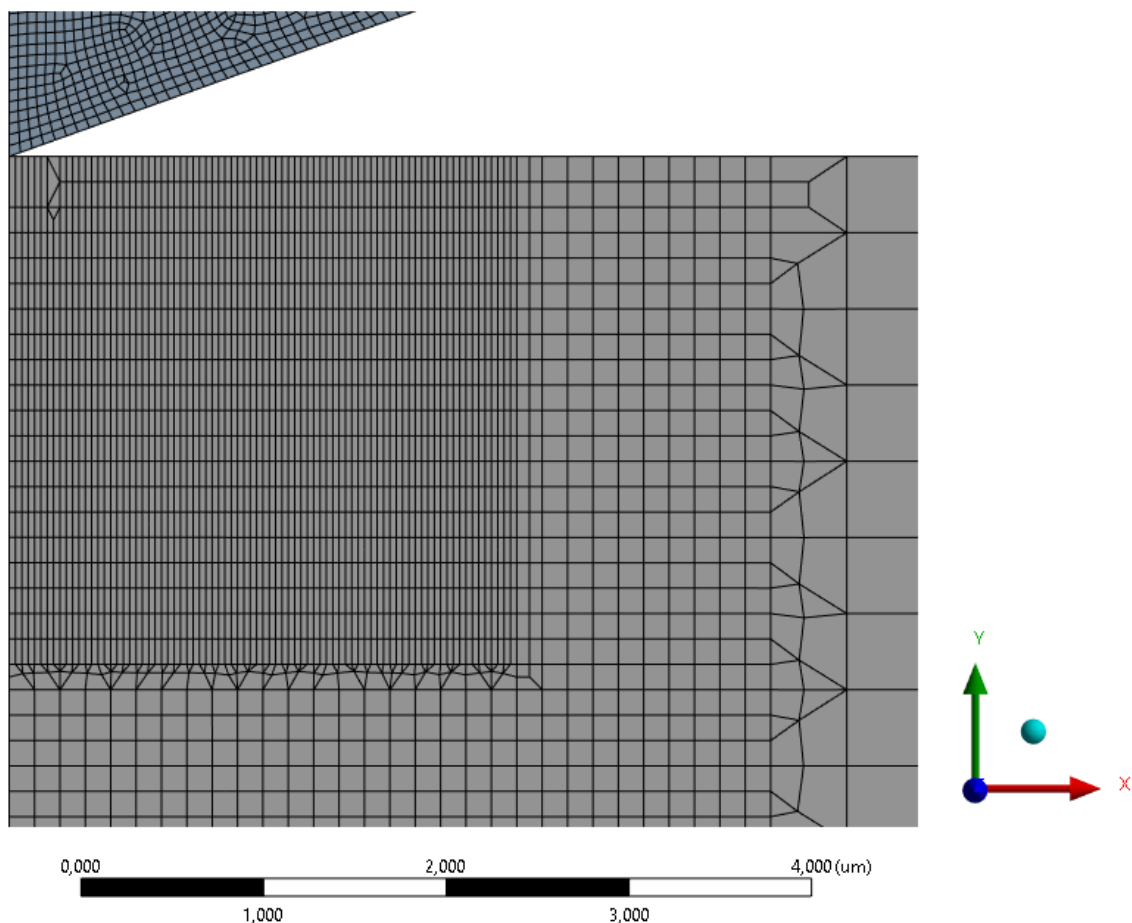


Obr. 4.1: Napäťovo-deformačná krivka volfrámu použitá v multilineárnom modeli materiálu

Materiál indentoru pozostával v jednom prípade z tuhého materiálu a v druhom prípade z diamantu s modulom pružnosti 1 050 GPa a Poissonovým pomerom 0,18 [24]. Keďže diamant sa vyznačuje svojou krehkosťou, neočakáva sa plastická deformácia diamantového indentoru, a preto tento model bol definovaný ako lineárne-elastický.

4.1.3 Nastavenie siete prvkov

Sieť konečných prvkov pri týchto výpočtových modelov bola čiastočne upravená aby boli dosiahnuté presnejšie výsledky. Upravená bola najmä časť v okolí kontaktu indentoru a skúšobného telesa. V tejto časti boli ešte viac zjemnené prvky, aby sa bližšie preskúmala sink-in, poprípade pile-up indentovaného materiálu. Priamo pod hrotom indentoru, na skúšobnom telese, bolo ponechaných 6 väčších prvkov, kvôli problému s deformáciou prvkov spomenutom v kap. 3.1.3. Rovnako ako v predošlom prípade, ďalej od kontaktu sú prvky kontinuálne zväčšované. Boli použité rovnaké rovinné prvky PLANE 183 s kontaktnými prvkami CONTA 172 a TARGE 169, ktoré dokopy pozostávali z približne 25 200 uzlov.



Obr. 4.2: Detail siete konečných prvkov výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií

4.1.4 Okrajové podmienky

Okrajové podmienky ostali zachované až na menšie detaily. Pri kontakte medzi indentorom a skúšobným telesom bola dodatočne upravená penetračná tolerancia. Konkrétne sa regulovala faktorom, ktorého hodnota sa bližšie určuje v nasledujúcej podkapitole. Ďalšou dôležitou zmenou bolo nastavenie analýzy a počtu krokov. Keďže pri indentácii elasto-plastického materiálu sa odlišuje tvar indentačnej krivky v zaťažovacej a odľahčovacej fázy, je nutné nastaviť viacej krokov. Konkrétne boli nastavené 3 kroky, pričom prvý krok je zaťažovacia fáza s minimálne 200 pod-krokmi a posledné dva kroky predstavujú odľahčovaciu fázu. Táto odľahčovacia fáza bola rozdelená na 2 kroky, kvôli faktu, že hlavným záujmom analýzy je časť kedy je ešte indentor so skúšobným telesom v kontakte a teda vratná elastická deformácia skúšobného telesa. Aby bolo získaných dostatok bodov k analýze je druhý krok nastavený na minimálne 200 pod-krokov. Mimo tieto zmeny všetky ostatné okrajové podmienky ostávajú rovnaké ako v kap. 3.1.4, ktoré je možné vidieť aj na Obr. 3.4.

4.1.5 Faktor tolerancie penetrácie

Ako bolo spomenuté vyššie jednou zo zmien, ktorá prispela k presnosti výpočtového modelu bola práve úprava hodnoty faktoru tolerancie penetrácie. Samotný kontakt predstavuje jednu z nelinearít v MKP, ktorá vnáša do výsledku určitú chybu v podobe nevyhnutnej penetrácie prvkov. Faktor tolerancie penetrácie bližšie reguluje maximálnu povolenú penetráciu jednotlivých prvkov v kontakte. Snahou v tomto výpočtovom modeli bolo nastaviť takú nízku hodnotu tohto faktora aby penetrácia prvkov ďalej neovplyvňovala výsledok. Zároveň bolo nutné aby tento faktor nebol príliš nízky aby výpočtový model nemal problém skonvergovať. Kvôli tejto problematike bola vykonaná ďalšia citlivostná analýza zameraná práve na ideálny faktor tolerancie penetrácie. Okrem penetrácie bola pozorovaná aj zmena maximálnej sily a výsledného modulu pružnosti skúšobného telesa. V nasledujúcich tabuľkách je možné pozorovať ako sa menili jednotlivé hodnoty pre tuhý a diamantový indentor pri znižovaní faktoru tolerancie penetrácie.

Tab. 4.1: Zmena výsledných hodnôt pri rôznych faktoroch tolerancie penetrácie za použitia diamantového indentoru

Diamantový indentor			
Faktor tolerancie penetrácie [-]	Maximálna penetrácia [nm]	Maximálna sila [mN]	Modul pružnosti skúšobného telesa [GPa]
0,5	1,2711	33,21	359
0,1	0,5404	33,28	379
0,05	0,2745	33,28	385
0,01	0,0561	33,27	392
0,005	0,0279	33,29	396

Tab. 4.2: Zmena výsledných hodnôt pri rôznych faktoroch tolerancie penetrácie za použitia tuhého indentoru

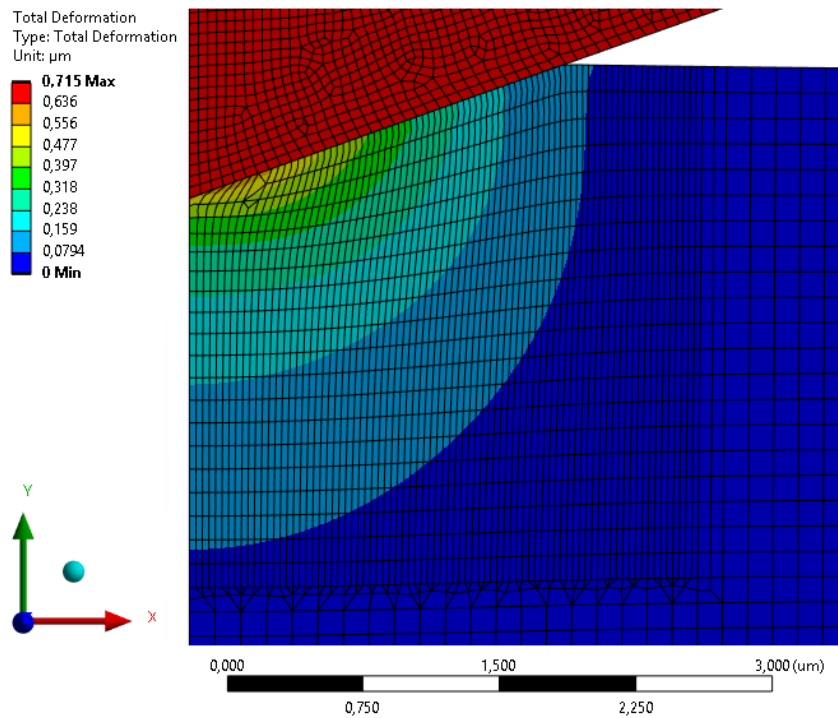
Tuhý indentor			
Faktor tolerancie penetrácie [-]	Maximálna penetrácia [nm]	Maximálna sila [mN]	Modul pružnosti skúšobného telesa [GPa]
0,5	1,2557	33,99	382
0,1	0,5345	34,07	402
0,05	0,2753	34,10	411
0,01	0,0574	34,03	415
0,005	0,0298	33,92	415

Aj napriek tomu, že základná nastavená hodnota programom Ansys pre faktor tolerancie penetrácie bola 0,1 tak jedna hodnota bola zvolená väčšia. Z výsledkov je možné vidieť, že maximálna sila pri oboch výpočtových modeloch nebola významne ovplyvnená zmenou tohto faktora. Maximálna penetrácia dosahovala relatívne nízke hodnoty, až na prípad s faktorom tolerancie penetrácie 0,5, kde dosahovala hodnotu v oboch prípadoch až nad 1 nm. Čo sa týka výsledného modulu pružnosti ten bol výrazne ovplyvnený zmenou tohto faktora. Pri každom zmenšení faktora tolerancie penetrácie dochádzalo k zmene sklonu odľahčovacej krivky a teda k radikálnym zmenám neznámym parametrom, ktorými sa prekladala odľahčovacia časť indentačnej krivky (viď. kap. 4.2). Je možné pozorovať, že medzi faktorom 0,01 a 0,005 v oboch prípadoch došlo k nevýraznej zmene modulu pružnosti, a preto bola za finálny faktor tolerancie penetrácie zvolená hodnota 0,005 ako dostačujúca.

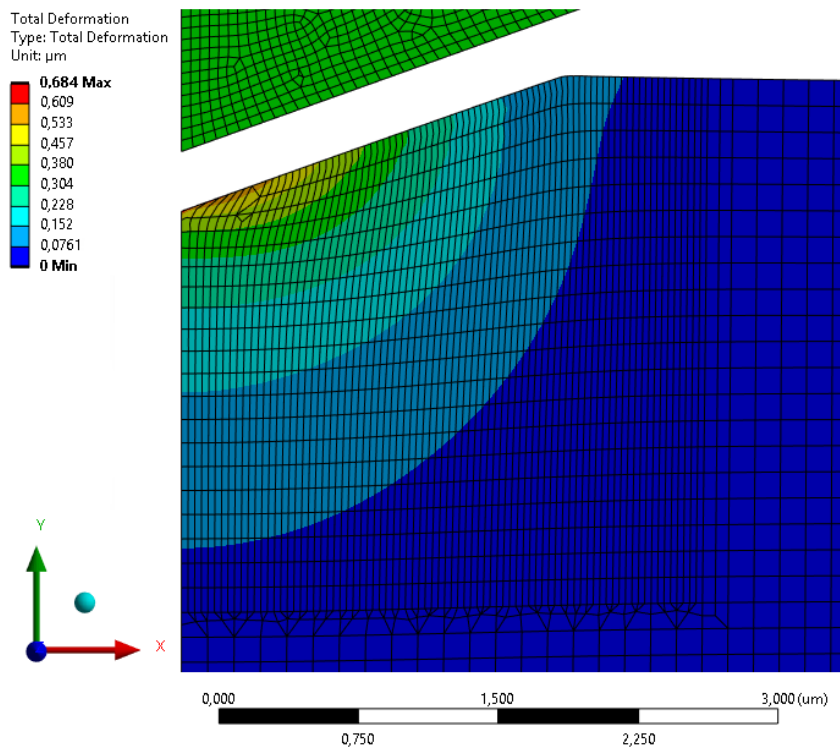
4.2 Výsledky

4.2.1 Spracovanie numerických výsledkov

Kvôli pridaniu ďalšej nelinearity v podobe elasto-plastického modelu materiálu volfrámu a celkovému navýšeniu počtu uzlov sa v tomto prípade výpočtový čas pohyboval okolo 10 minút. Na Obr. 4.3 a Obr. 4.4 sú zobrazené celkové deformácie v prípade maximálneho zaťaženia a po odľahčení za použitia diamantového indentora. Pridaním elasto-plastického modelu materiálu sa objavila výrazná plastická deformácia skúšobného telesa. Prejavilo sa to taktiež na deformácií hrotu indentoru, ktorý sa na rozdiel od výpočtového modelu z predchádzajúcej kapitoly deformoval oveľa menej. Konkrétna maximálna hodnota vtláčenia hrotu indentoru do skúšobného telesa sa pohybuje okolo 0,705 μm . Na kraji kontaktnej oblasti sa objavil nevýrazný pile-up, ktorý u diamantového indentora dosahoval hodnotu 38,12 nm a u tuhého indentora 43,09 nm. Po odľahčení sa skúšobné teleso čiastočne spätne elasticky deformovalo, pričom indentácia zanechala v skúšobnom telese odtlačok o hĺbke 0,684 μm . V prípade tuhého indentora bol priebeh celkových deformácií veľmi podobný, pričom ale hrot indentora sa samozrejme vôbec nedeformoval a tak zanechal po odľahčení v skúšobnom telese odtlačok o hĺbke 0,695 μm .

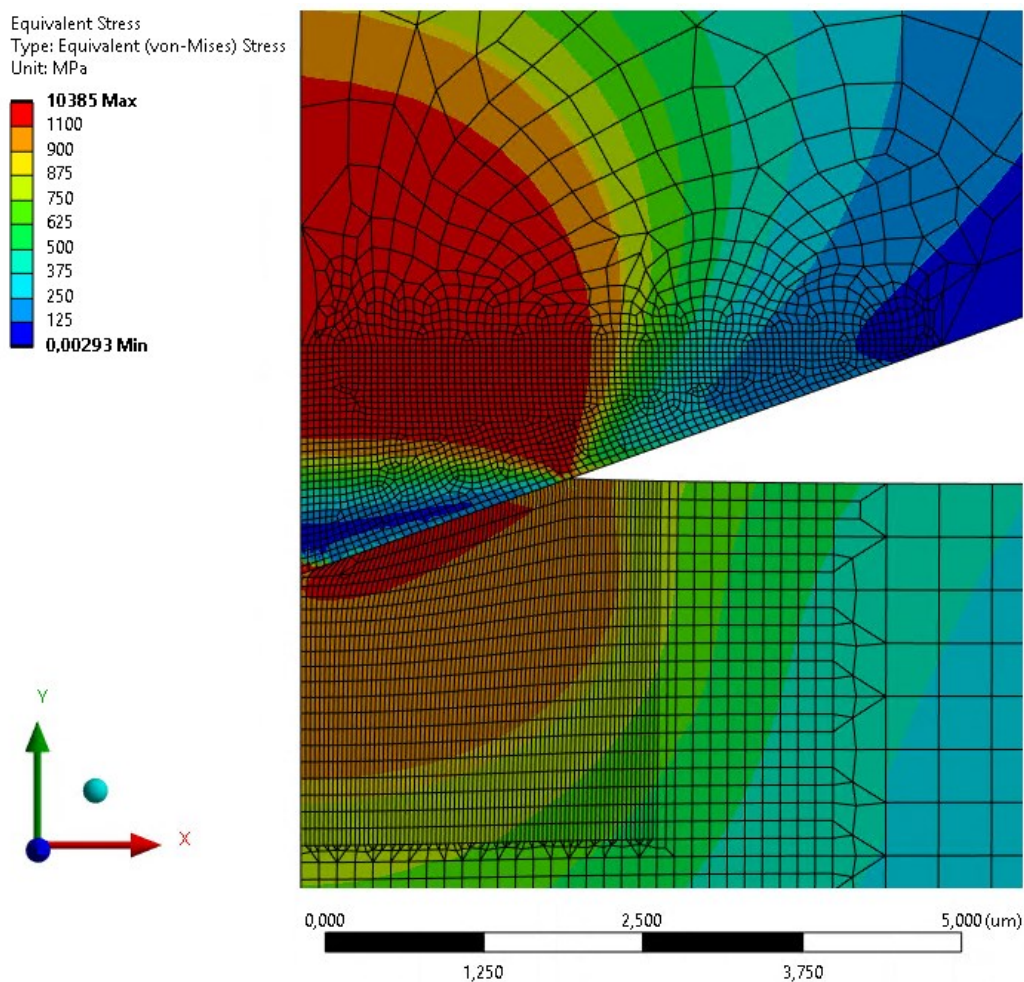


Obr. 4.3: Celkové posuvy výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií pri maximálnom zaťažení – diamantový kužeľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)

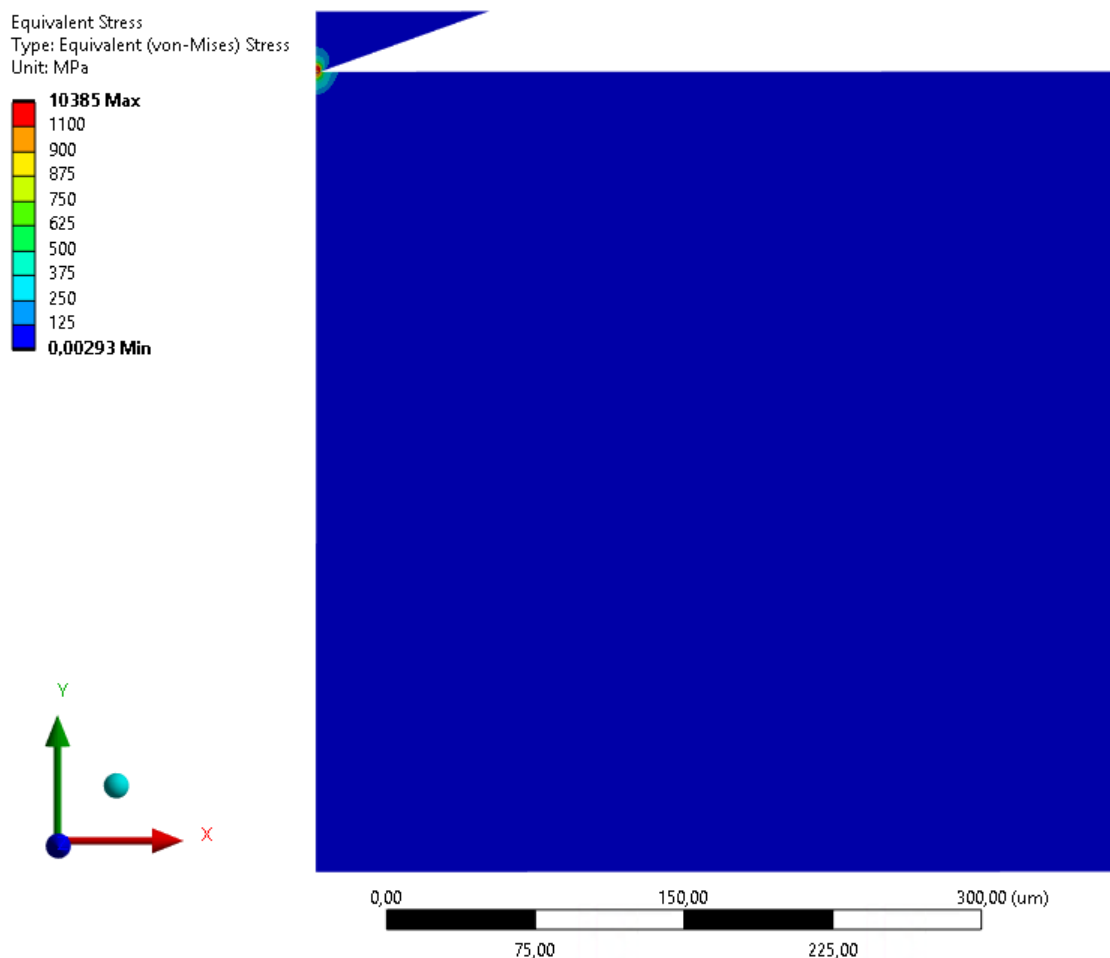


Obr. 4.4: Celkové posuvy výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií po odľahčení – diamantový kužeľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)

Priebehy redukovaných napätí v celom výpočtovom modeli s diamantovým indenterom sú vykreslené na Obr. 4.6, v ktorom pre lepšiu ilustráciu nebola vykreslená sieť prvkov. Z detailu na Obr. 4.5 je možné vidieť významné miesta zvýšeného redukovaného napätia na skúšobnom telese v okolí kontaktu, kde mimo koncentrátoru napätia, nachádzajúceho sa priamo pod hrotom indentoru, je dosiahnuté napätie okolo 1 100 MPa. Ďalšie významne miesto zvýšeného napätia sa objavilo na indentore vo vzdialenosti približne dvoch mikrometrov od hrotu. V tomto mieste sa pohybovalo maximálne redukované napätie až okolo hodnoty približne 1 700 MPa. Napätie na koncoch jednotlivých telies nebolo nijak významne a pohybovalo sa v jednotkách až desiatkach MPa. Táto znalosť taktiež potvrdila, že jednotlivé veľkosti telies sú dostatočné a nie je nutné robiť dodatočné zväčšenie. Priebehy redukovaného napätia vo výpočtovom modeli s tuhým indenterom boli veľmi podobné ako v prípade s diamantovým indenterom a preto neboli ani znova vykreslené.

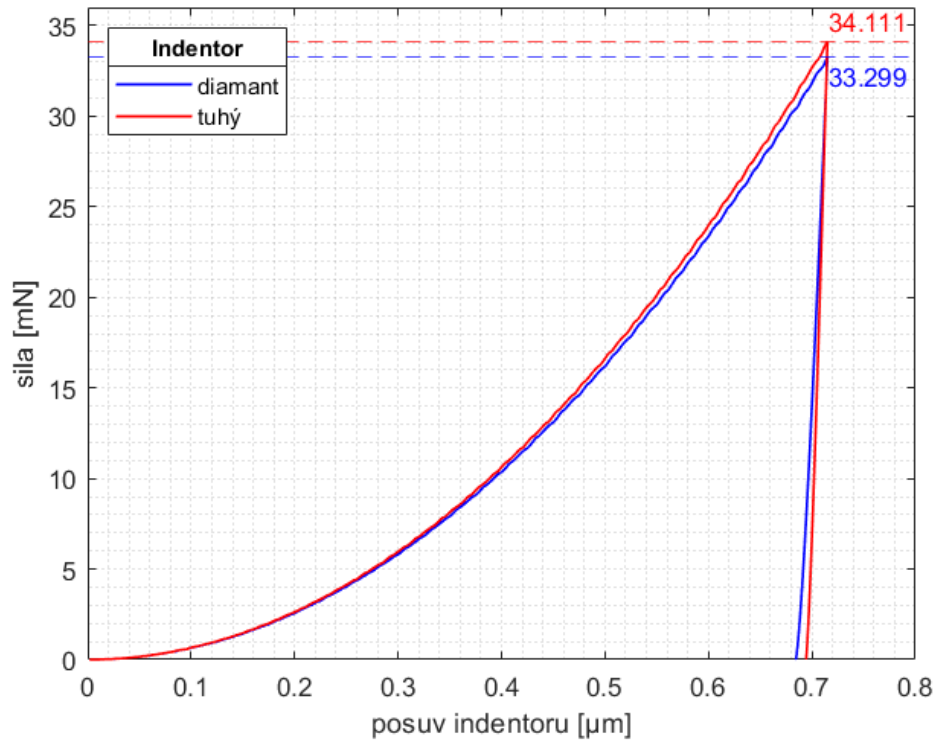


Obr. 4.5: Redukované napätie výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií pri maximálnom zaťažení – diamantový kužeľový indenter (detail na kontaktnú oblasť)

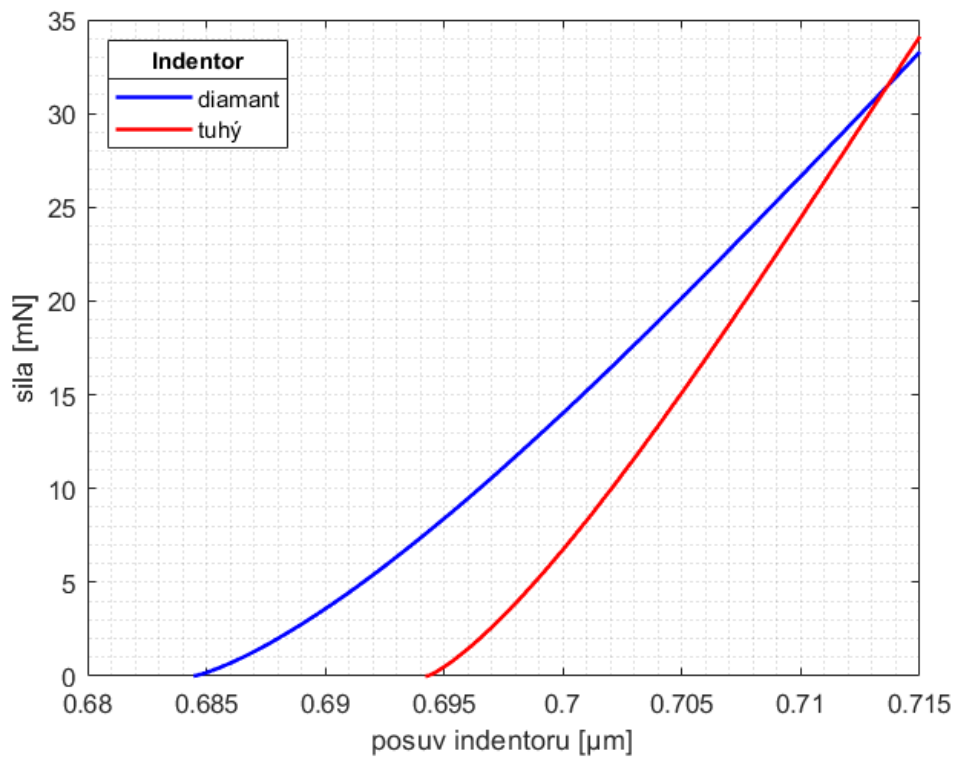


Obr. 4.6: Redukované napätie výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indenter (pohľad na celý model)

Dáta z numerických výpočtov boli exportované a ďalej spracované v programe Matlab. Ako prvé sú na Obr. 4.7 vykreslené indentačné krivky z oboch modelov. Ako sa dalo očakávať krivky sú zo začiatku veľmi podobné a až na konci zaťažovacej fázy sa rozchádzajú, kde tuhý indenter dosahuje vyššiu hodnotu sily. Počas odľahčovacej fázy sú krivky znova na začiatku takmer totožné a ku koncu sa rozchádzajú, pričom konkrétne hodnoty vtlačenia na konci indentačnej krivky boli spomenuté už vyššie. Táto odchýlka medzi jednotlivými krivkami je spôsobená najmä elastickou deformáciou diamantu, vďaka ktorej je maximálna hodnota sily o niečo menšia oproti tuhému indenteru, a taktiež je kvôli tomu o niečo menšia maximálna hĺbka odtlačku v skúšobnom telese po odľahčení.



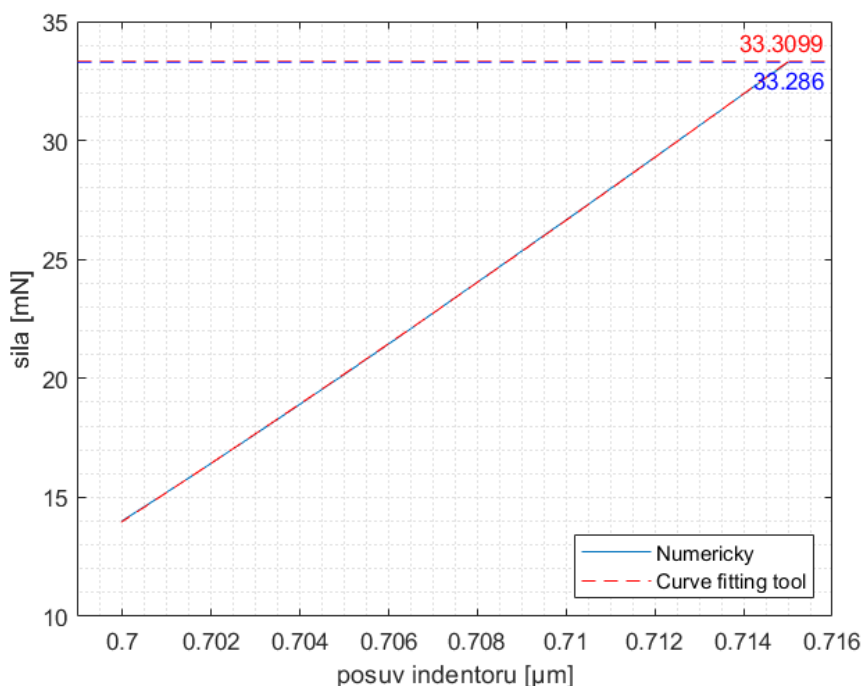
Obr. 4.7: Indentačné krivky výpočtových modelov s diamantovým a tuhým indentorom



Obr. 4.8: Detail na odľahčovaciu časť indentačnej krivky

4.2.2 Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom

Ako bolo vyššie spomenuté výsledky sú analyticky spracované pomocou Oliver-Pharr analýzy, ktorá sa hlavne zameriava na odľahčovaciu časť krivky (vid'. Obr. 4.8). Oliver a Pharr tvrdili, že odľahčovacia časť krivky sa dá preložiť jednoduchým mocninovým vzťahom (2.19) (vid'. kap. 2.4). To viedlo k použitiu nástroja s názvom "Curve fitting toolbox" implementovaného v Matlabe. Za pomoci tohto nástroja bolo možné preložiť dáta z numerického výpočtu vzťahom (2.19). Do samotného nástroja bolo však vložených iba prvých 50 % dát, kvôli tomu, že táto časť krivky je takmer lineárna a nie je problém jej dáta preložiť vyššie uvedeným vzťahom. Pri vložení 100 % dát, pri konci krivky nastáva náhle zaoblenie, ktoré tento nástroj nedokáže preložiť, poprípade je preložený veľmi nepresne. Takýto postup bol prvotne navrhnutý už v štúdiách Doerner a Nix (vid'. kap. 2.4), ktorý navrhovali preloženie prvej tretiny odľahčovacej časti krivky [12]. Až neskôr sa osvojilo preloženie 80 % až 50 % krivky na čo odkazuje aj základná norma [5]. Vo vyššie uvedenom nástroji boli za neznáme parametre zvolené α , m a konečná hĺbka h_f [26]. Konečná hĺbka bola taktiež zvolená ako neznámy parameter, kvôli tomu, že pri prekladaní iba 50 % dát sa bude konečná hĺbka o niečo líšiť od numerických výsledkov. Okrem toho, aby bola krivka čo najpresnejšie preložená, sa v tomto nástroji nastavili medze hodnôt, v ktorých sa približne pohybovali neznáme parametre. Nastavenie medzných hodnôt vyžadovalo niekoľko opakovaní, pretože pri nastavení moc úzkej alebo naopak moc širokej medze nebol tento nástroj schopný preložiť krivku aj napriek tomu, že výsledné hodnoty sa pohybovali v nastavených intervaloch. K preložению dát sa konkrétne použila metóda nelineárnych najmenších štvorcov. Ukázalo sa, že tento nástroj je taktiež veľmi citlivý na použité jednotky, pretože vložené dáta zaokrúhľoval. Po niekoľkých pokusoch sa ukázalo, že na dokonalé preloženie bolo nutné vkladať dáta v jednotkách milinewton a nanometer. Keďže boli nastavené až 3 neznáme parametre, tak prirodzene aj výsledné parametre sa pohybovali v určitých medziach, čo vyžadovalo dodatočnú kontrolu, či dané medze nie sú príliš veľké. Ak dané medze dosahovali rozdiel okolo 1 % boli prehlásené za dostatočné a v ďalších krokoch sa použila ich stredná hodnota.



Obr. 4.9: Porovnanie odľahčovacej krivky z numerických výpočtov a "Curve fitting toolbox"

V poslednom kroku bolo nutné vykresliť numerické dáta k preloženým dátam a vizuálne skontrolovať či boli nástrojom korektné preložené a teda či nevznikli nejaké odchýlky. Ako je možné pozorovať na Obr. 4.9 tak prvá polovica odľahčovacej krivky bola preložená natoľko presne, až sa jednotlivé krivky úplne prekryli. Po prehodnotení všetkých vyššie uvedených faktorov sú výsledné parametre z preloženia týchto numerických dát zobrazené v Tab. 4.3.

Tab. 4.3: Výsledné parametre z preloženia indentačnej krivky

	$\alpha \left[\frac{\text{mN}}{\text{nm}^m} \right]$	m [-]	h_f [nm]
Tuhý	1,306	1,111	696,2
Diamantový	0,718	1,148	686,7

Po zistení týchto parametrov sa pokračuje obdobne ako v kap. 2.4 a teda sa vykoná derivácia predošlého mocninového vzťahu, z ktorého sa dostane vzťah (2.20), do ktorého po dosadení vyššie získaných parametrov je možné dopočítať celkovú kontaktnú tuhosť S . Ďalším krokom je dopočítať vzdialenosť vtlačenia h_c (viď. Obr. 2.5). K tomuto slúži vzťah (2.27), pričom hodnota ε je presne dopočítaná pre tento konkrétny prípad (viď. kap. 2.4.3). Táto metóda na dopočítanie h_c však počíta iba s výskytom sink-in, a preto je nutné po dopočítaní tejto hodnoty pripočítať k nej ešte hodnotu pile-up spomenutú vyššie. Pomocou tejto vzdialenosti vtlačenia h_c , ako bolo odvodené v kap. 2.4.1, je možné jednoducho dopočítať priemet kontaktnej plochy A_c pomocou vzťahu (2.23). S týmito všetkými znalosťami je možné získať finálny tvar v podobe:

$$\frac{E_s}{(1 - \mu_s^2)} = \frac{1}{\gamma} \cdot \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}}. \quad (4.3)$$

Tento vzťah je ešte upravený o bezrozmerný korekčný koeficient radiálnych posuvov γ , dopočítaný pomocou vzťahu (2.24), ktorého hodnota vyšla 1,07. Vzťah (4.3) je finálna rovnica tejto analýzy, kde výsledná ľavá strana rovnice sa označuje aj ako redukovaný modul pružnosti E_r . Ako sa uvádza aj v kapitole 2.4.4 pre získanie modulu pružnosti alebo Poissonovho pomeru je nutná znalosť jednej alebo druhej veličiny. Za úvahy, že je známy Poissonov pomer skúšobného telesa, pretože pomocou neho bol dopočítaný aj koeficient radiálnych posuvov, je možné upraviť vzťah (4.3) do podoby:

$$E_s = (1 - \mu_s^2) \cdot \frac{1}{\gamma} \cdot \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}}, \quad (4.4)$$

z tohto vzťahu je možné dopočítať modul pružnosti skúšobného telesa za použitia tuhého indentora. Za použitia diamantového indentora je nutné modul pružnosti dopočítať pomocou vzťahu pre redukovaný modul pružnosti (2.9). Najprv sa získa redukovaný modul pružnosti z rovnice (4.3) a následne upravením vzťahu (2.9) sa dostane tvar:

$$E_s = \left(\frac{(1 - \mu_s^2)}{\frac{1}{E_r} - \frac{(1 - \mu_i^2)}{E_i}} \right), \quad (4.5)$$

kde obdobne ako v kap. 2.2 indexy pri materiálových charakteristikách s a i označujú skúšobné teleso a indenter. Vďaka tomuto postupu bolo možné získať spätným dopočítaním hodnoty modulu pružnosti, ktoré boli zadané na začiatku výpočtovej úlohy. Konkrétne pri tomto postupe za použitia tuhého indentoru bola analyticky dopočítaná hodnota 415 GPa a za použitia diamantového indentoru 396 GPa. Percentuálne sa odchýlky od prednastavenej hodnoty odlišujú o 1,97 % pri tuhom indentore a o 2,70 % pri diamantovom indentore. Tieto výsledky a hlavne ich percentuálne rozdiely sú podobné ako výsledky získané v predošlej kapitole s lineárne-elastickým výpočtovým modelom. Tieto odchýlky pohybujúce sa v rozsahu 1 až 3 percent sú relatívne nízke vzhľadom ku všetkým nepresnostiam vnesených do riešenia. Najväčšou nepresnosťou v tomto riešení je práve prekladanie numerických dát mocninovou krivkou, kde vyššie použitý nástroj je veľmi citlivý na vstupné údaje. Avšak na druhú stranu ostatné vyššie použité korekcie pozitívne prispeli k celkovej presnosti výsledku.

5 Deformačne napät'ová analýza nanoindentačnej skúšky so sférickým indentorom s uvažovaním plastických deformácií

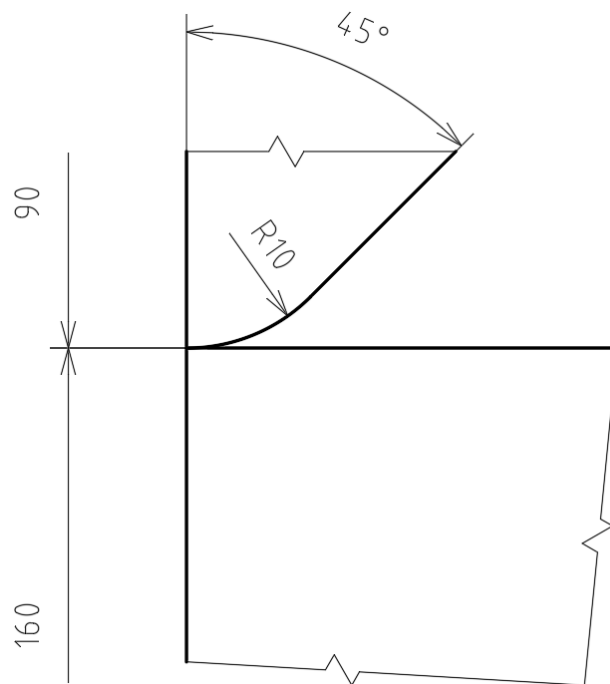
Po spresnení výpočtového modelu, v podobe rozšírenia modelu materiálu skúšobného telesa o plastické deformácie, bola overená platnosť Oliver-Pharr analýzy na modeli s kužel'ovým indentorom. V článku [16] z roku 2004 sa taktiež uvádza, že táto analýza je rovnako dobre použiteľná aj na guľový tvar indentora. Preto ďalším krokom v tejto práci bolo aplikovanie a overenie platnosti tejto analýzy v kombinácii s Hertzovou analýzou na rotačne symetrický guľový tvar indentora (viď. kap. 2.3 a 2.4). Rovnako ako v predchádzajúcej kapitole hlavným výstupom tejto kapitoly je overenie použiteľnosti tejto analýzy a nutnosť použitia korekčných súčiniteľov.

5.1 Konfigurácia výpočtového modelu

Pri samotnom výpočtovom modeli boli použité rovnaké programy ako v prechádzajúcich kapitolách. Princíp vytvorenia dvoch paralelných výpočtových modelov s dvomi rôznymi druhmi modelmi materiálov indentorov ostal taktiež zachovaný. Hlavnou zmenou je práve úprava geometrie indentora, ktorá prináša niekoľko zmien a obmedzení, ktoré sú ďalej opísane v nasledujúcom pokračovaní tejto práce.

5.1.1 Model geometrie

Hlavnou zmenou v tejto kapitole je úprava tvaru indentoru z kužel'ového na guľový tvar. Keďže sa jedná o rotačne symetrický guľový indentor je možné zachovať analýzu v podobe rovinatej úlohy s použitím osovej symetrie. Model guľového indentoru bol vytvorený tak ako by vyzeral v realite, a teda v tvare kužel'ovitého indentoru s vrcholovou polovicou uhľu 45° , Ktorý má na samotnom vrchole vytvorené zaoblenie. Pre toto zaoblenie bol zvolený polomer s hodnotou $10\ \mu\text{m}$. Čo sa týka ostatných rozmerov, tak kvôli zmene tvaru indentoru rozmery uvedené v kap. 3.3 nemusia byť dostačujúce. Preto boli rozmery ako skúšobného telesa tak aj indentoru najprv zvolené ako v predchádzajúcej kapitole a následne rovnakým postupom ako v kap. 3.3 boli otestované, či sú dostačujúce. Ako sa ukázalo rozmery pri tomto výpočtovom modeli bolo nutne o niečo upraviť, konkrétne výšku indentora na $90\ \mu\text{m}$ a rozmery skúšobného telesa na $160 \times 160\ \mu\text{m}$ (viď. Obr. 5.1).



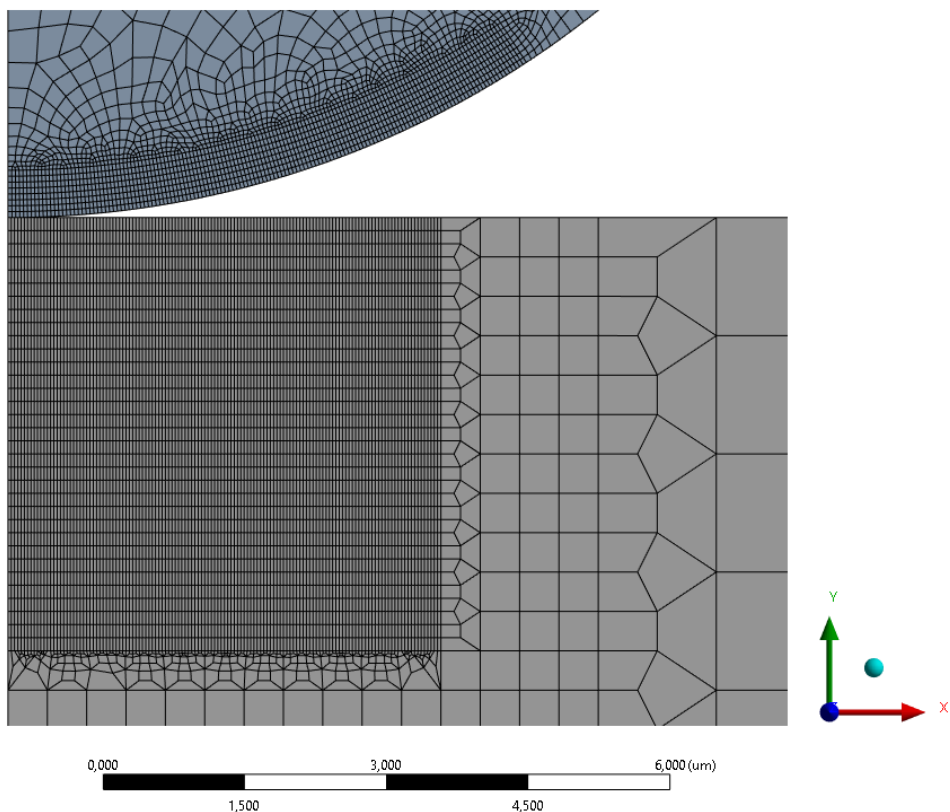
Obr. 5.1: Detail geometrie nanoindentačnej skúšky s guľovým indentorom (rozmery sú uvádzané v mikrometroch)

5.1.2 Model materiálu

Pre túto analýzu ostal materiál jednotlivých telies zachovaný. Konkrétne sa indentor uvažuje v prvom prípade ako ideálne tuhý a v druhom prípade ako lineárne-elastický model materiálu diamantu s modulom pružnosti 1 050 GPa a Poissonovým pomerom 0,18. Skúšobné teleso pozostávalo z elasto-plastického modelu materiálu volfrámu s modulom pružnosti 407 GPa a Poissonovým pomerom 0,28, ktorého plastické vlastnosti sú bližšie modelované rovnako ako v kap. 4.1.2 multilineárnym izotropickým spevňovaním.

5.1.3 Nastavenie siete prvkov

Sieť konečných prvkov bola kvôli zmene geometrií do značnej miery upravená. Na skúšobnom telese boli odstránené zbytočné vysoké prvky, kvôli faktu, že sa indentuje guľovým indentorom, ktorý nespôsobuje priamo pod hrotom veľké zdeformovanie prvkov. Taktiež aj napriek dostatočnej jemnosti siete, ktorá bola overená aj v predošlých kapitolách citlivostnou analýzou, bola sieť zjemnená ešte viac, aby bolo možné zachytiť a bližšie preskúmať potencionálny sink-in prípadne pile-up (viď. kap. 2.1.2). Obdobne ako u predchádzajúcich výpočtových modelov veľkosť prvkov sa kontinuálne zväčšovala od kontaktnej hrany, pretože oblasťou nášho záujmu je najmä táto kontaktná oblasť a jej blízke okolie. Čo sa týka indentoru, na ňom bolo vytvorené pásmo priamo na hrane kontaktu, v ktorom boli prvky zjemnené natoľko aby ich veľkosť bola približne rovnaká ako veľkosť prvkov na skúšobnom telese. Vytvorenie rovnakej veľkosti prvkov na oblastiach kontaktu zabezpečuje menšiu penetráciu a taktiež lepšiu konvergenciu kontaktných úloh. Mimo toto kontaktné pásmo nie je dôležitá veľkosť prvkov, a preto podobne ako na skúšobnom telese je od tohto pásma postupne zväčšovaná. Pre vytvorenie siete boli znova použité rovinné prvky PLANE 183 s kontaktnými prvkami CONTA 172 a TARGE 169, ktoré dokopy pozostávali z približne 29 500 uzlov.



Obr. 5.2: Detail siete konečných prvkov výpočtového modelu s guľovým indentorom

5.1.4 Okrajové podmienky

Konfigurácia okrajových podmienok ostala rovnaká ako v predchádzajúcich výpočtových modeloch. Hlavnou zmenou si prešiel riadiaci parameter nanoindentáčnej skúšky. Z teórie vyplýva, že Hertzova analýza môže byť použitá iba pri indentáciach do maximálnej hĺbky, ktorá je výrazne menšia ako polomer guľového indentoru (vid' kap. 2.3). V niektorých zdrojoch sa uvádza, že desaťnásobok maximálnej hĺbky indentácie by mal byť menší ako polomer indentoru [19]. V súlade s týmto výrokom boli zvolené 3 maximálne hĺbky indentácie a konkrétne $1\ \mu\text{m}$, $0,5\ \mu\text{m}$ a $0,1\ \mu\text{m}$. Hodnota $1\ \mu\text{m}$ bola zvolená ako hraničná hodnota, ktorá teoreticky už nespĺňa túto podmienku, pričom ale ostatné hĺbky túto podmienku spĺňajú. Toto vtlačenie bolo rovnako ako v predchádzajúcich prípadoch nastavené v podobe posuvu proti smeru y-ovej osy, v prípade diamantového indentoru na hornú hranu a v prípade tuhého indentoru na celú plochu indentoru. Kontakt indentoru a skúšobného telesa bol nastavený tiež rovnako, pričom bol použitý faktor tolerancie penetrácie 0,005, ktorý bol prebratý z kap. 4.1.5.

5.2 Overenie analýzy podľa Hertza

Aj napriek tomu, že kvôli plastickej deformácii je nutné finálne výsledky z tejto kapitoly spracovať pomocou Oliver-Pharr analýzy, tak je dôležité overiť platnosť analýzy podľa Hertza (vid'. kap. 2.3), pretože v prípade guľového indentora sa Oliver-Pharr analýza modifikuje práve podľa Hertzovej analýzy. Overenie prebehne analogicky ako v kap. 3, a teda sa použije rovnaká konfigurácia výpočtového modelu ako je uvádzaná vyššie v tejto kapitole, len sa upraví materiál skúšobného telesa na lineárne-elastický model materiálu. Samotný modul pružnosti a Poissonov pomer volfrámu ostávajú rovnaké ako v kap. 5.1.2. Okrajové podmienky ostávajú rovnaké, pričom toto overenie bude vykonané iba v prípade maximálnej hĺbky vtlačenia 0,5 μm , pretože ostatné hĺbky by poskytli rovnaké výsledky. Čo sa týka výsledkov tak sa bude porovnávať tvar indentačných kriviek z numerického a analytického prístupu, a samozrejme maximálna dosiahnutá hodnota sily.

Čo sa týka numerických výsledkov, tak pri celkových deformáciách sa objavil celkom výrazný sink-in materiálu u oboch typoch indentorov. Samotný hrot indentora sa rovnako ako v kap. 3.2.1 až nereálne moc deformoval za použitia diamantového indentora. Redukované napätia v prípade maximálneho zaťaženia boli taktiež v oboch prípadoch nereálne vysoké, čo poukazuje na to, že v miestach blízkosti kontaktu by sa dávno objavili plastické deformácie.

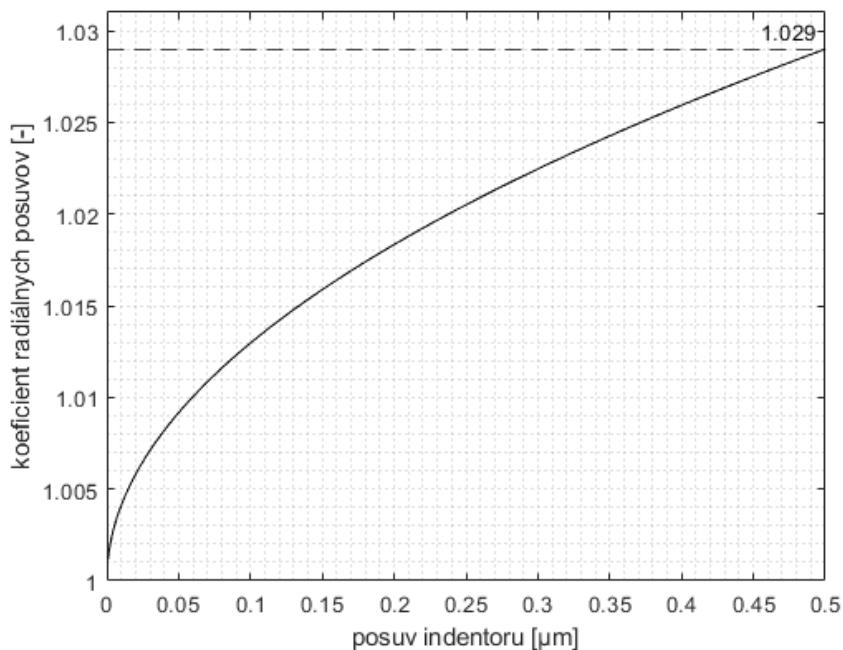
K analytickému spracovaniu a konkrétne k vykresleniu indentačných kriviek sa použije vzťah pre silu (2.10). Tento vzťah z analýzy podľa Hertza obdobne ako Sneddonova analýza v dobe kedy bol odvodený neuvažoval s korekciou radiálnych posuvov. Kvôli tomu bude tento vzťah upravený o korekčný koeficient radiálnych posuvov pre guľový indentor (vid'. kap. 2.4.2). Finálna podoba tohto vzťahu pre tuhý indentor je nasledujúca:

$$F = \gamma \cdot \frac{4}{3} \cdot \frac{E_s}{(1 - \mu_s^2)} \cdot \sqrt{R} \cdot h^{3/2}, \quad (5.1)$$

kde za R bol dosadený polomer guľového indentora s hodnotou 10 μm , pričom ostatné parametre sa dosádzali rovnako ako v kap. 3.2.2. V prípade korekčného koeficienta radiálnych posuvov a teda konkrétne vzťahu (2.25), je okrem polomeru R nutné dosadiť aj kontaktný polomer vtlačenia r_c . Tento polomer je možné jednoducho určiť zo vzťahu (2.14), ktorého hĺbka h_c sa dopočíta zo vzťahu (2.17), pričom finálna podoba vyzerá nasledujúco:

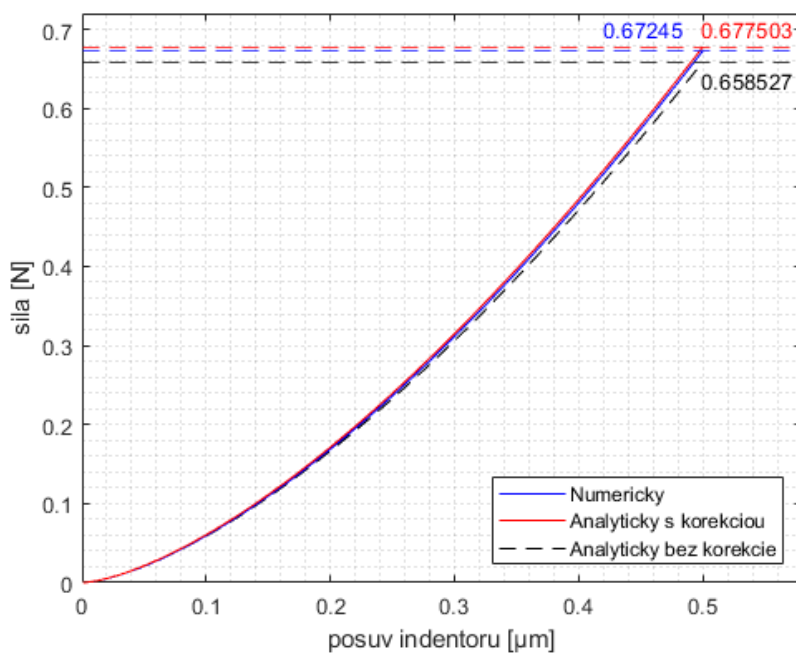
$$r_c = \sqrt{R \cdot h}. \quad (5.2)$$

Je dôležité poznamenať, že na základe vzťahu (5.2) je koeficient radiálnych posuvov v prípade guľového indentora závislý od hĺbky vtlačenia indentora, čo znamená, že počas procesu vtlačania dochádza k jeho kontinuálnej zmene. Na Obr. 5.3 je zobrazená závislosť zmeny koeficientu radiálnych posuvov na hĺbke vtlačenia. Táto závislosť bola použitá pre korekciu radiálnych posuvov ako v prípade tuhého tak aj diamantového indentora s lineárne-elastickým modelom materiálu skúšobného telesa.



Obr. 5.3: Závislosť zmeny korekčného koeficientu γ na hĺbke vtláčania indentoru

Analogicky ako v kap. 3.2.2, aby bol ukázaný prínos korekcie pre radiálne posuvy tak v prípade Obr. 5.4 bola vykreslená dodatočne aj indentačná krivka bez uvažovania korekcie na radiálne posuvy. V prípade guľového indentora vplyv korekcie na radiálne posuvy nie je až tak postrehnuteľný ako v prípade kužeľového indentora (viď Obr. 3.9), pretože v prípade kužeľového indentora sa indentuje do väčšej hĺbky, kde je vplyv radiálnych posuvov väčší.



Obr. 5.4: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého guľového indentoru

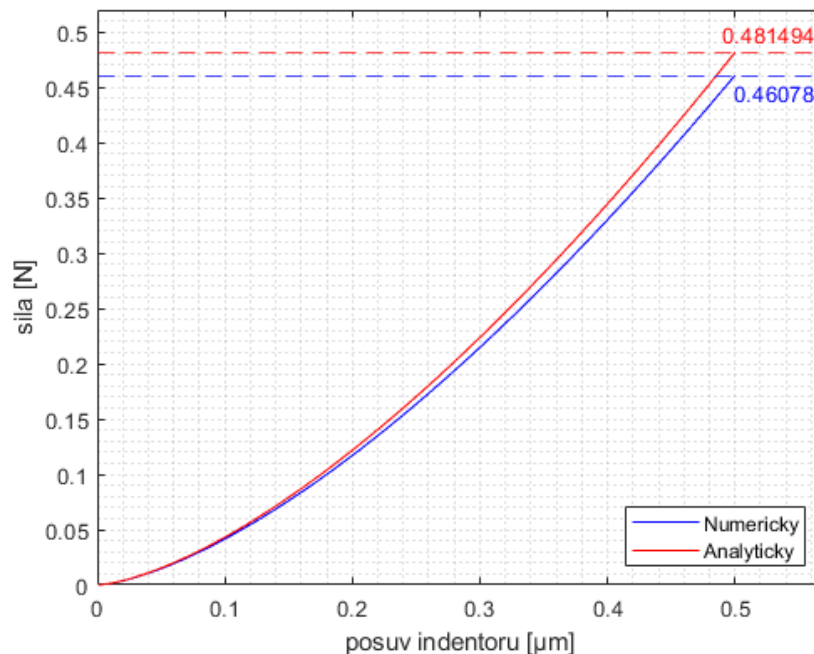
Ako vyplýva z porovnania vyššie, k získaniu presnejších výsledkov je vhodné do tejto analýzy zahrnúť aj korekciu na radiálne posuvy, a preto sa v nasledujúcom postupe bude aj naďalej používať. V prípade diamantového indentora sa tieto vzťahy čiastočne komplikujú, keďže je nutné pracovať nie len s deformáciou skúšobného telesa ale aj indentoru. Deformácia oboch telies sa zahrnie do výpočtov v podobe redukovaného modulu pružnosti:

$$F = \gamma \cdot \frac{4}{3} \cdot E_r \cdot \sqrt{R} \cdot h^{3/2}, \quad (5.3)$$

Nasledujúcim rozpísaním redukovaného modulu pružnosti podľa vzťahu (2.9) je možné odvodiť vzťah:

$$F = \gamma \cdot \frac{4}{3} \cdot \left(\frac{1}{\frac{(1 - \mu_s^2)}{E_s} + \frac{(1 - \mu_i^2)}{E_i}} \right) \cdot \sqrt{R} \cdot h^{3/2}, \quad (5.4)$$

kde za E_i a μ_i sa dosadí Youngov modul pružnosti a Poissonov pomer diamantu. Je nutné poznamenať, že aproximáciou materiálových charakteristík indentoru a skúšobného telesa v kontakte síce je možné zahrnúť vplyv elastickej deformácie indentoru, avšak na úkor celkovej presnosti analýzy.



Obr. 5.5: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia diamantového guľového indentoru

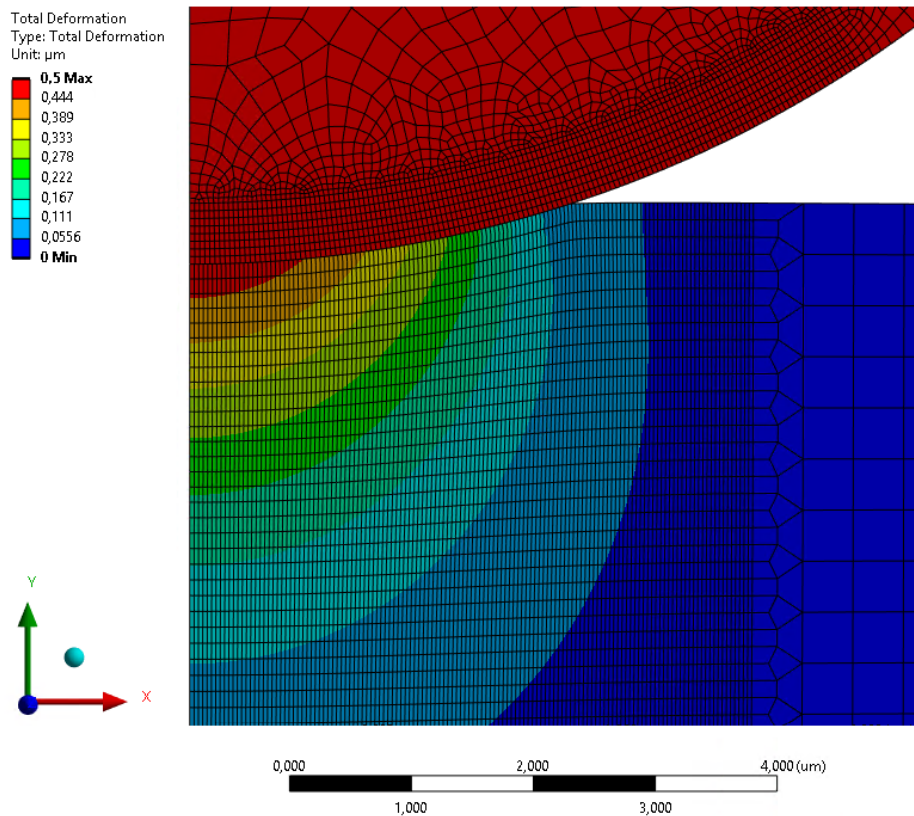
Na Obr. 5.4 a Obr. 5.5 je možné pozorovať porovnanie jednotlivých indentačných kriviek z numerického a analytického prístupu za použitia tuhého a diamantového indentora s lineárne-elastickým modelom materiálu skúšobného telesa. Samozrejme v prípade lineárne-elastického materiálu nedochádza k plastickým deformáciám, kvôli čomu odľahčovacia krivka kopíruje tvar zaťažovacej krivky. Na Obr. 5.4 sú znázornené indentačné krivky z analytického prístupu s aplikovaním a aj bez aplikovania koeficientu pre radiálne posuvy, pričom je z tohto porovnania zreteľné ako táto korekcia pozitívne prispela k presnosti výsledkov. Samotný korekčný koeficient radiálnych posuvov je v prípade guľového indentora závislý od hĺbky vtlačenia indentora a jeho závislosť, v prípade tejto analýzy, je zobrazená na Obr. 5.3. Maximálna hodnota tohto koeficienta v prípade vtlačenia $0,5 \mu\text{m}$ dosahovala hodnotu 1,03. V prípade ideálne tuhého indentora s korekciou sú indentačne krivky takmer totožné s odchýlkou maximálnej hodnoty sily pod 1 %. V prípade diamantového indentora indentačné krivky sa čiastočne rozchádzajú, pričom ale maximálne hodnoty sily sa pohybujú s odchýlkou približne okolo 4 %. Celkovo boli dosiahnuté podobné výsledky ako v kap. 3.4, pričom odchýlky pri výpočtovom modeli s diamantovým indentorom boli vnesené najmä kvôli vyššie spomenutému redukovanému modulu pružnosti a obrovskej elastickej deformácii hrotu indentora, s ktorou analytické metódy nepracujú. Pri tuhom indentore, pre ktorý bola táto analýza odvodená, odchýlka dosahujúca hodnotu pod 1 % je viac ako dostačujúca a je možné túto analýzu považovať za korektnú. Je ale dôležité podotknúť, že takáto nízka hodnota odchýlky bola dosiahnutá aj vďaka aplikovaniu korekcie na radiálne posuvy, a to najmä pri väčších hĺbkach vtlačenia indentora, kde vplyv radiálnych posuvov je výraznejší. Vďaka overeniu platnosti Hertzovej analýzy sa môže ďalej aplikovať v Oliver-Pharr analýze, a preto je možné ďalej prejsť na spracovanie numerických výsledkov výpočtového modelu s elasto-plastickým materiálom.

5.3 Výsledky

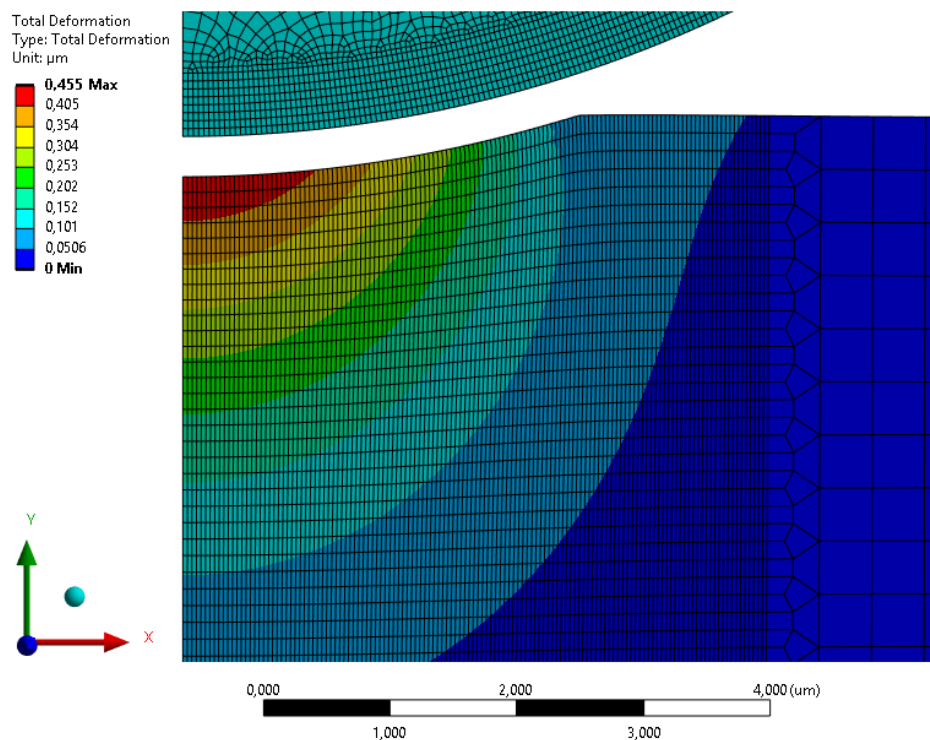
Vďaka overeniu Hertzovej analýzy na lineárne-elastickom modeli materiálu je možné prejsť na overenie Oliver-Pharr analýzy na elasto-plastickom modeli materiálu.

5.3.1 Spracovanie numerických výsledkov

Na obrázkoch nižšie sú vykreslené celkové deformácie pri maximálnom zaťažení a následne po odľahčení vo výpočtovom modeli s diamantovým indentorom. Vykreslený bol kvôli názornosti iba model s maximálnou hĺbkou indentácie $0,5 \mu\text{m}$, pričom ostatné modely mali podobné priebehy deformácií. Taktiež ako v predchádzajúcej kapitole sa po vtlačení objavila výrazná plastická deformácia na skúšobnom telese aj pri hĺbke vtlačenia iba $0,1 \mu\text{m}$. Čo sa týka deformácie materiálu na krajoch kontaktnej oblasti v prípade vtlačenia 1 a $0,5 \mu\text{m}$ sa pri oboch typoch indentoroch objavil nevýrazný pile-up, ktorého konkrétne hodnoty sú zobrazené v Tab. 5.2. V prípade vtlačenia $0,1 \mu\text{m}$ sa na krajoch kontaktnej oblasti vyskytoval iba sink-in materiálu. Deformácia indentora bola, kvôli zadefinovanému materiálu samozrejme iba elastická, pričom hrot indentora sa deformoval v závislosti od hĺbky vtlačenia, maximálne však iba o približne 23 nm a aj to v prípade maximálnej hĺbky vtlačenia $1 \mu\text{m}$. Nastavením faktora tolerancie penetrácie na hodnotu $0,005$ bola dosiahnutá maximálna penetrácia, znova závislá od maximálnej hĺbky vtlačenia, pohybujúca sa v rozmedzí od $0,023 \text{ nm}$ až $0,044 \text{ nm}$ pri obidvoch druhoch indentorov. Ako bolo dokázané už v kap. 4.1.5 tieto hodnoty penetrácie nemajú veľký vplyv na finálny výsledok.

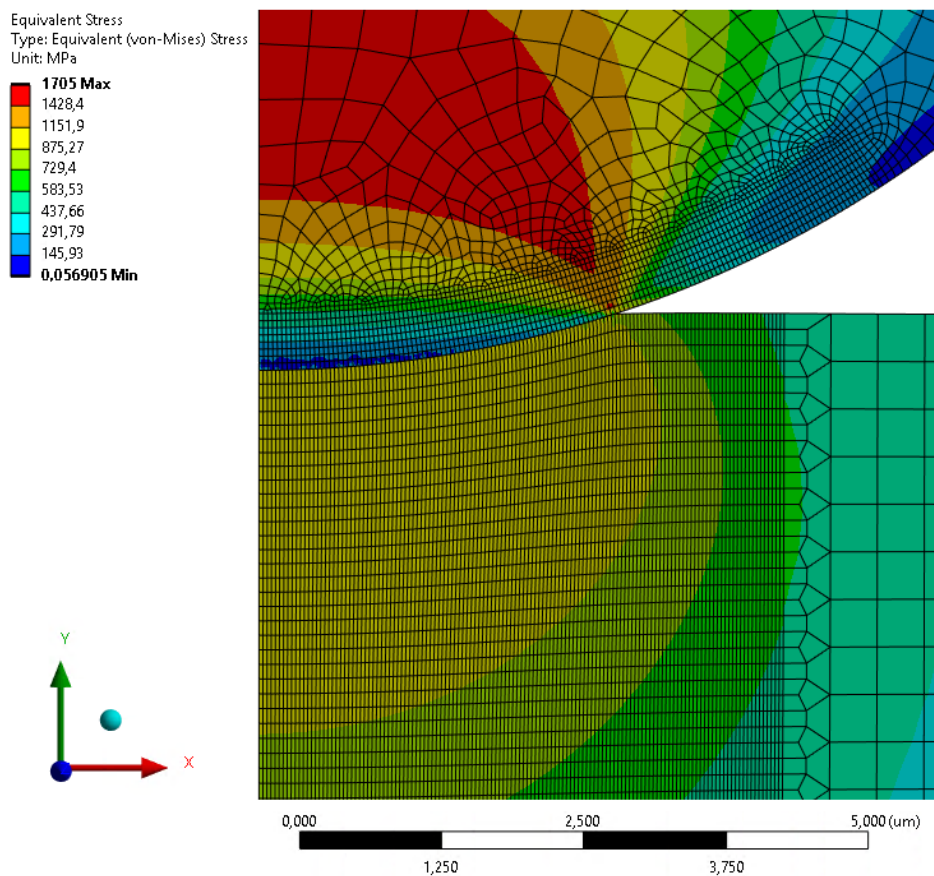


*Obr. 5.6: Celkové posuvy pri maximálnom zaťažení –
diamantový guľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)*

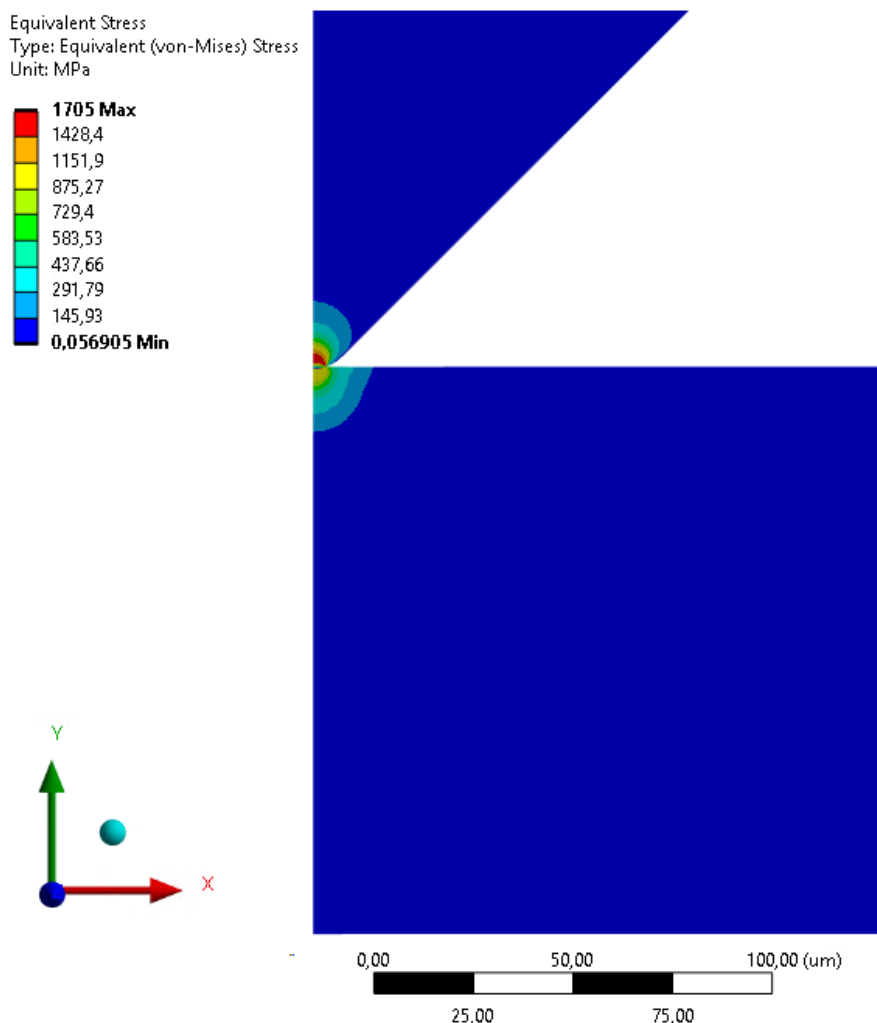


*Obr. 5.7: Celkové posuvy po odľahčení –
diamantový guľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)*

Na Obr. 5.8 a Obr. 5.9 sú vykreslené priebehy redukovaných napätí podľa podmienky HMMH ("von Mises"), so zameraním na kontaktnú oblasť a následne na celú geometriu výpočtového modelu s diamantovým indentorom a s maximálnou hĺbkou vtlačenia $0,5 \mu\text{m}$. Z obrázkov je možné pozorovať, že maximálne napätie na skúšobnom telese nie je oproti kužeľovému indentoru koncentrované priamo pod hrotom indentora ale je viac rozložené po celej kontaktnej ploche. Tieto výsledky taktiež potvrdzujú fakt, že guľové indenty sa používajú skôr na mäkké biomateriály a biologické vzorky aby ich svojim tvarom nepoškodili (vid'. kap. 2.3). Na spodnej a pravej hrane skúšobného telesa sú zanedbateľné hodnoty redukovaného napätia čo poukazuje aj na dostatočnú veľkosť modelu geometrie skúšobného telesa. Zvýšené hodnoty redukovaného napätia na indentore sa v prípade hĺbky indentácie $0,5 \mu\text{m}$ zнова objavujú približne vo výške dvoch mikrometrov, čo samozrejme závisí od maximálnej hĺbky vtlačenia indentora. Konkrétne hodnoty redukovaných napätí sa samozrejme medzi jednotlivými hĺbkami vtlačení odlišujú ale medzi výpočtovými modelmi s tuhým a diamantovým indentorom ostávajú podobné.

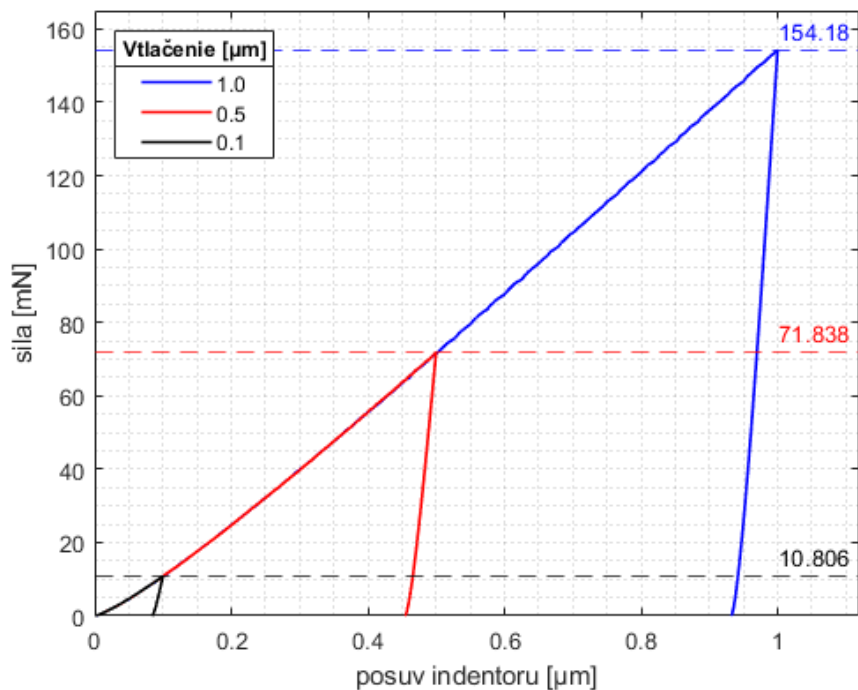


Obr. 5.8: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – diamantový guľový indentor (detail na kontaktnú oblasť)

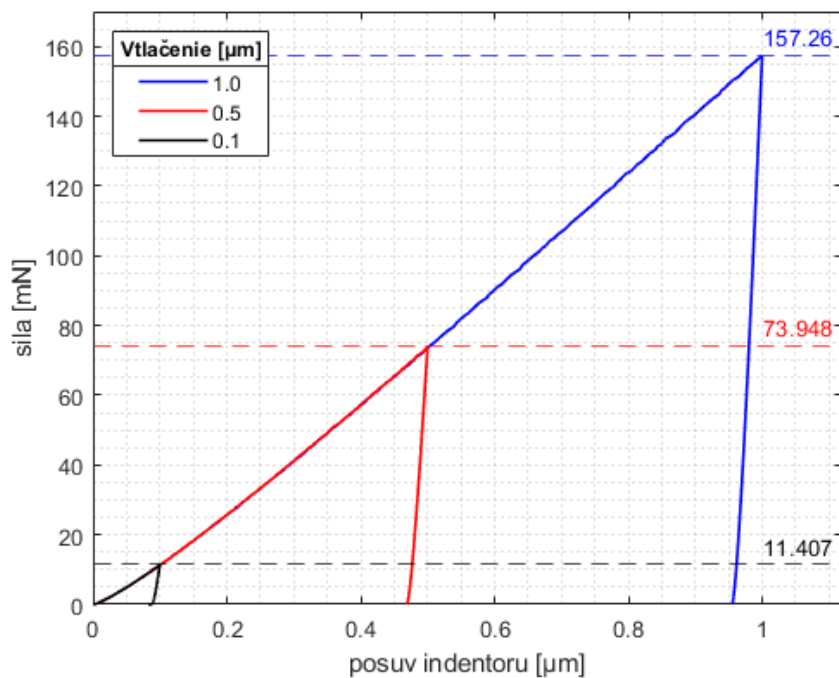


*Obr. 5.9: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení –
diamantový guľový indentor (pohľad na celý model)*

Na Obr. 5.10 a Obr. 5.11 sú vykreslené vyexportované dáta z výpočtových modelov diamantového a tuhého guľového indentoru pri rôznych maximálnych hĺbkach vtláčenia. Na týchto krivkách je znázornené ako pri jednotlivých indentačných hĺbkach je počiatočná cesta zaťažovacej krivky stále rovnaká. Maximálne hodnoty sily sú v porovnaní s lineárne-elastickým modelom materiálu (vid'. kap. 5.2) omnoho nižšie, a to práve kvôli výskytu plastických deformácií. Pri porovnaní maximálnych hodnôt síl pri kuželovom (vid'. kap. 4.2.1) a guľovom indentore, guľový indentor dosahuje, čo i len pri vtláčení 0,5 μm až približne dvojnásobné hodnoty. Tento nárast maximálnej hodnoty sily poukazuje ako veľmi sa navýši sila potrebná pri vtláčení indentora ak sa v praxi pracuje s kuželovým, poprípade Berkovičovým, indentorom, ktorý bol často používaný a je príliš otupený. V ďalšej časti tejto práce sa spracovávajú dáta z odľahčovacej časti indentačných kriviek.



Obr. 5.10: Indentačné krivky výpočtových modelov s diamantovým guľovým indentorom pri rôznych hĺbkach vtláčenia



Obr. 5.11: Indentačné krivky výpočtových modelov s tuhým guľovým indentorom pri rôznych hĺbkach vtláčenia

5.3.2 Spracovanie numerických výsledkov analytickým prístupom

Analytické spracovanie prebieha takmer rovnako ako v predošlej kapitole. Za použitia Oliver-Pharr analýzy je nutné sa zamerať na odľahčovaciu časť krivky, ktorá sa prekladá mocninovým vzťahom (2.19). Celý tento proces je spracovaný v programe Matlab pomocou implementovaného nástroja s názvom "Curve fitting toolbox". Do tohto nástroja sa vkladá iba prvá polovica odľahčovacej krivky (viď. kap. 4.2.2) a nastavujú sa úzke okrajové hodnoty neznámych parametrov na preloženie. K lepšej presnosti tohto preloženia sa osvedčilo previesť vstupné dáta na jednotky milinewton a nanometer (viď. kap. 4.2.2). Ako bolo zistené v predošlej kapitole, tak výsledné parametre z preloženia sú veľmi závislé od nastavenia týchto okrajových hodnôt, a preto bolo niekoľkokrát spustené toto preloženie s rôznymi okrajovými hodnotami. Za dostatočné hodnoty výstupných parametrov sa považovali také, ktorých spodná a horná hodnota sa pohybovali s rozdielom približne 1 %. Za neznáme parametre boli, rovnako ako v predošlej kapitole, zvolené α , m a konečná hĺbka h_f (viď. kap. 4.2.2). Po úspešnom splnení všetkých vyššie uvedených krokov ostávala len vizuálna kontrola výsledného preloženia krivky ku výsledným numerickým dátam. Vizuálna kontrola vždy pomôže k lepšiemu korigovaniu nastavenia okrajových hodnôt, prípadne k úplnej zmene niektorých parametrov ak by preloženie krivky vôbec nesesedelo. Samotná vizuálna podoba týchto dvoch kriviek vyzerá veľmi podobne ako na Obr. 4.9. Finálne hodnoty parametrov na preloženie pri jednotlivých druhoch indenteroch a hĺbkach vtlačení sú zobrazené v Tab. 5.1.

Tab. 5.1: Výsledné parametre z preloženia indentačnej krivky guľového indentoru

	h_{max} [nm]	α $\left[\frac{\text{mN}}{\text{nm}^m} \right]$	m [-]	h_f [nm]
Tuhý	100	0,781	1,143	89,6
	500	1,628	1,145	472,0
	1000	2,317	1,138	959,3
Diamantový	100	0,508	1,141	85,4
	500	1,035	1,140	458,8
	1000	1,477	1,129	938,5

S týmito hodnotami je možné ďalej pokračovať v analytickom spracovaní. Postup je analogický ako v kap. 4.2.2 s určitými úpravami. Mocninový vzťah (2.19) sa zderivuje podľa posuvu h , z čoho je možné získať vzťah na kontaktnú tuhosť S (2.20), ktorú je možné pomocou vyššie určených parametrov z preloženia dopočítať. Ďalším krokom je zistiť priemet kontaktnej plochy A_c do roviny povrchu skúšobného telesa. K tomu je možné vychádzať z analýzy podľa Hertza (viď. kap. 2.3), ktorá uvádza, že táto plocha sa dá dopočítať pomocou vzťahu (2.12). V tomto vzťahu sa vyskytuje kontaktný polomer vtlačenia r_c dopočítaný zo vzorca (2.14), ktorého hĺbka h_c sa zistí pomocou vzťahu (2.15). Ako sa uvádza v kap. 2.3 hĺbka h_c by išla jednoducho dopočítať pomocou odvodeného vzťahu (2.17), avšak to jedine za úvahy, že exponent m (viď. Tab. 5.1) by dosahoval hodnotu 1,5. Keďže ani v jednom z týchto prípadov exponent nedosahoval hodnotu 1,5 je nutné sa vrátiť o krok späť a miesto z teórie zadefinovanej hodnoty bezrozmernej konštanty ε s hodnotou 0,75 (viď. kap. 2.3), si ju presne určiť pomocou vzťahu (2.26) (viď. kap. 2.4.3). S týmito znalosťami je možné dopočítať hĺbku h_c dosadením všetkých známych hodnôt do vzťahu (2.27), kde za silu F a kontaktnú tuhosť S sa dosádzajú ich maximálne hodnoty. Ďalej treba zobrať do úvahy, že táto analýza pracuje len s prípadom

kedy sa vyskytuje iba čistý sink-in, ktorý sa vyskytol len v prípade maximálnej hĺbky vtlačenia 0,1 μm . Preto aby boli výsledky korektné je nutné pri ostatných hĺbkach vtlačenia vždy manuálne odmerať hodnotu pile-up z výpočtových modelov a následne ju pripočítať k výslednej hodnote hĺbky h_c .

Posledným krokom pred dosadením všetkých týchto hodnôt do rovnakého vzťahu ako v predošlej kapitole (4.3), je určenie bezrozmerného korekčného koeficientu radiálnych posuvov γ . Keďže v tomto prípade sa pracuje s guľovým tvarom indentora je nutné vychádzať zo vzťahu pre korekciu radiálnych posuvov (2.25). V tomto prípade nie je nutné pracovať s celou závislosťou korekčného koeficienta na hĺbke vtlačenia, ako v kap. 5.2, pretože táto analýza vyžaduje iba ich maximálne hodnoty. Ako bolo naznačené v predošlej vete je dôležité dbať na to, že pri zmene riadiaceho parametra dochádza k zmene korekčného koeficienta, a preto je nutné pre každý prípad vtlačenia a druhu indentora individuálne dopočítať hodnotu tohto koeficienta pri maximálnom zaťažení.

Dosadením všetkých vyššie uvedených hodnôt do finálneho vzťahu (4.3) je možné dostať výsledne hodnoty redukovaného modulu pružnosti. Znova treba vychádzať z kap. 2.4.4, ktorá odkazuje na to, že pre dopočítanie modulu pružnosti alebo Poissonovho pomeru skúšobného telesa je nutná znalosť jedného alebo druhého parametru. Preto sa aplikuje úvaha, že je známa hodnota Poissonovho pomeru skúšobného telesa, vďaka čomu bola dopočítaná aj hodnota bezrozmerného korekčného koeficienta radiálnych posuvov. Z tejto úvahy je možné dopočítať modul pružnosti skúšobného telesa za použitia tuhého indentora zo vzorca (4.4) a modul pružnosti skúšobného telesa za použitia diamantového indentora dopočítaním redukovaného modulu pružnosti zo vzorca (4.3) a následným aplikovaním vo vzorci (4.5). Výsledné hodnoty modulov pružnosti a ďalších charakteristických hodnôt pre jednotlivé hĺbky vtlačenia a druhy indenterov sú zobrazené v Tab. 5.2.

Tab. 5.2: Výsledné hodnoty pre jednotlivé hĺbky vtlačenia a druhy indenterov

	Maximálna hĺbka vtlačenia [nm]	Maximálna hodnota sily [mN]	Hodnota pile-up [nm]	Korekčný koeficient γ [-]	Modul pružnosti [GPa]	Relatívny rozdiel od prednastaveného modulu pružnosti [%]
Tuhý	100	11,4	-	1,02	415	1,97
	500	73,7	9,24	1,04	427	4,91
	1000	157,3	69,56	1,06	431	5,90
Diamantový	100	10,8	-	1,02	400	1,72
	500	71,8	6,47	1,04	399	1,97
	1000	154,2	64,18	1,06	390	4,18

Z výsledkov je možné porovnať ako sa pri rôznych hĺbkach vtlačení a za použitia tuhého a diamantového guľového indentora menia charakteristické veličiny ako je maximálna hodnota sily, výška pile-up, hodnota korekčného parametra radiálnych posuvov a samozrejme hodnota modulu pružnosti skúšobného telesa. Samotná hodnota sily ako bolo spomenuté už vyššie dosahuje relatívne väčšie hodnoty oproti kuželovému indentoru, najmä kvôli tomu, že guľový indenter je v podstate kuželový indenter s otupeným hrotom. Tuhý indenter, ako sa dalo očakávať, dosahuje oproti diamantovému indentoru väčšie hodnoty maximálnej sily. Pile-up

pri hĺbke vtlačenia 0,5 μm dosahoval relatívne nízke hodnoty, pričom ale pri zdvojnásobení maximálnej hĺbky vtlačenia táto hodnota niekoľkonásobne vzrástla. Korekčný koeficient radiálnych posuvov, ktorého hodnota pozitívne prispela k presnosti výsledku, sa pohyboval v rozmedzí od 1,02 až po 1,06 čo záviselo od individuálnych prípadov vtlačenia. Finálny modul pružnosti vyšiel najpresnejšie pri hodnote indentácie 0,1 μm , ako za použitia tuhého, tak aj diamantového indentora. Konkrétne pre tuhý indentor sa hodnota modulu pružnosti pohybovala okolo 415 GPa a pre diamantový indentor 400 GPa. V ostatných prípadoch moduly pružnosti síce mali väčšie odchýlky oproti prípadu s hĺbkou indentácie 0,1 μm , ale tieto odchýlky neboli od prednastaveného modulu pružnosti väčšie ako 6 %. Hodnota modulu pružnosti pri hĺbke indentácie 0,1 μm vyšla pravdepodobne najpresnejšie, práve kvôli spomenutému pile-up, ktorý sa v tomto prípade vôbec nevyskytoval. Pretože metóda Oliver-Pharr neuvažuje s výskytom pile-up bolo nutné ho manuálne odmerať z výpočtového modelu a následne pripočítať k výslednej hodnote hĺbky h_c , kvôli čomu sa do výpočtu vnášali ďalšie nepresnosti. Percentuálny relatívny rozdiel od prednastavenej hodnoty modulu pružnosti pre hĺbku vtlačenia 0,1 μm bol pre tuhý indentor 1,97 % a pre diamantový indentor 1,72 %, čo sú takmer totožné výsledky ako v prípade kuželového indentora z predchádzajúcej kapitoly. Zaujímavé je práve to, že na prvé výsledky z tejto kapitoly pôvodne nebola aplikovaná korekcia na radiálne posuvy, pretože v praxi sa väčšinou nepoužíva. Výsledky pri zanedbaní tejto korekcie sa pohybovali s percentuálnym relatívnym rozdielom od prednastavenej hodnoty modulu pružnosti v rozmedzí od 4 % až do 12 %, čo predstavuje približne dvakrát väčšie odchýlky ako pri aplikovaní korekcie na radiálne posuvy (viď. Tab. 5.2). Keďže ale v tejto práci bola už aplikovaná korekcia na radiálne posuvy pri kuželovom indentore, pričom pri guľovom indentore je postup analogicky, bolo by nelogické ju znova nepoužiť aj v prípade guľového indentora. Ako sa ukázalo na výsledkoch v Tab. 5.2 táto korekcia pozitívne prispela k presnosti samotnej metódy a určite je vhodné ju vždy aplikovať. Celkovo vyššie uvedené finálne odchýlky predstavujú relatívne malý rozdiel a je možné považovať tieto výsledky za dostatočne presné.

6 Záver

Táto práca sa zaoberá nanoindentačnou skúškou slúžiacou na určenie mechanických vlastností materiálov, a overením jej analytických vzťahov na výpočtových modeloch pomocou metódy konečných prvkov. Na začiatku tejto práce bola vykonaná podrobná analýza nanoindentačnej skúšky, v ktorej je podrobne popísaný celý proces nanoindentácie spolu aj s krátkym zhrnutím historického vývoja. Okrem toho boli predstavené aj rôzne, v praxi používané, druhy indenterov a základný princíp analytického spracovania. Čo sa týka analytického spracovania, boli predstavené tri základne najčastejšie používané analýzy. Prvé dve analýzy, ktoré boli aj historicky ako prvé odvodené, sa zameriavajú iba na skúšobné teleso z lineárne-elastického modelu materiálu. Konkrétne Sneddonova analýza sa zameriava na rotačne symetrický kužeľový tvar indentora a Hertzová analýza sa zameriava na rotačne symetrický guľový tvar indentora. Posledná spomenutá analýza sa nazýva Oliver-Pharr analýza, ktorú je možné aplikovať ako na lineárne-elastický, tak aj na elasto-plastický model materiálu. Okrem toho boli predstavené aj korekcie, ktoré bližšie zlepšujú presnosť týchto analytických metód.

Praktická časť tejto práce sa zaoberá vytvorením výpočtových modelov a overením jednotlivých vyššie spomenutých analýz. Ako prvá sa overovala Sneddonova analýza pre skúšobné teleso z lineárne-elastického modelu materiálu, modifikovaná korekciou na radiálne posuvy. Celý proces overenia prebiehal v podobe vizuálne kontroly podobnosti indentačných kriviek a následným porovnaním maximálnych dosiahnutých hodnôt síl z numerického a analytického prístupu. Prvé výsledky boli znepokojivé, pretože odchýlka maximálnej hodnoty sily u tuhého indentora dosahovala hodnotu 2 % a u diamantového až 22 %, pričom celkové tvary indentačných kriviek sa tiež čiastočne rozchádzali. Táto znalosť viedla k spätnej revízií výpočtového modelu a k myšlienke, že je nutné dodatočné zväčšenie geometrie modelu. Citlivostná analýza zmeny tvaru indentačnej krivky voči zmene veľkosti indentora a skúšobného telesa dokázala, že táto myšlienka bola správna, čo viedlo k zväčšeniu charakteristických rozmerov modelu geometrie, ktorých hodnoty vyšli oveľa väčšie ako odporúča norma ISO 14577-1 [5]. O výsledkoch z tejto citlivostnej analýzy bol publikovaný aj článok v zborníku z konferencie Engineering Mechanics 2023 usporiadanej v Milovech [27]. Po zväčšení indentora a aj skúšobného telesa vo výpočtovom modeli došlo k spresneniu výsledkov. Konkrétny percentuálny rozdiel numerického a analytického prístupu maximálnej hodnoty sily za použitia tuhého indentora dosahovala hodnotu 0,95 % a za použitia diamantového indentora 7,20 %, pričom aj celkové tvary indentačných kriviek boli viac podobné. Tieto výsledky ukázali výbornú presnosť za použitia tuhého indentora, pričom odchýlka spôsobená pri diamantovom indentore bola zapríčinená najmä redukovaným modulom pružnosti a príliš veľkou deformáciou hrotu indentora, ktorú Sneddonova analýza nevie tak dobre spracovať, pretože tá uvažuje iba s výskytom malých deformácií. Samozrejme treba podotknúť, že výsledky z tejto analýzy boli dosiahnuté aj vďaka použitiu korekcie na radiálne posuvy, čo poukazuje na nutnosť použitia tejto korekcie.

Ďalej v praktickej časti sa overuje platnosť Oliver-Pharr analýzy a jej modifikácií. Keďže táto analýza bola priamo odvodená zo Sneddonovej analýzy je možné použiť rovnakú konfiguráciu výpočtového modelu a len ju rozšíriť o plastické správanie materiálu skúšobného telesa. Pomocou analytického spracovania zameraného na odľahčovaciu časť indentačnej krivky bolo možné spätne dopočítať modul pružnosti skúšobného telesa z numerických dát. Práve tento dopočítaný modul pružnosti sa porovnáva s modulom pružnosti volfrámu zadefinovaného v modeli materiálu, čo slúži k overeniu Oliver-Pharr analýzy. Výsledný modul pružnosti za použitia tuhého indentora vyšiel 415 GPa, čo predstavuje odchýlku 1,97 % a za použitia

diamantového indentora vyšiel 396 GPa, čo predstavuje odchýlku 2,70 %. Tieto odchýlky predstavujú relatívne malý rozdiel a je možné ich považovať za dostatočne presné. Nepresnosti boli do výpočtu vnesené najmä preložením odľahčovacej časti krivky. Veľmi pozitívny vplyv na výsledné odchýlky mali práve korekcie rozširujúce tuto analýzu, a to najmä korekcia na vplyv radiálnych posuvov.

Posledná časť tejto práce sa zaoberá vytvorením výpočtového modelu s guľovým indentorom s uvažovaním plastických deformácií a overením Oliver-Pharr analýzy upravenej pomocou analýzy podľa Hertza. Kvôli tomu bolo nutné zmeniť pôvodnú geometriu výpočtového modelu. Taktiež nastala zmena v maximálnej hĺbke vtlačenia, kedy sa overovala platnosť týchto analýz až na troch rôznych hĺbkach vtlačenia. Pred tým než boli spracované finálne výsledky bola ešte overená platnosť Hertzovej analýzy na rovnakej konfigurácii výpočtového modelu, avšak s lineárne-elastickým modelom materiálu skúšobného telesa. Overenie prebiehalo obdobne ako overenie analýzy podľa Sneddonu, ktorá bola ešte doplnená o korekciu na radiálne posuvy, pričom sa ukázalo, že vďaka nej bola dosiahnutá ešte lepšia presnosť. Konkrétne výsledky priniesli odchýlku za použitia tuhého indentora 0,89 % a za použitia diamantového indentora 4,25 %. Tieto výsledky overili analýzu podľa Hertza a priniesli podobné výsledky ako v prípade Sneddonovej analýzy, pričom tiež poukázali na nutnosť použitia korekcie na radiálne posuvy, bez ktorej by odchýlky boli o niečo väčšie. Po tomto overení sa prešlo na finálne overenie výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií. Analytické spracovanie sa znova zameralo na odľahčovaciu časť krivky. Výsledky sa pohybovali s relatívne malou percentuálnou odchýlkou pohybujúcou sa v rozmedzí od 1 % do 6 %, pričom najpresnejšie výsledky priniesol výpočtový model s maximálnou hĺbkou vtlačenia 0,1 μm a konkrétne za použitia tuhého indentora 415 GPa, čo predstavuje odchýlku 1,97 % a za použitia diamantového indentora 400 GPa, čo predstavuje odchýlku 1,72 %. Najväčšie odchýlky sa objavili pri vtlačení 1,0 μm , čo mohlo byť spôsobené relatívne vysokou hodnotou pile-up, poprípade veľkými deformáciami, s ktorými analytické metódy nepracujú. Taktiež treba znova poukázať na nepresnosti vzniknuté pri prekladaní odľahčovacej časti indentačnej krivky. Dôležitým poznatkom tejto kapitoly bolo zistenie aký veľký prínos k celkovej presnosti analýzy mala korekcia na radiálne posuvy guľového indentora, ktorá sa v praxi veľmi často nevyužíva, na rozdiel od prípadu s kužeľovým tvarom indentora. Preto by bolo vhodné aby ďalšie štúdie tejto témy boli zamerané práve na aplikáciu tejto korekcie pri guľových tvaroch indentorov. Okrem toho by bolo vhodné overenie týchto analýz a ich korekcií aj pre iné druhy materiálov ako sú napríklad mäkké biomateriály.

7 Zoznam použitých zdrojov

- [1] MARTENS, A. *Handbuch der Materialkunde für den Maschinenbau*. Vol. 1. Berlin: Springer, 1898.
- [2] MICHAILEDIS, N., K. BOUZAKIS, L. KOENDERS a K. HERRMANN. Nanoindentation. *CIRP Encyclopedia of Production Engineering*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014, 1-9. ISBN 978-3-642-35950-7. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-642-35950-7_16730-1
- [3] POON, B., D. RITTEL a G. RAVICHANDRAN. An analysis of nanoindentation in linearly elastic solids. *International Journal of Solids and Structures* [online]. 2008, 45(24), 6018-6033 [cit. 2023-02-15]. ISSN 00207683. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijsolstr.2008.07.021
- [4] *Nanoindentation* [online]. [cit. 2023-02-15]. Dostupné z: <https://www.nanoscience.com/techniques/nanoindentation/>
- [5] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů - Část 1: Zkušební metoda*. 1. Praha: Český normalizační institut, 2003.
- [6] VERMA, S., P. SARKAR a P. PANT. Thermal drift in room temperature nanoindentation experiments: Measurement and correction. *Journal of Materials Research*. 2021, 36(17), 3436-3444. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/s43578-021-00386-0
- [7] SAGADEVAN, S. a P. MURUGASEN. Novel Analysis on the Influence of Tip Radius and Shape of the Nanoindenter on the Hardness of Materials. *Procedia Materials Science*. 2014, 6, 1871-1878. ISSN 22118128. Dostupné z: doi:10.1016/j.mspro.2014.07.218
- [8] HARDIMAN, M., T.J. VAUGHAN a C.T. MCCARTHY. A review of key developments and pertinent issues in nanoindentation testing of fibre reinforced plastic microstructures. *Composite Structures*. 2017, 180, 782-798. ISSN 02638223. Dostupné z: doi:10.1016/j.compstruct.2017.08.004
- [9] SAKHAROVA, N.A., J.V. FERNANDES, J.M. ANTUNES a M.C. OLIVEIRA. Comparison between Berkovich, Vickers and conical indentation tests: A three-dimensional numerical simulation study. *International Journal of Solids and Structures*. 2009, 46(5), 1095-1104. ISSN 00207683. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijsolstr.2008.10.032
- [10] How to Select the Correct Indenter Tip: Support Note. In: Toyo [online]. Tokyo, Japonsko: TOYO Corporation, 2009 [cit. 2023-02-09]. Dostupné z: <https://www.toyo.co.jp/files/user/img/product/microscopy/pdf/5990-4907EN.pdf>
- [11] KUCHARSKI, S. a D. JARZĄBEK. Depth Dependence of Nanoindentation Pile-Up Patterns in Copper Single Crystals. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014, 45(11), 4997-5008. ISSN 1073-5623. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-014-2437-4

- [12] OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. An improved *technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. *Journal of Materials Research*. 1992, 7(6), 1564-1583. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.1992.1564
- [13] BOUSSINESQ, J. *Applications des Potentials a l'Etude de l'Equilibre et du Mouvement des Solides Elastiques*. Paris: Gauthier-Villars, 1885.
- [14] SNEDDON, I. Boussinesq's problem for a rigid cone. *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*. 1948, 44(4), 492-507. ISSN 0305-0041. Dostupné z: doi:10.1017/S0305004100024518
- [15] SNEDDON, I. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science*. 1965, 3(1), 47-57. ISSN 00207225. Dostupné z: doi:10.1016/0020-7225(65)90019-4
- [16] OLIVER, W.C. a G.M. PHARR. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*. 2004, 19(1), 3-20. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3
- [17] JOHNSON, K. L. *Contact mechanics*. 1st ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1985. ISBN 05-213-4796-3.
- [18] TONG, K. a D. EBENSTEIN. Comparison of Spherical and Flat Tips for Indentation of Hydrogels. *JOM*. 2015, 67(4), 713-719. ISSN 1047-4838. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-015-1332-9
- [19] KONTOMARIS, S., A. STYLIANOU, K. NIKITA a A. MALAMOU. A Discussion Regarding the Application of the Hertz *Contact Theory on Biological Samples in AFM Nanoindentation Experiments*. *Micro and Nanosystems*. 2021, 13(1), 42-48. ISSN 18764029. Dostupné z: doi:10.2174/1876402912666200115160207
- [20] SARINGER, Ch., M. TKADLETZ, M. KRATZER a M. CORDILL. Direct determination of the area function for nanoindentation experiments. *Journal of Materials Research*. 2021, 36(11), 2154-2165. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/s43578-021-00113-9
- [21] HAY, Jack, A. BOLSHAKOV a G. PHARR. *A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data*. *Journal of Materials Research*. 1999, 14(6), 2296-2305. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.1999.0306
- [22] HAY, J. a P. WOLFF. Small correction required when applying the Hertzian contact model to instrumented *indentation* data. *Journal of Materials Research*. 2001, 16(5), 1280-1286. ISSN 0884-2914. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.2001.0179
- [23] Tungsten (W) - The Different Properties and Applications. In: *Azo materials [online]*. Manchester: AZoNetwork, 2018 [cit. 2022-09-04]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9119>

- [24] Diamond (C) - Properties and Applications. In: Azo materials [online]. Manchester: AZoNetwork, 2018 [cit. 2022-09-04]. Dostupné z: <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=262>
- [25] ARGON, A.S a S.R MALOOF. Plastic deformation of tungsten single crystals at low temperatures. *Acta Metallurgica*. 1966, 14(11), 1449-1462. ISSN 00016160. Dostupné z: doi:10.1016/0001-6160(66)90165-9
- [26] KAN, Q., W. YAN, G. KANG a Q. SUN. Oliver–Pharr indentation method in determining elastic moduli of shape memory alloys—A phase transformable material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2013, 61(10), 2015-2033. ISSN 00225096. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmps.2013.05.007
- [27] FIALA, L., I. BALLO, J. KOVAŘ a V. FUIS. Comparison of finite element simulation of tungsten nanoindentation with Berkovich and conical indenter: *Engineering mechanics 2023: 29th international conference*. 29(1). 2023, 63-66 s. ISBN 978-80-87012-84-0. ISSN 1805-8248.

8 Zoznam použitých skratiek, symbolov a veličín

Symbol	Jednotka	Význam
A_c	[m ²]	Priemet kontaktnej plochy do roviny povrchu
C_n	[-]	Konštanty určujúce funkciu priemetu kontaktnej plochy
E_i	[Pa]	Modul pružnosti indentora
E_r	[Pa]	Redukovaný modul pružnosti
E_s	[Pa]	Modul pružnosti skúšobného telesa
F	[N]	Zaťaženie pôsobiace na indentor
h	[m]	Posuv indentora
H	[Pa]	Tvrdosť
h_c	[m]	Kontaktná hĺbka vtlačenia
h_f	[m]	Hĺbka vtlačenia po úplnom odľahčení
h_s	[m]	Maximálna hĺbka prepadnutia povrchu skúšobného telesa
m	[-]	Exponent popisujúci vzťah pre zaťaženie Oliver-Pharr analýzy
R	[m]	Polomer indentora
r_c	[m]	Kontaktný polomer vtlačenia
S	[N/m]	Kontaktná tuhosť
α	[N/m ^m]	Koeficient popisujúci vzťah pre zaťaženie Oliver-Pharr analýzy
β	[-]	Bezrozmerný korekčný koeficient tvaru indentora
γ	[-]	Bezrozmerný korekčný koeficient radiálnych posuvov
ε	[-]	Bezrozmerná konštanta efektívneho tvaru indentora
$\varepsilon_{skutočné}$	[-]	Skutočné pretvorenie
$\varepsilon_{zmluvné}$	[-]	Zmluvné pretvorenie
$\sigma_{skutočné}$	[Pa]	Skutočné napätie
$\sigma_{zmluvné}$	[Pa]	Zmluvné napätie
φ	[°]	Polovica vrcholového uhlu indentora
μ_s	[-]	Poissonov pomer skúšobného telesa
μ_i	[-]	Poissonov pomer indentora

Skratka	Význam
2D	Two-dimensional
AFM	Atomic force microscopy
CLSM	Confocal laser scanning microscopy
MKP	Metóda konečných prvkov

9 Zoznam obrázkov

Obr. 2.1: Zaťažovací cyklus indentačnej skúšky [2]	19
Obr. 2.2: Tvary indentorov: a) Vickersonov, b) Berkovičov, c) guľový, d) kuželový [10] ...	20
Obr. 2.3: Znárodnenie sink-in a pile-up.....	21
Obr. 2.4: Graf zaťaženia ku vtlačeniu indentora [12].....	21
Obr. 2.5: Schéma vtlačenia kuželovitého tvaru indentora do skúšobného telesa	22
Obr. 2.6: Indentačná krivka lineárne-elastického materiálu (Sneddonova analýza)	23
Obr. 2.7: Schéma vtlačenia guľovitého tvaru indentora do skúšobného telesa.....	25
Obr. 2.8: Vizualizácia radiálnych posuvov [21].....	29
Obr. 3.1: Geometria nanoindentačnej skúšky s kuželovým indentorom (rozmery sú uvádzané v mikrometroch)	33
Obr. 3.2: Detail siete konečných prvkov výpočtového modelu s kuželovým indentorom	34
Obr. 3.3: Porovnanie indentačných kriviek pri zmene veľkosti siete.....	35
Obr. 3.4: Okrajové podmienky a kontaktné hrany výpočtového modelu za použitia kuželového indentora.....	36
Obr. 3.5: Celkové posuvy pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indentor (detail na kontaktnú oblasť).....	37
Obr. 3.6: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indentor (detail na kontaktnú oblasť).....	37
Obr. 3.7: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indentor (pohľad na celý model).....	38
Obr. 3.8: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – tuhý kuželový indentor (pohľad na celý model)	38
Obr. 3.9: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého indentora.....	40
Obr. 3.10: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia diamantového indentora	41
Obr. 3.11: Rozdiel medzi indentačnými krivkami pri rôznych veľkostiach skúšobných telies	42
Obr. 3.12: Rozdiel medzi indentačnými krivkami pri rôznych výškach indentora.....	43
Obr. 3.13: Celkové posuvy pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s diamantovým kuželovým indentorom (detail na kontaktnú oblasť).....	45
Obr. 3.14: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s diamantovým kuželovým indentorom (detail na kontaktnú oblasť).....	46

Obr. 3.15: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s diamantovým kuželovým indentorom (pohľad na celý model)	46
Obr. 3.16: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – zväčšený model s tuhým kuželovým indentorom (pohľad na celý model)	47
Obr. 3.17: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého indentoru – zväčšený model.....	48
Obr. 3.18: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia diamantového indentoru – zväčšený model.....	48
Obr. 4.1: Napäťovo-deformačná krivka volfrámu použitá v multilineárnom modeli materiálu	51
Obr. 4.2: Detail siete konečných prvkov výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií	52
Obr. 4.3: Celkové posuvy výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indentor (detail na kontaktnú oblasť)	55
Obr. 4.4: Celkové posuvy výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií po odľahčení – diamantový kuželový indentor (detail na kontaktnú oblasť).....	55
Obr. 4.5: Redukované napätie výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indentor (detail na kontaktnú oblasť)	56
Obr. 4.6: Redukované napätie výpočtového modelu s uvažovaním plastických deformácií pri maximálnom zaťažení – diamantový kuželový indentor (pohľad na celý model)...	57
Obr. 4.7: Indentačné krivky výpočtových modelov s diamantovým a tuhým indentorom.....	58
Obr. 4.8: Detail na odľahčovaciu časť indentačnej krivky	58
Obr. 4.9: Porovnanie odľahčovacej krivky z numerických výpočtov a "Curve fitting toolbox"	59
Obr. 5.1: Detail geometrie nanoindentačnej skúšky s guľovým indentorom (rozmery sú uvádzané v mikrometroch)	63
Obr. 5.2: Detail siete konečných prvkov výpočtového modelu s guľovým indentorom	64
Obr. 5.3: Závislosť zmeny korekčného koeficientu γ na hĺbke vtláčenia indentoru	66
Obr. 5.4: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia tuhého guľového indentoru.....	66
Obr. 5.5: Porovnanie indentačných kriviek numerickým a analytickým prístupom za použitia diamantového guľového indentoru	67

Obr. 5.6: Celkové posuvy pri maximálnom zaťažení – diamantový guľový indentor (detail na kontaktnú oblasť).....	69
Obr. 5.7: Celkové posuvy po odľahčení – diamantový guľový indentor (detail na kontaktnú oblasť).....	69
Obr. 5.8: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – diamantový guľový indentor (detail na kontaktnú oblasť).....	70
Obr. 5.9: Redukované napätie pri maximálnom zaťažení – diamantový guľový indentor (pohľad na celý model).....	71
Obr. 5.10: Indentačné krivky výpočtových modelov s diamantovým guľovým indentorom pri rôznych hĺbkach vtlačenia	72
Obr. 5.11: Indentačné krivky výpočtových modelov s tuhým guľovým indentorom pri rôznych hĺbkach vtlačenia	72

10 Zoznam tabuliek

Tab. 3.1: Maximálne hodnoty sily pri rôznych veľkostiach skúšobných telies.....	43
Tab. 3.2: Maximálne hodnoty sily pri rôznych výškach indentoru	44
Tab. 3.3: Porovnanie maximálnych hodnôt síl	49
Tab. 4.1: Zmena výsledných hodnôt pri rôznych faktoroch tolerancie penetrácie za použitia diamantového indentoru.....	53
Tab. 4.2: Zmena výsledných hodnôt pri rôznych faktoroch tolerancie penetrácie za použitia tuhého indentoru	54
Tab. 4.3: Výsledné parametre z preloženia indentačnej krivky	60
Tab. 5.1: Výsledné parametre z preloženia indentačnej krivky guľového indentoru	73
Tab. 5.2: Výsledné hodnoty pre jednotlivé hĺbky vtláčenia a druhy indentorov	74