

Univerzita Palackého v Olomouci
Přírodovědecká fakulta
Katedra experimentální fyziky

Nanoindentace objemových materiálů pomocí sférického indentoru

Bakalářská práce



Autor:	Jan Soviš
Vedoucí práce:	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Studijní obor:	Aplikovaná fyzika
Forma studia:	Prezenční
Rok:	2014

Prohlášení

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

V Olomouci

.....

Poděkování

Chtěl bych poděkovat Mgr. Radimu Čtvrtlíkovi, Ph.D., za velikou ochotu, čas a cenné rady, které mi věnoval v průběhu celého období řešení bakalářské práce.

Dále bych chtěl poděkovat také Mgr. Janu Tomašíkovi za jeho vstřícnost a ochotu pomoci.

Poděkování patří také mé rodině za materiální i morální podporu, kterou mi poskytovala během mého studia.

Bibliografická identifikace:

Jméno a příjmení autora	Jan Soviš
Název práce	Nanoindentace objemových materiálů pomocí sférického indentoru
Typ práce	Bakalářská
Pracoviště	Společná laboratoř optiky UP a FZÚ AV ČR
Vedoucí práce	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Rok obhajoby práce	2014
Abstrakt	Práce se zabývá optimalizací kalibračního procesu pro sférickou instrumentovanou vtiskovou zkoušku a srovnává dva různé přístupy pro vyhodnocení nanoindentačních dat. Jedním z přístupů je metoda navržená Fieldem a Swainem, která využívá opakovaného částečného odlehčení, druhým metoda navržená Oliverem a Pharrrem, založená na analýze klasické indentační křivky. Jsou porovnávány výsledky Youngova modulu pružnosti a tvrdosti s hodnotami získanými pomocí Berkovičova indentoru.
Klíčová slova	Instrumentovaná vtisková zkouška, sklo, tvrdost, modul pružnosti, sférický indentor, mechanické vlastnosti
Počet stran	61
Počet příloh	4

Bibliographical identification:

Autor's first name and surname	Jan Soviš
Title	Spherical Nanoindentation of Bulk Materials
Type of thesis	Bachelor
Department	Joint Laboratory of Optics of Palacký University a Institute of Physics, AS CR
Supervisor	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
The year of presentation	2014
Abstract	The main object of this bachelor thesis is to optimize a calibration process for a spherical nanoindentation and to compare the two different ways of analysing the experimental data. One of them is a method proposed by Field and Swain, the other one by Oliver and Pharr. The established results of Young's modulus and hardness are then compared to results gained by the Berkovich indenter.
Keywords	Depth Sensing Indentation, glass, hardness, elastic modulus, spherical indenter, mechanical properties
Number of pages	61
Number of appendices	4
Language	Czech

Obsah

Seznam uvedených obrázků.....	7
Úvod.....	10
1. Elastický kontakt dvou tuhých těles.....	11
1.1. Hertzova teorie elastického kontaktu.....	11
1.2. Geometrická podobnost	13
1.3. Elasticko-plastický kontakt	14
2. Instrumentovaná vtisková zkouška	17
2.1. Historie vtiskových zkoušek.....	17
2.2. Princip instrumentované vtiskové zkoušky	17
2.3. Indentační křivka	18
3. Typy indentorů.....	20
3.1. Obecný popis indentoru	20
3.2. Ostré indentory	20
3.3. Tupé indentory	21
4. Metody vyhodnocení nanoindentačních dat	22
4.1. Metoda Doernera a Nixe	22
4.2. Metoda Olivera a Pharra.....	23
4.3. Metoda Fielda a Swaina	24
5. Parazitní efekty a metody korekce nanoindentačního měření.....	26
5.1. Tepelný drift a creep.....	26
5.2. Poddajnost přístroje.....	26
5.3. Tvarová funkce hrotu	27
5.4. Pile-up a Sink-in.....	28
6. Praktická část	29
6.1. Popis zkoumaných vzorků a experimentálního zařízení.....	29
6.2. Kalibrace indentoru	30
6.3. Analýza experimentálních dat pomocí metody Field-Swain.....	32
6.3.1. Fused silica.....	33
6.3.2. N-BK7	35
6.3.3. s-LAL 9.....	37
6.3.4. Titan	39
6.3.5. Wolfram	41
6.4. Analýza experimentálních dat pomocí metody Oliver-Pharr.....	43
6.4.1. Fused silica.....	44
6.4.2. N-BK7	46
6.4.3. s-LAL 9.....	48
6.4.4. Titan	50
6.4.5. Wolfram	52
Závěr	54
Seznam použitých pramenů	55
Seznam použitých symbolů	57
Přílohy.....	58

Seznam uvedených obrázků

Obr. 1.1 Schéma kontaktu mezi ideálně tuhým indentorem tvaru koule o poloměru R a rovným povrchem, upraveno z [3]	12
Obr. 1.2 Schéma kontaktu mezi ideálně tuhým kónickým indentorem a rovným povrchem, upraveno z [3]	13
Obr. 1.3 a) Geometrická podobnost pyramidálního nebo kónického indentoru b) Geometrie sférického indentoru, převzato z [4]	14
Obr. 1.4 Křivka indentační napětí-deformace, upraveno z [3]	15
Obr. 2.1 a) Příklad indentační křivky zátěž-posunutí b) Průběh velikosti zátěže na čas, upraveno z [20]	18
Obr. 2.2 Příklady indentačních křivek zátěž-posunutí pro vybrané materiály s charakteristickou odezvou na indentaci; převzato z [4]	19
Obr. 3.1 Přehled základních typů indentorů užívaných při nanoindentaci (a) Vickersův (b) Berkovičův (c) Knoopův (d) kužel (e) Rockwellův (f) sférický; převzato z [4]	21
Obr. 4.1 Indentační křivka s vyznačenými veličinami vyskytujícími se při analýze Oliver-Pharr; upraveno z [3]	23
Obr. 4.2 Schéma a) kontaktu mezi ideálně tuhým indentorem tvaru koule o poloměru R a rovným povrchem, b) indentační křivky s vyznačenými veličinami vyskytujícími se při analýze Field-Swain; upraveno z [3]	24
Obr. 5.1 Znázornění poddajnosti přístroje C_f a její vliv na celkovou poddajnost dh/dP ; upraveno z [3]	27
Obr. 5.2 Parazitní efekty související s deformací povrchu okolo indentoru: a) pile-up, b) sink in; převzato z [4]	28
Obr. 6.1 Schéma přístroje NanoTest [®] NTX pro instrumentovanou vtiskovou zkoušku, převzato z [4]	29
Obr. 6.2 Srovnání dvou použitých kalibrací získaných při přístupu Field-Swain (modrá křivka) a Oliver-Pharr (červená křivka), černě je zaznačen ideální poloměr $R = 10 \mu\text{m}$	31
Obr. 6.3 Ukázka standardního a nestandardního tvaru indentační křivky pro případ optického skla N-BK7.	32
Obr. 6.4 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, kalibrační vzorek fused silica.	33
Obr. 6.5 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek fused silica při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	34
Obr. 6.6 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek fused silica při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	34
Obr. 6.7 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek fused silica při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 71,6 \text{ GPa}$	34
Obr. 6.8 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek N-BK7.	35
Obr. 6.9 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek N-BK7 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	36

Obr. 6.10 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek N-BK7 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	36
Obr. 6.11 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek N-BK7 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 78,2$ GPa.	36
Obr. 6.12 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek s-LAL 9.	37
Obr. 6.13 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	38
Obr. 6.14 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	38
Obr. 6.15 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 100,1$ GPa.	38
Obr. 6.16 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek Ti-bulk.	39
Obr. 6.17 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek Ti-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	40
Obr. 6.18 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek Ti-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	40
Obr. 6.19 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek Ti-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.	40
Obr. 6.20 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek W-bulk.	41
Obr. 6.21 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek W-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	42
Obr. 6.22 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek W-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	42
Obr. 6.23 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek W-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.	42
Obr. 6.24 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN na vzorku fused silica, metoda Oliver-Pharr.	44
Obr. 6.25 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek fused silica při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	45
Obr. 6.26 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek fused silica při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.	45
Obr. 6.27 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek fused silica při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN,	

zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 72,1$ GPa.....	45
Obr. 6.28 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek N-BK7, metoda Oliver-Pharr.....	46
Obr. 6.29 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek N-BK7 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	47
Obr. 6.30 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek N-BK7 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	47
Obr. 6.31 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek N-BK7 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 80,5$ GPa.....	47
Obr. 6.32 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek s-LAL 9, metoda Oliver-Pharr.....	48
Obr. 6.33 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	49
Obr. 6.34 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	49
Obr. 6.35 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 111,6$ GPa.....	49
Obr. 6.36 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek Ti-bulk, metoda Oliver-Pharr.....	50
Obr. 6.37 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek Ti-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	51
Obr. 6.38 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek Ti-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	51
Obr. 6.39 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek Ti-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.....	51
Obr. 6.40 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek W-bulk, metoda Oliver-Pharr.....	52
Obr. 6.41 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek W-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	53
Obr. 6.42 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek W-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.....	53
Obr. 6.43 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek W-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.....	53

Úvod

Rozvoj lidské civilizace úzce souvisí s neustálým hledáním nových, progresivnějších materiálů s unikátními a komplexními vlastnostmi. Nároky kladené na mechanické vlastnosti moderních materiálů se stále zvyšují. Technické materiály musí častokrát splňovat protichůdné požadavky; vybrané parametry musí dosahovat extrémních hodnot, přitom však musí být zároveň vysoce spolehlivé, jejich vývoj a výroba efektivní, ekonomická a v neposlední řadě též ekologická. Lze proto předpokládat, že vývoj bude dále pokračovat v miniaturizaci.

S rozvojem tenkých vrstev se ale vyskytly problémy, jak měřit jejich mechanické vlastnosti. Stávající metody pro stanovování mechanických vlastností, jakými jsou např. konvenční zkoušky tvrdosti, nelze nadále používat a neustálé posouvání hranic stávajících přístupů není možné. Je potřeba nového, adekvátního přístupu a nových, spolehlivých a přesnějších metod měření.

Tyto předpoklady splňuje instrumentovaná vtisková zkouška neboli Depth Sensing Indentation (DSI) [1]. Tato sofistikovaná indentační metoda umožňuje kromě tvrdosti určit i celou řadu jiných mechanických vlastností nebo charakteristik, jakými jsou např. modul pružnosti [2, 3], koeficient deformačního zpevnění [4], závislost napětí na deformaci [5, 6], fázové transformace a creep [7]. Podstata DSI spočívá ve vtlačování diamantového hrotu přesně definovaných rozměrů, tzv. indentoru, do zkoumaného vzorku. Oproti konvenčním zkouškám tvrdosti či mikrotvrdosti se při nanoindentaci nemusí vyšetřovat rozměry nepatrného reziduálního vtisku. Během celého nanoindentačního měření dochází ke kontinuálnímu záznamu velikosti zátěžné síly a indentační hloubky. Výstupem měření je indentační křivka neboli graf závislosti zátěže na posunutí, jehož analýzou lze vyhodnotit výše zmíněné mechanické vlastnosti.

Pro nanoindentaci lze využívat několik typů indentorů. V praxi nejpoužívanějším typem hrotu je *Berkovičův indentor* ve tvaru trojboké pyramidy. Data získaná pomocí tohoto indentoru se obvykle vyhodnocují metodou navrženou *Oliverem a Pharrem* [8]. Méně často užívaný sférický hrot má jiný typ geometrie, což umožňuje generovat postupně rostoucí napětí, pro malé hloubky se vyhnout efektu pile-up [9] a z naměřených dat sestavit křivku indentační napětí-deformace. K získání hodnot tvrdosti a Youngova modulu pružnosti lze užít i metodu navrženou *Fieldem a Swainem* [10, 11]. Důvodem pro použití této metody může také být vyšší rychlost získání požadovaných dat, ale také i nižší náročnost na jejich zpracování.

Pro spolehlivé a přesné nanoindentační měření je třeba uvažovat celou řadu efektů a je nutno aplikovat různé korekce [12]. Kritická je pak zejména znalost skutečné geometrie indentoru [13, 14]. Žádný hrot užívaný při indentaci totiž nemá ideální geometrii. Sférické indentory mají v různých místech různé poloměry křivosti, naopak pyramidální indentory mají na vrcholu sférickou plochu o určitém poloměru křivosti (50-150 nm u nových hrotů).

Cílem této práce je optimalizovat kalibrační proces pro sférickou indentaci, porovnat různé přístupy při vyhodnocení nanoindentačních dat získaných pomocí sférického indentoru a získané výsledky porovnat s hodnotami těchto veličin určených pomocí Berkovičova indentoru.

1. Elastický kontakt dvou tuhých těles

Jelikož princip vtiskové zkoušky spočívá ve vtlačování vztažného tělesa známých mechanických vlastností do vzorku, je indentace ve své podstatě kontaktní úloha. Vzájemné vztahy mezi deformací a napětím, plynoucí z kontaktu mezi dvěma tělesy, jsou předmětem zájmu každého indentačního měření. Nejznámějším případem je kontakt mezi ideálně tuhými koulemi a plochým povrchem. Tímto se zabývá teorie Hertzova elastického kontaktu, o níž je pojednáno v první podkapitole. V teorii se rovněž s výhodou užívá symetrie, o čemž pojednává druhá podkapitola. V reálném materiálu dochází i k plastickým deformacím, které jsou zároveň nezbytné pro měření tvrdosti. Tuto tematiku nastiňuje třetí podkapitola. Teorie je více rozvedena např. v [15, 16].

1.1. Hertzova teorie elastického kontaktu

Pro případ ideálně tuhého indentoru tvaru koule a plochého povrchu vzorku odvodil Hertz v roce 1882 vztah mezi poloměrem kontaktního kruhu a na velikosti zátěžné síly P , poloměru indentoru R a elastickými vlastnostmi. Tento vztah má tvar:

$$a^3 = \frac{3PR}{4E^*}, \quad (1.1)$$

kde E^* je kombinovaný (též redukovaný) modul pružnosti, zahrnující jak elastické vlastnosti indentoru (modul pružnosti E_i a Poissonova konstanta ν_i), tak také i vlastnosti zkoumaného vzorku (E, ν). Kombinovaný modul pružnosti je definován vztahem

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}. \quad (1.2)$$

Vzhledem k tomu, že u zkoumaného vzorku většinou není známa jeho Poissonova konstanta ν , se v praxi z vypočteného kombinovaného modulu pružnosti E^* nevyjadřuje Youngův modul pružnosti E , ale pouze tzv. efektivní modul pružnosti E_{ef} , který se definuje jako

$$\frac{1}{E_{ef}} = \frac{1 - \nu^2}{E}. \quad (1.3)$$

Pokud povrchu vzorku není rovný, ale má poloměr zakřivení R_i , pak lze definovat tzv. redukovaný poloměr R jako

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_1}, \quad (1.4)$$

kde R_i je poloměr indentoru a velikost R_1 je kladná, pokud střed křivosti leží na straně od kontaktní čáry, jako je střed křivosti indentoru.

Hertz dále odvodil, že hloubka kontaktního kruhu h_a je rovna polovině elastického posunutí neboli elastické hloubce h_e a zároveň pro dokonale elastický materiál i kontaktní hloubce h_c

$$h_a = \frac{h_e}{2} = h_c. \quad (1.5)$$

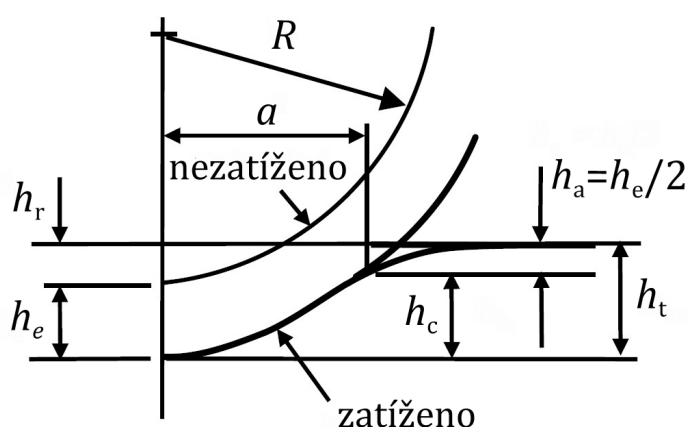
Rovněž ukázal, že mezi elastickou hloubkou h_e a poloměrem kontaktního kruhu platí vztah

$$h_e = \frac{a^2}{R}. \quad (1.6)$$

Z rovnic (1.1) a (1.6) lze vyjádřit závislost indentační zátěže P na elastické hloubce vtisku h_e

$$P = \frac{4}{3} E^* R^{1/2} h_e^{3/2}. \quad (1.7)$$

Schéma kontaktu mezi sférickým indentorem a plochým povrchem, včetně vyznačených parametrů, lze vidět na obr. 1.1.



Obr. 1.1 Schéma kontaktu mezi ideálně tuhým indentorem tvaru koule o poloměru R a rovným povrchem, upraveno z [17]

Stěžejní veličinou pro vyhodnocování indentačního měření je velikost kontaktní plochy A , vyhodnocená z obvodu této plochy – v případě sférického indentoru je určena pomocí kontaktního poloměru a . Kontaktní poloměr a lze získat ze známé geometrie indentoru. Při malých kontaktních hloubkách h_c (tedy platí $h_c \ll R$) platí pro sférický indenter, jak lze vidět z obr. 1.1, vztah

$$a = \sqrt{2Rh_c - h_c^2} \approx \sqrt{2Rh_c}, \quad (1.8)$$

přičemž v praxi se hloubka h_c získá z naměřené hloubky kontaktního kruhu h_a odečtením od celkové hloubky h_t . Velikost plochy kontaktního A kruhu pak lze pro malé deformace vyjádřit jako

$$A = \pi a^2 = \pi(2Rh_c - h_c^2) \approx 2\pi R h_c. \quad (1.9)$$

Úpravou rovnice (1.1) a podělením rovnicí (1.8) obdržíme definiční vztah pro tzv. střední kontaktní tlak p_m

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2} = \left(\frac{4 E^*}{3 \pi}\right) \frac{a}{R}. \quad (1.10)$$

Tento vztah popisuje lineární závislost mezi indentačním napětím p_m , někdy též nazývaným Meyerova tvrdost, a indentační deformací a/R během elastického zatěžování materiálu a je tedy obdobou vztahu (1.11) platných při jednoosých tahových či tlakových zkouškách

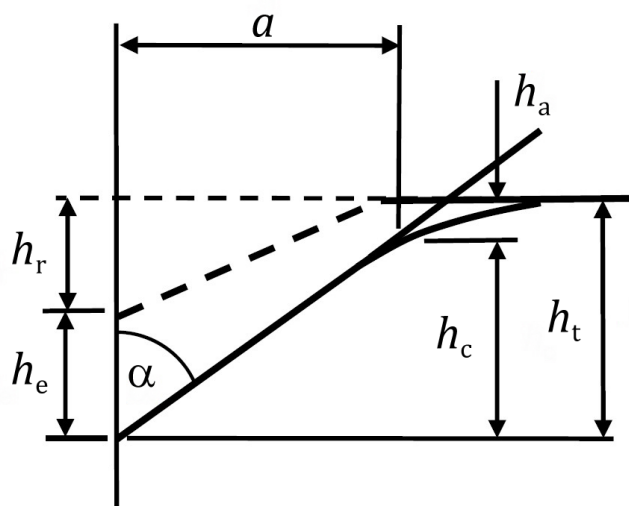
$$\sigma = E \cdot \varepsilon, \quad (1.11)$$

kde E je Youngův modul pružnosti v tahu či tlaku, σ je tahové nebo tlakové napětí a ε je odpovídající deformace.

Pro kónický (kuželovitý) indentor, jehož schéma lze vidět na obr. 1.2, platí podobný vztah mezi indentační zátěží P a poloměrem kontaktního kruhu a

$$P = \frac{\pi a}{2} E^* a \cot \alpha = \frac{2 E^* \operatorname{tg} \alpha}{\pi} h^2 = \operatorname{konst.} \cdot h^2, \quad (1.12)$$

kde α je velikost vrcholového polohúhlu kónického indentoru.



Obr. 1.2 Schéma kontaktu mezi ideálně tuhým kónickým indentorem a rovným povrchem, upraveno z [17]

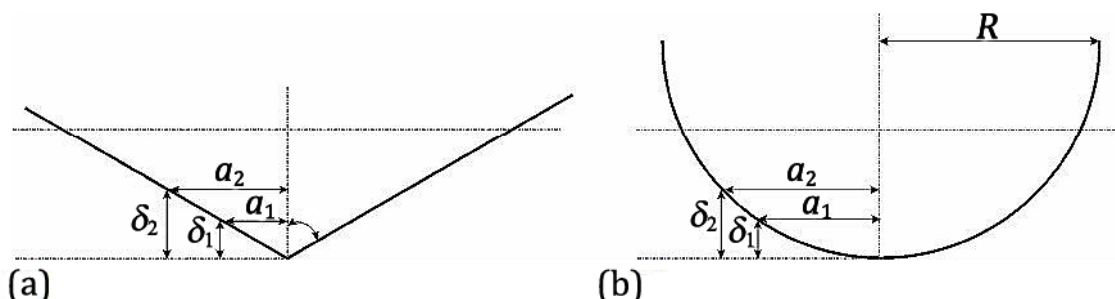
1.2. Geometrická podobnost

Pro instrumentovanou vtiskovou zkoušku lze použít několik typů hrotů. V praxi se užívají symetrické sférické indenty, pro které lze přímo aplikovat Hertzovy elastické rovnice, nebo indenty pyramidální, které ale nemají osovou symetrii.

Z tohoto důvodu se pro teoretické úvahy nahrazují pyramidální indenty kónickými, které již osově symetrické jsou. Kónický indentor má během narůstající indentační zátěže konstantní poměr poloměru kontaktního kruhu a ke vzdálenosti od vrcholu hrotu δ . Platí tedy $a/\delta = \operatorname{konst.}$ Stejně je tomu u pyramidálních indentorů. Indentační měření s těmito typy indentorů proto vykazují tzv. *geometrickou podobnost*. V důsledku této podobnosti vykazují i napěťová a deformační pole pod indentorem pro různé indentační hloubky

geometrickou podobnost. Střední kontaktní tlak pod indentory s geometrickou podobností zůstává u homogenních materiálů konstantní.

Sférické indentory geometrickou podobnost nemají. U sférického indentoru totiž není poměr a/δ konstantní, jelikož velikost poloměru kontaktního kruhu a roste se zvětšující se zátěží rychleji, než indentační hloubka δ . S rostoucí indentační zátěží poměr a/δ roste. Zvyšování zátěže u sférického indentoru je ekvivalentní zmenšování vrcholového poloúhlu kónického indentoru.



Obr. 1.3 a) Geometrická podobnost pyramidálního nebo kónického indentoru
b) Geometrie sférického indentoru, převzato z [18]

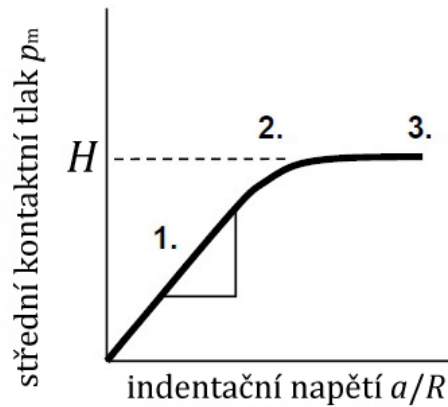
Geometrické podobnosti však může být dosaženo i u sférických hrotů různých poloměrů. Pokud indentační deformace a/R zůstává konstantní, pak zůstává konstantní i střední kontaktní tlak p_m . Této skutečnosti se s výhodou využívá při měření tvrdosti, kdy se užitím např. diamantového pyramidálního hrotu při zkouškách tvrdosti očekává hodnota tvrdosti nezávislá na zátěži.

Poměr a/R u sférického hrotu odpovídá hodnotě $\cotg\alpha$ pro případ indentoru kónického.

1.3. Elasticko-plastický kontakt

Indentační měření na naprosté většině vzorků vyústí jak v elastické, tak i plastické deformace materiálu. Z tohoto důvodu je základní otázkou tvorba a šíření napět'ového pole pod indentorem. Toto pole není rovnoměrné, jako je tomu v případě tlakových nebo tahových zkoušek, nýbrž je nehomogenní.

Pro charakterizaci napět'ových polí se užívá reprezentativní deformace, nadefinovaná Taborem [19] jako $\varepsilon_r = 0,2 \cotg\alpha$ pro případ pyramidálních indentorů, resp. $\varepsilon_r = 0,2 a/R$ pro sférický indenter. Pro pyramidální a kónické hroty je proto reprezentativní deformace konstantní, např. pro Vickersův indenter je tato hodnota asi 8 %; naopak pro sféru velikost deformace narůstá s indentační hloubkou.



Obr. 1.4 Křivka indentační napětí-deformace, upraveno z [17]

K plastické deformaci dochází v důsledku skluzu či smyku atomových rovin. Maximální smykové napětí během elastického kontaktu se pro sférický indentor objeví uvnitř materiálu v ose indentoru. V tomto místě se začíná vyvíjet plastická oblast. Oblast plasticity se rozrůstá s rostoucí velikostí zátěže a roste až do doby, kdy se střední kontaktní tlak začne blížit konstantní hodnotě. Hodnota indentační tvrdosti H je dána přímo touto limitní hodnotou středního kontaktního tlaku p_m (viz obr. 1.4), je proto rovna maximální zátěžné síle P_t dělené průmětem kontaktní plochy. Pro indentační tvrdost H tedy platí vztah

$$H = p_{m_{max}} = \frac{P_t}{\pi a^2}. \quad (1.13)$$

Experimenty ukazují, že střední kontaktní tlak mezi indentorem a vzorkem je přímo úměrný mezi kluzu Y a může být proto vyjádřen jako

$$H = CY, \quad (1.14)$$

kde C je konstanta, jejíž velikost závisí především na materiálu a typu indentoru a pro jejich velikost platí:

- $C \approx 1,5$ pro materiály s nízkou hodnotou E/Y (např. skla),
- $C \approx 3$ pro materiály s vysokou hodnotou E/Y (např. kovy).

Křivku indentační napětí-deformace pro elasticko-plastický materiál lze přibližně rozdělit na tři oblasti, jak lze vidět na obr. 1.4, a to dle velikosti středního kontaktního tlaku p_m [17]:

1) $p_m < 1,1Y$ – pro toto napětí je odezva materiálu čistě elastická, bez žádných reziduálních vtisků po odstranění zátěže, vztah mezi reprezentativním napětím σ_i a reprezentativní deformací ε_r je lineární:

$$\sigma_i = E \varepsilon_r, \quad (1.15)$$

kde E je elastický modul.

2) $1,1Y < p_m < CY$ – plastická deformace existuje pod povrchem materiálu, ale je obklopená a sevřená okolním elasticky deformovaným materiálem.

3) $p_m = CY$ – oblast plastické deformace dosáhla k povrchu vzorku a roste tak, že se kontaktní plocha zvětšuje takovou rychlostí, že nedochází k žádnému nebo jen k velmi malému zvyšování hodnoty středního kontaktního tlaku.

Napěťové pole pod indentorem jsou obklopena elastickými deformacemi v okolním materiálu, což umožňuje, aby střední kontaktní tlak při indentaci byl vyšší než napětí potřebné k započatí kluzu u tlakové zkoušky. Z tohoto důvodu lze při indentaci měřit i křehké materiály bez toho, aniž by u nich došlo k prasknutí či poškození.

Bylo vypracováno mnoho teorií pro popis chování materiálu v elasticko-plastické oblasti, jako např. model expandující kavity, Johnsonův model hydrostatického jádra a další. Pro hlubší pochopení lze problematiku najít např. v [15, 16].

2. Instrumentovaná vtisková zkouška

2.1. Historie vtiskových zkoušek

Zkoušky tvrdosti patří mezi nejstarší a nejrozšířenější zkoušky kovů a jiných technických materiálů. Jedná se prakticky o zkoušky nedestruktivní, neboť funkční a vzhledové porušení zkoušených vzorků je většinou bezvýznamné.

Počátky instrumentované vtiskové zkoušky lze spatřovat v Mohsově stupnici tvrdosti z roku 1822. Rakouský mineralog Fridrich Mohs vytvořil stupnici tvrdosti materiálů podle jejich schopnosti udělat trvalý vryp do jiného materiálu. Nejměkčím materiálem této stupnice je mastek, nejtvrdějším diamant. Odtud vychází také i obecně přijímaná definice tvrdosti jako schopnost materiálu klást odpor proti vnikání cizího tělesa.

Postupem času byly vyvíjeny jiné, sofistikovanější metody zkoušek tvrdosti. Tyto metody se dělí dle jejich charakteru na statické či dynamické nebo také na vrypové (Mohsova), odrazové (Shoreho) či vnikací [20].

Ve statických zkouškách se indenter vtláče silou ve směru kolmém ke zkoušenému povrchu. Z tohoto důvodu se označují jako zkoušky *vnikací*. V praxi jsou hojně využívány pro svoji jednoduchost, snadnou reprodukovatelnost a přesnost. Mezi nejpoužívanější statické (vnikací) zkoušky patří Brinellova zkouška, při níž se užívá indentoru ve tvaru sféry a tvrdost se značí *HB*; zkouška Rockwellova (tvrdost *HRC*) s diamantovým kuželovým hrotem se zaoblením o poloměru 0,2 mm; Vickersova (*HV*) při níž je indentorem čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem stěn 136°, při níž vznikají pravidelné čtyřhranné vtisky; Knoopova (*HK*), která se podobá Vickersově, indentorem je ale jehlan se základnou ve tvaru protáhlého kosočtverce, přičemž poměr úhlopříček u reziduálního vtisku je 1:7.

Při dynamických zkouškách proniká indenter do zkoumaného povrchu rázem vedeným kolmo k povrchu, odtud název *rázové* zkoušky. Mezi dynamické metody patří např. Shoreho skleroskop.

Ve vrypových zkouškách dojde k porušení ostrým nástrojem, jenž se pohybuje rovnoběžně s povrchem zkoušeného materiálu. V místě porušení se vytvoří vryp.

Časem se začaly pro lokální měření tvrdosti používat tzv. mikrotvrdoměry. Ty umožňovaly generovat s velkou přesností velice malá zatížení (jako hranice mezi mikro a makrotvrdotí se často uvádí zátěž o velikosti 2 N) a získávat tak nepatrné vtisky. Velikost reziduálního vtisku se proměřuje pomocí přesného optického mikroskopu. Jednou z nejpřesnějších konstrukcí je u nás užívaný Hanemannův mikrotvrdoměr (1940), který používá Vickersova či Knoopova indentoru.

2.2. Princip instrumentované vtiskové zkoušky

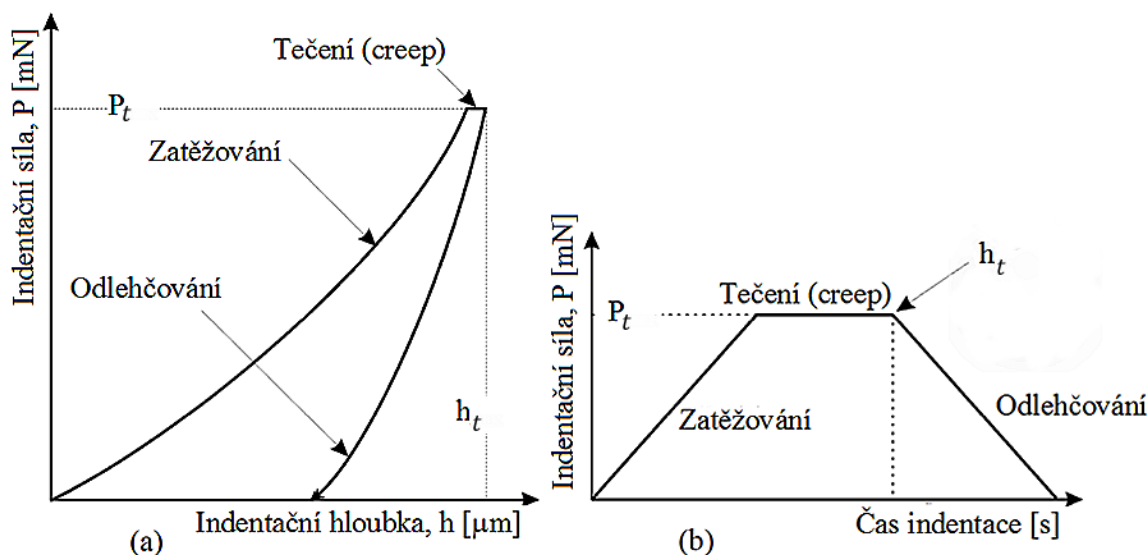
S prudkým rozvojem tenkých vrstev ve druhé polovině 20. století a potřebou měřit mechanické vlastnosti malých objemů se i mikrotvrdoměry staly nedostatečné. Při velmi malých vtiscích totiž dochází k velkým chybám při měření jejich rozměrů, jelikož konvenční zkouška mikrotvrdoti vyžaduje přímé měření velikosti vtisku. Toto je také

problém při měření velmi elastických materiálů. Dalším problémem bylo aplikování velmi malých zátěžných sil na indentor tak, aby nedocházelo k ovlivnění odezvy tenké vrstvy substrátem.

Na počátku 80. let 20. století došlo k rozvoji nové, progresivní metody nazývané Depth Sensing Indentation, zkráceně DSI, pro níž byl zvolen český ekvivalent instrumentovaná zkouška tvrdosti [1]. Tato technika, která se řadí do nanoindentačních měření, umožňuje spolehlivě měřit lokální mechanické vlastnosti.

Technika instrumentované zkoušky spočívá v kontinuálním záznamu velikosti aktuální zátěže působící na indentor a jeho hloubky pod povrchem vzorku. Z těchto dat je možné sestavit *indentační křivku* neboli graf závislosti zátěže na posunutí, viz obr. 2.1. Moderní nanoindentační techniky tedy umožňují určení průmětu kontaktní plochy na základě znalosti geometrie indentoru a změřené hloubky penetrace, tzv. indentační hloubky. Nanoindentory používají pro měření právě tuto metodu DSI.

Při nanoindentačním měření se běžně dosahuje hloubek vtisků v řádu desítek až stovek nanometrů a velikosti zátěžných sil v řádech milinewtonů až mikronewtonů, přičemž rozlišení je v řádu μN a desetin nm. Zkoumané vzorky proto mohou být velmi malé a měření lze v mnoha případech považovat za nedestruktivní.



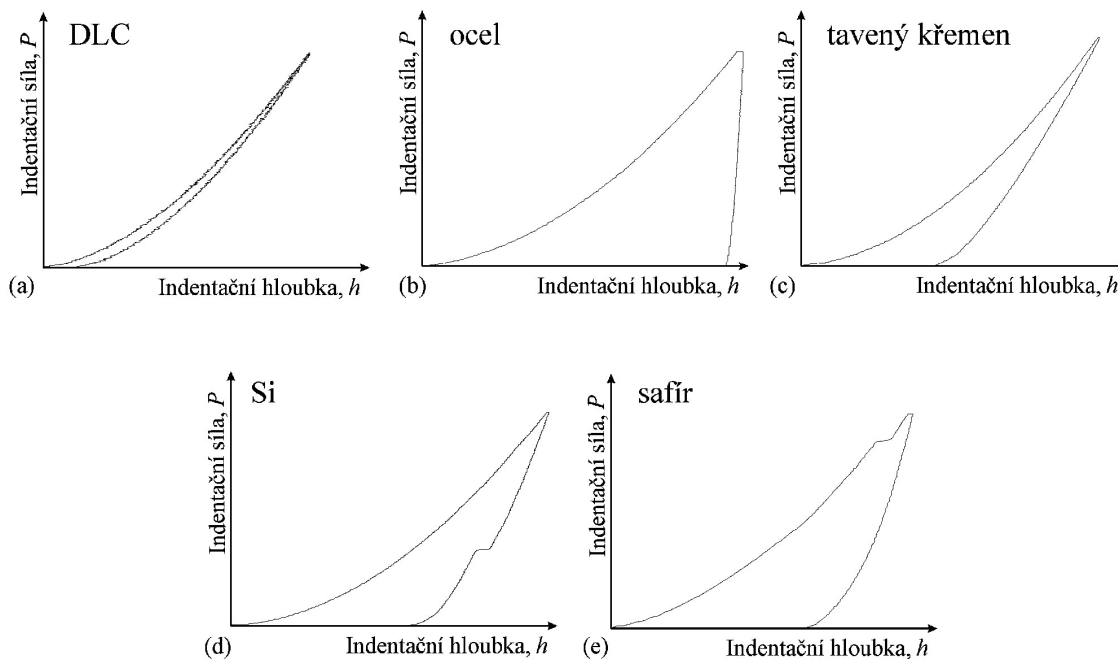
Obr. 2.1 a) Příklad indentační křivky zátěž-posunutí
b) Průběh velikosti zátěže na čase, upraveno z [18]

2.3. Indentační křivka

Technika instrumentované zkoušky spočívá v detekci a záznamu velikosti aktuální zátěže a polohy indentoru. V první fázi této zkoušky dochází k řízenému zatěžování hrotu silou přesně definovanou rychlostí. Ve druhé části daného indentačního cyklu se naopak velikost zátěžné síly postupně zmenšuje. Této fázi se říká odlehčování. Mezi tyto dvě fáze se vkládá prodleva, během které je vzorek vystaven působení konstantní síly, což umožňuje studovat časově závislé děje jako *creep* neboli tečení. Z těchto dat je možné sestavit *indentační křivku* neboli graf závislosti zátěže na posunutí, viz obr. 2.1.

Rozborem indentační křivky lze získat mnoho informací o mechanických vlastnostech zkoumaného materiálu. Kromě indentační tvrdosti lze díky metodě DSI vyhodnotit

elastický modul [2, 3], koeficient deformačního zpevnění [4], závislost indentačního napětí na deformaci [5, 6], creep [7], fázové transformace, lomovou houževnatost a celou řadu dalších vlastností a parametrů [15]. Několik typů charakteristických indentačních křivek pro různé materiály lze vidět na obr. 2.2. Z něj lze vyčíst, že (a) diamantu podobné tvrdé vrstvy (DLC) jsou velmi elastické, oproti tomu u oceli (b) je patrná výrazná plastická deformace a s tím související větší reziduální vtisk. U křemíku (d) lze pozorovat fázová transformace ve fázi odlehčování a u safíru (e) jeho prasknutí během zatěžování.



Obr. 2.2 Příklady indentačních křivek zátěž–posunutí pro vybrané materiály s charakteristickou odezvou na indentaci; převzato z [18]

3. Typy indentorů

3.1. Obecný popis indentoru

Indentor neboli zkušební vnikací těleso je objekt z materiálu tvrdšího, než je materiál zkoumaného vzorku, který vniká do povrchu vzorku, přičemž má exaktně definované rozměry a geometrii. Pro výrobu indentoru se nejčastěji užívá diamant, další možností může být také safír, kubický nitrid boru nebo tvrzená ocel.

Diamantový indentor je velice tvrdý, zároveň však velice křehký a proto může dojít k odštípnutí jeho části podél krystalografických rovin. Jeho další nevýhodou je omezená teplotní stabilita – při vysokoteplotní indentaci jej nelze užít do příliš vysokých teplot. Standardně se užívá do 400 °C v důsledku oxidace při vyšších teplotách. V praxi je třeba brát v úvahu také chemickou reaktivitu vzorku (např. obsah uhlíku ve vzorku) a indentoru, což opět může limitovat použitelnost diamantu i za nižších teplot. Nad tyto teploty se téměř výhradně užívá kubický nitrid boru [13]. Mechanické vlastnosti diamantu se kvůli krystalické struktuře liší v závislosti na orientaci diamantu vůči měřenému vzorku. Při analýze dat nanoindentačního měření se nejčastěji uvažuje hodnota Youngova modulu pružnosti E okolo 1140 GPa a hodnota Poissonova čísla $\nu = 0,07$ [17]. Indentor bývá vsazen do bloku nerezové oceli.

Indentory se užíváním opotřebovávají a znečišťují, mohou se také objevit různé kazy a praskliny. Je proto důležité provádět jejich pravidelnou kontrolu.

V praxi se dle své geometrie dělí indentory do dvou skupin na *ostré* a *tupé*, o nichž blíže pojednávají následující dvě podkapitoly.

3.2. Ostré indentory

Ostré indentory obecně generují vyšší napětí než tupé. Používají se proto většinou pro zkoumání plastických vlastností materiálů. Mezi ostré indentory řadíme hroty pyramidální. Mezi nejvíce používané typy pyramidálních indentorů patří trojboký Berkovičův indentor a čtyřboký Vickersův indentor. Mezi dalšími užívanými je Knoopův indentor a Cube-corner, což je roh krychle.

Vickersův indentor má tvar čtyřboké pyramidy se čtvercovou základnou. Velikost jeho vrcholového polohlu je $\theta = 68^\circ$, díky čemuž je odpovídající indentační deformace identická s velikostí deformace při Brinellových zkouškách tvrdosti se sférickým indentorem.

Berkovičův indentor má tvar trojboké pyramidy s podstavou ve tvaru rovnostranného trojúhelníku. U tohoto tvaru se dosáhne toho, že se tři plochy střetnou vždy v jednom bodu, na rozdíl od Vickersova indentoru, u něhož se v praxi nevyhneme dlátovitému charakteru. Přesto však není dokonale ostrý – poloměr křivosti reálného hrotu bývá okolo 150 nm.

Velikost vrcholového poloúhlu $\theta = 65,27^\circ$ je zvolena tak, aby poměr velikosti průřezu a vzdálenosti od vrcholu byl stejný jako v případě Vickersova indentoru¹.

Knoopův indentor je ve tvaru čtyřboké pyramidy se dvěma různými velikostmi vrcholových poloúhlů. Měření dvou různých velikostí délky úhlopříček reziduálního vtisku se s výhodou využívá pro měření anizotropie. Původně byl používán pro měření velmi tvrdých materiálů kvůli snazšímu měření delší úhlopříčky v mělkých reziduálních vtiscích.

Cube-corner umožňuje generovat ještě vyšší napětí pod indentorem než je tomu u ostatních hrotů, a to kvůli velmi malému vrcholovému poloúhlu. Využívá se zejména při hodnocení lomové houževnatosti. Vzhledem k jeho geometrii snadno podléhá opotřebení.

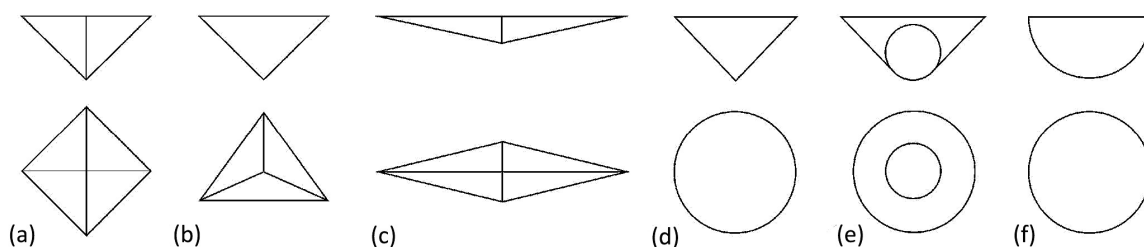
Přehled schémat základním typů indentorů je na obr. 3.1.

3.3. Tupé indentory

Tupé indentory jsou vhodnější pro zkoumání elastických vlastností. Mezi tupé indentory řadíme Brinellův sférický indentor a kuželovitý Rockwellův. Oba dva typy vykazují osovou symetrii.

Obliba sférických indentorů roste, především kvůli tomu, že umožňují generovat nízká napětí a získat proto elastické a viskoelastické materiálové parametry bez ovlivnění nevratnými procesy. Na rozdíl od pyramidálních či kuželovitých indentorů umožňují sestavit křivku indentačního napětí-deformace, jelikož napětí pod indentorem narůstá s rostoucí indentační hloubkou. Jsou vhodné pro měření měkkých materiálů, pro malé hloubky je vliv pile-up efektu zanedbatelný [9].

Běžně se v praxi používají indentory s nominálním poloměrem do 200 μm . V praxi se často užívá indentor sféro-kónický pro jeho snazší upevnění. V tomto případě se pro indentaci používá pouze špička hrotu.



Obr. 3.1 Přehled základních typů indentorů užívaných při nanoindentaci (a) Vickersův (b) Berkovičův (c) Knoopův (d) kužel (e) Rockwellův (f) sférický; převzato z [18]

¹ Dříve byla velikost vrcholového poloúhlu $\theta = 65,03^\circ$. Díky tomu byl poměr plochy povrchu vtisku k vzdálenosti od vrcholu stejný jako u Vickersova indentoru. Důvodem byla shoda s Vickersovou definicí tvrdosti.

4. Metody vyhodnocení nanoindentačních dat

Základním cílem nanoindentace je získat z naměřených dat elastický modul a tvrdost vzorku. DSI měření spočívá v kontinuálním zaznamenávání aktuální zátěžné síly, působící na indentor, a indentační hloubky [1]. Této závislosti se říká závislost zátěž-posunutí, nebo také indentační křivka (Obr. 2.1). Na obr. 2.2 lze vidět typické indentační křivky pro různé typy materiálů. Z tvaru této křivky lze kromě výše zmíněných materiálových charakteristik vyšetřovat i celou řadu jevů, jako např. výskyt fázových transformací, praskání a delaminaci vrstev. Z tohoto důvodu je analýza této křivky hlavním předmětem zájmu instrumentované vtiskové zkoušky. Pro její analýzu byla vypracována celá řada metod.

Metodou, která ilustruje vhodný přístup pro zpracování dat, je metoda Doernera a Nixe [1], která je představena v podkapitole 4.1. Další dvě metody, které umožňují přesnější analýzu, jsou metody Olivera a Pharra [8], resp. Fielda a Swaina [10, 11], uvedené v podkapitole 4.2, resp. 4.3. Všechny tyto metody jsou založeny na předpokladu elasto-plastického zatěžování, následovaném čistě elastickým odlehčováním.

4.1. Metoda Doernera a Nixe

Doerner společně s Nixem [1] pozorovali, že při testech s Berkovičovým indentorem vykazovaly indentační křivky v počátečních fázích odlehčování lineární charakter pro velké množství materiálů (viz obr. 2.1 a 2.2). Na tuto část křivky použili rovnice pro plochý válcový razník za účelem určení velikosti kontaktní plochy. Pro svou analýzu uvažovali kuželovitý indentor a předpokládali, že skutečný pyramidální tvar má jen malý vliv na konečný výsledek. Dalším předpokladem bylo elasto-plastické zatěžování následované čistě elastickou odezvou materiálu během odlehčování.

Při odlehčování z maximální zátěže lze považovat velikost kontaktní plochy za konstantní, přičemž se pouze zmenšuje indentační hloubka. Pro dané předpoklady má proto počáteční část odlehčovací křivky tvar přímky se směrnici dP/dh , což je obdoba použití plochého válcového razníku.

Rovnice pro elastickou odezvu materiálu při indentaci plochým razníkem má tvar

$$P = 2aE^*h, \quad (4.1)$$

kde a je poloměr kontaktního kruhu; pro případ válcového razníku je roven jeho poloměru, h je indentační hloubka.

Derivací výrazu (4.1) podle hloubky h je výraz pro směrnici odlehčovací křivky

$$\frac{dP}{dh} = 2aE^* = 2E^* \frac{\sqrt{A}}{\sqrt{\pi}}, \quad (4.2)$$

kde A značí velikost plochy kontaktního kruhu. Pharr, Oliver a Brotzen došli k důležitému výsledku, a sice že rovnice (4.2) platí pro všechny osově symetrické indentory, tedy i kuželovitý indentor [8].

Protože počáteční fáze odlehčování z maximální zátěžné síly P_t má tvar přímky, lze její extrapolací až do nulové hodnoty zátěžné síly pomocí její směrnice dP/dh určit

hloubku h_a a jejím odečtením od celkové hloubky h_t získat kontaktní hloubku h_c , která existuje při maximálním zatížení:

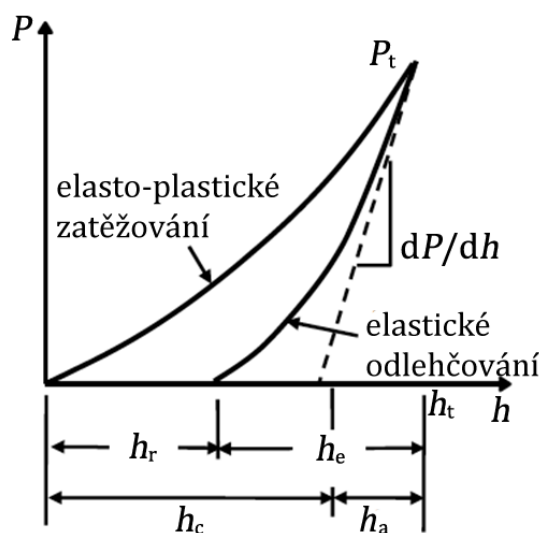
$$h_c = h_t - \frac{P_t}{dP/dh}. \quad (4.3)$$

Ze známosti kontaktní hloubky h_c lze poté získat poloměr kontaktního kruhu a (1.8), resp. průmět kontaktní plochy A (1.9) a z nich dále určit indentační tvrdost H (1.13) a kombinovaný modul pružnosti E^* (4.2).

4.2. Metoda Olivera a Pharra

Metoda Olivera a Pharra [8] je postupem velmi podobná metodě Doernera a Nixe, viz kap. 4.1. Pro určení hloubky kontaktního kruhu h_a a následně kontaktní hloubky h_c (viz. rovnice (1.5), (1.6) a (1.8)) se, stejně jako v případě metody Doernera a Nixe, využívá směrnice dP/dh počáteční části odlehčovací křivky. Tato směrnice bývá označována jako *kontaktní tuhost*, značí se písmenem S . Protože se pro určení směrnice používá soubor několika bodů odlehčovací křivky (obvykle 98 % - 20 % z velikosti P_t), bývá tato metoda nazývána jako tzv. *multiple-point unload method*. Odvození tuhosti S pro sférický indentor o poloměru R je dáno derivací rovnice (1.7) a má tvar

$$S = \frac{dP}{dh} = 2E^*R^{\frac{1}{2}}h_e^{\frac{1}{2}}. \quad (4.4)$$



Obr. 4.1 Indentační křivka s vyznačenými veličinami vyskytujícími se při analýze Oliver-Pharr; upraveno z [17]

Základním rozdílem oproti předchozí metodě je tvar počáteční části odlehčovací křivky. Oliver a Pharr si všimli, že odezva materiálu při odlehčování není přesně lineární, ale dá se přesněji aproximovat pomocí mocninné funkce výrazem

$$P = C_e(h - h_r)^m, \quad (4.5)$$

kde C_e a m jsou konstanty, h_r je hloubka reziduálního vtisku.

Poté lze ukázat, že kontaktní hloubka h_c měřená od celkové hloubky penetrace h_t je dána výrazem

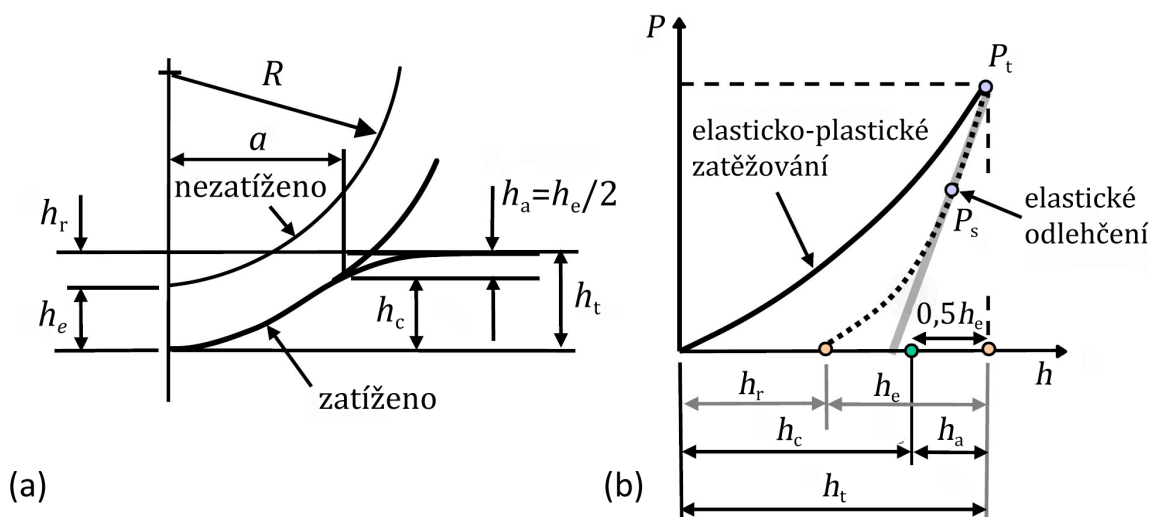
$$h_c = h_t - \varepsilon \frac{P_t}{dP/dh}, \quad (4.6)$$

kde hodnota konstanty ε závisí na tvaru indentoru, přičemž pro sféru i Berkovičův indentor platí $\varepsilon \approx 0,75$.

Obdobně jako v případě metody Doernera a Nixe lze pomocí známé kontaktní hloubky h_c určit tvrdost H (1.13) i a kombinovaný modul pružnosti E^* (4.2). Metoda Olivera a Pharra je nejčastěji používána při indentacích s Berkovičovým indentorem, avšak lze ji taktéž užít i při použití hrotu sférického.

4.3. Metoda Fielda a Swaina

Metoda Olivera a Pharra, představená v kapitole 4.2, užívá pro určení kontaktní hloubky h_c směrnici počáteční části odlehčovací křivky získanou pomocí souboru bodů této křivky. V alternativní metodě, navržené Fieldem a Swainem pro sférické indentory [10, 11], postačuje pro určení kontaktní hloubky h_c znalost pouze jednoho bodu odlehčovací křivky, proto se jí říká také *single-point unload method*. Tuto metodu lze rovněž použít i pro jiné typy indentorů.



Obr. 4.2 Schéma a) kontaktu mezi ideálně tuhým indentorem tvaru koule o poloměru R a rovným povrchem, b) indentační křivky s vyznačenými veličinami vyskytujícími se při analýze Field-Swain; upraveno z [17]

Jelikož odlehčování z h_t do h_r je dle předpokladů elastické, pak z obr. 4.2 a rovnice (1.5) vyplývá, že kontaktní hloubka h_c je závislá na celkové hloubce h_t a hloubce reziduálního vtisku to vztahem

$$h_c = h_t - \frac{h_e}{2} = h_t - \frac{h_t - h_r}{2} = \frac{h_t + h_r}{2} \quad (4.7)$$

Celková hloubka h_t je získána indentačním měřením, hloubku h_r je možné zjistit z naměřené síly a výchylky v bodě $[h_s, P_s]$ při částečném odlehčení P_s , viz (4.10). Vyjádřením z rovnice (1.7) obdržíme pro kontaktní hloubku h_e vztah

$$h_e = h_t - h_r = \left[\left(\frac{3}{4E^*} \right)^{\frac{2}{3}} \frac{1}{R^{\frac{1}{3}}} \right] P_t^{\frac{2}{3}}. \quad (4.8)$$

Obdobně pro hloubku h_s-h_r

$$h_s - h_r = \left[\left(\frac{3}{4E^*} \right)^{\frac{2}{3}} \frac{1}{R^{\frac{1}{3}}} \right] P_s^{2/3}, \quad (4.9)$$

kde P_s je velikost zátěžné síly při částečném odlehčení, většinou v rozmezí 50 % až 60 % velikosti P_t .

Podělením rovnic (4.8) a (4.9) a jejich úpravou obdržíme vztah pro h_r

$$h_r = \frac{h_s(P_t/P_s)^{\frac{2}{3}} - h_t}{(P_t/P_s)^{\frac{2}{3}} - 1}. \quad (4.10)$$

Tímto způsobem je tedy možné určit kontaktní hloubku h_c (4.7) a také velikost elastického posunutí h_e (4.8). Ze známé geometrie hrotu lze proto určit velikost poloměru kontaktního kruhu a (1.8), tedy také tvrdost H z rovnice (1.13) a modul pružnosti E^* ze vztahu (1.7), přičemž za velikost síly P se dosadí naměřená hodnota P_t .

5. Parazitní efekty a metody korekce nanoindentačního měření

Nanoindentační měření je v praxi spojené s celou řadou jevů, které je nutné pro korektní analýzu korigovat [12]. Tyto jevy lze v zásadě dělit do dvou skupin podle toho, zda se týkají nanoindentačního přístroje a experimentálních podmínek, nebo zda jsou spojené s vlastnostmi zkoumaného materiálu. Do první kategorie se řadí např. poddajnost přístroje, environmentální změny během testování, odchylky od ideální geometrie indentoru nebo určení počátečního bodu dotyku [13, 14, 15, 16]. Ve druhé kategorii jde zejména o parazitní efekt *pile-up*, resp. *sink-in*, dále také vliv velikosti vtisku, jakost povrchu vzorku, popř. při zkoumání tenkých vrstev také vliv substrátu [14, 21, 22].

O některých těchto jevech pojednávají následující podkapitoly.

5.1. Tepelný drift a creep

V praxi se během nanoindentačního měření projevují dva typy tzv. *driftového* chování [15]. Prvním z nich je *creep* neboli časově závislá deformace materiálu vzorku v důsledku tečení materiálu. Přítomnost creepu se projevuje narůstáním indentační hloubky i přes to, že nedochází ke zvětšování zátěžné síly. Tento efekt může výrazně ovlivnit tvar indentační křivky při počáteční fázi odlehčování, což ve výsledku způsobí špatné vyhodnocení kontaktní tuhosti vzorku S a tedy např. i elastického modulu E^* , viz. kap. 4.1 a 4.2. Jelikož povaha creepu má exponenciální závislost, stačí obvykle vložit mezi fázi zatěžování a odlehčování určitý časový interval, při kterém se ponechá na vzorek působí konstantní síla. Creep se typicky vyskytuje u materiálů vykazující velké plastické deformace, jakými jsou např. kovy nebo polymery.

Druhým typem driftového chování je tepelný drift, který je způsobený teplotní roztažností vzorku i indentoru. V praxi se proto vždy při výměně vzorku nebo indentoru čeká alespoň 20 minut na dosažení tepelné rovnováhy.

5.2. Poddajnost přístroje

Senzor, registrující hloubku penetrace indentoru do vzorku, zaznamenává také jakékoli další výchylky přístroje, objevující se v důsledku reakce sil během zátěže, viz obr. 5.1 na následující straně. Patří zde např. vychýlení zatěžovacího rámu, které je úměrné velikosti aplikované zátěže. Pro korekci se proto zavádí poddajnost přístroje C_f , která v sobě zahrnuje poddajnost zatěžovacího rámu a uchycení vzorku. Poddajnost materiálu indentoru je zahrnuta v kombinovaném modulu pružnosti E^* .

Korigovanou hloubku h' pak lze vyjádřit jako

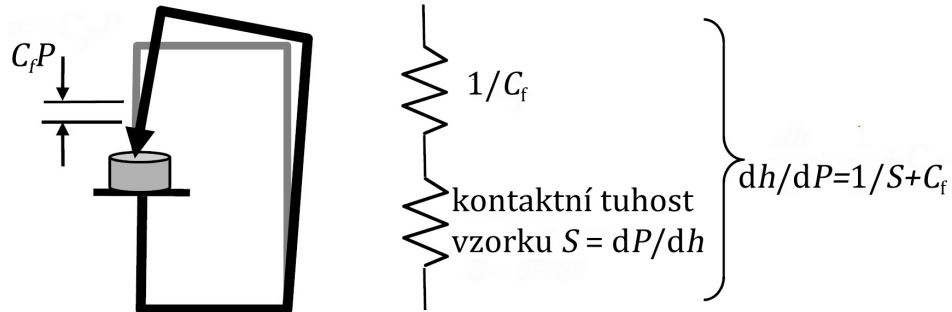
$$h' = h - C_f P, \quad (5.1)$$

kde h je naměřená hloubka, $C_f P$ je vychýlení přístroje při působení síly P .

Pro celkovou poddajnost dh/dP pak platí, že je součtem poddajnosti přístroje C_f a převrácené hodnoty kontaktní tuhosti vzorku S . Pro sférický indentor proto platí vztah

$$\frac{dh}{dP} = \left[\frac{1}{2E^*R^{1/2}} \right] \frac{1}{h_c^2} + C_f. \quad (5.2)$$

Velikost poddajnosti přístroje C_f se většinou pohybuje v rozmezí od 0,3 mm/mN do 0,5 mm/mN.



Obr. 5.1 Znázornění poddajnosti přístroje C_f a její vliv na celkovou poddajnost dh/dP ; upraveno z [17]

5.3. Tvarová funkce hrotu

Kontaktní rovnice, navržené pro vyhodnocení naměřených dat a představené v kapitole 1, předpokládají ideální geometrii hrotu. V praxi se však tvar hrotu od toho ideálního liší a to zejména na jeho špičce [12]. Pro analýzu dat je nezbytné použít korekci, jelikož chyby, způsobené nesprávným tvarem indentoru, patří mezi největší. Tato korekce se může vztahovat přímo na závislost poloměru hrotu $R(h_c)$ na kontaktní hloubce h_c , nebo na velikost průmětu kontaktní plochy $A(h_c)$, taktéž v závislosti na kontaktní hloubce. Této druhé metodě se říká *Diamond Area Function – DAF*. Velikost kontaktní plochy je obvykle dána matematickou funkcí ve tvaru

$$A = C_1 h_c^2 + C_2 h_c + C_3 h_c^{1/2} + C_4 h_c^{1/4} + \dots, \quad (5.3)$$

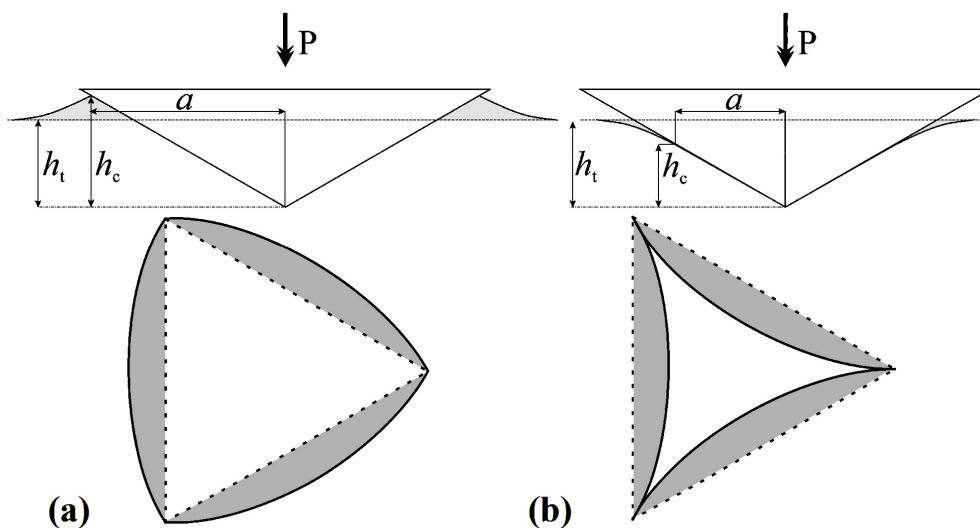
kde první výraz reprezentuje plochu ideálního tvaru pyramidálních indentorů.

V praxi se zjištění skutečného tvaru hrotu provádí nejčastěji nepřímou metodou, která spočívá v sérii indentačních měření, lišících se ve velikosti maximální zátěžné síly, na *kalibračních vzorcích*, u nichž je znám jejich Youngův modul pružnosti E , nezávislý na indentační hloubce, a Poissonova konstanta ν . Nejběžnějším kalibračním materiálem je křemenné sklo (fused silica). Důvodem pro jeho časté využití ke kalibraci jsou jeho vlastnosti, mezi něž patří homogenita, izotropie, vysoká elasticita a čistota, vysoká jakost povrchu a v neposlední řadě též dobře známé hodnoty Youngova modulu pružnosti $E = 72$ GPa a Poissonovy konstanty $\nu = 0,17$.

5.4. Pile-up a Sink-in

Rovnice elastického kontaktu předpokládají, že kontaktní kruh je pod povrchem vzorku. Tomuto jevu se říká *sink-in*. V závislosti na poměru E/H daného materiálu se však při plastických deformacích může objevit i jiný efekt, při němž je materiál deformován směrem nahoru. Tomuto jevu, kdy se materiál hromadí okolo indentoru, se říká *pile-up*. V prvním případě je kontaktní hloubka menší než celková indentační hloubka ($h_c < h_t$), ve druhém je situace opačná, jak lze vidět na obr. 5.2. V případě pile-up efektu je velikost kontaktní plochy větší, což znamená, že výsledkem použití kontaktních rovnic bude vyšší elastický modul a tvrdost materiálu vzorku, než jsou ve skutečnosti [22]. K výskytu pile-up jevu dochází zejména u plastických materiálů, ale objevuje se i u řady jiných materiálů. Pile-up efektu se lze vyhnout použitím sférického indentoru a malých indentačních hloubek [9, 12].

Zatím není užívána žádná jednotná metoda, která by efekt pile-up nějakým způsobem korigovala. Jednou z možností je měřit kontaktní plochu pomocí mikroskopu atomárních sil (AFM) nebo skenovacím elektronovým mikroskopem (SEM).



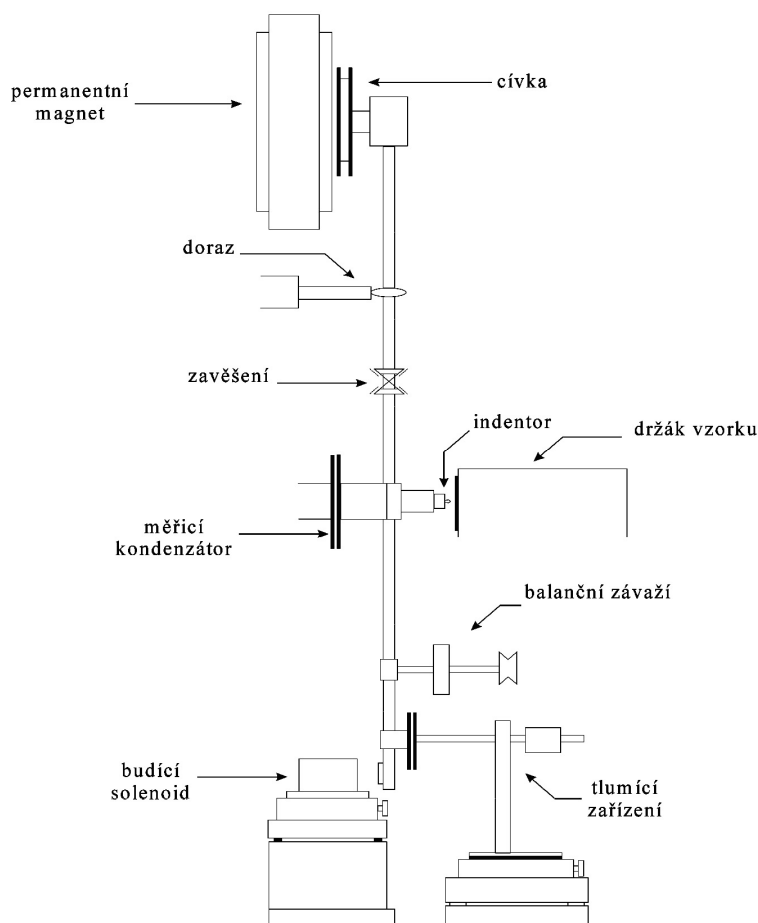
Obr. 5.2 Parazitní efekty související s deformací povrchu okolo indentoru:
a) pile-up, b) sink in; převzato z [18]

6. Praktická část

Šestá kapitola se v první části zabývá popisem použitého experimentálního zařízení, nastavením experimentálních parametrů a popisem použitých vzorků; ve druhé části je představena použitá kalibrace tvaru hrotu; třetí a čtvrtá část již ukazuje konkrétní výsledky indentačních měření na použitých vzorcích, které byly analyzovány metodami Field-Swain a Oliver-Pharr, uvedených v kapitole 4.2 a 4.3.

6.1. Popis zkoumaných vzorků a experimentálního zařízení

Měření mechanických vlastností probíhalo pomocí přístroje Nanotest[®] NTX od společnosti Micromaterials LTD, který se nachází ve Společné laboratoři optiky při Univerzitě Palackého v Olomouci. Tento měřicí přístroj umožňuje pomocí nanoindentačních technik získat informace o tvrdosti a kombinovaném modulu pružnosti zkoumaného vzorku [2, 3], jeho lomové a únavové vlastnosti a řadu dalších [4, 5, 6, 16]. Schéma přístroje lze vidět na obr. 6.1.



Obr. 6.1 Schéma přístroje NanoTest[®] NTX pro instrumentovanou vtiskovou zkoušku, převzato z [18]

Indentor se nachází v horizontální poloze a je připevněn k vertikálnímu keramickému kyvadlu. Pohyb kyvadla způsobuje přitahování cívky, která se nalézá v horní části, k permanentnímu magnetu v důsledku protékání proudu touto cívku. Otáčení kyvadla je umožněno speciálním čepem, který umožňuje pohyb s minimálním třením. Informace o vychýlení indentoru jsou získány pomocí proměnné kapacity měřicího kondenzátoru.

Celý měřicí systém je umístěn na antivibračním stole v uzavřené komoře, která umožňuje provádět měření za dobře definované teploty a vlhkosti.

Pro měření byl použit diamantový Rockwellův sférokónický hrot o poloměru s nominální hodnotou $R = 10 \mu\text{m}$. Měření byly provedeny metodou DSI (Depth Sensing Indentation) a naměřená data byla vyhodnocena metodou Field-Swain a Oliver-Pharr.

V této bakalářské práci byly zkoumány mechanické vlastnosti (elastický modul E vyjádřený z rovnic (1.2) a (1.7) a indentační tvrdost H daná rovnicí (1.13)) pěti následujících vzorků: křemenné sklo (dále označováno jako fused silica) Schott Lithosil[®], dva typy optických skel- sodnovápenaté sklo s-LAL 9 a borosilikátové Schott BK7, polykrystalický titan a polykrystalický wolfram. Vzorky byly fixovány pomocí speciálního vosku na duralové držáky.

Měření jednotlivých vtiskových zkoušek proběhlo za pokojové teploty a relativní vlhkosti vzduchu 45 %; vzdálenost jednotlivých vtisků byla volena tak, aby nedocházelo k ovlivnění nového měření sousedním reziduálním vtiskem. Tato hodnota činila 100 μm . V případě metody Field-Swain byla provedena 3 měření pro 3 rozsahy zátěžných sil (1 mN–10 mN, 10 mN–100 mN, 100 mN–200 mN), přičemž došlo celkem 10krát k odlehčení na 60 % nejvyšší zátěžné síly a následnému zatížení stále v jednom místě, a to v každém ze tří rozsahů zátěžných sil. V tomto případě tedy proběhlo vždy 10 indentací s odlehčením v jednom místě. V případě metody Oliver-Pharr došlo k 30 měřením, které byly provedeny v intervalu zátěžných sil 1 mN–200 mN. Měření se opakovaly dvakrát. Zatěžování i odlehčování trvalo v obou použitých postupech 20 s, časová prodleva při maximální zátěžné síle P_t i při částečném odlehčení P_s byla 10 s. Každé měření proběhlo na jiném místě.

Již do experimentálních parametrů byla zahrnuta korekce na posunutí samotného indentačního přístroje v důsledku reakčních sil při zatěžování. Velikost použité poddajnosti přístroje byla $C_f = 0,3689 \text{ nm/mN}$. Započtení korekce na termální drift bylo možné díky vložené periodě 60 s při odlehčení. Protože z počátku převládá creep, nebylo prvních 40 % takto získaných dat použito.

6.2. Kalibrace indentoru

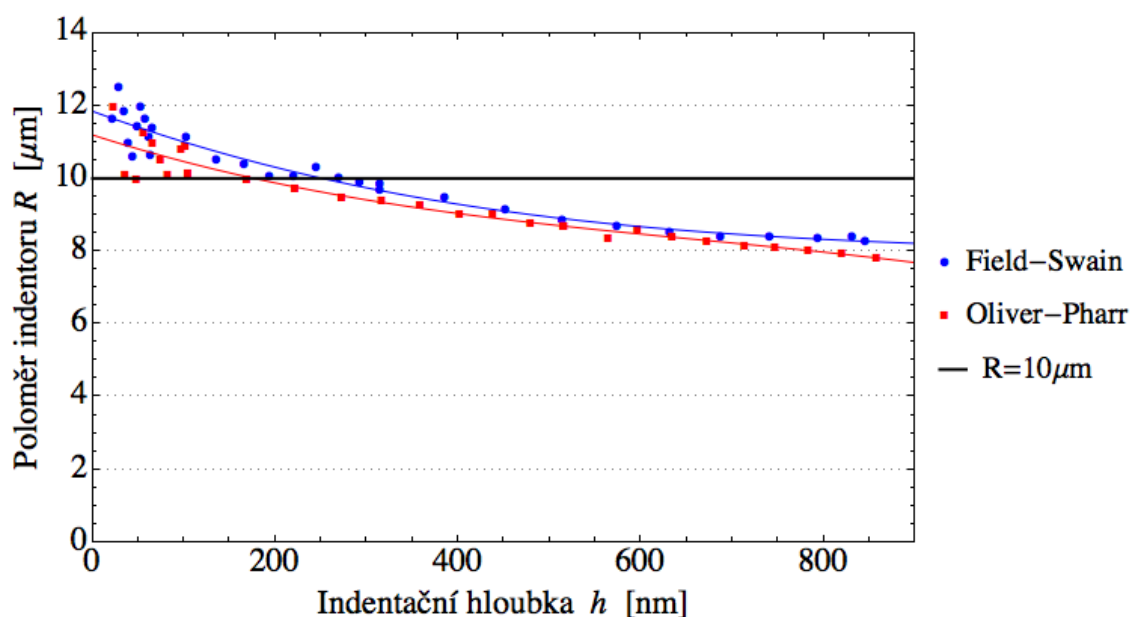
V různých materiálech se lze dočíst o několika způsobech kalibrování indentoru [9, 14, 15]. V této práci byly použity dvě nepřímé metody využívající kalibračního vzorku fused silica ($E = 72 \text{ GPa}$, $\nu = 0,17$), získané výsledky jsou porovnány níže. Při použití metody Field-Swain byla užitá korekce vztahující velikost poloměru hrotu R k elastické hloubce h_e . Důvodem je jednoduchost získání závislosti poloměru hrotu na této hloubce, která vyplývá přímo z rovnice (1.7) při použití kalibračního vzorku o známém elastickém modulu E nezávislého na hloubce. Použitá data sestávala ze tří souborů měření. Z dat

naměřených druhou metodou (Oliver-Pharr) byla díky platnosti vztahu (4.6) získána závislost poloměru na aktuální kontaktní hloubce h_c . Naměřená data sestávala ze dvou sad měření.

Zpracování veškerých dat probíhalo v softwaru Microsoft Excel[®] 2011, Wolfram Mathematica[®] 9 a také přímo i v softwaru od společnosti Micromaterials NanoTest[®] Platform Three.

Obr. 6.2 ukazuje získané kalibrační funkce pro sférokónický hrot Rockwell nominální hodnoty 10 μm . Tato hodnota je v obrázku vyznačena černou čarou. Závislost poloměru R na elastické hloubce h_e vyjadřuje modrá křivka, což je polynom třetího stupně získaný lineární regresí v softwaru Wolfram Mathematica[®] 9. Závislost poloměru R na kontaktní hloubce h_c udává červená křivka, reprezentující též polynom třetího stupně. Pro vzájemné srovnání obou přístupů je poloměr vynesena v závislosti na maximální hloubce přepočtené z h_e v případě metody Field-Swain a h_c v případě Oliver-Pharr.

Z grafu lze vidět, že pro malé hloubky je indentor plošší a má proto větší poloměr (cca 11,9 μm , resp. 11,3 μm), což je velice pravděpodobně způsobeno jeho opotřebením; pro hloubky nad 600 nm je jeho efektivní poloměr asi 8,3 μm (Field-Swain), resp. 8 μm (Oliver-Pharr), což činí odchylku 17 %, resp. 20 % od ideální hodnoty.



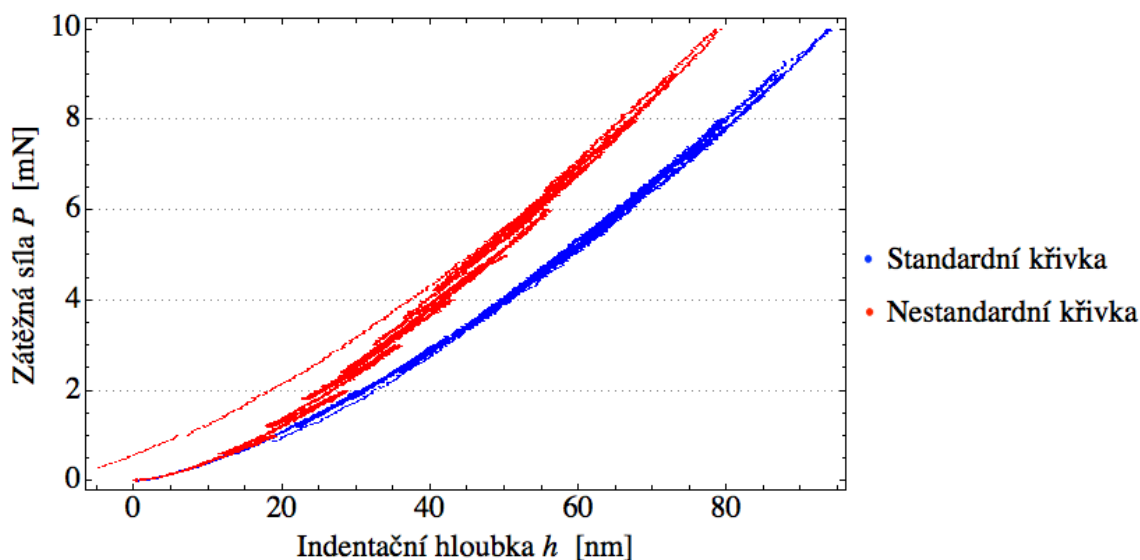
Obr. 6.2 Srovnání dvou použitých kalibrací získaných při přístupu Field-Swain (modrá křivka) a Oliver-Pharr (červená křivka), černě je zaznačen ideální poloměr $R = 10 \mu\text{m}$

6.3. Analýza experimentálních dat pomocí metody Field-Swain

Analýza dat v případě metody Field-Swain probíhala v softwaru Microsoft Excel[®] 2011, jelikož software NanoTest[®] Platform Three od firmy Micromaterials neumožňuje při použití této metody vložit jiný než konstantní poloměr hrotu a z tohoto důvodu je analýza experimentálních dat pomocí metody Field-Swain v tomto programu silně omezena.

Pro analýzu naměřených dat byly použity pouze indentační křivky standardního tvaru; všechny ostatní, které se nějakým způsobem odchylovaly, nebyly při analýze uvažovány, viz obr. 6.3.

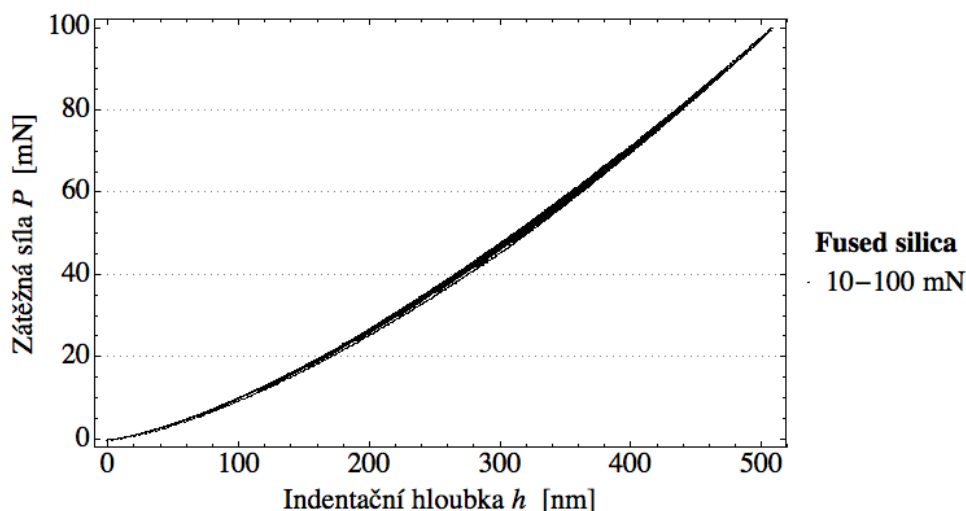
Výsledkem analýzy indentačních křivek je kombinovaný modul pružnosti E^* (1.7) a střední kontaktní tlak p_m (1.13). *Kombinovaný* modul pružnosti E^* byl následně převeden dle vzorce (1.2) pomocí známých hodnot Poissonovy konstanty vzorku ν , indentoru ν_i a Youngova modulu pružnosti indentoru E_i na Youngův modul pružnosti vzorku E , který je uváděn ve všech výsledcích. Ve všech dále uváděných mechanických veličinách (E , H) jsou ve výsledcích uvedeny střední hodnoty a směrodatné odchylky počítané vždy nejméně ze dvou, častěji však ze tří souborů nezávislých měření po deseti indentacích.



Obr. 6.3 Ukázka standardního a nestandardního tvaru indentační křivky pro případ optického skla N-BK7.

6.3.1. Fused silica

Sada tří měření, na kterých byla ověřována tvarová funkce hrotu, byla provedena na jiném vzorku fused silica, než na kterém byla provedena kalibrace. Typická indentační křivka v elastické oblasti je na obr. 6.4. Výsledky z této sady měření jsou na obr. 6.5–6.7.

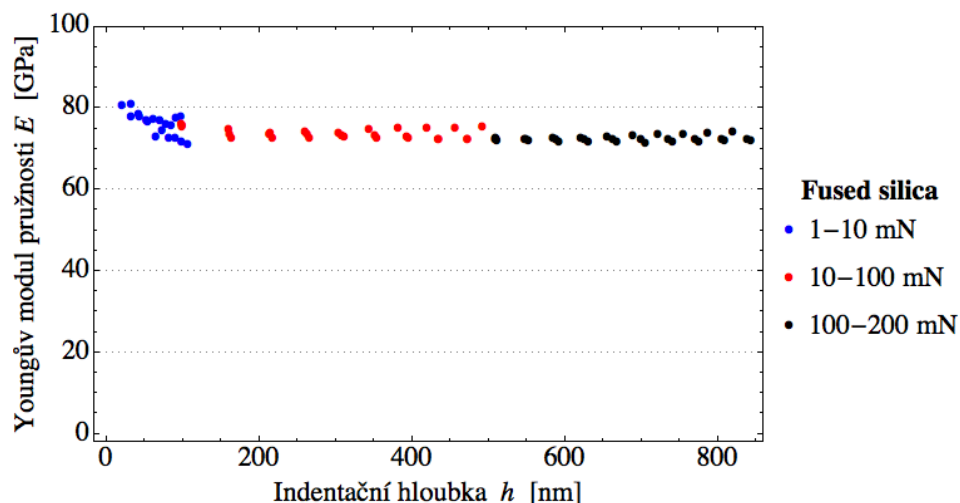


Obr. 6.4 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, kalibrační vzorek fused silica.

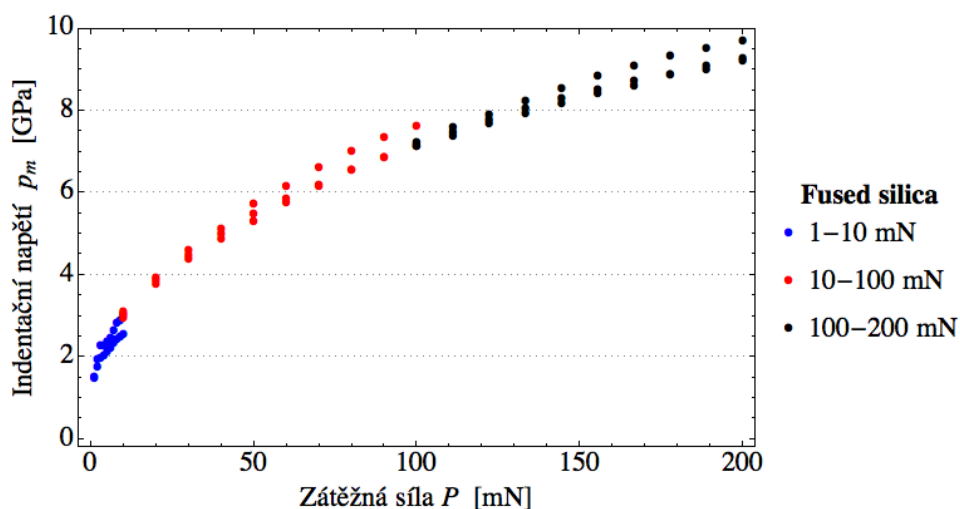
Na obr. 6.5 lze vidět celkový graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro tři rozmezí zátěžných sil (měření dohromady pokrývá interval 1 mN–200 mN). Nominální hodnota Youngova modulu pružnosti E je dle katalogového listu rovna 72,0 GPa při pokojové teplotě, přičemž Poissonova konstanta má hodnotu 0,17 (viz příloha A). Hodnota naměřená pomocí Berkovičova indentoru je $(72,1 \pm 0,7)$ GPa. Naměřené hodnoty elastického modulu postupně s narůstající hloubkou mírně klesají a pro hloubky nad cca 100 nm jsou již téměř konstantní. Pro první interval zátěžných sil od 1 mN do 10 mN (dále jen jako „interval I“) je výsledná hodnota $(76,6 \pm 4,2)$ GPa, ve druhém intervalu 10 mN–100 mN (dále jako „interval II“) již $(73,3 \pm 1,2)$ GPa a ve třetím intervalu 100 mN–200 mN („interval III“) byly naměřené hodnoty $(72,2 \pm 0,7)$ GPa. Výsledky dobře souhlasí s referenční hodnotou.

Na obr. 6.6 lze vidět graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , složený ze všech tří intervalů zátěžných sil (interval I–III). Z něj lze vyčíst, že při působení malých zátěží stoupá velikost indentačního napětí p_m strmě, postupně však dochází k poklesu, přičemž by pro vyšší hodnoty mělo dojít k ustálení na konstantní hodnotu.

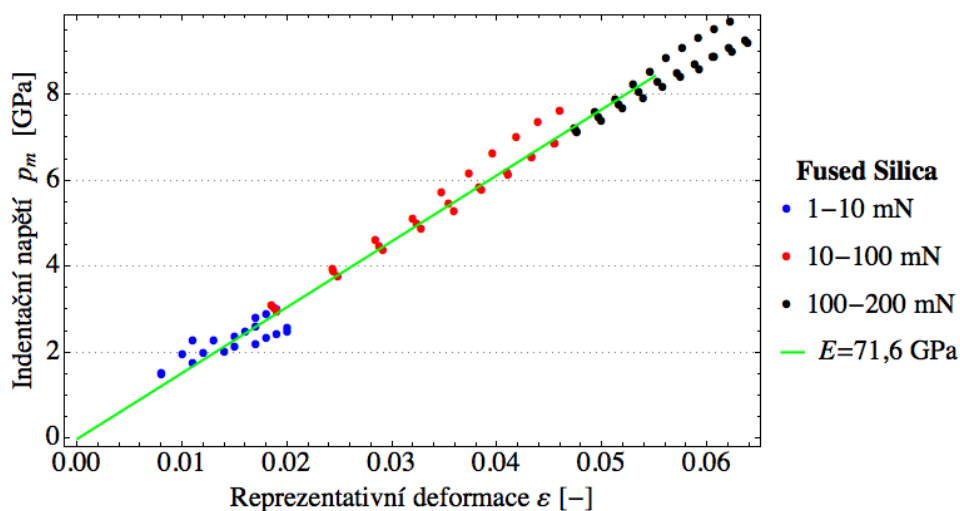
Sférické indentory umožňují generovat nízká napětí a získat proto přechod mezi elastickou a plastickou oblastí a sestavit graf indentačního napětí-deformace. Na obr. 6.7 je celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro interval I–III. Z tohoto grafu lze ověřit elastický modul E vypočtený výše na základě lineární regrese při malých napětích. Na grafu je směrnice vyznačena zeleně a odpovídá hodnotě $E = 71,6$ GPa, což je hodnota velmi přesná. Při indentaci jsme se omezili na zátěž 200 mN, napětí při této hodnotě stále ještě narůstalo, přičemž indentační tvrdost H dosahovala hodnot $(9,2 \pm 0,3)$ GPa. Hodnota naměřená pomocí Berkovičova indentoru je $(9,2 \pm 0,2)$ GPa.



Obr. 6.5 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek fused silica při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



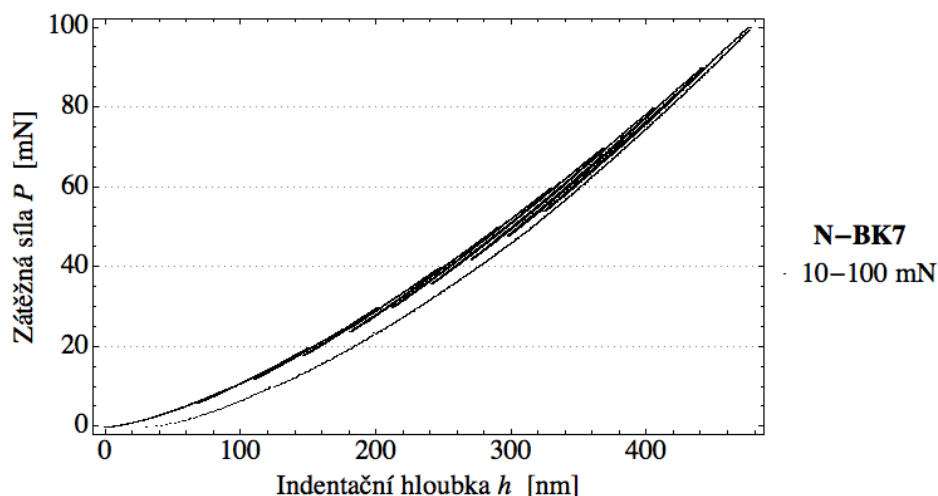
Obr. 6.6 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek fused silica při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.7 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek fused silica při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 71,6$ GPa.

6.3.2. N-BK7

Dalším vzorkem, na kterém byla provedena sada tří měření, bylo borosilikátové sklo Schott N-BK7[®]. Typická indentační křivka získaná v elastické oblasti je na obr. 6.8. Získané výsledky z této sady měření jsou na obr. 6.9 - 6.11.

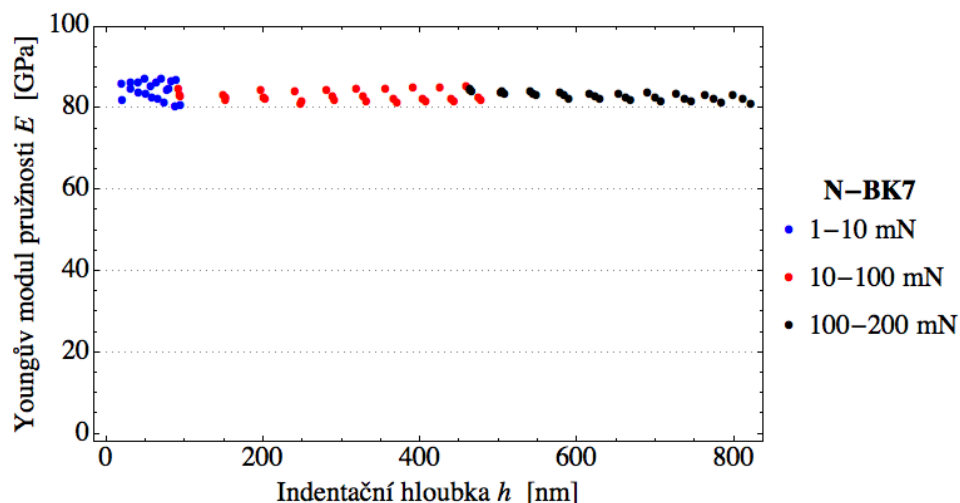


Obr. 6.8 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek N-BK7.

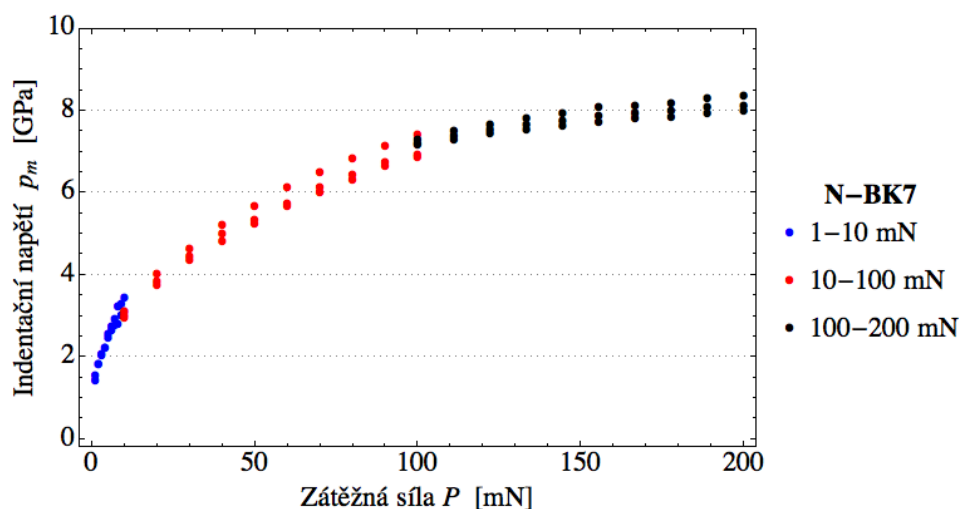
Na obr. 6.9 lze vidět celkový graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III. Nominální hodnota Youngova modulu pružnosti E je dle katalogového listu rovna 82,0 GPa při pokojové teplotě, přičemž Poissonova konstanta má hodnotu 0,206 (viz příloha B). Hodnota určená Berkovičovým hrotem je $(83,1 \pm 1,1)$ GPa. Hodnoty elastického modulu se s určitým rozptylem pohybují okolo konstantní hodnoty 83 GPa, přičemž tento rozptyl je pro menší hloubky výraznější. Pro interval I je výsledná hodnota $(87,9 \pm 6,9)$ GPa, v intervalu II $(82,7 \pm 1,3)$ GPa a ve třetím intervalu byly naměřeny hodnoty $(82,7 \pm 1,0)$ GPa. Tyto výsledky velmi dobře korespondují s nominální hodnotou $E = 82,0$ GPa.

Na obr. 6.10 lze vidět celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , složený dohromady ze intervalů zátěžných sil I–III. Na rozdíl fused silica je patrné, že při silách 200 mN se střední kontaktní tlak již blíží konstantní hodnotě okolo 8 GPa.

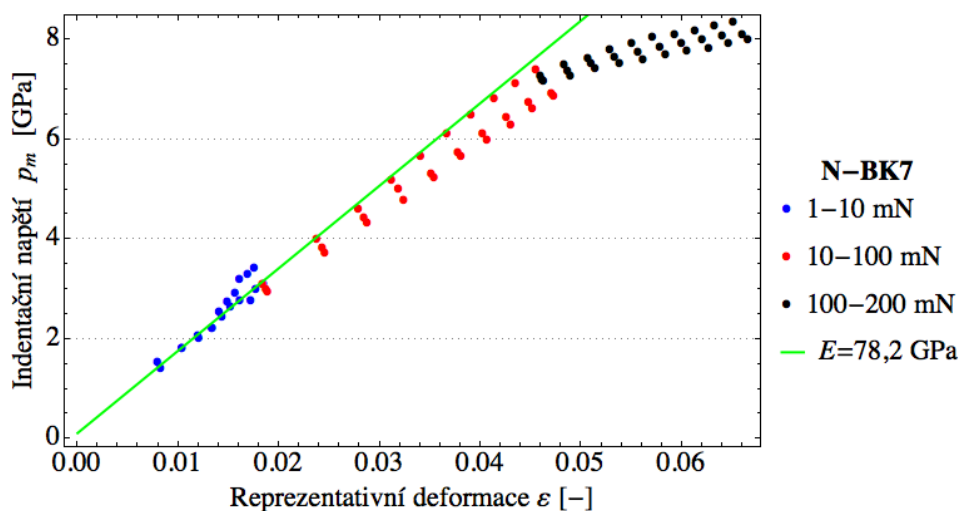
Na obr. 6.11 je celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro interval I–III. Je důležité poukázat, že data z obr. 6.11 reprezentují oblast elastickou, elasto-plastickou tak i plně rozvinutou plastickou oblast a prokazují tedy, že metoda Field-Swain funguje velice dobře ve všech těchto třech režimech. Směrnice vyznačená v grafu zeleně odpovídá hodnotě $E = 78,2$ GPa, což je o méně než 6 % nižší než nominální. Hodnota indentační tvrdosti H dosahuje $(8,1 \pm 0,3)$ GPa pro poslední tři zátěžné síly. V případě Berkovičova indentoru je tato hodnota $(7,8 \pm 0,1)$ GPa.



Obr. 6.9 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek N-BK7 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



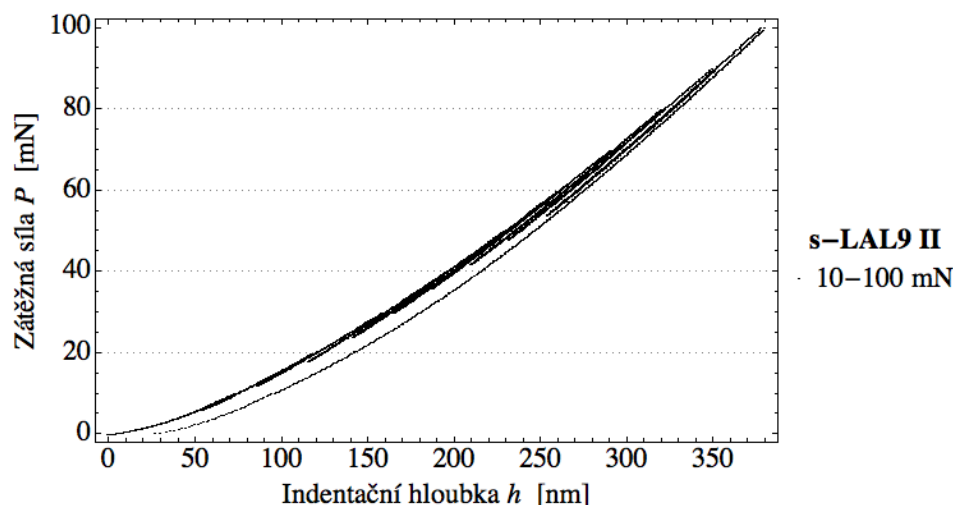
Obr. 6.10 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek N-BK7 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.11 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek N-BK7 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 78,2$ GPa.

6.3.3. s-LAL 9

Dalším vzorkem, na kterém byla provedena další sada 3 nezávislých měření, bylo optické sklo s-LAL 9[®]. Typická indentační křivka pro zátěžné síly 10 mN–100 mN při 60% odlehčení je na obr. 6.12. Získané výsledky z této sady měření jsou na obr. 6.13–6.15.

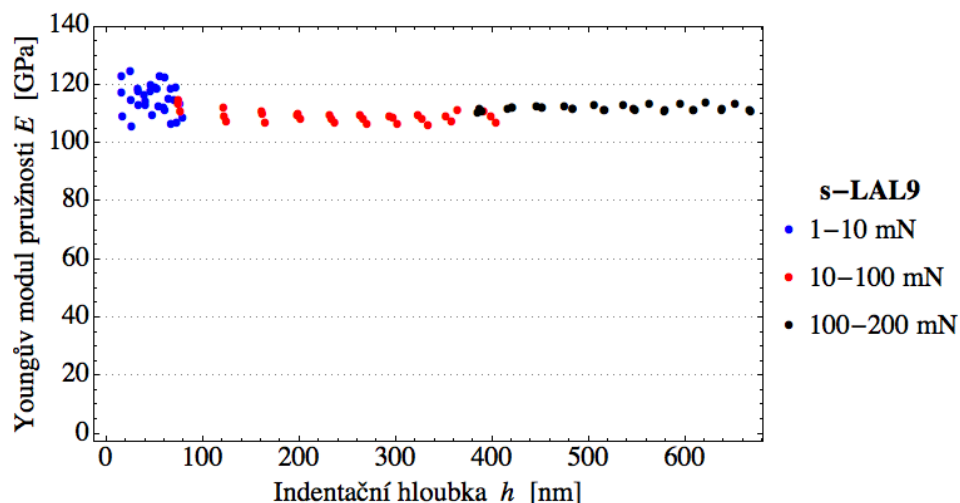


Obr. 6.12 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek s-LAL 9.

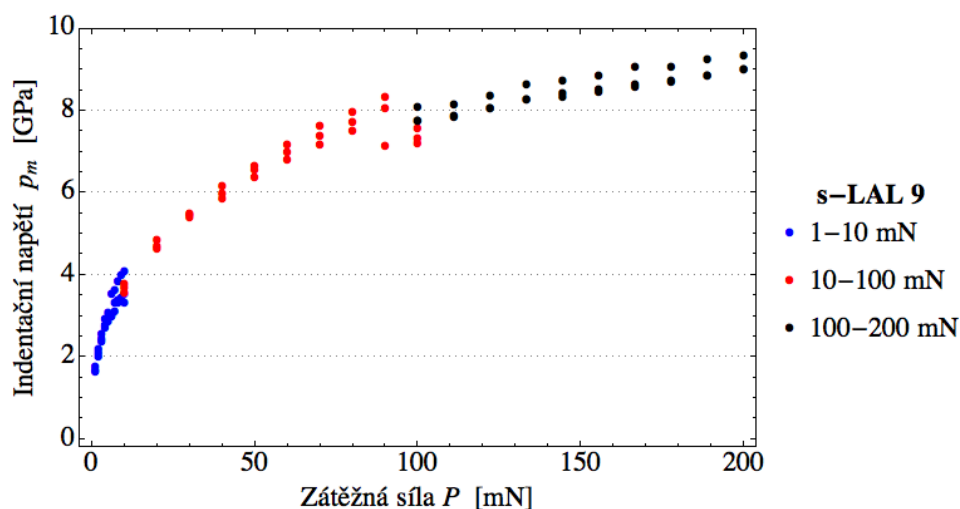
Z grafu závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III, který je na obr. 6.13, lze vidět, že hodnoty elastického modulu se s určitým rozptylem pohybují okolo hodnoty 110 GPa, přičemž tento rozptyl je opět pro menší hloubky výraznější. To značí, že pro velmi malé hloubky je kalibrace méně přesná a protože velikosti elastického modulu pro tyto hloubky vychází větší, plyne z rovnice (1.7), že reálná hodnota poloměru R pro tyto hloubky bude ještě větší než 12 μm . Nominální hodnota Youngova modulu pružnosti E pro vzorek s-LAL 9 je dle katalogového listu rovna 107,5 GPa při pokojové teplotě, přičemž Poissonova konstanta má hodnotu 0,287 (viz příloha C). Hodnota určená pomocí Berkovičova indentoru je $(113,2 \pm 3,2)$ GPa. Pro interval I je výsledná hodnota $(114,8 \pm 5,1)$ GPa, v intervalu II $(108,8 \pm 2,1)$ GPa a ve třetím intervalu byly naměřeny hodnoty $(111,5 \pm 0,9)$ GPa. Tyto hodnoty jsou asi o 1,2 % až o 6,5 % vyšší, než udává katalogový list; v porovnání s hodnotami získanými při indentaci Berkovičovým hrotem jsou srovnatelné.

Na obr. 6.14 lze vidět celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , složený dohromady ze intervalů zátěžných sil I–III. Lze z něj např. vyčíst, že při zátěži cca 100 mN došlo v materiálu k prasknutí.

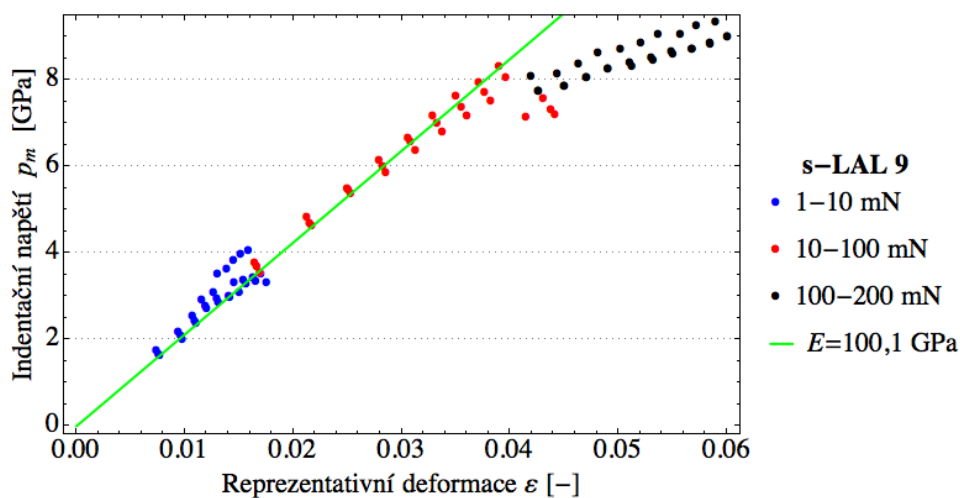
Na obr. 6.15 je celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro interval I–III. Z grafu je ještě patrnější skoková změna způsobená praskáním materiálu. Směrnice vyznačená v grafu zeleně odpovídá hodnotě $E = 101,1$ GPa, což je hodnota o 6 % nižší než nominální. Indentační tvrdost H dosahuje hodnot $(9,0 \pm 0,2)$ GPa pro poslední tři zátěžné síly. Tato hodnota je mírně nižší než v případě Berkovičova indentoru, kdy byla určena indentační tvrdost H $(9,9 \pm 0,3)$ GPa.



Obr. 6.13 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



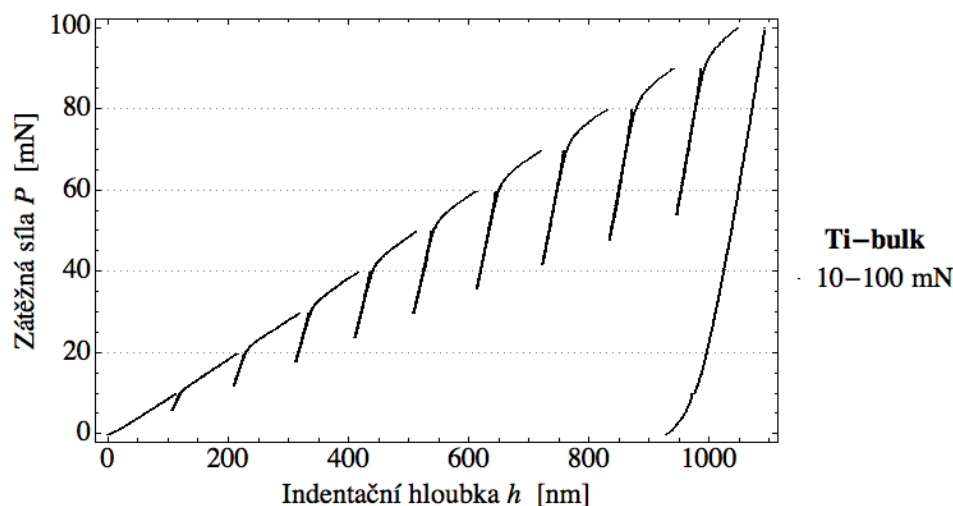
Obr. 6.14 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.15 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 100,1$ GPa.

6.3.4. Titan

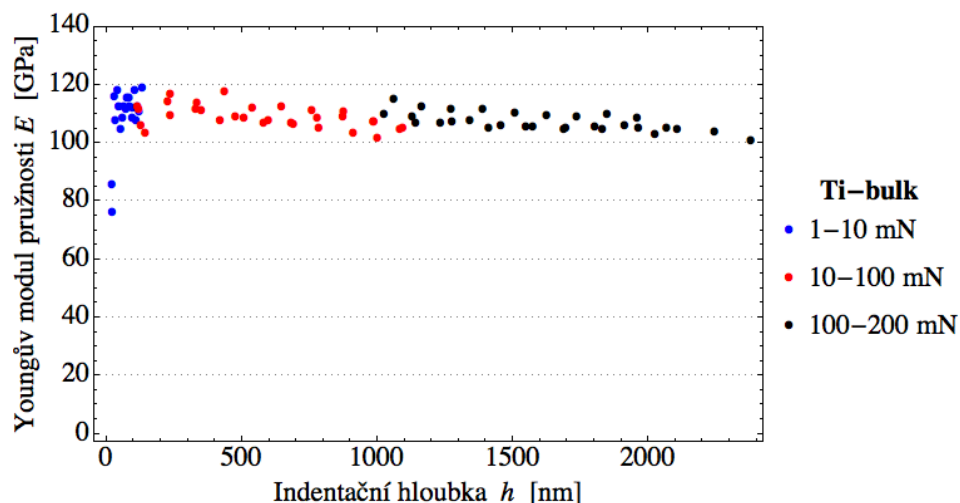
Čtvrtým vzorkem, na kterém byla provedena další sada 3 nezávislých měření, byl zástupce kovů – objemový, polykrystalický titan (dále jako „Ti-bulk“). Typická indentační křivka pro zátěžné síly 10 mN–100 mN při 60% odlehčení je na obr. 6.16. Je patrné, že kovy se deformují plasticky již při menších silách. Získané výsledky z této sady měření jsou na obr. 6.17–6.19.



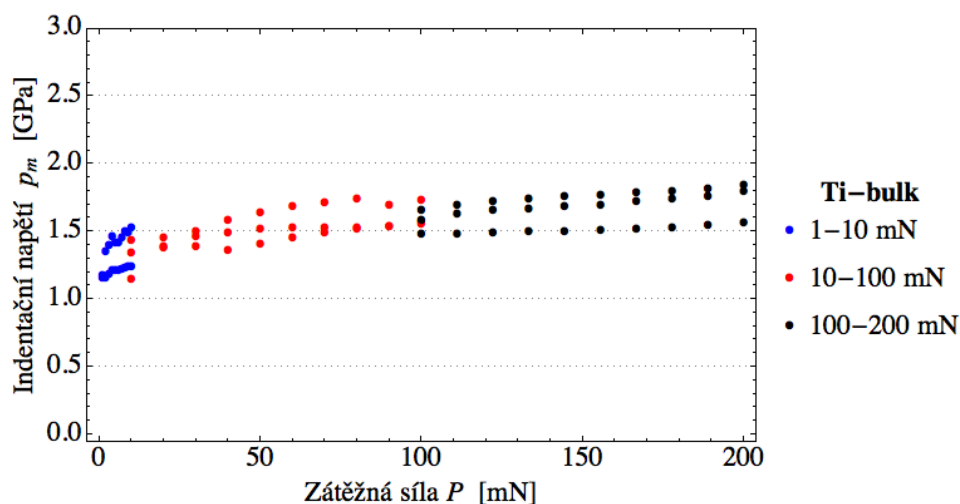
Obr. 6.16 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek Ti-bulk.

Na obr. 6.17 lze vidět celkový graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III. Nominální hodnota Youngova modulu pružnosti E pro polykrystalický objemový titan je 120,2 GPa při pokojové teplotě, s Poissonovou konstantou rovnou 0,32 [23]. Hodnoty elastického modulu se pohybují v rozmezí od 100 GPa do 120 GPa. Pro interval I je výsledná hodnota ($112,1 \pm 4,0$) GPa, pro interval II ($108,6 \pm 3,9$) GPa a ve třetím intervalu byly naměřeny hodnoty ($106,9 \pm 3,1$) GPa. Tyto hodnoty jsou asi o 6,7 % - 10,8 % nižší než udává reference. Tyto hodnoty jsou nižší také v případě porovnání s Berkovičovým hrotem, kdy naměřená hodnota elastického modulu je ($119,7 \pm 2,3$) GPa.

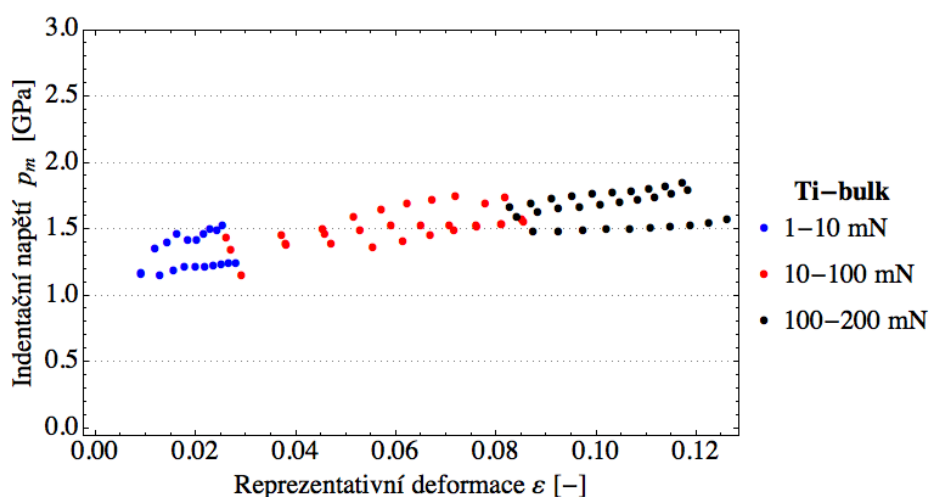
Na obr. 6.18 lze vidět celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , složený dohromady ze intervalů zátěžných sil I–III. Je patrné, že již pro velmi malé zátěže dosahují hodnoty kontaktního tlaku hodnot blízkých maximální hodnotě a je tedy rozvinuta plastická oblast. To znamená, že aby bylo možno z grafu na obr. 6.19, který udává závislost indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro interval I–III, získat velikost modulu a tedy směrnici tečny, museli bychom měřit s ještě menšími silami. To by si ale zase žádalo novou, přesnější kalibraci indentoru pro takto malé hloubky. Z tohoto důvodu není do grafu směrnice udávající modul pružnosti vůbec zaznačena. Hodnota indentační tvrdosti H se pohybuje v rozmezí 1,5 GPa–1,7 GPa ve větším intervalu zátěží a je srovnatelná s hodnotou ($1,8 \pm 0,3$) GPa určenou pomocí Berkovičova indentoru.



Obr. 6.17 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek Ti-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



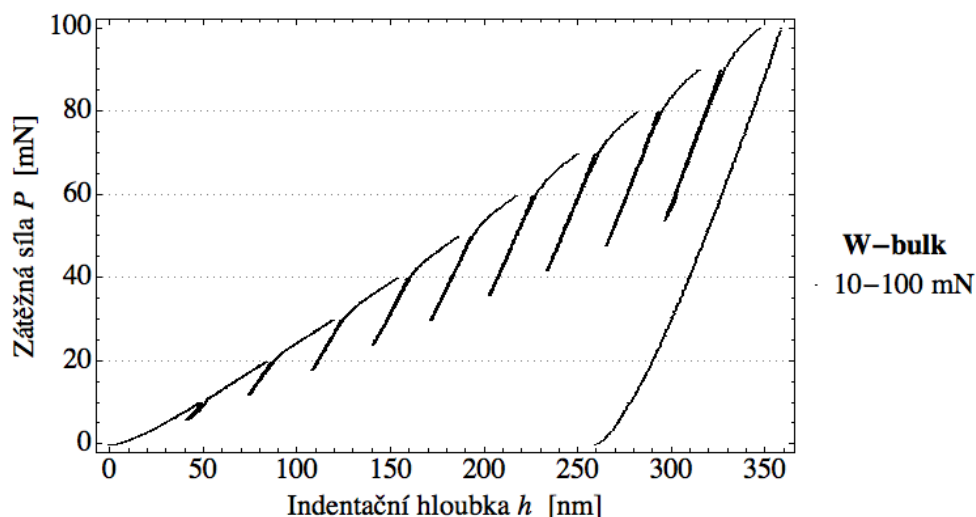
Obr. 6.18 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek Ti-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.19 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentivní deformaci ε pro vzorek Ti-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.

6.3.5. Wolfram

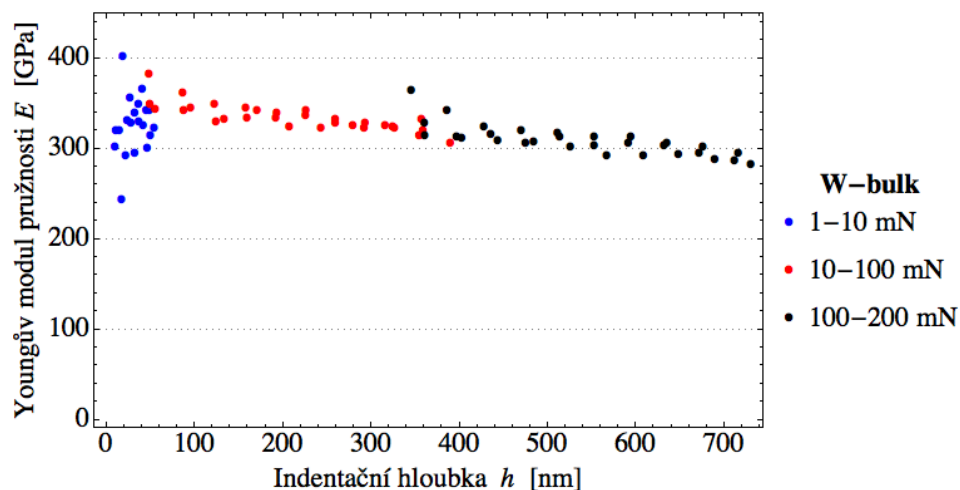
Pátým vzorkem, na kterém byla provedena další sada 3 měření, byl další zástupce kovů – objemový, polykrystalický wolfram (dále také jako „W-bulk“). Typická indentační křivka pro zátěžné síly 10 mN–100 mN při 60% odlehčení je na obr. 6.20. Znovu je patrná výrazná plastická deformace jako v případě titanu. Výsledky z této sady měření jsou na obr. 6.21–6.23.



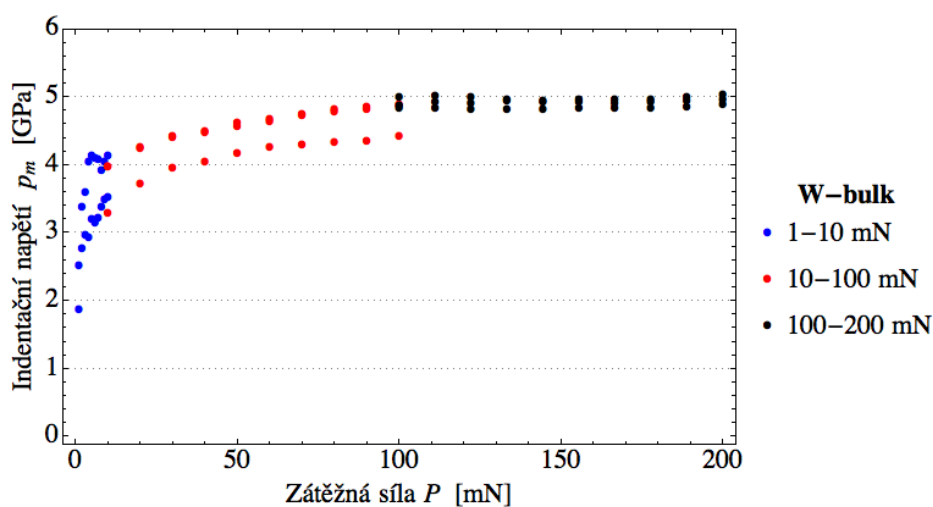
Obr. 6.20 Indentační křivka s deseti segmenty částečného odlehčení 60 % pro analýzu metodou Field-Swain v rozmezí zátěžných sil 10 mN–100 mN, vzorek W-bulk.

Z grafu závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III na obr. 6.21 vyplývá, že střední hodnota elastického modulu je pro interval I ($322,8 \pm 30,0$) GPa, pro interval II ($333,6 \pm 14,6$) GPa a pro interval III ($307,5 \pm 16,7$) GPa. Nominální hodnota Youngova modulu pružnosti E pro polykrystalický objemový titan se pohybuje okolo 120 GPa při pokojové teplotě, Poissonova konstanta má hodnotu 0,28 [24, 25]. V případě Berkovičova indentoru je stanovená hodnota ($414,2 \pm 25,3$) GPa. Naměřené hodnoty jsou v tomto případě asi o 18 %–26 % nižší než udává reference.

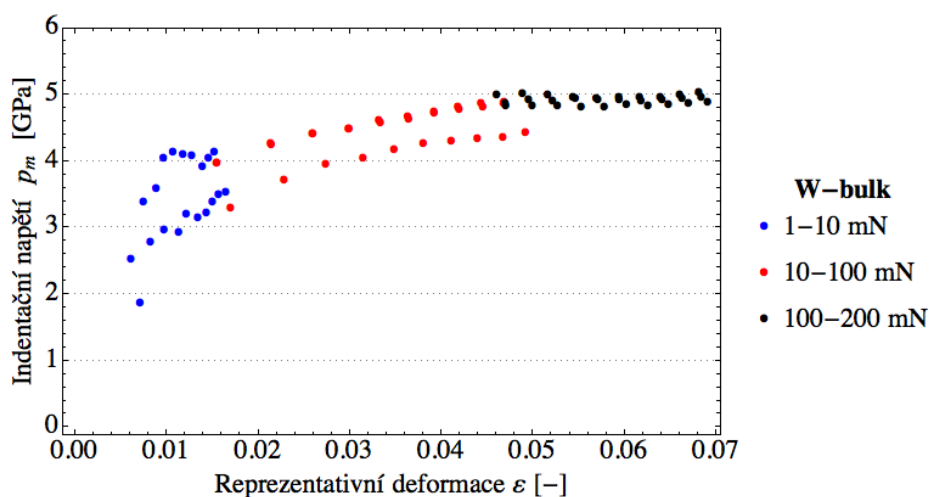
Z obr. 6.22 znázorňující graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P opět vyplývá, že už pro velmi malé zátěže dosahují hodnoty kontaktního tlaku hodnot blízkých maximální hodnotě. Již pro zátěž 10 mN je střední kontaktní tlak p_m roven již cca 80 % indentační tvrdosti H ($5,0 \pm 0,1$) GPa. Berkovičovým indentorem stanovená hodnota je ($6,1 \pm 0,7$) GPa. Abychom mohli zjistit velikost elastického modulu pomocí grafu indentační napětí-deformace, museli bychom opět začít měřit s menšími silami. Přitom by bylo též potřeba přesnější kalibrace pro malé indentační hloubky, podobně jako u titanu.



Obr. 6.21 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek W-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.22 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek W-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.23 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek W-bulk při použití metody Field-Swain a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.

6.4. Analýza experimentálních dat pomocí metody Oliver-Pharr

Analýza dat v případě metody Oliver-Pharr probíhala především v softwaru NanoTest[®] Platform Three od firmy Micromaterials. V tomto případě již program umožňuje vložit tvar funkce DAF (tedy závislosti průmětu plochy A na kontaktní hloubce h_c) až do polynomu pátého stupně s přesností na 8 desetinných míst. Pro analýzu naměřených dat byly opět užity pouze indentační křivky standardního tvaru, viz obr. 6.3. Výsledkem analýzy indentačních křivek je kombinovaný modul pružnosti E^* (4.1) a střední kontaktní tlak p_m (1.13). Kombinovaný modul pružnosti E^* byl následně převeden dle vzorce (1.2) pomocí známých hodnot Poissonovy konstanty vzorku ν , indentoru ν_i a Youngova modulu pružnosti indentoru E_i na Youngův modul pružnosti vzorku E , který je uváděn ve všech výsledcích.

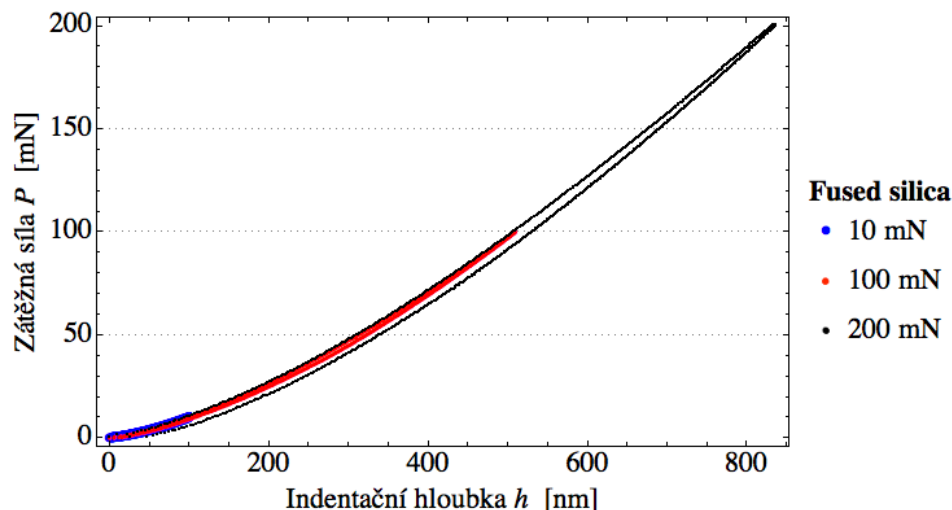
Ve všech dále uváděných materiálových parametrech (E, H) jsou ve výsledcích uvedeny střední hodnoty a směrodatné odchylky počítané vždy ze dvou souborů nezávislých měření při deseti různých zátěžích.

Pro analýzu odlehčovací křivky byla volena aproximace mocninou funkcí, přičemž se analyzovala data v rozmezí 97 %–40 %. Důvodem pro použití tohoto intervalu byla mnohem spolehlivější aproximace odlehčovací části indentační křivky ve srovnání se standardními 99 %–20 %. Velikost použité poddajnosti přístroje byla $C_f = 0,3689$ nm/mN, velikost parametru $\varepsilon = 0,75$. Jako DAF byla vložena obecná funkce, kterou byl polynom třetího stupně:

$$\text{DAF} = 11275,2 - 15,3275 h_c + 0,0289275 h_c^2 - 0,0000254635 h_c^3 . \quad (6.1)$$

6.4.1. Fused silica

Na tomto vzorku byla provedena sada dvou měření. Z těchto měření byla provedena kalibrace, jejímž výsledkem je DAF (rovnice 6.1). Pro ověření správnosti kalibrace byly znovu tyto data analyzovány v softwaru Nanotest[®]. Typické indentační křivky, z nichž lze vyčíst, že daný materiál je velmi elastický a podléhající proto minimální plastické deformaci, jsou zaznačena do grafu na obr. 6.24. Výsledky těchto měření jsou zobrazeny na obr. 6.25–6.27.

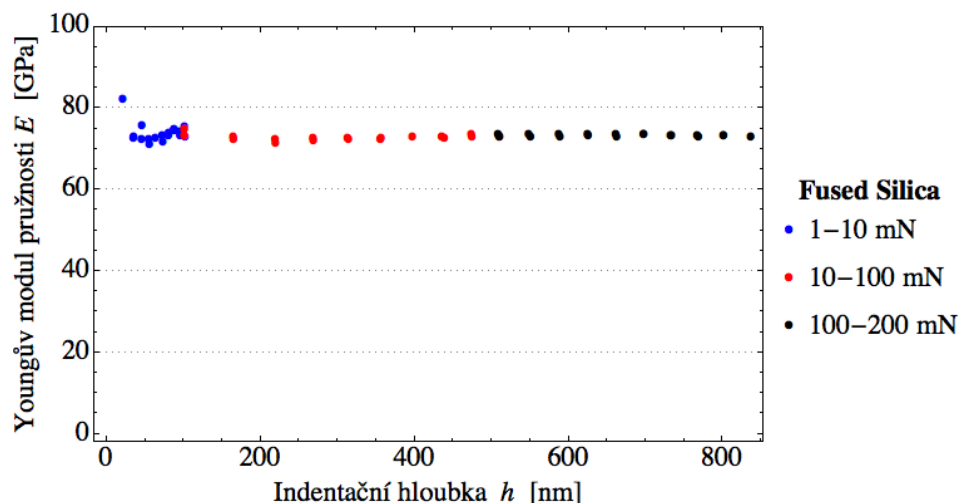


Obr. 6.24 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN na vzorku fused silica, metoda Oliver-Pharr.

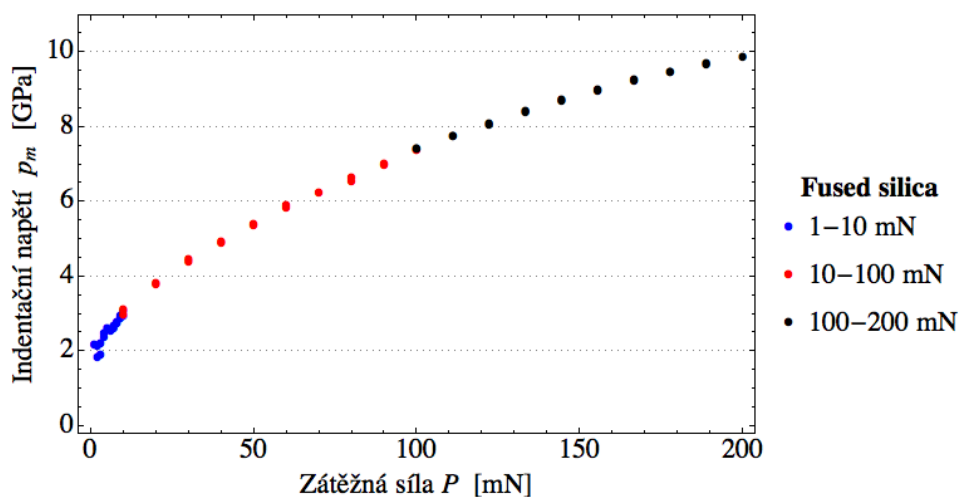
Na obr. 6.25 je graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro tři rozmezí zátěžných sil, dohromady pokrývajících interval 1 mN–200 mN. Naměřené hodnoty elastického modulu jsou: pro první interval zátěžných sil je výsledná hodnota $(73,6 \pm 2,4)$ GPa, pro druhý interval $(72,6 \pm 0,7)$ GPa a pro třetí interval $(73,0 \pm 0,3)$ GPa. Naměřené hodnoty se liší maximálně o 2,2 % od nominální hodnoty a v porovnání s daty analyzovanými metodou Field-Swain je dosaženo hodnot ještě bližších k nominální hodnotě a s menší směrodatnou odchylkou.

Na obr. 6.26 je graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , složený ze všech tří intervalů zátěžných sil (interval I–III). Při srovnání s obr. 6.6 lze vidět, že oba průběhy jsou velmi podobné.

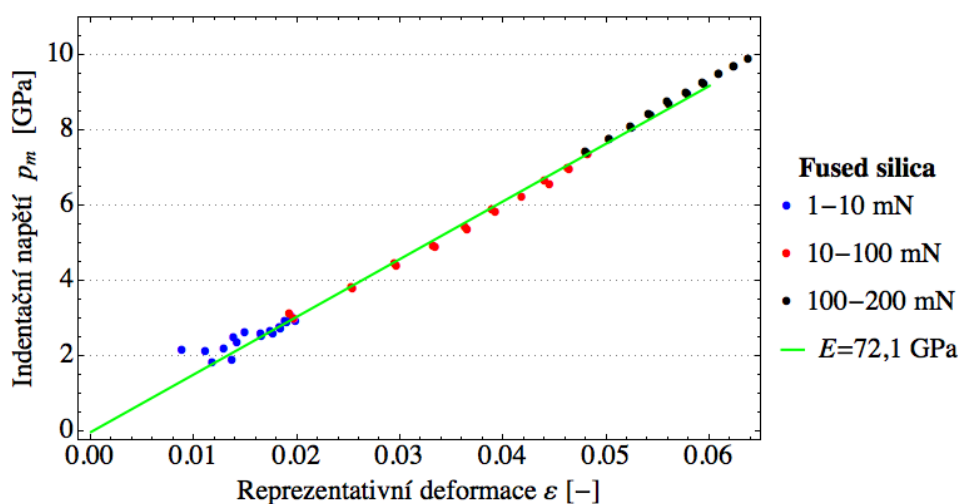
Srovnáním grafů závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε na obr. 6.27 a obr. 6.7 lze říci, že při daných hodnotách zátěže kontaktní tlak stále roste v obou případech. V případě na obr. 6.27 však pro poslední tři zátěže dosahuje již hodnoty $(9,7 \pm 0,2)$ GPa, přesto však stále nedochází k saturaci. Jedním z faktorů může být menší velikost poloměru a tedy i průmětu plochy, která vystupuje v definici indentační tvrdosti (1.13), než v případě metody Field-Swain. Velikost elastického modulu určeného pomocí směrnice ke grafu funkce odpovídá hodnotě $E = 72,1$ GPa a odpovídá nominální hodnotě za pokojové teploty.



Obr. 6.25 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek fused silica při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



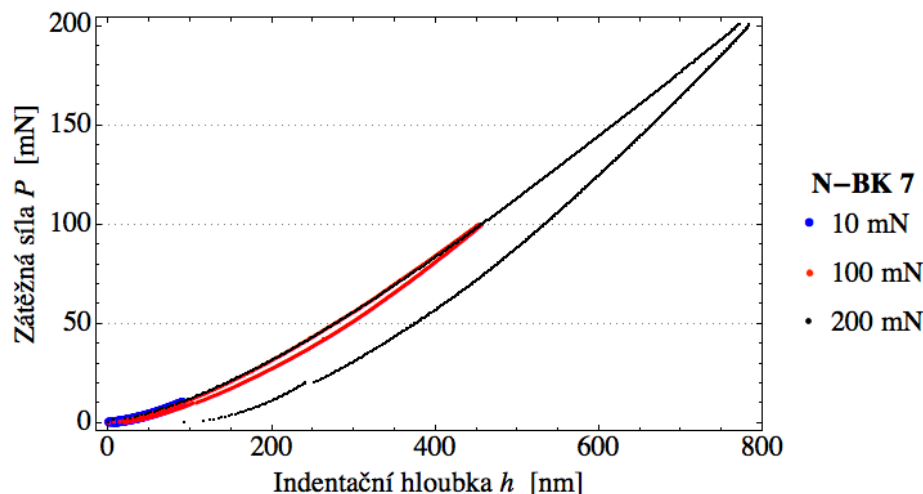
Obr. 6.26 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek fused silica při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.27 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek fused silica při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 72,1$ GPa.

6.4.2. N-BK7

Dalším vzorkem, na kterém byla provedena sada dvou nezávislých měření, bylo borosilikátové sklo Schott N-BK7[®]. Na obr. 6.28 lze vidět ukázkou tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN. Výsledky této sady měření jsou ukázány na obr. 6.29–6.31.

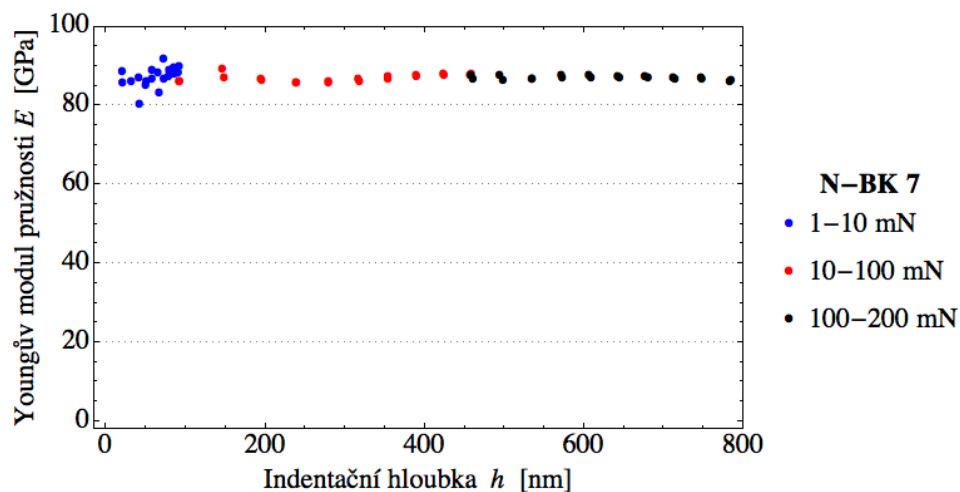


Obr. 6.28 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek N-BK7, metoda Oliver-Pharr.

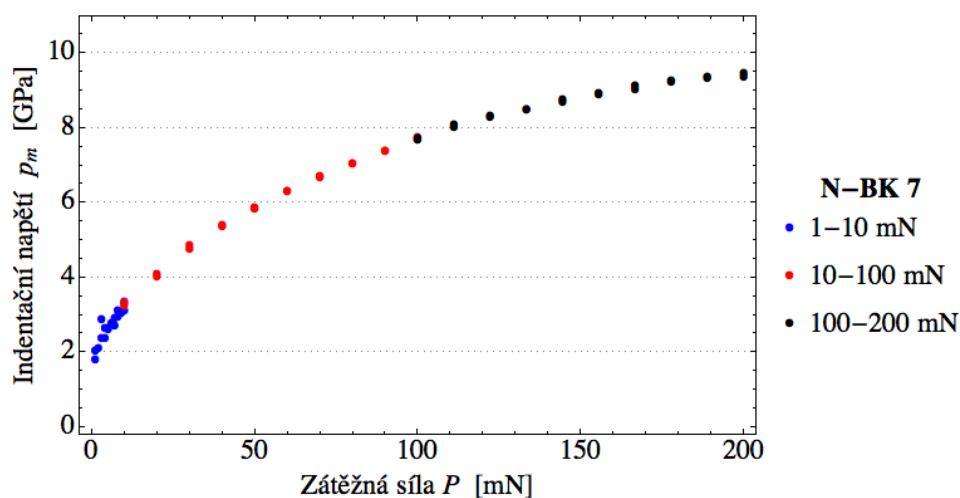
Na obr. 6.29 je graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III. Výsledný Youngův modul pružnosti odpovídá předpokladům, přičemž se drží na konstantní hodnotě okolo 84 GPa – 87 GPa. Naměřené hodnoty jsou: pro interval I ($87,0 \pm 2,5$) GPa, v intervalu II ($86,7 \pm 0,9$) GPa, ve třetím intervalu byly naměřeny hodnoty ($86,8 \pm 0,5$) GPa. Tyto výsledky se liší do cca 5 % od nominální hodnoty $E = 82,0$ GPa (Příloha B), resp. hodnoty určené pomocí Berkovičova hrotu. Výsledky získané metodou Field-Swain byly v tomto případě přesnější, průměrně dosahovaly velikosti 82,7 GPa pro intervaly II a III.

Na obr. 6.30 je vidět graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , svým průběhem podobný tomu na obr. 6.10. Tvrdost dosahuje opět vyšších hodnot, než tomu bylo v případě analýzy Field-Swain. Indentační tvrdost H pro poslední tři zátěžné síly nabývá hodnoty ($9,3 \pm 0,1$) GPa.

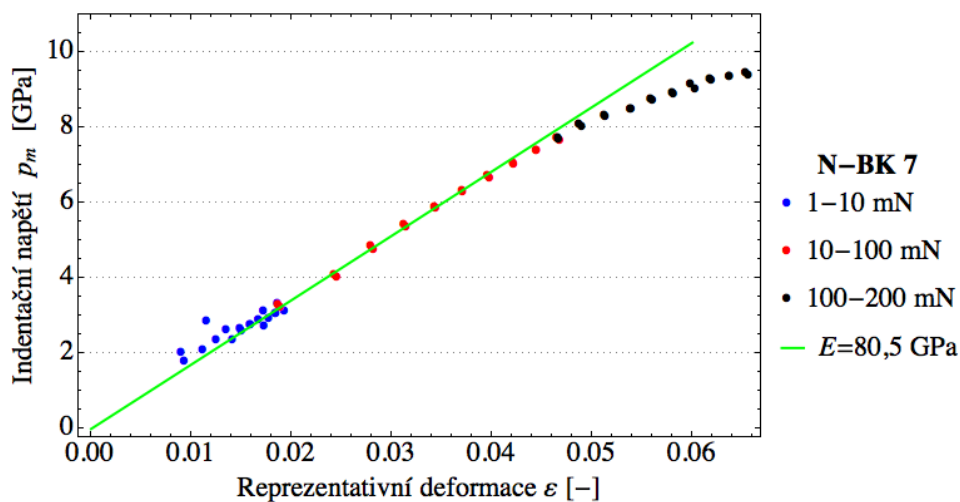
Na obr. 6.31 je celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro interval I–III. Do grafu je vyznačena velikost směrnice, která udává velikost elastického modulu $E = 80,5$ GPa, a která je pouze o 1,8 % nižší než hodnota uvedená v katalogovém listu. Protože data z obr. 6.31 reprezentují oblast elastickou, elasto-plastickou i plně rozvinutou plastickou oblast, dokazuje to, že i metoda Oliver-Pharr umožňuje dosáhnout správných výsledků ve všech těchto třech režimech.



Obr. 6.29 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek N-BK7 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



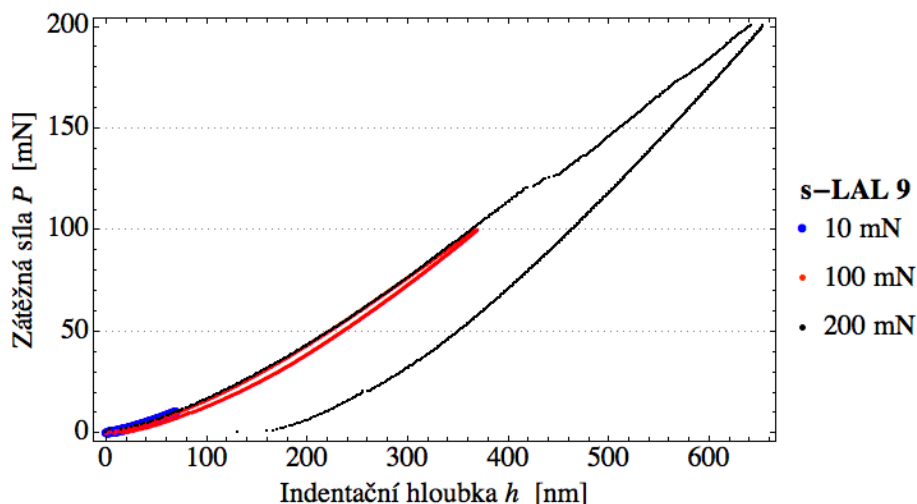
Obr. 6.30 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek N-BK7 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.31 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek N-BK7 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 80,5$ GPa.

6.4.3. s-LAL 9

Dalším měřeným vzorkem bylo optické sklo Ohara s-LAL 9[®]. Na obr. 6.32 lze vidět ukázkou tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN. Výsledky této sady měření jsou ukázány na obr. 6.33–6.35.

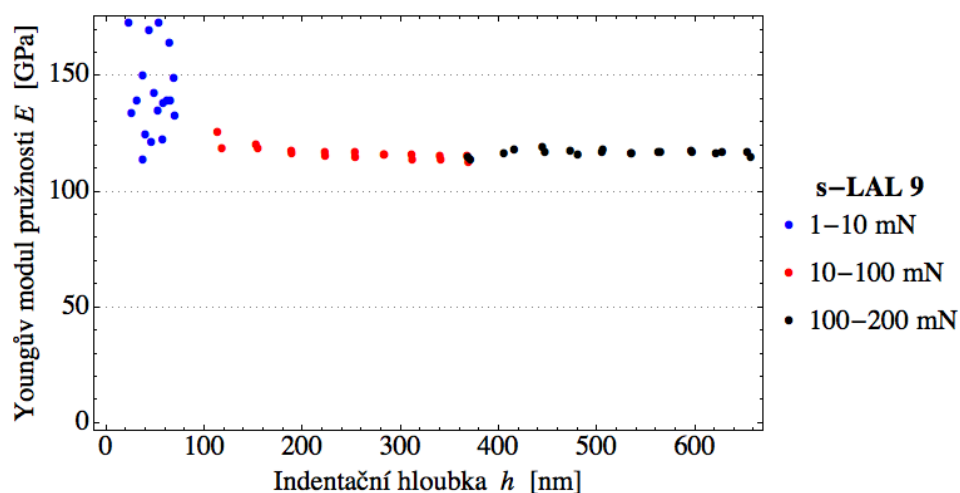


Obr. 6.32 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek s-LAL 9, metoda Oliver-Pharr.

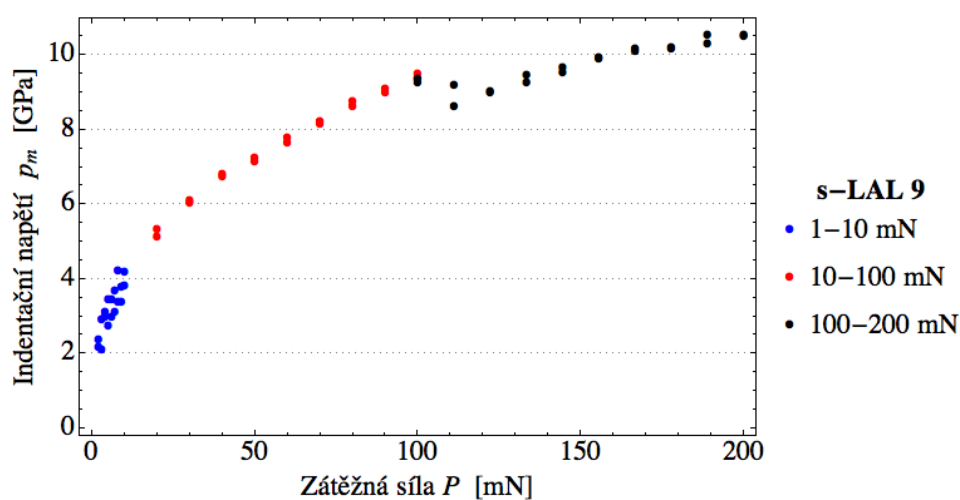
Při prohlédnutí grafu závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III na obr. 6.33 lze vidět, že získané hodnoty pro první interval zátěží se navzájem velmi různí. Pro interval I je výsledná střední hodnota se směrodatnou odchylkou ($141,9 \pm 17,8$) GPa, v intervalu II ($116,2 \pm 2,9$) GPa a ve třetím intervalu ($116,2 \pm 1,2$) GPa. Hodnoty pro druhý a třetí interval jsou o 8 % vyšší než udává katalogový list (příloha C, $E = 107,5$ GPa) a o 5,5 % vyšší, než v případě metody Field-Swain. Při porovnání s výsledky získanými Berkovičovým indentorem jsou jen mírně vyšší.

Z grafu závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P na obr. 6.34 je opět vidět, že tento typ skla praská při napětí, které je generováno při zátěži cca 100 mN. Hodnota indentační tvrdosti H je opět vyšší; pro poslední tři zátěžné síly nabývá hodnoty ($10,4 \pm 0,2$) GPa. Tato hodnota je o 0,5 GPa vyšší, než v případě použití Berkovičova indentoru.

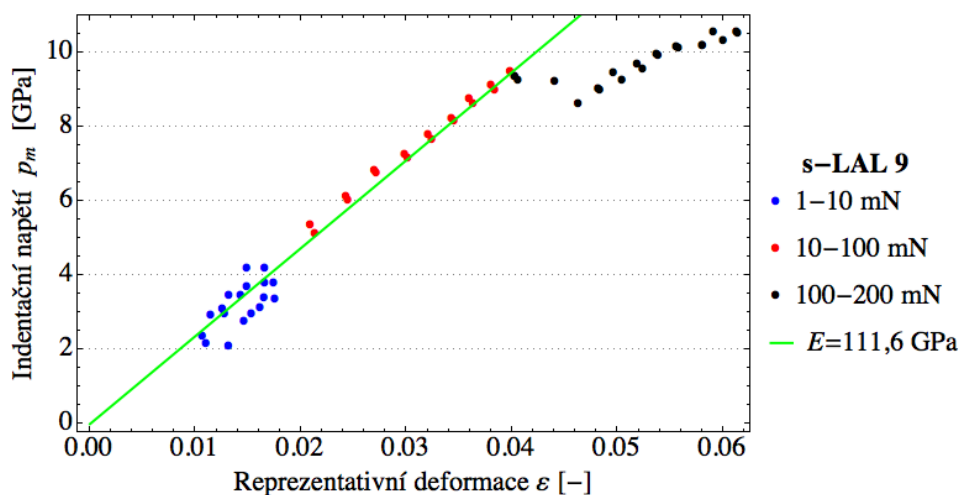
Na obr. 6.35 je celkový graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro interval I–III. Směrnice vyznačená v grafu zeleně odpovídá hodnotě $E = 111,6$ GPa (metoda Field Swain: $E = 101,1$ GPa), což je hodnota o 4 % vyšší než udává katalogový list, odpovídá však hodnotě určené pomocí Berkovičova hrotu.



Obr. 6.33 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



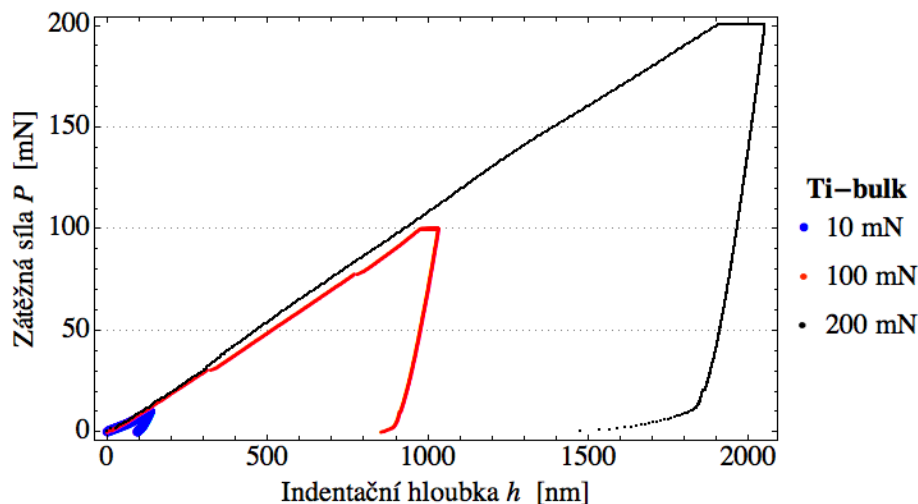
Obr. 6.34 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.35 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek s-LAL 9 při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, zeleně je vyznačena směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku $E = 111,6$ GPa.

6.4.4. Titan

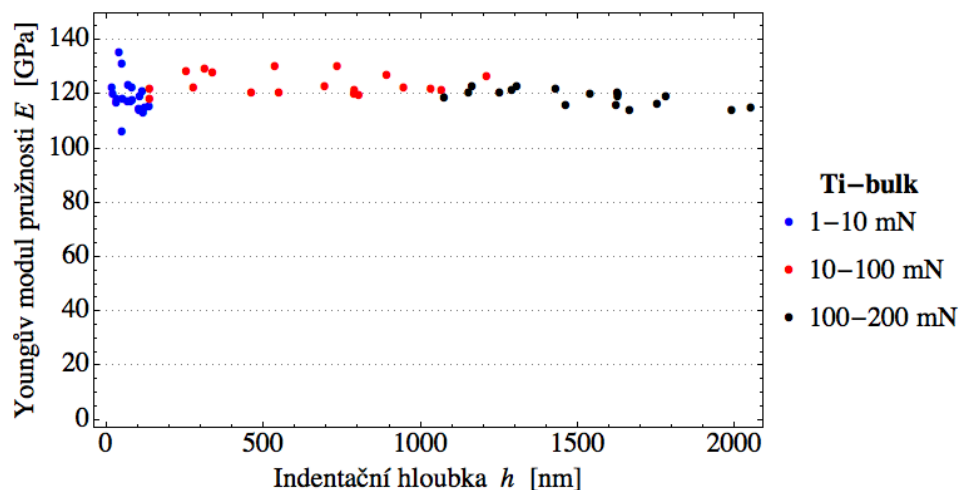
Dalším měřeným vzorkem byl objemový, polykrystalický titan (dále jako „Ti-bulk“). Na obr. 6.36 lze vidět ukázkou tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN. Vodorovná čára při maximální zátěži odpovídá creepu neboli tečení materiálu při vložené periodě, během které je zátěž po určitou dobu držena na konstantní hodnotě. Výsledky této sady měření jsou ukázány na obr. 6.37–6.39.



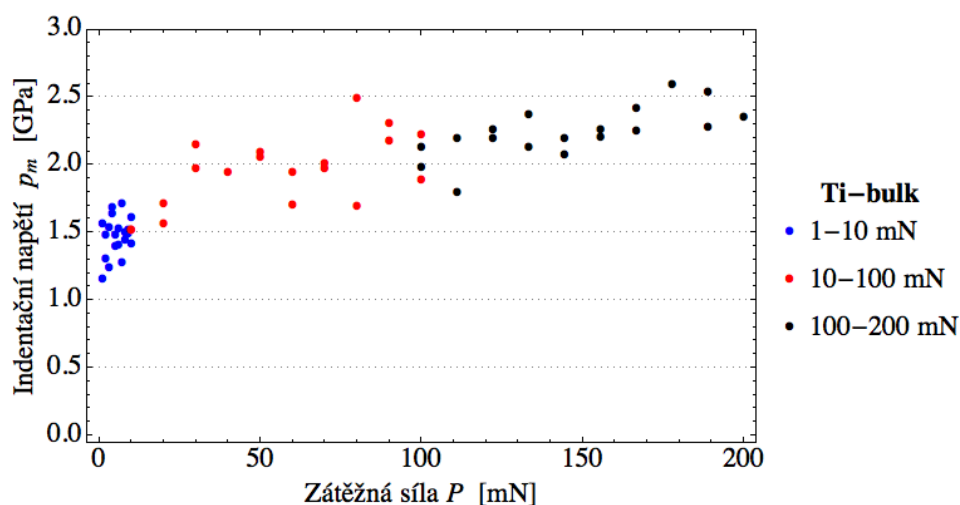
Obr. 6.36 Ukázka tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek Ti-bulk, metoda Oliver-Pharr.

Na obr. 6.37 lze vidět celkový graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro intervaly zátěžných sil I–III. Hodnoty elastického modulu se pohybují v průměru mezi 115 GPa až 130 GPa. Pro interval I je výsledná hodnota ($118,6 \pm 6,2$) GPa, pro interval II ($124,1 \pm 4,7$) GPa a ve třetím intervalu ($118,4 \pm 3,4$) GPa. Tyto hodnoty jsou rozdílné pouze do 4 % od hodnoty 120 GPa udávané v referenci [23].

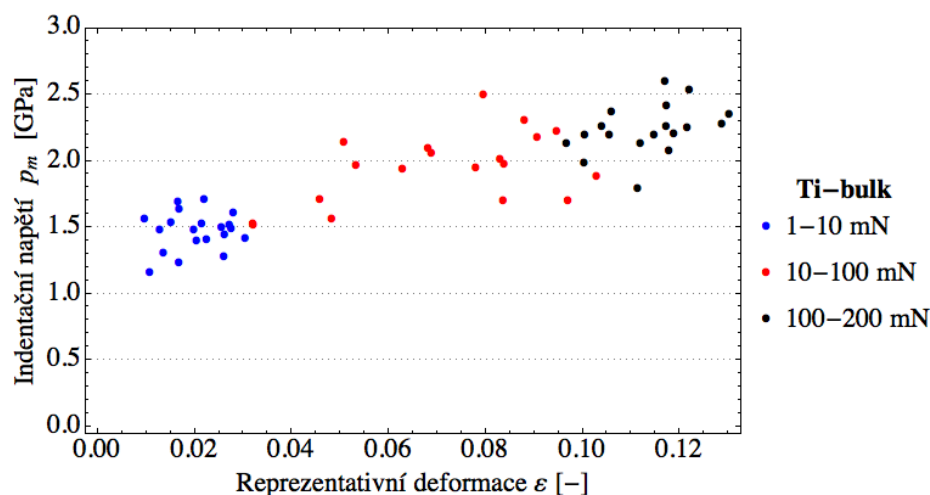
Z obr. 6.38, resp. 6.39, což je graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , resp. graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε , je vidět, že použité síly jsou příliš velké - kontaktní tlak dosahuje od malých zátěží již hodnot blízkých maximální hodnotě. Pro určení elastického modulu z grafu by bylo potřeba měřit s menšími silami. Indentační tvrdost se stabilizuje okolo hodnoty 2,2 GPa–2,3 GPa, což je mírně vyšší hodnota než při užití metody Field-Swain popř. Berkovičova indentoru.



Obr. 6.37 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek Ti-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



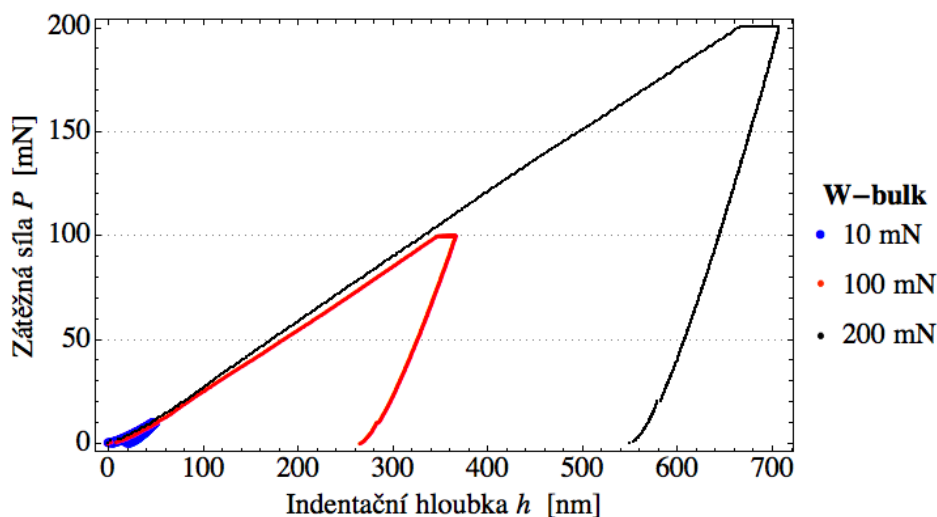
Obr. 6.38 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek Ti-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.39 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek Ti-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.

6.4.5. Wolfram

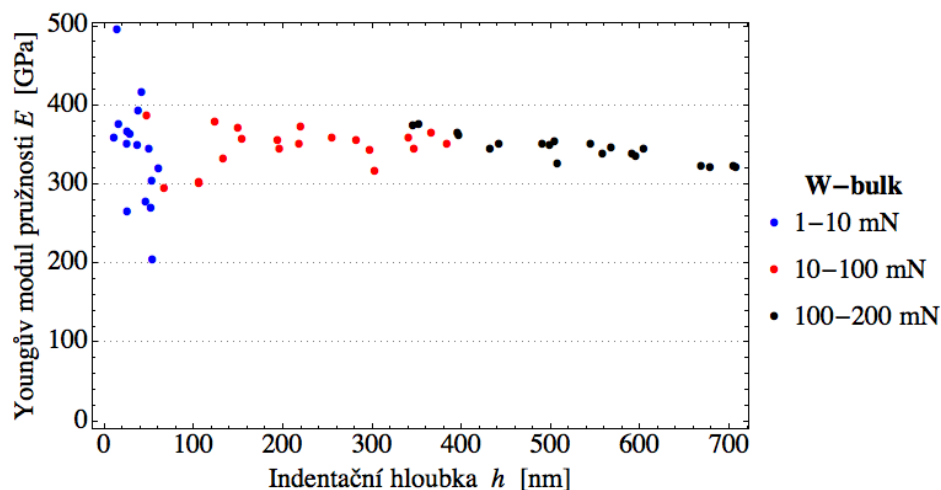
Poslední sada dvou měření byla provedena opět na vzorku polykrystalického wolframu. Na obr. 6.40 lze vidět ukázkou tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN. Vodorovná čára při maximální zátěži opět odpovídá tečení materiálu (creep). Výsledky této sady měření jsou ukázány na obr. 6.41–6.43.



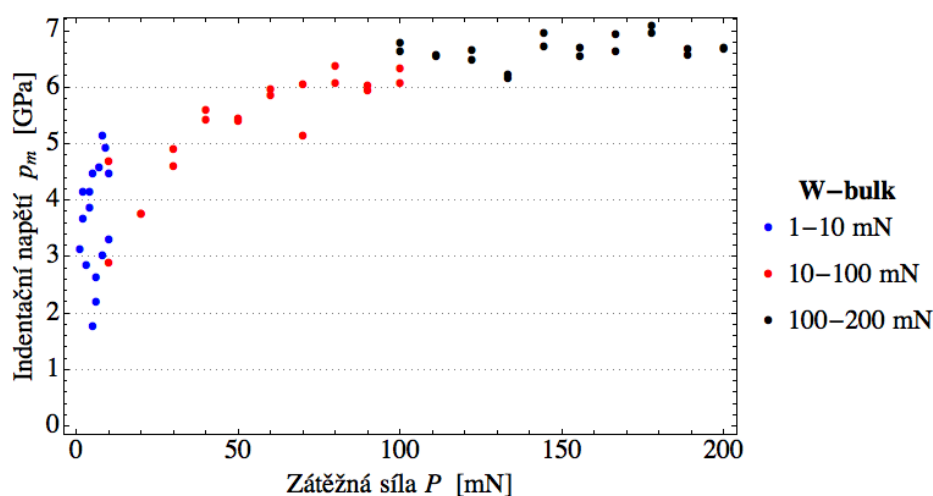
Obr. 6.40 Ukázkou tří vybraných indentačních křivek získaných při zátěži 10 mN, 100 mN a 200 mN, vzorek W-bulk, metoda Oliver-Pharr.

Po vynesení hodnot Youngova modulu pružnosti v závislosti na indentační hloubce h (obr. 6.41) je možné pozorovat velký rozptyl těchto hodnot, zejména při malých hloubkách. Střední hodnota elastického modulu se směrodatnou odchylkou pro interval I je $(342,4 \pm 67,4)$ GPa, pro interval II $(346,0 \pm 25,7)$ GPa a pro interval III $(343,6 \pm 16,5)$ GPa. Tyto hodnoty jsou asi o 16 % nižší než udává reference [24,25], popř. hodnota $(414,2 \pm 25,3)$ GPa získaná pomocí Berkovičova indentoru. V porovnání s metodou Field-Swain (obr. 6.21) nedochází s rostoucí hloubkou k poklesu elastického modulu, navíc jsou hodnoty v průměru o 20 GPa vyšší.

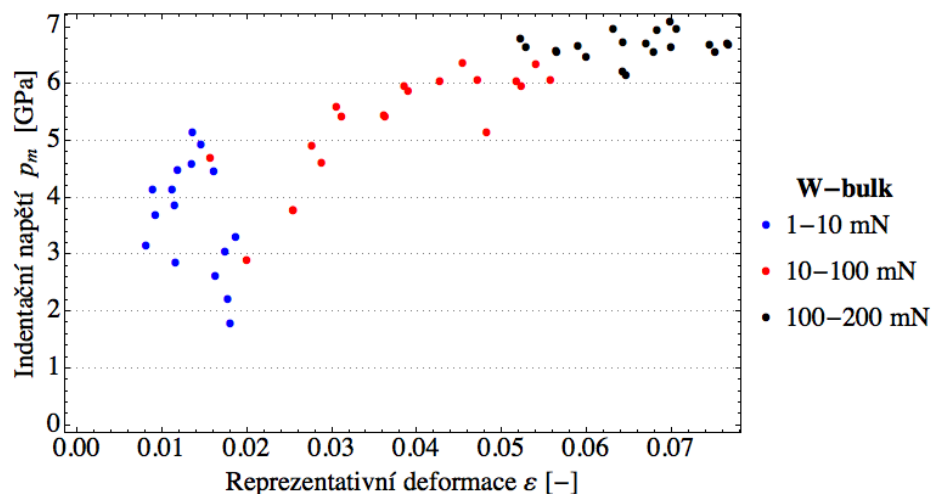
Z obr. 6.42, resp. 6.43, což je graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P , resp. graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε , vyplývá, že z naměřených dat není možné sestavit směrnicí udávající velikost elastického modulu pružnosti. Indentační tvrdost H je $(6,8 \pm 0,2)$ GPa. Pomocí Berkovičova indentoru byla stanovena hodnota $(6,1 \pm 0,7)$ GPa, která je mírně nižší. V případě metody Field-Swain byla hodnota indentační tvrdosti téměř o 2 GPa nižší.



Obr. 6.41 Graf závislosti Youngova modulu pružnosti E na indentační hloubce h pro vzorek W-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.42 Graf závislosti indentačního napětí p_m na zátěžné síle P pro vzorek W-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN.



Obr. 6.43 Graf závislosti indentačního napětí p_m na reprezentativní deformaci ε pro vzorek W-bulk při použití metody Oliver-Pharr a zátěžných sil v rozmezí 1 mN–200 mN, směrnice udávající Youngův modul pružnosti vzorku E nemohla být v tomto případě sestrojena.

Závěr

Ve Společné laboratoři optiky při Univerzitě Palackého v Olomouci se indentační měření technikou instrumentované vtiskové zkoušky (DSI) provádí na přístroji Nanotest[®] NTX společnosti Micromaterials LTD nejčastěji pomocí Berkovičova indentoru. Cílem této bakalářské práce bylo optimalizovat kalibrační proces pro sférickou indentaci a porovnat různé přístupy při vyhodnocení nanoindentačních dat pomocí sférokónického Rockwellova indentoru a získané výsledky porovnat s výsledky získanými pomocí Berkovičova indentoru.

První část práce byla věnována nepřímé kalibraci sférického hrotu na vzorku fused silica. Pro získání reálného tvaru bylo použito dvou různých přístupů. V případě použití metody Field-Swain byla výsledná tvarová funkce hrotu (DAF) funkcí elastické hloubky h_e , přičemž poloměr klesal od 11,9 μm pro malé indentační hloubky h_t až po 8,3 μm pro hloubky nad 600 nm. To činí rozdíl 17 % od nominální hodnoty 10 μm . V případě použití druhého přístupu pro kalibraci, metody Oliver-Pharr, byla tvarová funkce hrotu funkcí kontaktní hloubky h_c . Poloměr klesal od 11,3 μm pro malé indentační hloubky h_t ; pro hloubky nad 600 nm se pohyboval okolo 8,0 μm . V tomto případě dosahuje rozdíl 20 %.

Druhá část práce byla věnována měření zkalibrovaným hrotem na pěti typech vzorků. Těmi byly: fused silica, optické sklo N-BK7 a s-LAL 9, polykrystalický titan a polykrystalický wolfram.

Při přístupu Field-Swain pro vyhodnocení experimentálních dat byl získán Youngův modul pružnosti E pro fused silica a optická skla a zátěže od 10 mN s chybou menší než 5 %. Při vyhodnocení modulu pružnosti E ze sestrojeného grafu indentační napětí-deformace byla chyba do 6 %. Pro titan byl výsledný modul o 10 % nižší, v případě wolframu byl tento rozdíl ještě výraznější. Tento rozdíl by mohl být způsobený méně přesně určenou poddajností přístroje.

Při přístupu Oliver-Pharr pro analýzu dat byl získán Youngův modul pružnosti E pro fused silica při zátěžích nad 10 mN opět velmi přesný (s chybou do 2 %), pro optická skla vycházel vyšší s chybou do 6 %. Při vyhodnocení modulu pružnosti E ze sestrojeného grafu indentační napětí-deformace byla chyba do 4 %. Také v případě titanu bylo dosaženo velmi dobrých výsledků. Z grafu napětí-deformace nebylo pro kovy možné modul určit. Již pro malé zátěže dosahoval střední kontaktní tlak p_m vysokých hodnot.

Závěrem lze konstatovat, že vyjma wolframu se zdá, že navržený postup i obě metody vedou k velmi dobrým výsledkům v určení elastického modulu jak pomocí elastických rovnic, tak i pomocí grafu indentačního napětí-deformace. V případě kovů by pro určení modulu z grafu bylo potřeba začít měřit s ještě menší zátěží. Také i vyhodnocená indentační tvrdost H nabývá hodnot blízkých těm, které byly určeny za pomoci Berkovičova indentoru.

V budoucnu by bylo možné práci rozšířit na systém tenká vrstva-substrát, popř. zkoumat změnu mechanických vlastností s rostoucí teplotou při vysokoteplotní indentaci.

Seznam použitých pramenů

- [1] Doerner, M. F., Nix, W. D., *A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments*, 1986, J. Mater. Res., 1 (4), pp. 601-609.
- [2] Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternoskii, A. P. *Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram*, 1975, Zavod. Lab., 41 (9), pp. 11137-11140.
- [3] Oliver, W.C., Pharr, G.M. *Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology*, 2004, Journal of Materials Research, 19 (1), pp. 3-20.
- [4] Hernot, X., Bartier, O., Bekouche, Y., El Abdi, R., Mauvoisin, G. *Influence of penetration depth and mechanical properties on contact radius determination for spherical indentation*, 2006, International Journal of Solids and Structures, 43 (14-15), pp. 4136-4153.
- [5] Herbert, E.G., Pharr, G.M., Oliver, W.C., Lucas, B.N., Hay, J.L. *On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation*, 2001, Thin Solid Films, 398-399, pp. 331-335.
- [6] He, L.H., Swain, M.V. *Nanoindentation derived stress-strain properties of dental materials*, 2007, Dental Materials, 23 (7), pp. 814-821.
- [7] Wheeler, J.M., Michler, J. *Invited article: Indenter materials for high temperature nanoindentation*, 2013, Review of Scientific Instruments, 84 (10), art. no. 101301.
- [8] Oliver, W. C., Pharr, G. M. *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. 1992, Journal of Materials Research, 7, pp 1564-1583.
- [9] Karthik, V., Visweswaran, P., Bhushan, A., Pawaskar, D.N., Kasiviswanathan, K.V., Jayakumar, T., Raj, B. *Finite element analysis of spherical indentation to study pile-up/sink-in phenomena in steels and experimental validation*, 2012, International Journal of Mechanical Sciences, 54 (1), pp. 74-83.
- [10] Bell, T. J., Bendeli, A., Field, J. S., Swain, M. V, Thwaite, E. G. *The determination of surface plastic and elastic properties by ultra-micro indentation*. 1991, Metrologia, 28, pp 463-469.
- [11] Field, J.S., Swain, M.V. *Determining the mechanical properties of small volumes of material from submicrometer spherical indentations*, 1995, Journal of Materials Research, 10 (1), pp. 101-112.
- [12] Menčík, J. *Opportunities and problems in nanoindentation with spherical indenters*, 2011, Chemicke Listy, 105 (17), pp. s680-s683.
- [13] Chudoba, T., Schwarzer, N., Richter, F. *Determination of elastic properties of thin films by indentation measurements with a spherical indenter*, 2000, Surface and Coatings Technology, 127 (1), pp. 9-17.
- [14] Collin, J.-M., Mauvoisin, G., El Abdi, R. *An experimental method to determine the contact radius changes during a spherical instrumented indentation*, 2008, Mechanics of Materials, 40 (4-5), pp. 401-406.

- [15] Fischer-Cripps, Anthony C. *Nanoindentation*. 2nd ed. Springer, 2004, 263 s. ISBN 03-872-2045-3.
- [16] Fischer-Cripps, Anthony C. *Introduction to contact mechanics*. New York: Springer, 221 s. ISBN 978-0-387-68187-0.
- [17] Fischer-Cripps, A. C. *The IBIS handbook of nanoindentation* [online]. Fischer-Cripps Laboratories, 2009 [cit. 2014-03-07]. ISBN 09-585-5254-1.
- [18] Čtvrtlík, Radim. *Fyzikální vlastnosti tenkých vrstev, 2009*. 113 s.
- [19] Stillwel, N. A., Tabor, D. *Elastic recovery of conical indentations*, 1961, Phys. Proc. Soc, 78 (2), pp. 169-179.
- [20] Skálová, J., Kovařík, R., Benedikt, V. *Základní zkoušky kovových materiálů*. 4. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2005, 175 s. ISBN 80-704-3417-1.
- [21] Bolshakov, A., Pharr, G.M. *Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques*, 1998, Journal of Materials Research, 13 (4), pp. 1049-1058.
- [22] Lee, Y.-H., Baek, U., Kim, Y.-I., Nahm, S.-H. *On the measurement of pile-up corrected hardness based on the early Hertzian loading analysis*, 2007, Materials Letters, 61 (19-20), pp. 4039-4042.
- [23] *GoodFellow.com – Titanium, material information*. [online]. 2014 [cit. 2014-04-30]. Dostupné z : <<http://www.goodfellow.com/E/Titanium.html>>.
- [24] Lassner, E., Schubert, W.-D. *Tungsten - Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds*. Springer, 1999, 422 p. ISBN-13: 978-0306450532, pp. 18.
- [25] *GoodFellow.com – Tungsten, material information*. [online]. 2014 [cit. 2014-04-30]. Dostupné z : <<http://www.goodfellow.com/E/Titanium.html>>.

Seznam použitých symbolů

α	vrcholový poloúhel kuželu
β	korekční faktor na geometrii indentoru
δ	vzdálenost bodu na ose indentoru v místě kontaktního kruhu a vrcholu indentoru
ε_r	reprezentativní deformace
ε	korekční faktor při analýze dat metodou Oliver-Pharr
θ	vrcholový poloúhel daného indentoru
σ	normálové napětí
σ_i	indentační napětí
ν	Poissonova konstanta
a	poloměr kontaktního kruhu
A	plocha kontaktního kruhu
C	koeficient úměrnosti mezi tvrdostí a mezi kluzu
C_e	konstanta vystupující v aproximaci odlehčovací křivky mocninnou funkcí
C_f	poddajnost přístroje
C_i	váhový koeficient ve tvarové funkci hrotu, $i = 1, 2, \dots, n$
E	Youngův modul pružnosti, též elastický modul
E^*	kombinovaný (též redukovaný) modul pružnosti
E_i	Youngův modul pružnosti indentoru
E_{ef}	efektivní modul pružnosti
h	indentační hloubka
h_a	hloubka kontaktního kruhu měřená od původního povrchu vzorku
h_e	elastická hloubka penetrace, též elastické posunutí
h_c	kontaktní hloubka měřená od maximální hloubky h_t , též plastická hloubka
h_r	hloubka reziduálního vtisku
h_s	hloubka penetrace při odlehčení na sílu P_s
h_t	celková indentační hloubka měřená od původního (nezdeformovaného) povrchu
m	koeficient ve exponentu mocninné funkce aproximující tvar odlehčovací křivky
p_m	střední kontaktní tlak
P	zátěžná (indentační) síla
P_s	zátěžná síla při částečném odlehčení
P_t	maximální zátěžná síla
R	poloměr (sférického) indentoru; redukovaný poloměr
R_i	poloměr indentoru
r	radiální vzdálenost měřená od osy symetrie
S	kontaktní tuhost dP/dh
Y	mez kluzu

Přílohy

Příloha A – katalogový list vlastností syntetického křemenného skla Schott Lithosil®

Properties of Lithosil®

Refractive Indices n(N ₂) (at 20°C; nitrogen atmosphere; 1013 hPa)		
	λ _{vac} [nm]	n
n ₂₃₂₅	2325.59	1.43290
n ₁₉₇₀	1970.56	1.43849
n ₁₅₃₀	1530	1.44424
n ₁₀₆₀	1060	1.44965
n _t	1014.25	1.45021
n _s	852.35	1.45243
n _r	706.71	1.45511
n _c	656.45	1.45633
n _{c'}	644.03	1.45667
n _{He-Ne}	632.98	1.45698
n _D	589.46	1.45837
n _d	587.73	1.45843
n _e	546.23	1.46004
n _F	486.27	1.46309
n _{F'}	480.13	1.46347
n _G	435.96	1.46666
n _H	404.77	1.46958
n _i	365.12	1.47450
n ₃₃₄	334.24	1.47973
n ₃₁₂	312.66	1.48446
n ₂₉₆	296.82	1.48870
n ₂₈₀	280.43	1.49401
n ₂₄₈	248.35	1.50837
n ₁₉₄	194.23	1.55887
n ₁₉₃	193.37	1.56022
n ₁₈₄	184.95	1.57497

All refractive indices are interpolated from values measured under dry nitrogen; λ_{vac} = vacuum wavelength. Tolerances of refractive index: ± 2.0 · 10⁻⁵

Thermal Properties	
Strain point T ₁₀ ^{14.5} [°C]	980
Annealing point T ₁₀ ^{13.0} [°C]	1080
Softening point T ₁₀ ^{7.6} [°C]	1600
Max working temperature continuously [°C]	930
shortterm [°C]	1180
Mean specific heat C _p (20–100°C) [J/g · K]	0.79
Heat conductivity λ (32°C) [W/(m · K)]	1.31
Linear thermal expansion coefficient	
α _(25°–100°C) [10 ⁻⁶ /K]	0.5
α _(25°–200°C) [10 ⁻⁶ /K]	0.52
α _(25°–300°C) [10 ⁻⁶ /K]	0.55
α _(25°–600°C) [10 ⁻⁶ /K]	0.51

n _d = 1.45843	v _d = 67.83	n _F - n _C = 0.00676
n _e = 1.46004	v _e = 67.68	n _{F'} - n _{C'} = 0.00680

Sellmeier Dispersion Formula (according to SCHOTT Technical Information TIE29 Literature link: 9)
n ² -1 = B ₁ λ ² /(λ ² -C ₁) + B ₂ λ ² /(λ ² -C ₂) + B ₃ λ ² /(λ ² -C ₃) with λ in μm

valid for 184 nm < λ < 2326 nm (20°C; 1013 hPa); n = n(N₂); λ = λ_{vac}

Constants of formula for dn _{abs} /dT in vacuum	
D ₀	2.06 · 10 ⁻⁵
D ₁	2.51 · 10 ⁻⁸
D ₂	- 2.47 · 10 ⁻¹¹
E ₀	3.12 · 10 ⁻⁷
E ₁	4.22 · 10 ⁻¹⁰
λ _{TK} [μm]	0.16

Constants of Sellmeier Dispersion Formula for λ _{vac} and n(N ₂)	
B ₁	6.69422575 · 10 ⁻¹
B ₂	4.34583937 · 10 ⁻¹
B ₃	8.71694723 · 10 ⁻¹
C ₁	4.48011239 · 10 ⁻³
C ₂	1.32847049 · 10 ⁻²
C ₃	9.53414824 · 10 ⁻¹

valid for 365 nm < λ < 1014 nm and for -100°C ≤ T ≤ +140°C

λ _{vac} [nm]	Differential Temperature Coefficients of the Refractive Index					
	Δn _{rel} /ΔT [10 ⁻⁶ /K]*			Δn _{abs} /ΔT [10 ⁻⁶ /K]**		
	1060.0	546.23	365.12	1060.0	546.23	365.12
-40/-20 [°C]	8.9	9.4	10.2	6.9	7.3	8.1
+20/+40 [°C]	9.4	9.9	10.9	8.1	8.6	9.6
+60/+80 [°C]	9.8	10.4	11.5	8.8	9.4	10.4

*) relative to nitrogen

**) relative to vacuum

Relative Partial Dispersion	
P _{s,t}	0.3287
P _{C,s}	0.5770
P _{d,c}	0.3102
P _{e,d}	0.2388
P _{g,f}	0.5277
P _{i,h}	0.7283

Deviation of Relative Partial Dispersions from "Normal Line"	
ΔP _{C,t}	0.0390
ΔP _{C,s}	0.0159
ΔP _{F,e}	-0.0017
ΔP _{G,f}	-0.0020
ΔP _{I,g}	0.0054

Electrical Properties	
Dielectric constant ε _r	3.8 ± 0.2
Dielectric loss angle φ (25°C/1MHz)	89.92° ± 0.03°
tan δ (δ = 90° - φ) (25°C/1MHz)	(14 ± 5) · 10 ⁻⁴
Electrical resistivity (20°C) [Ω · cm]	1.15 · 10 ¹⁸

Typical Trace Contaminants [ppm]		
Trace elements	Lithosil® Q0/Q1	Lithosil® Q2
Al	≤ 0.05	0.20
Na	≤ 0.02	0.50
Ca	≤ 0.02	0.60
K	≤ 0.01	0.20
Fe	≤ 0.005	0.10
Ti	≤ 0.01	0.05
Cu	≤ 0.005	0.05
Cr	≤ 0.005	0.01
Mn	≤ 0.005	0.01

Mechanical Properties	
Young's modulus (25°C) [GPa]	72
Shear modulus (25°C) [GPa]	31
Compressive strength [N/mm ²]	1250
Bending strength [N/mm ²]	80–100
Poisson's ratio μ	0.17
Knoop HK 0.1/20	580
Mohs	5–6
Density ρ [g/cm ³]	2.2
Stress optical coefficient [1/Pa]	3.4 · 10 ⁻¹²
Longitudinal ultrasonic velocity [m/s]	5940
Transversal ultrasonic velocity [m/s]	3770
Internal damping (25°–500°C)	2.0 · 10 ⁻⁵

For further technical information please see Lit: 8,9,10!

Příloha B – katalogový list vlastností skla Schott N-BK7®

BK7 517642

$n_d = 1.51680$ $v_d = 64.17$
 $n_e = 1.51872$ $v_e = 63.96$

$n_F - n_C = 0.008054$
 $n_F - n_C' = 0.008110$

Refractive Indices		
	λ [nm]	
$n_{2325.4}$	2325.4	1.48921
$n_{1970.1}$	1970.1	1.49495
$n_{1529.6}$	1529.6	1.50091
$n_{1060.0}$	1060.0	1.50669
n_t	1014.0	1.50731
n_s	852.1	1.50980
n_r	706.5	1.51289
n_C	656.3	1.51432
$n_{C'}$	643.8	1.51472
$n_{632.8}$	632.8	1.51509
n_D	589.3	1.51673
n_d	587.6	1.51680
n_e	546.1	1.51872
n_F	486.1	1.52238
n_F'	480.0	1.52283
n_g	435.8	1.52668
n_h	404.7	1.53024
n_i	365.0	1.53627
$n_{334.1}$	334.1	1.54272
$n_{312.6}$	312.6	1.54862
$n_{296.7}$	296.7	
$n_{280.4}$	280.4	
$n_{248.3}$	248.3	

Constants of Dispersion Formula	
B_1	1.03961212
B_2	$2.31792344 \cdot 10^{-1}$
B_3	1.01046945
C_1	$6.00069867 \cdot 10^{-3}$
C_2	$2.00179144 \cdot 10^{-2}$
C_3	$1.03560653 \cdot 10^2$

Constants of Formula for dn/dT	
D_0	$1.86 \cdot 10^{-6}$
D_1	$1.31 \cdot 10^{-8}$
D_2	$-1.37 \cdot 10^{-11}$
E_0	$4.34 \cdot 10^{-7}$
E_1	$6.27 \cdot 10^{-10}$
λ_{TK} [μm]	0.170

Temperature Coefficients of Refractive Index						
[°C]	$\Delta n_{rel} / \Delta T$ [$10^{-6}/K$]			$\Delta n_{abs} / \Delta T$ [$10^{-6}/K$]		
	1060.0	e	g	1060.0	e	g
-40/-20	2.4	2.9	3.3	0.3	0.8	1.2
+20/+40	2.4	3.0	3.5	1.1	1.6	2.1
+60/+80	2.5	3.1	3.7	1.5	2.1	2.7

Internal Transmittance τ_i		
λ [nm]	τ_i (5 mm)	τ_i (25 mm)
2500.0		
2325.4	0.89	0.57
1970.1	0.968	0.85
1529.6	0.997	0.985
1060.0	0.999	0.998
700	0.999	0.998
660	0.999	0.997
620	0.999	0.997
580	0.999	0.996
546.1	0.999	0.996
500	0.999	0.996
460	0.999	0.994
435.8	0.999	0.994
420	0.998	0.993
404.7	0.998	0.993
400	0.998	0.991
390	0.998	0.989
380	0.996	0.980
370	0.995	0.974
365.0	0.994	0.969
350	0.986	0.93
334.1	0.950	0.77
320	0.81	0.35
310	0.59	0.07
300	0.26	
290		
280		
270		
260		
250		

Color Code	
λ_{80}/λ_5	33/30

Remarks	

Relative Partial Dispersion	
$P_{s,l}$	0.3098
$P_{C,s}$	0.5612
$P_{d,C}$	0.3076
$P_{e,d}$	0.2386
$P_{g,F}$	0.5349
$P_{l,h}$	0.7483
$P'_{s,l}$	0.3076
$P'_{C,s}$	0.6062
$P'_{d,C'}$	0.2566
$P'_{e,d}$	0.2370
$P'_{g,F'}$	0.4754
$P'_{l,h}$	0.7432

Deviation of Relative Partial Dispersions ΔP from the "Normal Line"	
$\Delta P_{C,l}$	0.0216
$\Delta P_{C,s}$	0.0087
$\Delta P_{F,e}$	-0.0009
$\Delta P_{g,F}$	-0.0009
$\Delta P_{l,g}$	0.0036

Other Properties	
$\alpha_{-30/+70^\circ\text{C}}$ [$10^{-6}/K$]	7.1
$\alpha_{20/300^\circ\text{C}}$ [$10^{-6}/K$]	8.3
T_g [°C]	557
$T_{10/13.0}$ [°C]	557
$T_{10/7.6}$ [°C]	719
c_p [J/(g·K)]	0.858
λ [W/(m·K)]	1.114
ρ [g/cm ³]	2.51
E [10^3 N/mm ²]	82
μ	0.206
K [10^{-6} mm ² /N]	2.77
$HK_{0.1/20}$	610
B	0
CR	2
FR	0
SR	1
AR	2.0
PR	2.3

Příloha C – katalogový list vlastností skla Ohara S-LAL 9®

S-LAL 9

Code(d) 691548

Code(e) 694546

Refractive Index	n_d	1.69100 1.691002	Abbe Number	v_d	54.8 54.82	Dispersion	n_F-n_C	0.01260 0.012605
Refractive Index	n_e	1.694007	Abbe Number	v_e	54.59	Dispersion	$n_F'-n_C'$	0.012714

Refractive Indices		
$\lambda(\mu\text{m})$		
n_{2325}	2.32542	1.65343
n_{1970}	1.97009	1.66064
n_{1530}	1.52958	1.66822
n_{1129}	1.12864	1.67470
n_i	1.01398	1.67678
n_g	0.85211	1.68037
$n_{A'}$	0.76819	1.68279
n_r	0.70652	1.68499
n_C	0.65627	1.68717
$n_{C'}$	0.64385	1.68778
$n_{\text{He-Ne}}$	0.6328	1.68835
n_D	0.58929	1.69089
n_d	0.58756	1.69100
n_e	0.54607	1.69401
n_F	0.48613	1.69977
$n_{F'}$	0.47999	1.70049
$n_{\text{He-Cd}}$	0.44157	1.70573
n_g	0.435835	1.70664
n_h	0.404656	1.71236
n_i	0.365015	1.72212

Deviation of Relative Dispersions $\Delta\theta$ from "Normal"	
$\Delta\theta_{C,t}$	0.0199
$\Delta\theta_{C,A'}$	0.0055
$\Delta\theta_{g,d}$	-0.0101
$\Delta\theta_{g,F}$	-0.0079
$\Delta\theta_{i,g}$	-0.0382

Constants of Dispersion Formula	
A_1	1.16195687E+00
A_2	6.44860099E-01
A_3	1.25062221E+00
B_1	1.59659509E-02
B_2	5.05502467E-04
B_3	9.38284169E+01

Other Properties	
Bubble Quality Group B	
Specific Gravity d	3.63
Remarks	

Temperature Coefficients of Refractive Index							
Range of Temperature (°C)	dn/dt relative ($10^{-6}/^\circ\text{C}$)						
	t	C'	He-Ne	D	e	F'	g
-40~-20	3.4	3.8	3.8	3.9	4.1	4.4	4.8
-20~0	3.4	3.8	3.8	4.0	4.1	4.5	4.9
0~20	3.5	3.9	3.9	4.0	4.2	4.6	5.0
20~40	3.5	3.9	3.9	4.1	4.3	4.7	5.1
40~60	3.6	4.0	4.0	4.2	4.3	4.8	5.2
60~80	3.7	4.0	4.0	4.2	4.4	4.8	5.3

Partial Dispersions	
n_C-n_t	0.010384
$n_C-n_{A'}$	0.004384
n_d-n_C	0.003833
n_e-n_C	0.006838
n_g-n_d	0.015640
n_g-n_F	0.006868
n_h-n_g	0.005714
n_i-n_g	0.015476
n_C-n_t	0.010994
$n_e-n_{C'}$	0.006228
$n_{F'-n_e}$	0.006486
$n_i-n_{F'}$	0.021625

Thermal Properties	
Strain Point StP (°C)	606
Annealing Point AP (°C)	630
Transformation Temperature Tg (°C)	653
Yield Point At (°C)	679
Softening Point SP (°C)	707
Expansion Coefficients (-30~+70°C)	61
α ($10^{-7}/^\circ\text{C}$) (+100~+300°C)	74
Thermal Conductivity k (W/m·K)	0.895

Mechanical Properties	
Young's Modulus E (10^9N/m^2)	1075
Rigidity Modulus G (10^8N/m^2)	418
Poisson's Ratio σ	0.287
Knoop Hardness Hk[Class]	660 7
Abrasion Aa	88
Photoelastic Constant β (nm/cm/ 10^5Pa)	1.85

Chemical Properties	
Water Resistance(Powder) Group RW(P)	2
Acid Resistance(Powder) Group RA(P)	5
Weathering Resistance(Surface) Group W(S)	2
Acid Resistance(Surface) Group SR	52.0
Phosphate Resistance PR	4.0

Relative Partial Dispersions	
$\theta_{C,t}$	0.8238
$\theta_{C,A'}$	0.3478
$\theta_{d,C}$	0.3041
$\theta_{e,C}$	0.5425
$\theta_{g,d}$	1.2408
$\theta_{g,F}$	0.5449
$\theta_{h,g}$	0.4533
$\theta_{i,g}$	1.2278
$\theta'_{C,t}$	0.8647
$\theta'_{e,C'}$	0.4899
$\theta'_{F',e}$	0.5101
$\theta'_{i,F}$	1.7009

Coloring			
λ_{80}	38	λ_5	30
λ_{70}			

Internal Transmittance	
$\lambda(\text{nm})$	$\tau 10\text{mm}$
280	
290	0.01
300	0.04
310	0.11
320	0.22
330	0.38
340	0.55
350	0.70
360	0.82
370	0.89
380	0.936
390	0.960
400	0.973
420	0.985
440	0.988
460	0.992
480	0.994
500	0.995
550	0.997
600	0.996
650	0.997
700	0.998
800	0.998
900	0.997
1000	0.996
1200	0.996
1400	0.992
1600	0.992
1800	0.984
2000	0.963
2200	0.89
2400	0.66

OHARA 02-06

Příloha D – Porovnání výsledků s referencí a výsledky získanými pomocí Berkovičova indentoru

Zátěž [mN]	Vzorek	Referenční hodnota	Hodnoty získané pomocí Berkovičova indentoru	
		Youngův modul E [GPa]	Youngův modul E [GPa]	Tvrdość H [GPa]
1–200	Fused silica	72,0 [příloha A]	$72,1 \pm 0,7$	$9,2 \pm 0,2$
1–200	N-BK7	82,0 [příloha B]	$83,1 \pm 1,1$	$7,8 \pm 0,1$
1–200	s-LAL 9	107,5 [příloha C]	$113,2 \pm 3,2$	$9,9 \pm 0,3$
1–200	Ti-bulk	120,2 [ref. 23]	$119,7 \pm 2,3$	$1,8 \pm 0,3$
1–200	W-bulk	390 – 410 [ref. 24, 25]	$414,2 \pm 25,3$	$6,1 \pm 0,7$

Tabulka 1: Referenční hodnoty Youngova modulu pružnosti E měřených vzorků a hodnoty E a tvrdosti H získané pomocí Berkovičova indentoru

Zátěž [mN]	Vzorek	Analýza Field-Swain			Analýza Oliver-Pharr		
		E [GPa]	E směrnice [GPa]	H [GPa]	E [GPa]	E směrnice [GPa]	H [GPa]
1–10	Fused silica	$76,6 \pm 4,2$	71,6	$9,2 \pm 0,3$	$73,6 \pm 2,4$	72,1	$9,7 \pm 0,2$
10–100	Fused silica	$73,4 \pm 1,2$			$72,6 \pm 0,7$		
100–200	Fused silica	$72,2 \pm 0,7$			$73,0 \pm 0,3$		
1–10	N-BK7	$87,9 \pm 6,9$	78,2	$8,1 \pm 0,3$	$87,0 \pm 2,5$	80,5	$9,3 \pm 0,1$
10–100	N-BK7	$82,7 \pm 1,3$			$86,7 \pm 0,9$		
100–200	N-BK7	$82,7 \pm 1,0$			$86,8 \pm 0,5$		
1–10	s-LAL 9	$114,8 \pm 5,1$	101,1	$9,0 \pm 0,2$	$141,9 \pm 17,8$	111,6	$10,4 \pm 0,2$
10–100	s-LAL 9	$108,8 \pm 2,1$			$116,2 \pm 2,9$		
100–200	s-LAL 9	$111,5 \pm 0,9$			$116,2 \pm 1,2$		
1–10	Ti-bulk	$112,1 \pm 4,0$	–	$1,7 \pm 0,1$	$118,6 \pm 6,2$	–	$2,2 \pm 0,4$
10–100	Ti-bulk	$108,6 \pm 3,9$			$124,1 \pm 4,7$		
100–200	Ti-bulk	$106,9 \pm 3,1$			$118,4 \pm 3,4$		
1–10	W-bulk	$322,8 \pm 30,0$	–	$5,0 \pm 0,1$	$342,4 \pm 67,4$	–	$6,8 \pm 0,2$
10–100	W-bulk	$333,6 \pm 14,6$			$346,0 \pm 25,7$		
100–200	W-bulk	$307,5 \pm 16,7$			$343,6 \pm 16,5$		

Tabulka 2: Srovnání výsledků analýzy Field-Swain a Oliver-Pharr

Vysvětlivky: „–“ ...hodnotu nebylo možné určit.