

Přírodovědecká fakulta

KATEDRA
EXPERIMENTÁLNÍ FYZIKY
Univerzita Palackého v Olomouci

Bakalářská práce

**Studium vtiskového tečení
objemových materiálů**

Autor:	Lenka Raszková
Vedoucí práce:	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Studijní obor:	Nanotechnologie
Forma studia:	Prezenční
Rok:	2016

Jméno a příjmení autora: Lenka Raszková

Název práce: Studium vtiskového tečení objemových materiálů

Typ práce: Bakalářská

Pracoviště: SLO – Společná laboratoř optiky Univerzity Palackého a Fyzikálního ústavu Akademie věd ČR

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

Rok obhajoby práce: 2016

Počet stran: 71

Počet příloh: 0

Jazyk: Český

Abstrakt: Práce se zabývá zkoumáním tečení neboli creepu objemových materiálů v rámci nanoindentační zkoušky. Mezi studované materiály patří PMMA, 2 typy ocelí, titan a tavený křemen (sklo). Porovnávají se creepové křivky z hlediska druhu materiálu a délky zatěžování. Dále se analyzuje rychlost deformace. Creepové křivky byly charakterizovány pomocí různých parametrů a zároveň byly křivky prokládány logaritmickou funkcí. Všechny materiály byly zkoušeny pomocí Berkovichova a sférického indentoru.

Klíčová slova: Nanoindentační zkouška, tečení materiálu, nanoindentační tečení, creepová křivka, rychlost deformace.

Author's name: Lenka Raszková

Title: Nanoindentation creep of bulk materials

Type of thesis: Bachelor

Department: SLO – Joint Laboratory of Optics of Palacky University and Institute of Physics of the Czech Academy of Sciences

Supervisor: Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.

Year of presentation: 2016

Number of pages: 71

Number of appendices: 0

Language: Czech

Abstract: This thesis is focused on creep examining of bulk materials using the nanoindentation test. Materials being tested are PMMA, steels, titanium and fused silica. Creep curves are being compared on their material type and loading time. The analysis of strain rate is discussed in the following section. Creep curves were characterized by different parameters and were fitted using the logarithm function. All materials were tested with the Berkovich and sphere indenter.

Keywords: Nanoindentation test, creep of material, nanoindentation creep, creep curve, strain rate.

Prohlášení

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

V Olomouci dne

Podpis

Poděkování

Chtěla bych poděkovat svému vedoucímu Mgr. Radimu Čtvrtlíkovi, Ph.D., za odborné rady, velikou ochotu, věnovaný čas a pomoc při psaní bakalářské práce. Dále chci poděkovat své nejbližší rodině za podporu a trpělivost.

Obsah

Úvod	8
1. TEORETICKÁ ČÁST	10
1.1. Tečení materiálu	10
1.1.1. Creepova křivka	11
1.2. Fyzikální mechanismy creepu	12
1.2.1. Viskózní creep	13
1.2.2. Creep v polymerech	14
1.2.3. Creep v krystalických materiálech	14
1.3. Modely viskoelastického materiálu	14
1.3.1. Maxwellův model	16
1.3.2. Voigtův model	17
1.3.3. Standardní lineární model	17
1.3.4. Burgersův model	18
1.4. Nanoindentační zkouška – instrumentovaná vtisková zkouška	19
1.5. Tečení v kontextu nanoindentační zkoušky	21
1.5.1. Fyzika creepu	24
1.5.2. Analýza creepové křivky v rámci nanoindentačního testu	25
1.5.3. Logaritmická aproximace creepové křivky	26
1.5.4. Vtiskové tečení – creepový parametr C_T	27
1.5.5. Goodallův parametr P	27
1.5.6. Strain rate – rychlost deformace	28
2. PRAKTICKÁ ČÁST	29
2.1. Popis experimentálního zařízení	29
2.2. Popis zkoumaných vzorků	30
2.3. Experimentální podmínky a způsob vyhodnocení dat	31
2.4. Analýza experimentálních dat	38

2.4.1.	Porovnání materiálů podle doby zatěžování	38
2.4.1.1.	Berkovichův hrot.....	39
2.4.1.2.	Sférický hrot.....	42
2.4.2.	Porovnání materiálů podle rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$	45
2.4.3.	Creepový parametr C_T	49
2.4.4.	Goodallův parametr P	51
2.4.5.	Logaritmický fit	53
Závěr	66
Seznam použité literatury	67
Seznam symbolů	70

Úvod

Pro získání creepových parametrů se čím dál více používá nanoindentační testování. Díky této technice relativně rychle získáme data z malého množství materiálu.

Současná metoda studia vtiskového tečení prostřednictvím nanoindentace vzrostla z požadavků měření vlastností tenkých vrstev v 80. letech 20. století. Přístroje, které zkoušely tvrdost materiálů na mikroúrovni, nedokázaly vyvinout dostatečně malou sílu, aby vnikly do materiálu s hloubkou menší než požadovaných 10% neboli do hloubky tenké vrstvy tak, aniž by se měření tvrdosti vyhnulo vlivu podložky. Pokud by však mohly, pomocí pozorování reziduálního vtisku by stejně nebyla výsledná velikost vtisku určena s dostačující přesností. [1]

Instrumentovaná vtisková zkouška – Depth Sensing Indentation neboli také nanoindentace [2] nám dovoluje zjistit informace o modulu pružnosti [3], [4], tvrdosti [1], koeficientu deformačního zpevnění[5], praskání, absorpci energie, závislosti napětí na deformaci [6], [7], fázových transformacích a creepu [8]. Existuje několik typů indentorů, kterými lze provést nanoindentační zkoušku. Mezi nejběžnější patří Berkovichův indentor a sférický indentor. Jedna z nejznámějších metod, pomocí kterých můžeme analyzovat data získaná z nanoindentačního testování, byla navržena Oliverem a Pharrm [9].

Uplatnění nachází nanoindentace zejména v případech, kdy rozměr vzorku je v řádu mikrometrů nebo i nanometrů a není možno použít makroskopických metod. Týká se to například tenkých vrstev, mikrokystalů, mikročástic, nanočástic, biologických tkání, nanomanipulátorů, MEMS (mikroelektromechanické systémy) – nanometrické integrované obvody, tlakové senzory, akcelerometry, airbasy, procesory, NEMS (nanoelektromechanické systémy).

Vzorky používané při nanoindentačních testech mohou být velmi malé a samotné testování můžeme většinou označit za nedestruktivní metodu. Nanoindentační přístroje řídí počítač a při testování se nevyžaduje žádné vakuum, extrémní podmínky nebo jiné dražší laboratorní vybavení (vývěvy, kryokomory, detektory atd.). [1]

Cílem této bakalářské práce je analyzovat creep neboli tečení materiálů použitím nanoindentační zkoušky. Předmětem práce je zejména porovnání odezvy různých

materiálů (sklo, kov polymer), analýza creepových křivek, sledování změn odezvy materiálu při změně experimentálních podmínek – doba zatěžování, doba maximálního zatížení atd. a to pomocí sférického hrotu a hrotu ve tvaru trojboké pyramidy (Berkovichův indentor).

Bakalářská práce se skládá ze dvou částí. První část práce je teoretická. Věnuje se tečení materiálu, popisuje creepovou křivku a fyzikální mechanismy creepu. Dále jsou popsány modely viskoelastického materiálu, zvláště pak Maxwellův, Voigtův a Burgersův model. Následuje samotné vtiskové tečení, jeho definice. Na konci teoretické části se práce zabývá tečením v průběhu nanoindentační zkoušky, definuje se creepový a Goodallův parametr, strain rate a logaritmický fit creepových křivek.

Druhá část bakalářské práce je praktická. Je spojením experimentálních dat a diskuze. Začíná popisem experimentálního zařízení a zkoumaných vzorků. Dále následuje analýza experimentálních dat, kde se porovnávají materiály z hlediska doby zatěžování a rychlosti deformace, neboli strain rate. Je rozdělená do 2 podkapitol podle druhu indentoru – Berkovichův a sférický hrot. Analyzuje se creepový parametr, který v procentech uvádí relativní změnu hloubky vtisku a Goodallův parametr, který bere do úvahy sklon creepové křivky a hloubku vtisku. Na konci druhé části práce jsou vypočítané parametry pro logaritmický fit, který je rovněž vyobrazen v grafech.

1. TEORETICKÁ ČÁST

1.1. Tečení materiálu

Tečení materiálu, neboli creep, je definovaný jako pomalá plastická deformace materiálu, která je vyvolaná dlouhodobým působením konstantního napětí a konstantní teploty. Tečení nabývá na významu hlavně v případě dlouhodobého zatěžování za zvýšených teplot. [10]

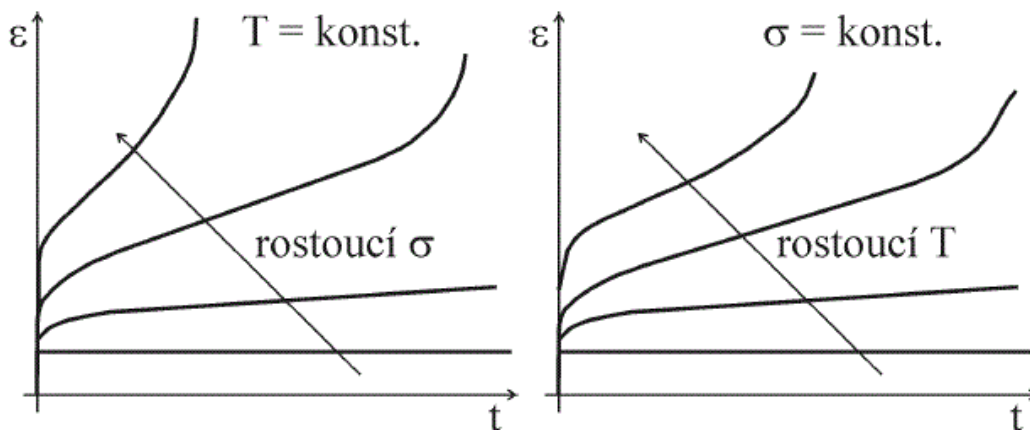
Vysoké a nízké teploty jsou však relativním pojmem k absolutní teplotě tání materiálu. Zavádí se proto pojem homologická teplota, která je podílem aktuální teploty kovu k jeho teplotě tání. Creep je podstatný, když homologická teplota přesahuje hodnotu 0,5. [11]

V závislosti na velikosti zatížení a jeho délce se může materiál nevratně deformovat a ztratit své původní vlastnosti. Některé plasty a kovy s nízkou teplotou tání můžou téct při pokojové teplotě a prakticky každý materiál bude téct při přiblížení se ke své teplotě tání. Příkladem z praxe je gallium, které má teplotu tání 29,76 °C a teče tedy při pokojové teplotě. [12] Creep se stává velkým problémem při styku materiálu s vysokými teplotami, jako jsou například turbíny v letadlových motorech. [13]

Ke creepu dochází při dosažení určitého napětí, které je menší než mez kluzu zjištěná statickou zkouškou při dané teplotě. Vztah mezi deformací ε , napětím σ a časem t lze vyjádřit závislostí

$$\varepsilon = f(t) \quad (\sigma, t = konst.). \quad (1)$$

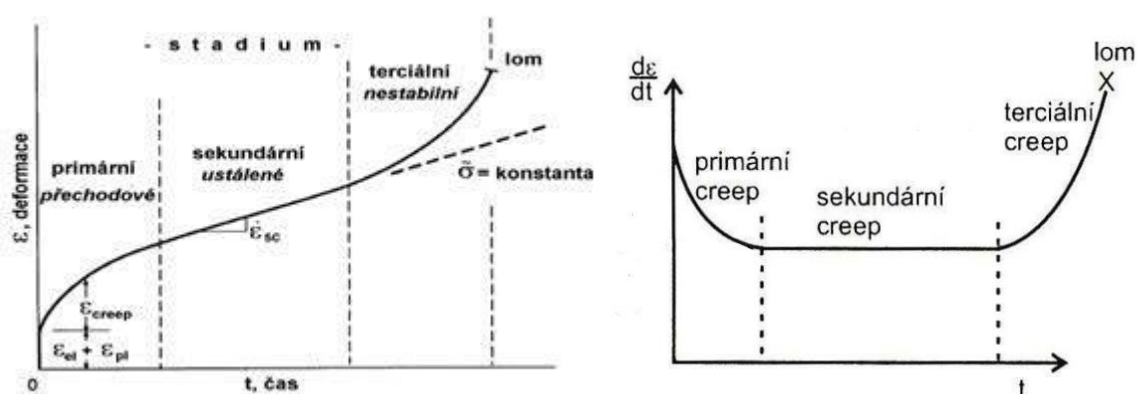
Creep pro kovy nastává přibližně při teplotě $T \geq 0,5 T_t$, kde T_t je teplota tání. Tečení kovů můžeme považovat za proces narůstání plastické deformace za působení konstantního napětí a konstantní síly. Rozsah creepu je vysoce závislý na teplotě. Čím je větší teplota kovu a napětí, které na něho působí, tím je rychlost creepu větší, viz obrázek č. 1. Creepová deformace roste s časem až do možného lomu. Problematika creepu je velice důležitá, protože současný technický vývoj vyžaduje materiály, které jsou vysoce odolné při deformaci a při dlouhodobému namáhání ve vysokých teplotách. [10]



Obr. č. 1: Dopad teploty a napětí na rychlost creepu. [10]

Jestliže ve vzorku zanedbáme vytvořené trhliny, můžeme brát trvalou deformaci vzorku jako kombinaci plasticity, která není časově závislá a creepu, který je časově závislý. Materiál, který se podrobí elastické a časově nezávislé plastické deformaci, je nazýván elastickoplastický. Materiálu, který se deformuje elasticky, ale vykazuje časově závislé chování, říkáme viskoelastický. Materiál, ve kterém nastává trvalá časově závislá deformace, je viskoplastický. Termín creep je často používán k popisu opožděné odpovědi materiálu na aplikované zatížení, které může způsobit viskoelastickou nebo viskoplastickou deformaci. [1]

1.1.1. Creepova křivka



Obr. č. 2: a) Creepova křivka, [13] b) Závislost rychlosti creepu na čase. [14]

Závislost deformace na čase nám určuje creepova křivka, pro tahové namáhání schematicky znázorněná na obrázku č. 2. Můžeme ji rozdělit do 3 stadií. Primární stadium popisuje přechodový creep. Ihned po aplikaci zátěže dochází k okamžité neboli prvotní

deformaci, která odpovídá elastické nebo elastoplastické deformaci podle velikosti zatížení. S rostoucím časem rychlost deformace klesá. Sekundární stadium je ustálené, tečení má lineární průběh. Rychlost deformace je konstantní. Tato fáze křivky je důležitá pro určení např. životnosti žáruvzdorných materiálů. Závislost konstantní rychlosti creepu na teplotě popisuje Arrheniova rovnice ve tvaru:

$$\dot{\epsilon} = A_c \cdot e^{-\frac{Q}{R_m T}}, \quad (2)$$

kde Q je aktivační energie plastické deformace neboli creepového mechanismu, R_m je molární plynová konstanta ($R_m = 8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$), T je teplota a A_c je Arrheniova konstanta, která závisí na napětí. Při vysokých napětích a teplotách může sekundární fáze chybět a primární creep přejde přímo do terciárního. Poslední, terciární stadium je nestabilní, urychlené, dochází k nárůstu rychlosti deformace zapříčiněné poškozováním materiálu a tedy oslabováním nosného průřezu vzorku. V terciární fázi creepu díky nakumulovanému poškození nastává v zátěžovém tělese mezní stav charakterizovaný vzrůstem efektivního napětí. Zvýšené napětí má za následek zvýšení rychlosti creepu a porušení plastické stability, což vede k lomu. [10]

Existují dva druhy creepových křivek – v tlaku a v tahu. Na obrázku č. 2 je zobrazena creepová křivka v tahu. Na rozdíl od creepové křivky v tahu, která vždy končí lomem, creepová křivka v tlaku může, ale nemusí skončit lomem.

1.2. Fyzikální mechanismy creepu

Fyzikální mechanismy způsobující creep se liší u každého druhu materiálu. Dokonce se pro určitý materiál uplatňují fyzikální mechanismy rozdílně podle podmínek při zatěžování (napětí, teplota). Tečení u kovů probíhá dvěma možnými fyzikálními mechanismy – difúzním a dislokačním creepem. Pohyby atomů, vakancí, dislokací nebo molekul v pevné fázi mají časově závislý charakter, jsou vyvolané tepelnou aktivací a nastávají spíše při vyšších teplotách a nižších napětích. Dochází k pohybu většího množství atomů – difúznímu toku – z oblastí namáhaných na tlak do tahových oblastí. Tyto pohyby jsou důležité pro vysvětlení creepového chování a spadají do kategorie zvané difúzní creep. Existují dva druhy difúzního creepu. První je Nabarrův-Herringův creep, kde se difúze vyvíjí objemem zrn. Nastává při nižším napětí a vysoké teplotě. Druhý je Cobleho creep, kde se difúze vyvíjí po hranicích zrn. Nastává při nižším napětí a nižší teplotě. [15]

U dislokačního creepu čárové defekty, neboli dislokace, krystalické mřížky kovové struktury překonávají přirozenou tuhost mřížky a odpor různých příměsí zabraňujících creepu a pohybují se po mřížce. Pohyb dislokací se zastaví nebo zpomalí při nízkých napětích. Difúze atomů může vyvolat uvolnění dislokací a usnadnit trvalou deformaci. Dislokační creep je tedy také ovládán difúzními procesy. [13]

1.2.1. Viskózní creep

Viskozita tekutin je poměrem smykového napětí τ a výsledné rychlosti smykové deformace $\dot{\gamma}$:

$$\eta_{\tau} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}, \quad (3)$$

kde η_{τ} je smyková viskozita. Podobně viskozita v tahu η je definovaná jako

$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}}. \quad (4)$$

Chování některých pevných látek je podobné kapalinám s velikou viskozitou. To je případ amorfních pevných látek, jako je křemičité sklo nebo některé polymery. Po aplikaci napětí na materiál se molekuly nebo skupiny molekul pohybují relativně jedna k druhé s časovou závislostí způsobující creepovou deformaci. Takové molekulové pohyby tvoří difúzní proces, který se zvětšuje s rostoucí teplotou. Zvýšení teploty má za následek zvýšení průměrných oscilací atomů kolem své rovnovážné polohy. Větší oscilace vedou k více frekventovaným molekulárním přeskupením, která přispívají ke creepové deformaci. Toto je případ termální aktivace, která je popsána Arrheniovou rovnicí (2), kde Q je fyzikální konstanta nazvaná aktivační energie. Je to množství energie, které musí být překonáno, aby došlo k pohybu molekul. Pro tečení, které je podobné viskóznímu toku (4), je napěťová závislost následující:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma e^{\frac{-Q}{R_m T}}. \quad (5)$$

Nový koeficient A_1 závisí na druhu materiálu. Rovnicí lze zkrátit použitím vztahu $A_c = A_1 \sigma$, který dává do souvislosti vzorce (2) a (5). [13]

1.2.2. Creep v polymerech

Při teplotách menších než je teplota skelného přechodu T_g pro daný polymer, jsou creepové jevy relativně malé. Nad T_g jsou již creepové jevy významné. Pro běžné polymery bývá T_g v rozsahu od -100 do 200°C , tato teplota může být překonána kolem nebo dokonce pod pokojovou teplotou. Creep může nastat u molekulárních řetězců, které po sobě kloužou viskózním způsobem. Tento proces je pravděpodobnější u lineárních polymerů, jestliže jsou molekulární řetězce kratší. [13]

1.2.3. Creep v krystalických materiálech

Do krystalických materiálů používaných v inženýrství můžeme zahrnout kovy a jejich slitiny a technickou keramiku. Některé keramiky mohou obsahovat kombinaci krystalické a skelné fáze, jako je tomu u porcelánu a vypálené hliněné cihly. V důsledku těchto strukturních podobností dochází ke creepové deformaci krystalických materiálů prostřednictvím podobných fyzikálních mechanismů. Obecně lze tyto mechanismy rozdělit do dvou základních tříd – difúzní a dislokační creep. Někteří autoři dále uvažují klouzání po hranicích zrn jako další možnost dělení. [13]

Obecná rovnice pro ustálený creep v krystalických materiálech je

$$\dot{\epsilon} = \frac{A_2 \sigma^m}{d^q T} e^{\frac{-Q}{RT}}. \quad (6)$$

Proměnné, které ovlivňují rychlost deformace $\dot{\epsilon}$ jsou napětí σ , průměrný průměr zrna d a absolutní teplota T . Koeficient A_2 , exponenty m a q a aktivační energie Q závisí na druhu materiálu a mechanismu creepu. [13]

1.3. Modely viskoelastického materiálu

Materiály se při elastické deformaci v průběhu indentační zkoušky chovají buďto jako viskózní nebo tuhé látky. Tuhé, neboli elastické látky, při deformaci uchovávají energii pod indentorem, takže po odstranění zátěže se materiál vrátí do své původní podoby. Naopak viskózní materiály energii při deformaci rozptýlí do svého okolí, takže po odstranění zátěže materiál zůstává deformovaný. Nanoindentaci lze použít i ke kvantitativnímu určení viskoelastických vlastností materiálů. [16]

Viskoelastická vlastnost materiálu je zajímavá vlastnost, která zahrnuje elastickou i viskózní charakteristiku látky. Viskoelastická se určuje u látek, které se při namáhání chovají jako pevné hookovské látky i jako viskózní newtonovské kapaliny. [17]

Zde je potřeba definovat termín reologie. Reologie je věda zabývající se deformací látek v závislosti na čase. Základní veličinou je viskozita, která určuje míru vnitřního odporu materiálu vůči vnějšímu zatížení, neboli odpor proti toku. K lepšímu pochopení různých typů deformace využívá reologie jednoduchá mechanická zařízení, například pružiny nebo tlumiče (píst). Tyto součástky a jejich různé kombinace se nazývají reologické modely. [13]

Nejjednodušší modely jsou Hookův model, který představuje pouze elastické materiály a Newtonův model, který reprezentuje pouze dokonalé kapaliny. Nicméně většina reálných materiálů nejsou jen čistě elastické nebo viskózní. Různé viskoelastické modely nám pomáhají analyzovat časově závislou relaxaci i tečení materiálu. [17]

Hookeovo těleso představuje elastickou část celkového chování tělesa. Symbolem je pružina, znázorněná na obrázku č. 3 a). Deformaci ε_e tohoto elastického tělesa vypočítáme ze vztahu

$$\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E_1}, \quad (7)$$

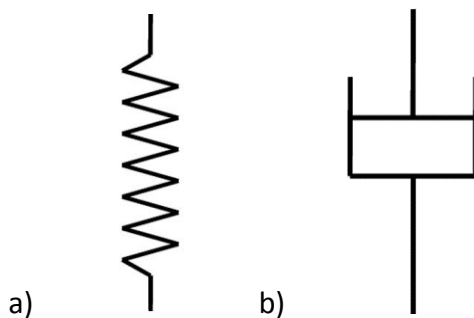
kde E_1 je Youngův modul pružnosti a σ je působící napětí.

Newtonovo těleso reprezentuje viskózní část chování tělesa. Symbolem je tlumič neboli také píst, jak je znázorněno na obrázku č. 3 b). Deformaci viskózního tělesa vypočítáme dle vztahu

$$\varepsilon_{SC} = \frac{\sigma}{\eta_1} t, \quad (8)$$

kde η_1 je viskozita.

Níže jsou uvedeny základní modely viskoelastických těles a materiálů. V každém modelu uvažujeme působící napětí σ za konstantní a viskoelasticitu lineární. [18]



Obr. č. 3: a) Hookův model; b) Newtonův model.

1.3.1. Maxwellův model

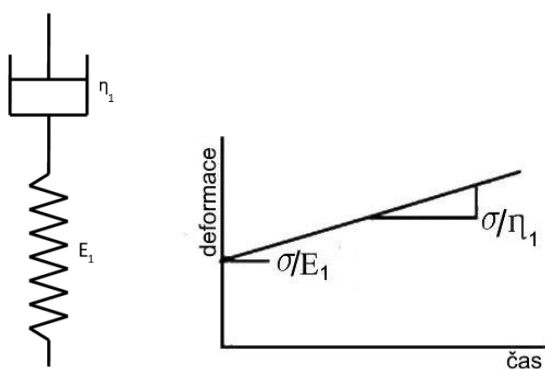
Maxwellův model se používá pro popis viskoelastických látek. V roce 1873 představil Maxwell jednoduchý model, který je kombinací elastické a viskózní složky zapojené do série. V tomto modelu je relaxační chování materiálu popsáno klesající exponenciálou. [17]

Maxwellův model se skládá z pružiny s modulem pružnosti E_1 a z pístu, ve kterém je kapalina a viskozitou η_1 , viz obrázek č. 4. Celková deformace tělesa se rovná součtu deformací elastické a viskózní části

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{SC}, \quad (9)$$

což je po dosazení do vzorců (7) a (8)

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_1} + \frac{\sigma}{\eta_1} t. \quad (10)$$

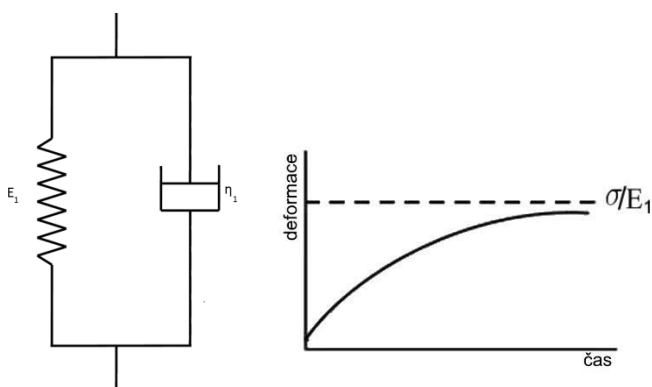


Obr. č. 4: Maxwellův model.

1.3.2. Voigtův model

Voigtův model je nejčastěji používaný model pro zkoumání chování viskoelastických látek. Skládá se z paralelního zapojení pružiny s modulem pružnosti E_1 a pístu, ve kterém je kapalina a viskozitou η_1 , viz obrázek č. 5. Deformace je krátkodobá a vypočítá se ze vztahu

$$\varepsilon_{tc} = \frac{\sigma}{E_2} \left(1 - e^{-\frac{E_2 t}{\eta_2}} \right). \quad (11)$$



Obr. č. 5: Voigtův model.

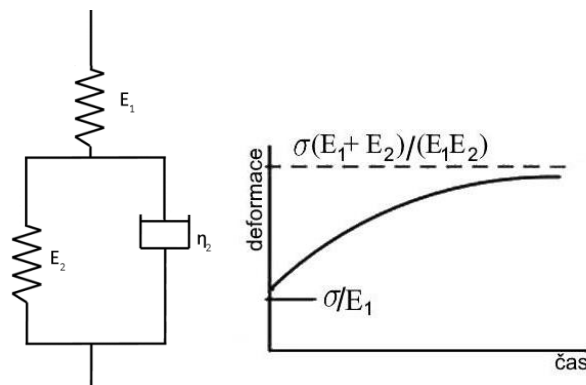
1.3.3. Standardní lineární model

Využívá se také 3prvkového Voigtova modelu (používá se i označení standardní lineární model pro tuhé látky), který obsahuje paralelní zapojení pístu a pružiny a následné přidání pružiny do série, viz obrázek č. 6. Zde je deformace kombinací elastické a přechodové části

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{tc}, \quad (12)$$

což je po spojení vzorců (7) a (11)

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_1} + \frac{\sigma}{E_2} \left(1 - e^{-\frac{E_2 t}{\eta_2}} \right). \quad (13)$$



Obr. č. 6: Standardní lineární model.

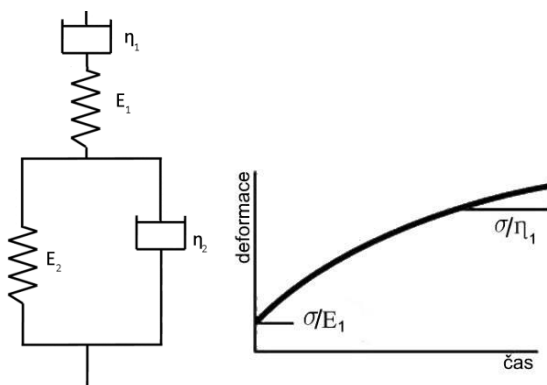
1.3.4. Burgersův model

Burgersův model (další možné označení je Maxwellův-Voigtův model) je 4prvkový model. Jeho složení je zobrazeno na obrázku č. 7. Deformace odpovídá kombinaci krátkodobé, viskózní a elastické části

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_{SC} + \varepsilon_{tc}, \quad (14)$$

po dosazení vzorců (7), (8) a (11) je celková deformace

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_1} + \frac{\sigma t}{\eta_1} + \frac{\sigma}{E_2} \left(1 - e^{-\frac{E_2 t}{\eta_2}} \right). \quad (15)$$

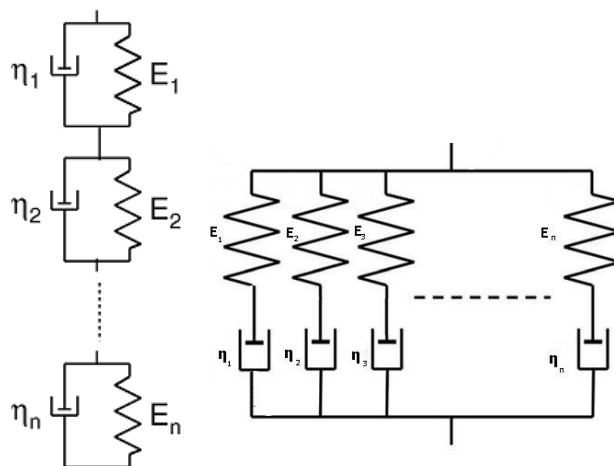


Obr. č. 7: Burgersův model.

Nicméně ani tyto modely nejsou bezchybné. Žádný materiál se nechová úplně přesně jako teoretický model. V praxi se postupně zkoušejí aplikovat na naměřená data různé modely a experimentálně se hledá model, který se naměřeným hodnotám nejvíce přibližuje. Z něho následně lze zjistit viskozitu a modul pružnosti materiálu. Creepová poddajnost v Maxwellově modelu s časem lineárně roste, což je stejné jako v Newtonově modelu, který je pouze pro kapaliny. Ve Voigtově modelu je relaxační modul konstantní,

až na prvotní pulz v počátku, to se shoduje s Hookovým modelem, který je pouze pro elastické materiály. [17]

Níže uvedené modely se dají různě kombinovat, jak je zobrazeno na obrázku č. 8. Deformace se potom vypočítá složitější kombinací výše uvedených vzorců.

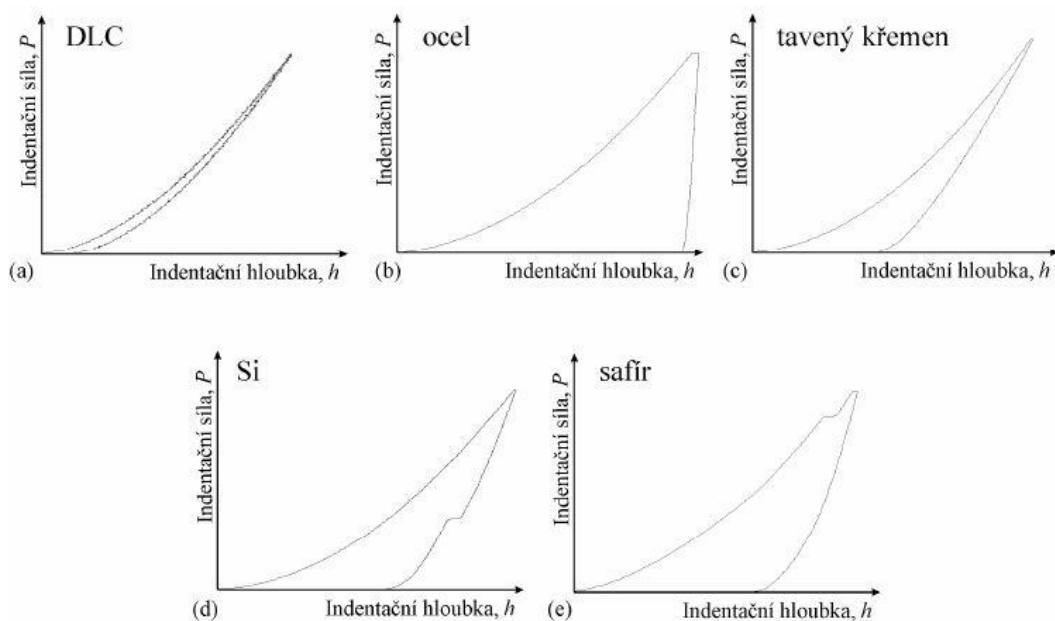


Obr. č. 8: Kombinované modely.

1.4. Nanoindentační zkouška – instrumentovaná vtisková zkouška

Podstatou nanoindentační zkoušky je vnikání geometricky a fyzikálně definovaného tělesa (indentoru) do vzorku za účelem získání jeho mechanických vlastností. Zásadní je kontinuální záznam síly a polohy hrotu a získání tzv. indentační křivky, viz obr. č. 9. V rámci nanoindentační zkoušky je možné studovat i creep.

Zatěžující část indentačního cyklu obsahuje počáteční elastický kontakt, po kterém při větších zatíženích následuje plastická deformace vzorku. Pokud plastická deformace nastane, křivka, která zaznamenává hloubku vtisku při odstraňování zátěže, bude mít jinou dráhu než křivka, která předtím zaznamenala aplikaci zátěže a ve vzorku zůstane zbytkový vtisk, viz obrázek č. 9. [1]



Obr. č. 9: Indentační křivky pro různé materiály, a) elastický materiál, b) plastický materiál, c) tavený křemen (kalibrační materiál), d) fázová transformace indukovaná tlakem, e) praskání při zatěžování. [19]

Nanoindentace je jednoduše indentační test, kde hloubka vniknutí indentoru do vzorku je měřená v nanometrech (10^{-9} m) místo obvyklých mikrometrů (10^{-6} m) nebo milimetrů (10^{-3} m). Typickým rysem nanoindentace je kromě zmenšeného měřítka nepřímé měření plochy vtisku. V obyčejných indentačních testech je oblast doteku vypočítaná na základě měření rozměrů zbytkového vtisku zanechaného ve vzorku po odstranění zátěže. V nanoindentačních testech je běžně velikost vtisku v řádech mikronů, takže je příliš malá na to, aby se dala bez obtíží změřit přímo. Je tedy běžné určit styčnou plochu změřením hloubky průniku indentoru do povrchu vzorku z indentační křivky, která je výsledkem indentační zkoušky. To nám pomůže spolu se známou geometrií indentoru nepřímo určit plochu vtisku při plném zatížení. [1] Z nanoindentačního testu nezjistíme jenom tvrdost materiálu, ale i modul pružnosti, koeficient deformačního zpevnění a viskoelastické vlastnosti.

Nanoindentační modul nebo taky kombinovaný modul pružnosti E^* se vypočítá ze vzorce

$$E^* = \frac{1}{2} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} \frac{dF}{dh}, \quad (16)$$

kde $\frac{dF}{dh}$ definuje sklon indentační křivky a E^* kombinuje modul indentoru a vzorku a je vyjádřen rovnicí

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu'^2}{E'}, \quad (17)$$

kde ν' a E' jsou charakteristiky indentoru, ν a E charakterizují zkoumaný materiál. V případě této práce se jedná o diamantový indentor, jehož hodnoty jsou $\nu' = 0,07$ a $E' = 1141$ GPa.

Tvrdoost je mechanická vlastnost materiálu, vyjádřená odporem proti deformaci jeho povrchu, vyvolaného působením geometricky definovaného tělesa. Tvrdoost se obecně označuje písmenem H a lze ji obecně vyjádřit jako funkci

$$H = f(P_r, P_p, F, \tau_v, t_f, \nu), \quad (18)$$

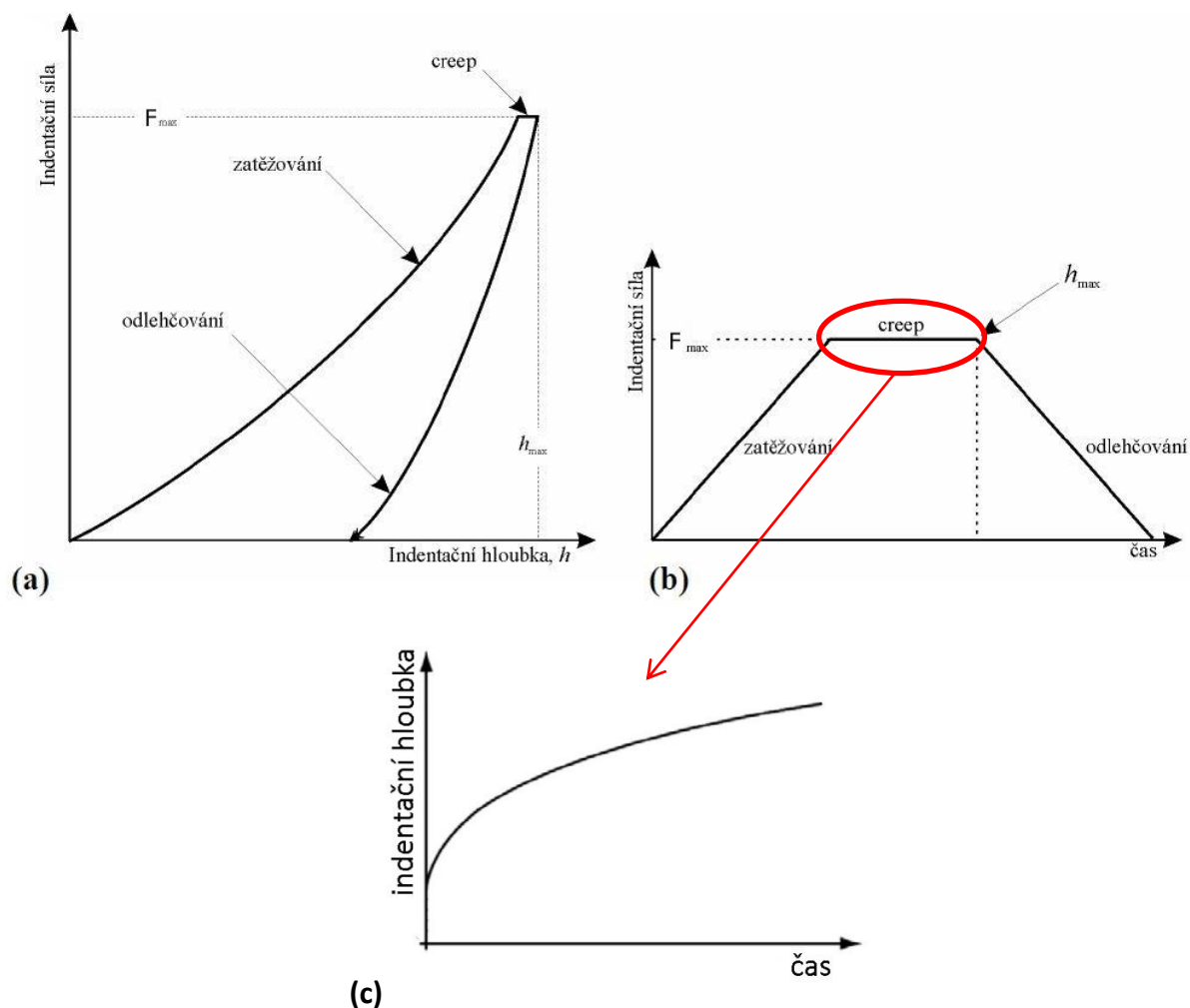
kde P_r jsou pružné vlastnosti zkoušeného kovu, zejména moduly pružnosti E , G a K ; P_p jsou plastické vlastnosti zkoušeného kovu; F je velikost síly působící na vtlačující tělísko; τ_v je tvar, rozměry a tvrdoost vtlačujícího tělíska; t_f je tření mezi vtlačujícím tělískem a zkoušeným materiálem a ν je rychlost pohybu indentoru. Tvrdoost se obecně vyjadřuje podílem síly a skutečného povrchu vtisku.

$$H = \frac{F}{A}. \quad (19)$$

Tvrdoost H stejně jako modul pružnosti E mají stejnou jednotku - Pascal. [10]

1.5. Tečení v kontextu nanoindentační zkoušky

Pro nanoindentaci se používá metoda DSI – Depth Sensing Indentation. Principem je kontinuální záznam zatěžující síly a pozice indentoru v průběhu indentačního cyklu. V první fázi se provádí řízené zatěžování, kdy se zatěžující síla zvětšuje na předem definovanou hodnotu. V druhé fázi nastává řízené odlehčování, během kterého se zatěžující síla zmenšuje až na nulovou hodnotu. Závislost změny polohy hrotu indentoru na zatěžující síle lze graficky znázornit pomocí indentační křivky, viz obrázek č. 10 a). Mezi první a druhou fází lze vložit stadium, kdy je vzorek pod konstantní maximální zátěží. Tímto způsobem se zkoumá tečení (creep) prostřednictvím indentační zkoušky.

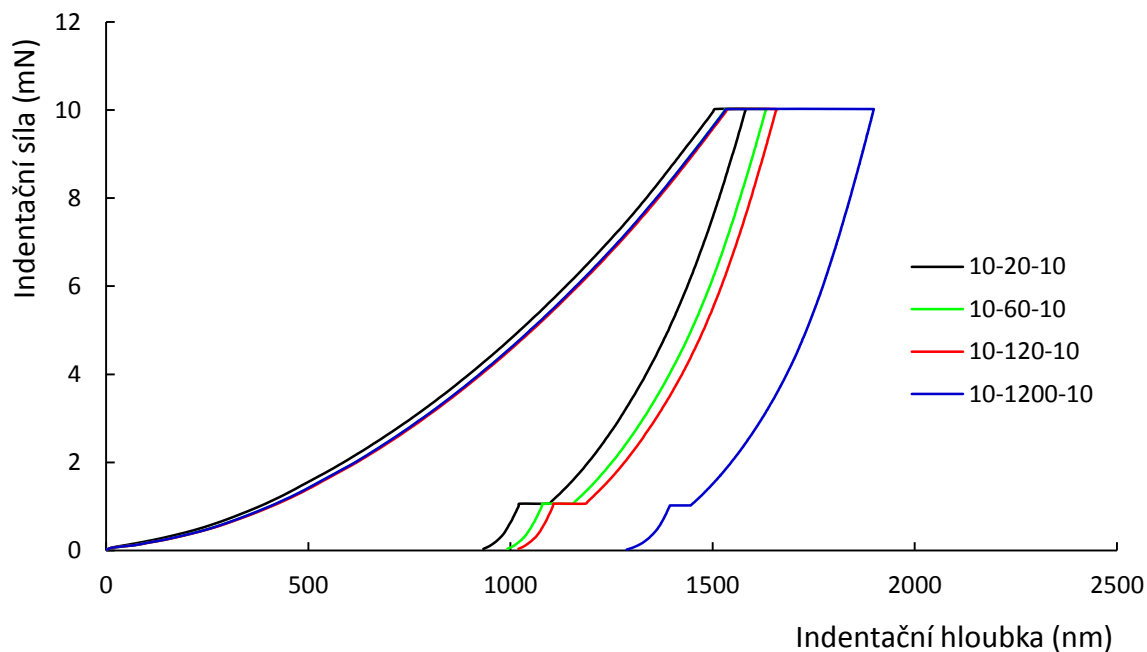


Obr. č. 10: a) Indentační křivka, b) časový diagram indentační zkoušky, c) creepova křivka v rámci nanoindentačního testu. [19]

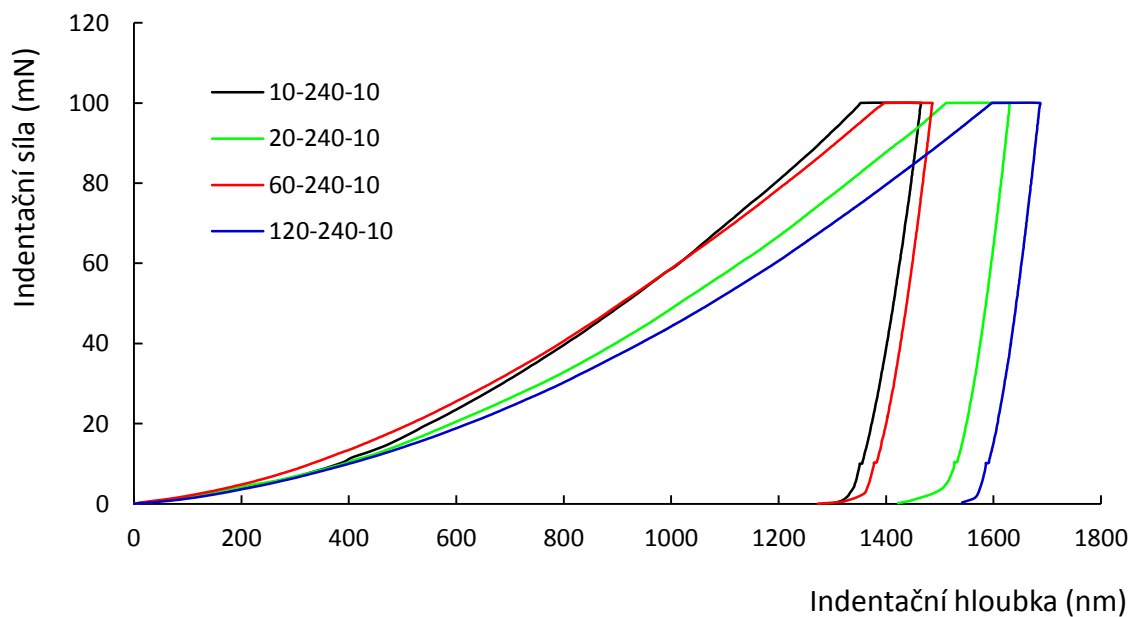
Postupné vnikání indentoru do vzorku v průběhu konstantní maximální síly je v obrázku č. 10 b) znázorněno horizontální částí křivky. [20]

Z indentačních experimentů víme, že pokud maximální zátěž setrvá ve vzorku určitou dobu, bude se hloubka vtisku prohlubovat. Pro každý materiál je udržovací fáze odlišná. Podle Chudoby, Richtera [21] obecné tvrzení je takové, že pro správné určení tvrdosti a modulu pružnosti by se mělo maximální zatížení udržet tak dlouho, dokud změna hloubky vtisku za 1 min není menší než 1% z celkové indentační hloubky.

Jak již bylo řečeno, creep je časově závislá změna hloubky vtisku. Tato změna je zřejmá, pokud je maximální zatížení ponecháno ve vzorku určitou delší dobu, viz obrázek č. 11 nebo pokud porovnáme více křivek znázorňujících aplikaci zatížení a jeho odstranění s různými rychlostmi zatěžování, viz obrázek č. 12.



Obr. č. 11: Indentační křivky porovnávající různou dobu délky výdrže zatížení na maximální hodnotě pro PMMA.



Obr. č. 12: Indentační křivky porovnávající různou dobu zatěžování pro PMMA.

Creep obecně nastává ve vyšších teplotách, ale pro plastické nebo viskózní materiály může nastat i při pokojových teplotách.

Počáteční studie creepu v průběhu nanoindentace byly zaměřené na testování tvrdosti při vyšších teplotách, ale nikoho příliš nezajímala hloubka vtisku. Tehdejší analýza

byla tedy trochu odlišná od nynější aplikace nanoindentace. V současnosti známe čtyři postupy k analýze nanoindentačního creepu. První metoda je založená na udržení indentoru v konstantní hloubce. Ačkoliv to zní jednoduše, pružná deformace v celém vzorku se přeměňuje v plastickou deformaci pouze kolem indentoru, což má za následek zvětšování hloubky vtisku a tedy udržení konstantní hloubky průniku je prakticky nemožné. Druhá metoda se snaží udržet konstantní rychlost zatěžování. Třetí metoda je založená na konstantní rychlosti indentační deformace. Čtvrtá metoda je nejoblíbenější a vyžaduje konstantní zatížení, což zjednodušuje měření a analýzu a usnadňuje sběr dat. Tato technika byla prvně použita Mayoem et al. [22], kteří doporučili prodloužit setrvání konstantní zátěže na dobu nejméně 50 s, v průběhu které se monitoruje další případný průnik indentoru do vzorku. [23]

1.5.1. Fyzika creepu

Významnou roli hrají fyzikální mechanismy creepu. Li a Warren [24] navrhují, že oblasti vzorku s vysokou koncentrací indentačního napětí mají za následek gradient chemického potenciálu, který vede k termálně aktivovanému difúznímu toku atomů pod indentorem. Tok vede zespoda indentoru k povrchu vzorku, zároveň podél rozhraní indentoru a vzorku a dokonce pod rozhraním. Rovnice pro indentaci se sférickým indentorem vypadá následovně:

$$\frac{dh}{dt} = \frac{2(1+\nu)}{\pi} \frac{P}{[h(2R-h)^2]^{\frac{3}{2}}} \frac{D_v \Omega}{kT} \left[1 + \frac{8\delta}{3[h(2R-h)^2]^{\frac{1}{2}}} \frac{D_i}{D_v} \right] \quad (20)$$

a pro konický indenter:

$$\frac{dh}{dt} = \frac{2(1+\nu)}{\pi \operatorname{tg}^3 \alpha} \frac{P}{h^3} \frac{D_v \Omega}{kT} \left[1 + \frac{8\delta}{3h \operatorname{tg} \alpha} \frac{D_i}{D_v} \right], \quad (21)$$

kde ν je Poissonovo číslo vzorku, D_v je difúzní koeficient ve vzorku, D_i je difúzní koeficient podél rozhraní vzorku a indentoru, Ω je atomový objem vzorku, k je Boltzmanova konstanta, T je absolutní teplota, δ je tloušťka rozhraní ve kterém dochází k difúzi, α je vrcholový polohel, h je hloubka průniku pod povrchem vzorku a R je poloměr indentoru.

Výše uvedené difúzní rovnice (20), (21) pro indentaci jsou nejpřesnější při teplotě mnohem menší, než je bod tání vzorku. [1]

Je třeba zdůraznit, že trojbokou pyramidu lze nahradit kónusem s vrcholovým poloúhlem 70,3°.

1.5.2. Analýza creepové křivky v rámci nanoindentačního testu

Pro nestlačitelný materiál ($\nu = 0,5$) při použití sférického indentoru pro 3prvkový Voigtův model (obrázek č. 6), za použitím konstantní síly F , se přírůstek hloubky vtisku v průběhu creepového testu v závislosti na čase vypočítá podle vzorce:

$$h^{\frac{3}{2}}(t) = \frac{3}{4} \frac{F}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E^*_{1}} + \frac{1}{E^*_{2}} \left(1 - e^{-t \frac{E^*_{2}}{\eta}} \right) \right]. \quad (22)$$

Hranatá závorka ve vzorci (22) představuje časovou odezvu mechanického modelu na skokové zatížení. Skokové zvýšení zatížení má za následek počáteční elastický posuv ($t = 0$), po kterém následuje opožděné zvětšování posuvu k maximální hodnotě v čase $t = \infty$. Podobná koncepce odpovídá případu použití konického indentoru, kde při 3prvkovém Voigtově modelu obdržíme:

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} F c \cot \alpha \left[\frac{1}{E^*_{1}} + \frac{1}{E^*_{2}} \left(1 - e^{-t \frac{E^*_{2}}{\eta}} \right) \right]. \quad (23)$$

Pro případ Maxwellova modelu (obrázek č. 4) je časově závislá hloubka v průběhu konstantní výdrže pro sférický indentor daná vzorcem:

$$h^{3/2}(t) = \frac{3}{4} \frac{F}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E^*_{1}} + \frac{1}{\eta} t \right] \quad (24)$$

a pro konický indentor obdržíme vzorec:

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} F c \cot \alpha \left[\frac{1}{E^*_{1}} + \frac{1}{\eta} t \right]. \quad (25)$$

Pro Voigtův model (obrázek č. 5) při použití sférického hrotu obdržíme vzorec:

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} F c \cot \alpha \left[\frac{1}{E^*_{1}} \left(1 - e^{-t \frac{E^*_{1}}{\eta}} \right) \right]. \quad (26)$$

a pro konický indentor:

$$h^{\frac{3}{2}}(t) = \frac{3}{4} \frac{F}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E^*_1} \left(1 - e^{-\frac{t E^*_1}{\eta_1}} \right) \right]. \quad (27)$$

Kombinací výše uvedených rovnic obdržíme výraz pro Burgersův model (obrázek č. 7). V případě sférického indentoru dostáváme:

$$h^{3/2}(t) = \frac{3}{4} \frac{F}{\sqrt{R}} \left[\frac{1}{E^*_1} + \frac{1}{E^*_2} \left(1 - e^{-\frac{t E^*_2}{\eta_2}} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right] \quad (28)$$

a pro konický indentor:

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2} F \cot \alpha \left[\frac{1}{E^*_1} + \frac{1}{E^*_2} \left(1 - e^{-\frac{t E^*_2}{\eta_2}} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right]. \quad (29)$$

1.5.3. Logaritmická aproximace creepové křivky

Chudoba, Richter [21] říkají, že tvar creepové křivky pro všechny zkoumané materiály (pro creep za relativně nízkých teplot) může být znázorněn pomocí dobře známého logaritmického vzorce

$$\Delta h = A \ln(B t + 1), \quad (30)$$

kde t je čas, $\Delta h = h_2 - h_1$ (obrázek č. 13) je změna hloubky vtisku při maximálním zatížení a A, B jsou fitované parametry. Pro kovy parametry A, B závisí mezi jinými na teplotě, hustotě dislokací, Burgersově vektoru a mezi kluzu, který určuje začátek plastické deformace. Na rozdíl od obyčejného creepového testu aplikace rovnice (30) na indentační experimenty nebere v úvahu, že napětí se v průběhu růstu hloubky vtisku zmenšuje. Děje se tak z důvodu zvětšení kontaktní plochy. Je celkem překvapivé, že stejný vzorec může být použitý pro popis creepového chování skla, diamantu podobným materiálů (DLC – diamond like carbon) a keramických materiálů v průběhu nanoindentace, pokud je maximální výdrž zatížení ponechána v materiálu méně než 120 s. Pomocí rovnice (30) je možné vypočítat rychlost creepu a odvodit chování materiálu v čase nad rámec provedeného měření. [21]

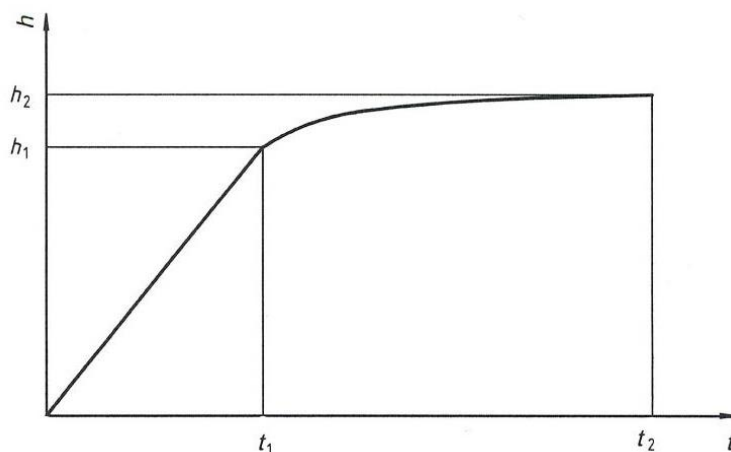
1.5.4. Vtiskové tečení – creepový parametr C_{IT}

Vtiskové tečení upravuje norma ČSN EN ISO 14577-1 o Kovových materiálech – Instrumentované vnikací zkoušce stanovené tvrdosti a materiálových parametrů. [25] Relativní hloubka vtisku se označuje C_{IT} a dá se vypočítat ze vzorce:

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \cdot 100, \quad (31)$$

kde h_1 je hloubka vtisku v čase t_1 při dosažení maximálního zatížení a h_2 je hloubka vtisku v čase t_2 výdrže na konstantní hodnotě zkušebního zatížení, viz obrázek č. 13. Je nutno poznamenat, že hodnota creepu může být ovlivněná teplotním driftem. Relativní hloubka vtisku C_{IT} se podle normy označuje následovně:

$C_{IT} 0,5 / 10 / 50 = 2,5 \%$, kde $C_{IT} 0,5$ je definované zatížení při zkoušce v Newtonech, 10 je doba aplikace zátěže v sekundách, 50 je doba výdrže konstantního zatížení v sekundách a 2,5 % je vtiskové tečení (creep), neboli relativní změna hloubky vtisku. [25]



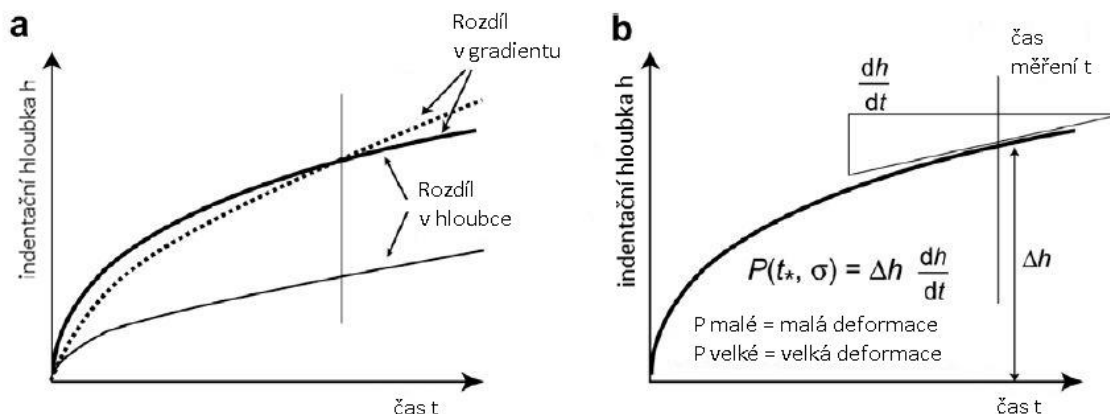
Obr. č. 13: Znárodnění vtiskového tečení. [25]

1.5.5. Goodallův parametr P

Goodallův parametr P je číselným vyjádřením součinu sklonu creepové křivky a zároveň celkové hloubky vtisku.

V obecných indentačních testech je celkem obtížné nebo až nemožné vypočítat creepové parametry n a Q za pokojové teploty. Nicméně creepové reakce různých materiálů jsou od pohledu zcela rozdílné, proto by mělo být možné creepové chování alespoň nějak vyčíslit. Současná norma ČSN EN ISO 14577-1 [25] pro vyčíslení míry creepu v kontextu nanoindentace je celkem konzervativní a nezahrnuje žádnou analýzu získávání

parametrů n nebo Q . Doporučený postup vyžaduje vyjádření deformace v průběhu doby konstantního zatížení jako procento deformace zaznamenané od začátku konstantního zatížení. Abychom mohli kvalitně porovnat odlišné materiály, musí být čas zatěžování a velikost zatížení stejné. Možný nedostatek této metody je zobrazen na obrázku č. 14. Je možné, že docela odlišná chování materiálů nám můžou dát stejnou hodnotu parametru. Pro specifické časy může creepový parametr vycházet stejně. [23]



Obr. č. 14: a) Creepova křivka poukazující na chybovost parametru, b) Creepova křivka pro výpočet Goodallovu parametru.

Lepším popisem křivky než parametr C_{IT} může být parametr P zavedený Goodallem. Goodallův parametr P se vypočítá ze vzorce

$$P = \Delta h \cdot \frac{dh}{dt}, \quad (32)$$

kde $\frac{dh}{dt}$ je směrnice creepové křivky a Δh je celková hloubka indentačního vtisku.

1.5.6. Strain rate – rychlost deformace

Strain rate nebo také rychlost deformace $\dot{\epsilon}$ v průběhu indentačního creepu zavedl Mayo a Nix [26], který zobecnil rovnici od Pollocka et al. [27] pro ostré, pyramidální indentory:

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{h} \frac{dh}{dt}, \quad (33)$$

kde $\dot{\epsilon}$ je strain rate.

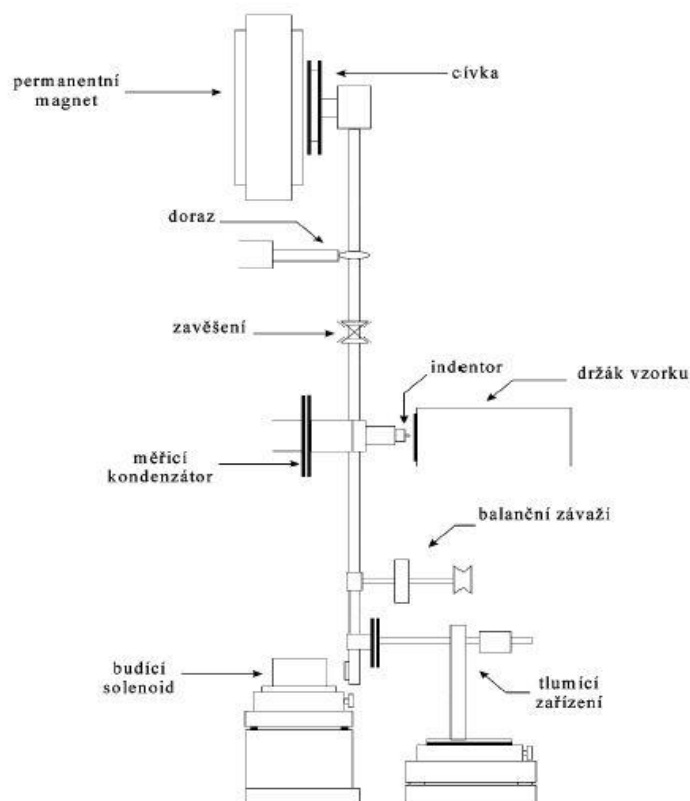
2. PRAKTICKÁ ČÁST

2.1. Popis experimentálního zařízení

K měření mechanických vlastností materiálu byl použitý měřicí systém NanoTestTM NTX. Zařízení dovoluje měřit tvrdost a analyzovat modul pružnosti zkoumaného materiálu. Sestava se skládá z keramického kyvadla zavěšeného na speciálním čepu. V jeho horní části se nachází cívka, která řídí zatěžující sílu. Cívkou prochází proud, proto je přitahována k permanentnímu magnetu. Síla se přenese z kyvadla na indentor a ten vniká do vzorku. Změnu polohy indentoru zaznamenává velmi přesný kapacitní snímač. [28]

Měření tvrdosti vyžaduje striktně určené laboratorní podmínky, proto je měřicí systém položený na antivibračním stole a je zakrytý ochranným krytem se soustavou úpravy teploty a vlhkosti. Kontrola, řízení a sběr dat se provádí skrz osobní počítač pomocí speciálního softwaru.

Systémem NanoTestTM NTX lze kromě indentace (při pokojové i zvýšené teplotě) zkoumat i tribologické charakteristiky tenkých vrstev, provádět vrypové zkoušky (scratch tests), topografické testy, testy opotřebení, dynamické testy, používat pin on disc metodu nebo studovat akustické emise. [28]



Obr. č. 15: Schéma zařízení NanoTest™ NTX. [19]

2.2. Popis zkoumaných vzorků

V této bakalářské práci je analyzováno 5 vzorků. Na obrázku č. 16 jsou zobrazeny vzorky použité při testování. Vzorky byly fixovány na duralových držácích pomocí speciálního vosku.



Obr. č. 16: Použité vzorky.

Prvním zkoumaným materiálem je PMMA, neboli polymethylmethakrylát, obecně známé jako plexisklo. Tento syntetický polymer se v praxi využívá při zasklívaní oken dopravních prostředků, při výrobě hodinkových sklíček, u výroby zubních protéz atd. PMMA se taky používá jako náhražka skla. Oproti sklu se u PMMA využívají výhodné vlastnosti jako nižší hmotnost, větší ohebnost a nižší cena.

Druhým materiálem je ložisková ocel s pracovním označením HV280. V praktickém životě se využívá v ložiskách strojů nebo při výrobě čepelí nožů.

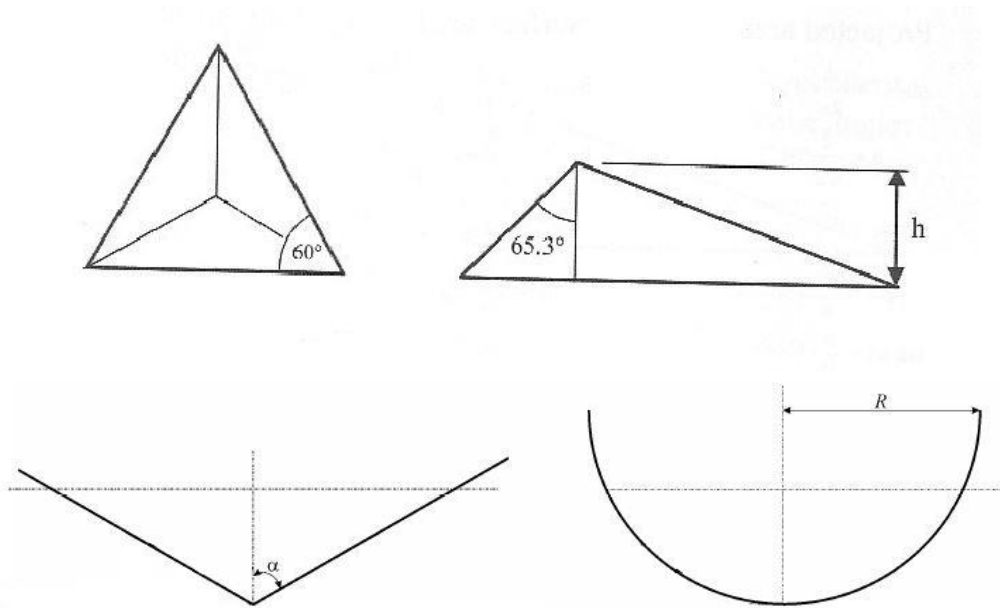
Třetím zkoumaným materiálem je ocel s označením AISI304. Jedná se o potravinářskou nerezovou ocel, je to chrom niklová austenitická nestabilizovaná ocel. Podle normy je její označení ČSN 10088-1 1.4301. Její chemické složení je Cr 17 - 19,5 %, Ni 8 - 10,5, C < 0,07 %, složení dle normy vyhovuje pro použití výrobků pro pitnou vodu a potraviny. V praxi se využívá v gastronomii, venkovní architektuře, v čistíčkách odpadních vod, na zábradlí atd.

Čtvrtým materiálem je tavený křemen, druh skla. Tavený křemen se skládá na rozdíl od klasického skla pouze z SiO_2 . V praxi se využívá k výrobě žárovek, v lékařství, v optických vláknech atd. Tavený křemen se také využívá jako kalibrační materiál, protože je to homogenní izotropní materiál.

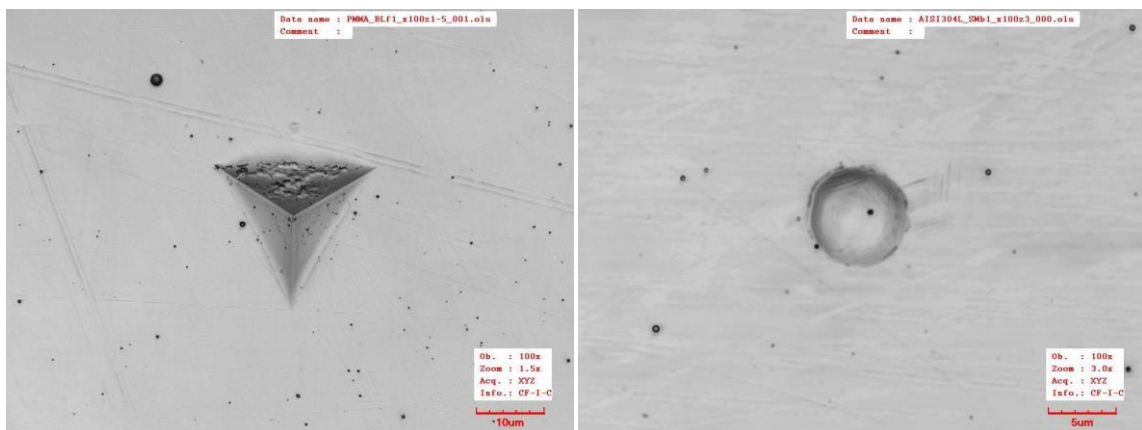
Pátým a posledním zkoumaným materiálem je titan. Je to šedý až stříbřitě bílý kov. Vyskytuje se v zemské kůře, v mořské vodě již méně. V praxi ho lze najít v leteckém průmyslu při výrobě vysoce namáhaných částí letadel, v lékařství při výrobě chirurgických nástrojů nebo se jím pokrývá piercing. Titan je velice důležitý konstrukční prvek díky své odolnosti, pevnosti a hmotnosti. Je zhruba dvakrát lehčí než železo.

2.3. Experimentální podmínky a způsob vyhodnocení dat

Při provádění měření byla teplota v místnosti 24 °C a relativní vlhkost 30 %. Na každý druh vzorku jsou použity dva hroty – sférický a Berkovichův hrot. Geometrie indentorů je zobrazena na obrázku č. 17. Reálné vtisky jsou na obrázku č. 18 a) pro Berkovichův indentor a č. 18 b) pro sférický indentor.



Obr. č. 17: Geometrie Berkovichova indentoru (trojboká pyramida) a sférického indentoru.



Obr č. 18: Experimentální vtisky pro a) Berkovichův hrot, b) sférický hrot.

Pro všechny druhy materiálu se využívá různé kombinace druhu hrotu, doby zatěžování a dobu výdrže na maximální zátěži. PMMA bylo zatěžováno silou 10 mN. Oceli HV280 a AISI 304, tavený křemen a titan byli zatěžováni silou 100 mN. Zatěžování do maximální velikosti zatěžující síly probíhalo 10 s, 20 s a 60 s, pro titan ještě navíc 120 s, viz tabulka č. 1. Výdrž na maximální hodnotě trvala 120 s. U některých materiálů byla experimentálně zkoušená výdrž po dobu 1200 s, ale aby bylo možné data porovnat, v práci se uvádí výdrž pouze 120 s.

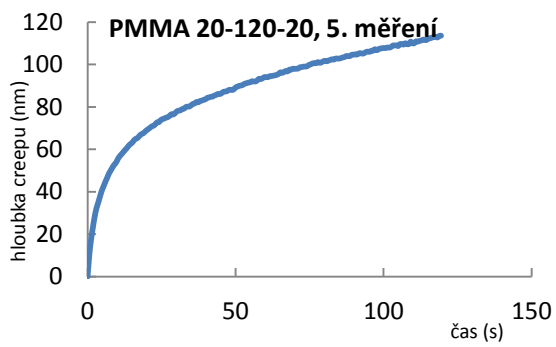
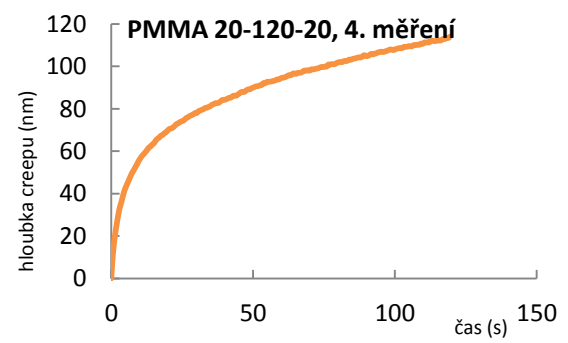
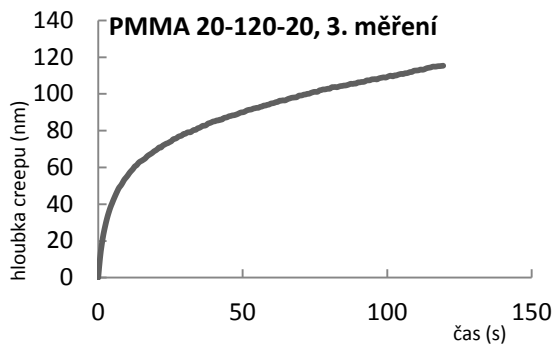
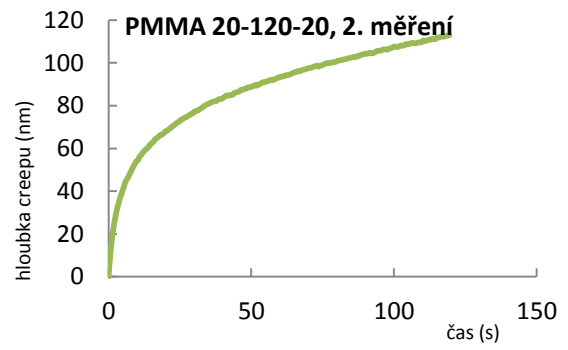
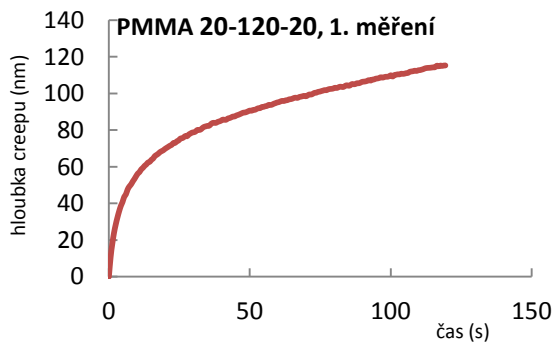
Data byla korigována na teplotní drift a poddajnost přístroje. Z důvodu kvalitnějšího porovnání byla všechna data normována na počáteční hloubku. Dále pak byla provedena selekce dat. V několika případech se stalo, že při experimentálním měření

křivka uskočila nebo vykazovala naprosto jiný tvar. Jedním z důvodů mohla být přítomnost lokální nečistoty na vzorku. Tyto chybné křivky byly ihned po exportování dat smazány a v žádných výpočtech se dále neuvažovaly.

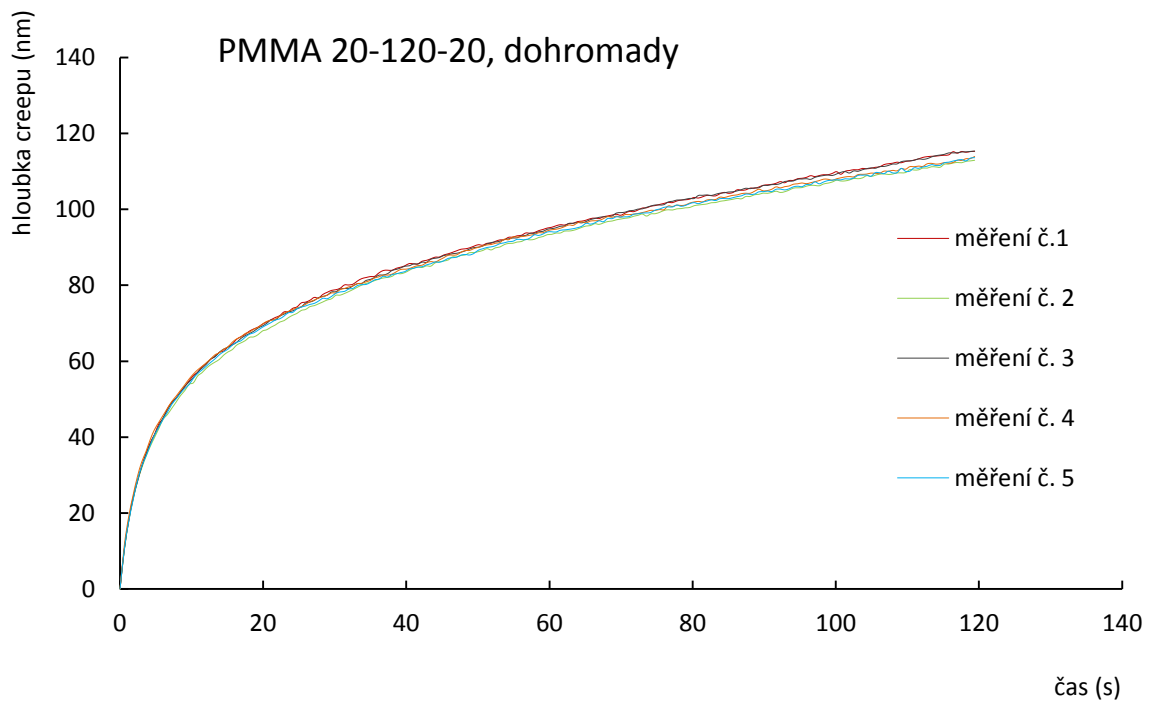
Hrot	Materiál	Indentační síla	Délka zatížení
Berkovichův	PMMA	10 mN	10 s, 20 s, 60 s
	HV280	100 mN	10 s, 20 s, 60 s
	AISI304	100 mN	10 s, 20 s, 60 s
Sférický	Tavený křemen	100 mN	10 s, 20 s, 60 s
	Titan	100 mN	10 s, 20 s, 60 s, 120 s

Tab. č. 1: Schematické zobrazení experimentálních podmínek.

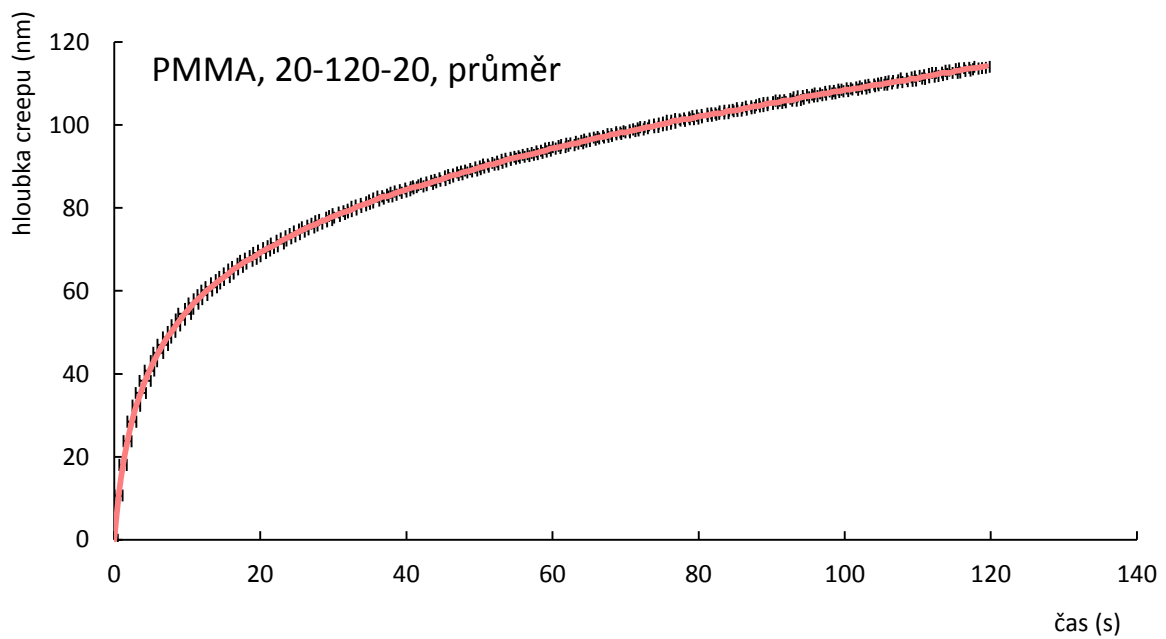
Každé měření bylo opakováno minimálně 5x. Pro příklad je uveden postup vyhodnocování dat pro PMMA a titan, Berkovichův hrot. Na obrázcích č. 19 a 22 je 5 jednotlivých měření. Na obrázku č. 20 a 23 jsou jednotlivá měření pro lepší porovnání v jednom grafu. Z nich se udělala průměrná křivka – obrázek č. 21 a 24. Na obrázcích č. 21 a 24 lze vidět i směrodatné odchylky. Takto získané reprezentativní creepové křivky jsou následně uvažovány v kapitolách 2.4.1 – 2.4.4.



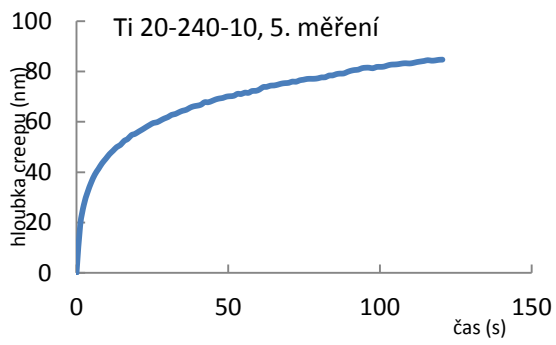
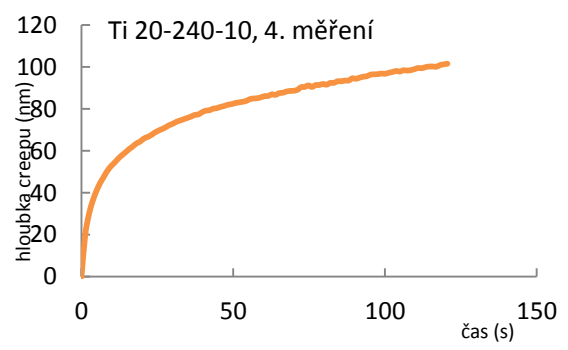
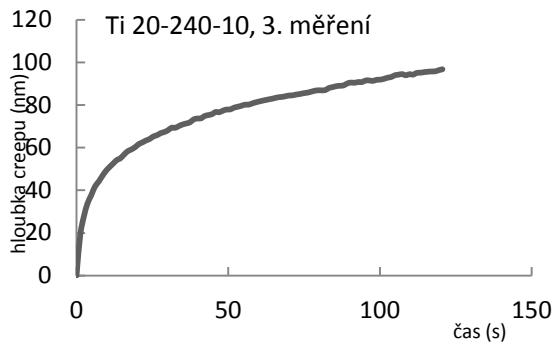
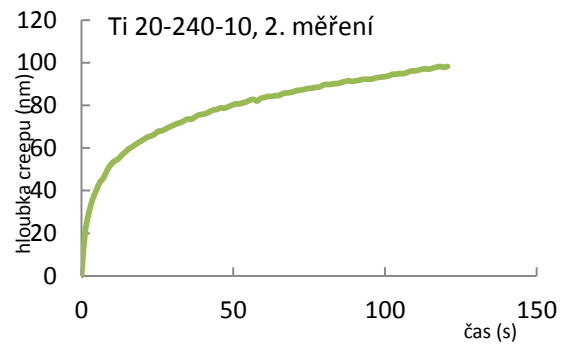
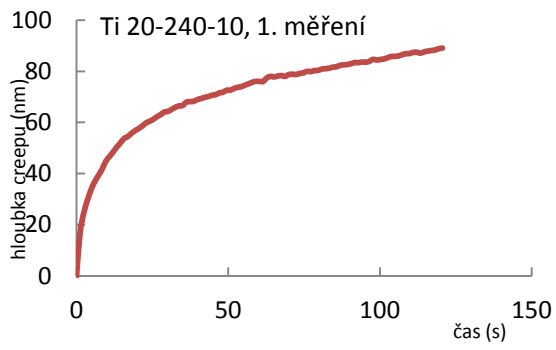
Obr. č. 19: Pět měření PMMA pro Berkovichův hrot, 20-120-20.



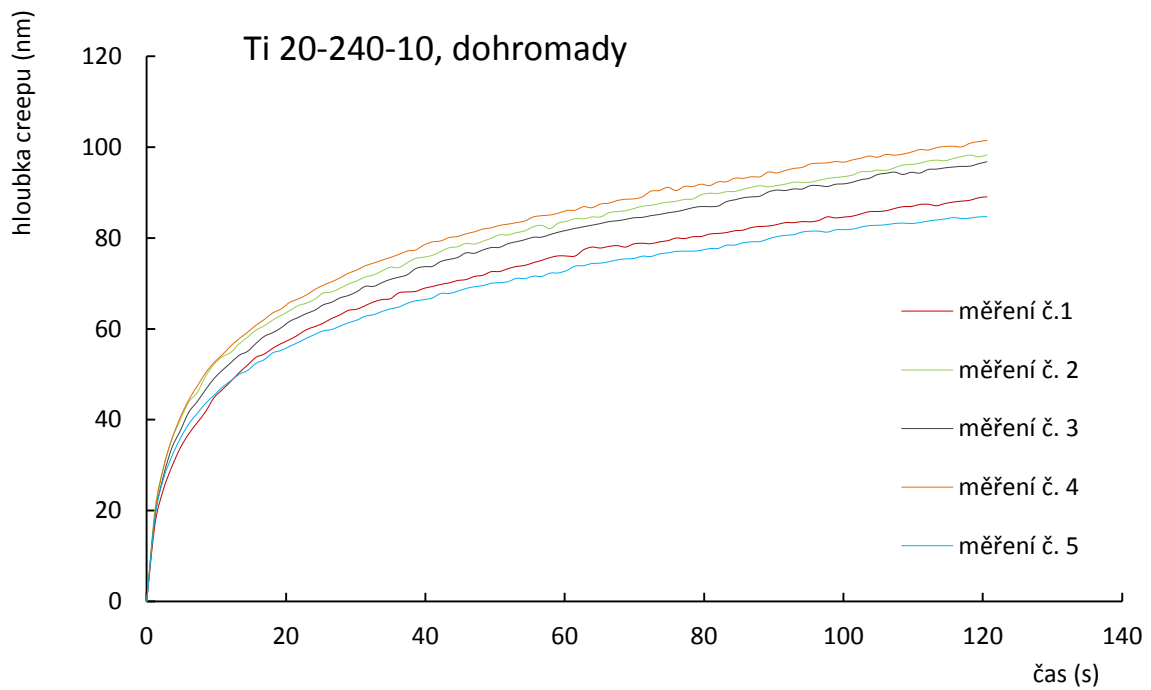
Obr. č. 20: Pět měření PMMA pro Berkovichův hrot dohromady, 20-120-20.



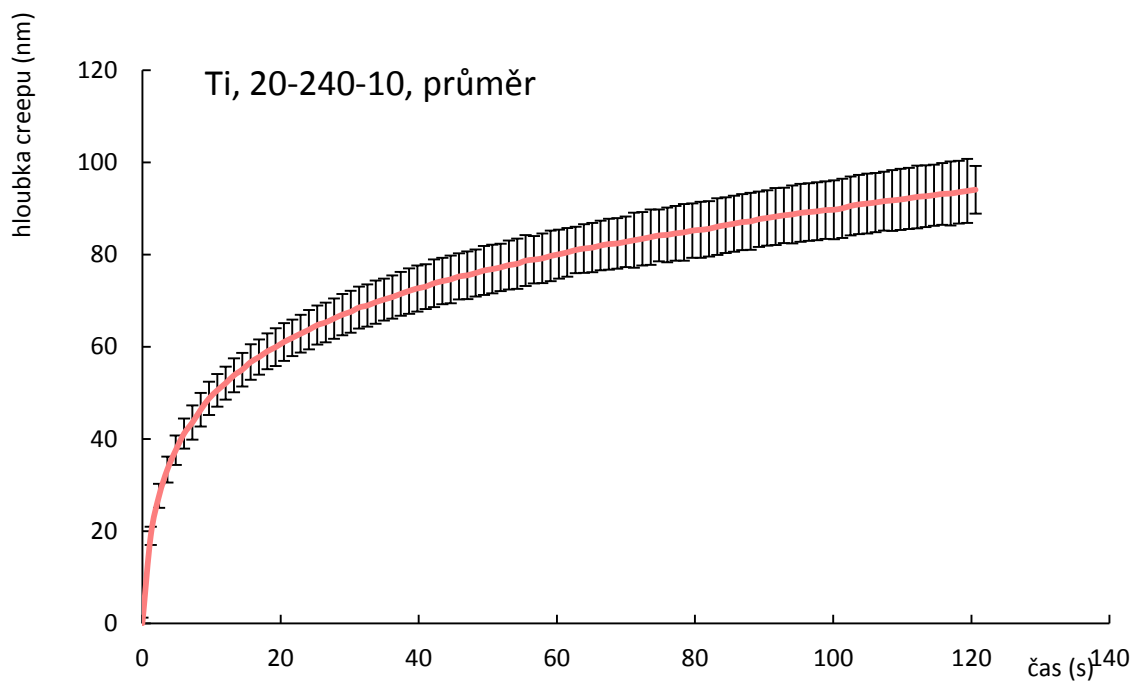
Obr. č. 21: Průměr pěti měření PMMA pro Berkovichův hrot spolu s odchylkami, 20-120-20.



Obr. č. 22: Pět měření titanu pro Berkovichův hrot, 20-120-20.



Obr. č. 23: Pět měření titanu pro Berkovichův hrot dohromady, 20-120-20.



Obr. č. 24: Průměr pěti měření titanu pro Berkovichův hrot spolu s odchylkami, 20-120-20.

2.4. Analýza experimentálních dat

2.4.1. Porovnání materiálů podle doby zatěžování

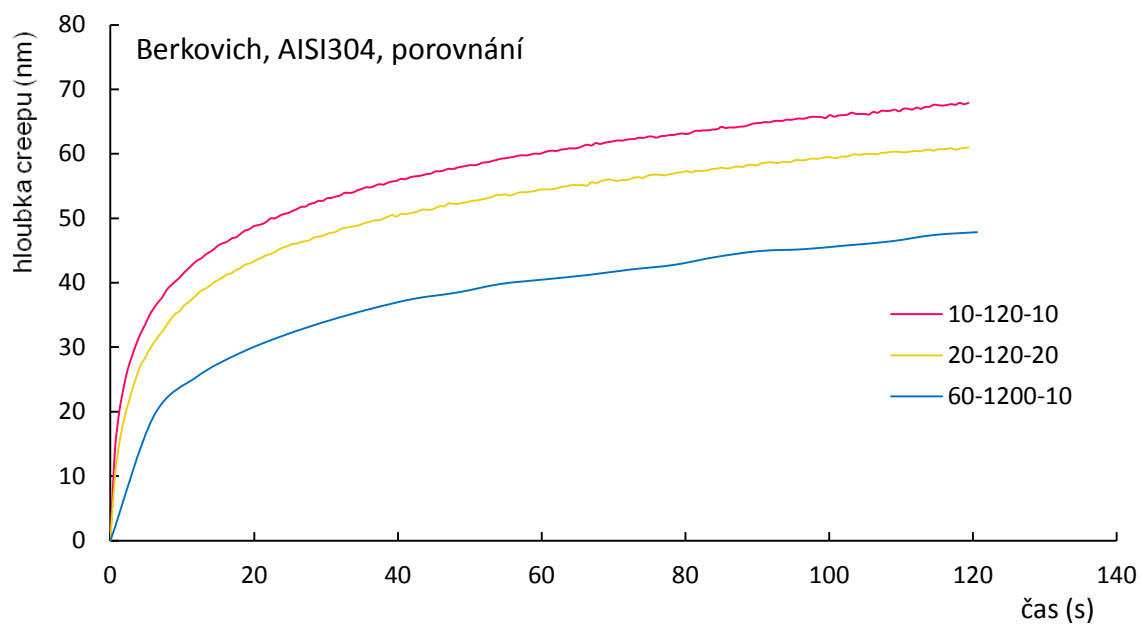
Na obrázcích č. 25 – 29 a č. 32 – 36 jsou zobrazeny creepové křivky, kde je přírůstek hloubky v průběhu aplikace konstantní síly vyneseno v závislosti na čase. V legendách grafů je vždy pracovní označení třemi čísly, např. 10-120-20, což znamená, že zatěžování do maximální hodnoty probíhalo 10 s, následně 120 s byla udržovaná zátěž na maximální hodnotě a za 20 s bylo zatížení zcela odstraněno.

Na obrázcích č. 25 – 29 (Berkovichův indentor) a č. 32 – 36 (sférický indentor) jsou uvedené křivky, které vznikly průměrem minimálně pěti měření. Směrodatné odchylky zde nejsou uvedeny, aby byly grafy přehlednější a lépe vynikla tendence. Obecně směrodatné odchylky byly velice malé.

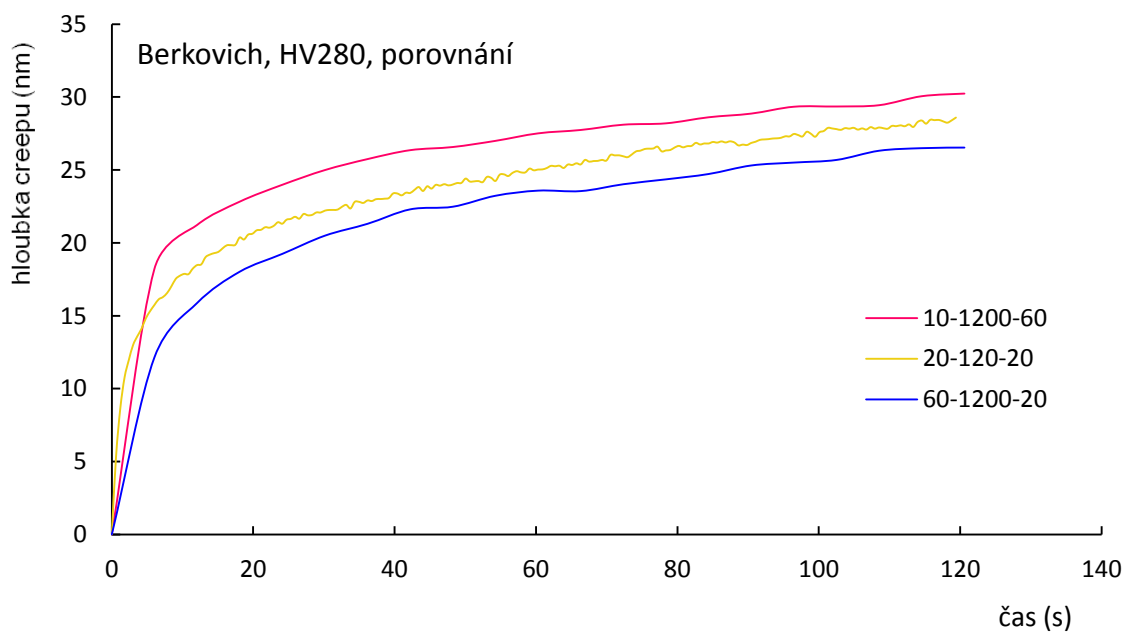
Na všech obrázcích se potvrzuje tendence uvedena Chudobou, Richterem [21], který říká, že čím je pomalejší doba zatěžování, tím bude creepová hloubka menší. Pokud jsme zatěžovali po dobu 10 s, creepová křivka byla nejvyšší, což znamená, že vykazovala největší creep. Pokud jsme zatěžovali po dobu 60 s, creep byl nejmenší a pro 20 s byl creep někde mezi tím. Tato tendence se projevila ve všech grafech, jak pro Berkovichův, tak i pro sférický indentor.

Na obrázcích č. 30 a 31 je zobrazené porovnání reprezentativních creepových křivek různých materiálů pro 10 s a 60 s při použití Berkovichova hrotu. Podobně je tomu na obrázcích č. 37 a 38 pro sférický hrot. Z těchto grafů vyplývá, že nejvíce teče PMMA, pak titan, AISI304, HV280 a nejméně teče tavený křemen. Tato tendence se projevila ve všech grafech, nezávisle na druhu indentoru. Je ale třeba poznamenat, že co se týče porovnání použití druhu indentoru, tak materiály, které byly zatěžovány Berkovichovým hrotem, tekly méně, než materiály zatěžované sférickým hrotem.

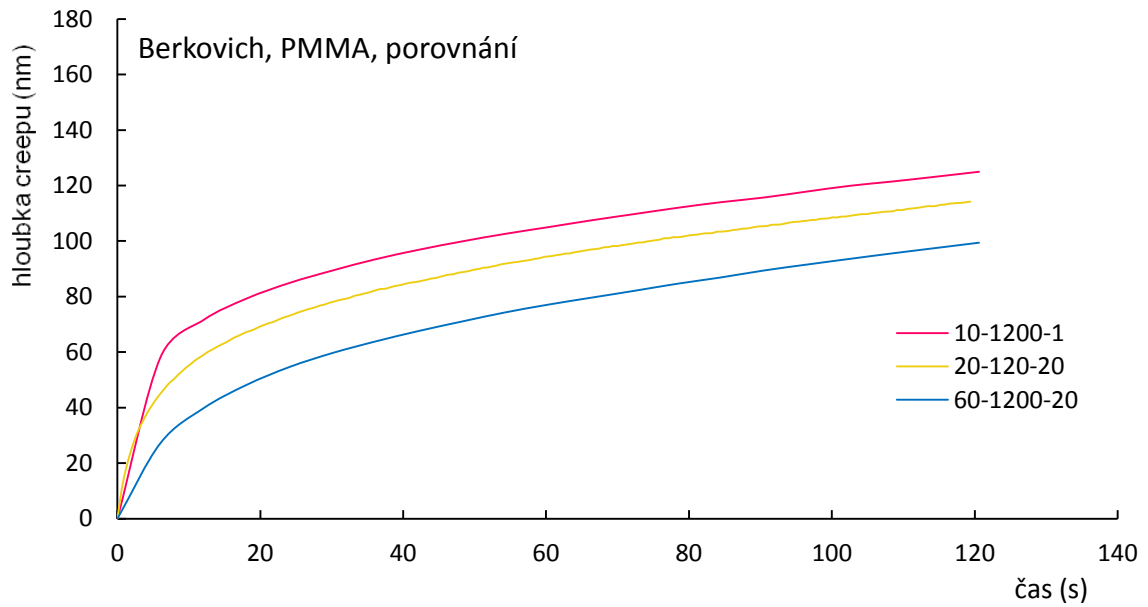
2.4.1.1. Berkovichův hrot



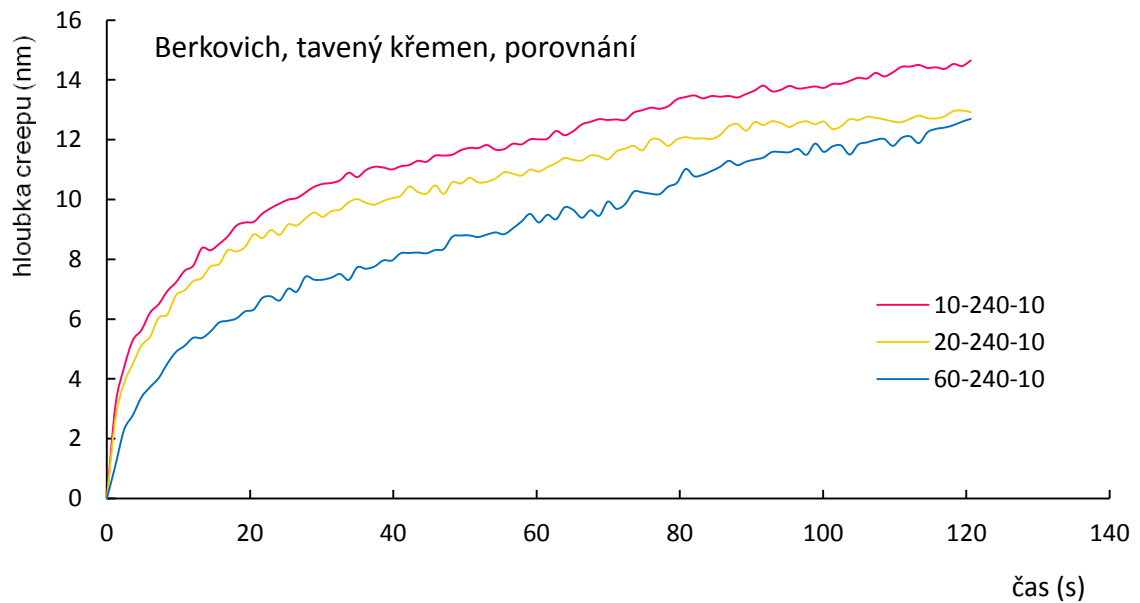
Obr. č. 25: Porovnání creepových křivek pro Berkovichův hrot, ocel AISI304.



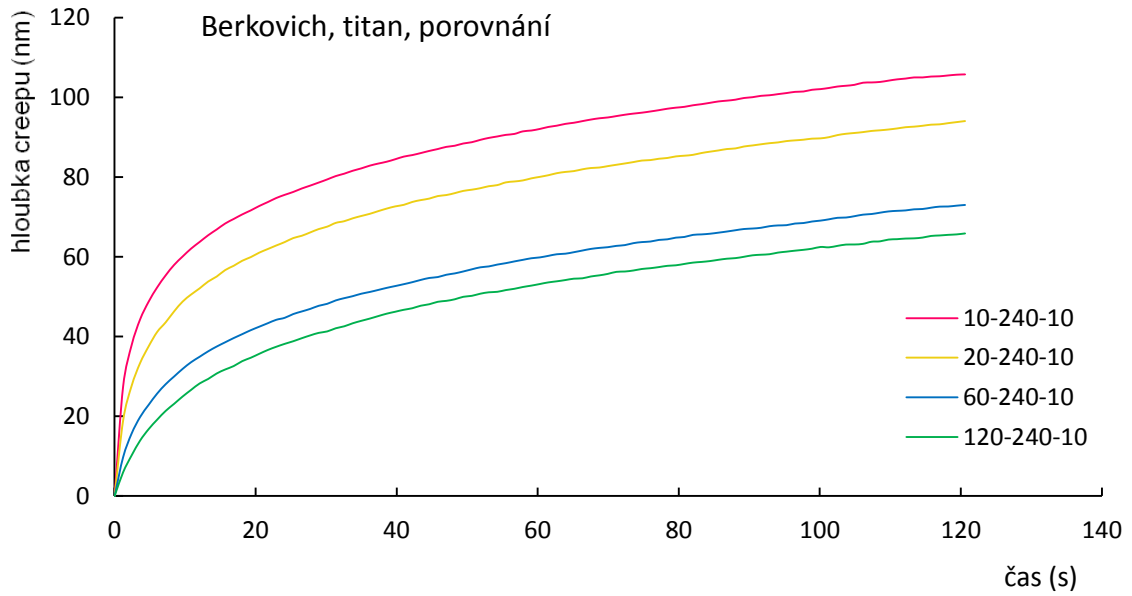
Obr. č. 26: Porovnání creepových křivek pro Berkovichův hrot, ocel HV280.



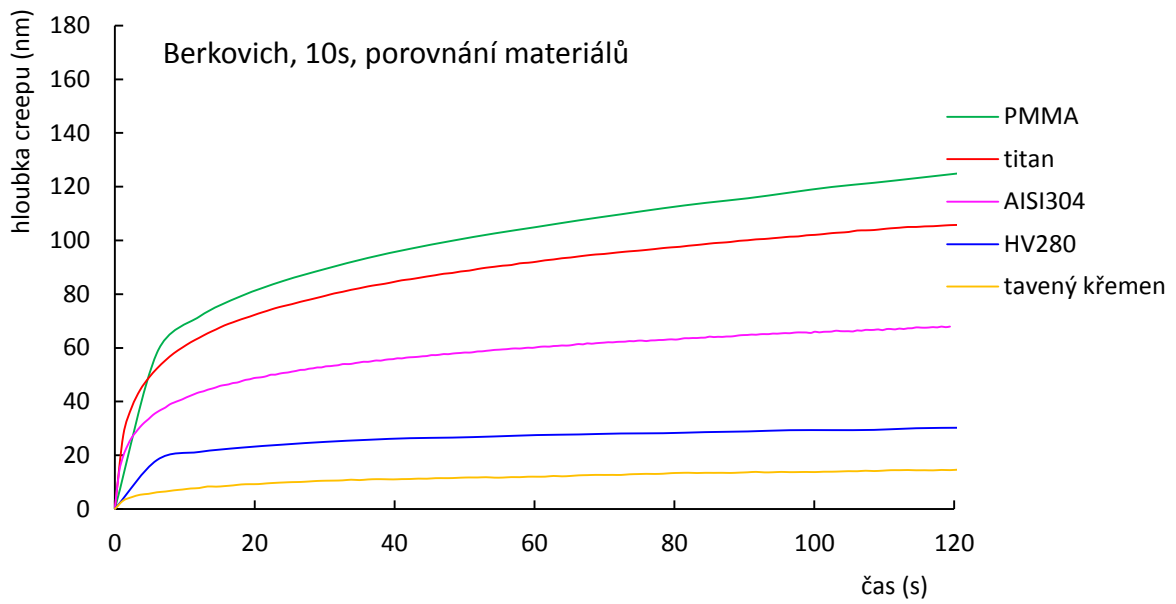
Obr. č. 27: Porovnání creepových křivek pro Berkovichův hrot, PMMA.



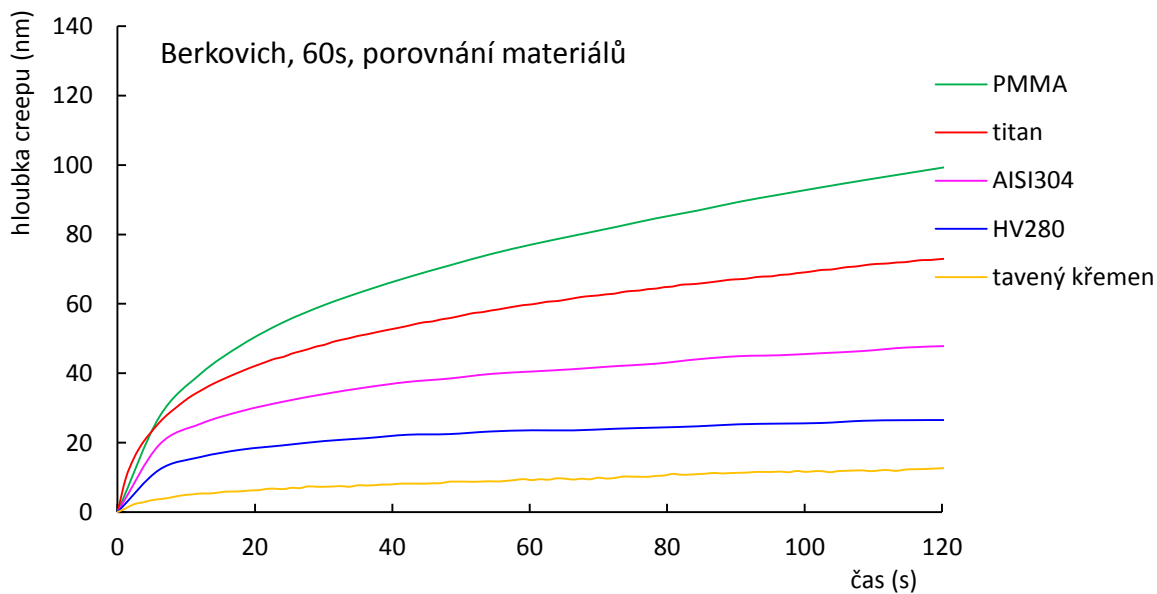
Obr. č. 28: Porovnání creepových křivek pro Berkovichův hrot, tavený křemen.



Obr. č. 29: Porovnání creepových křivek pro Berkovichův hrot, titan.

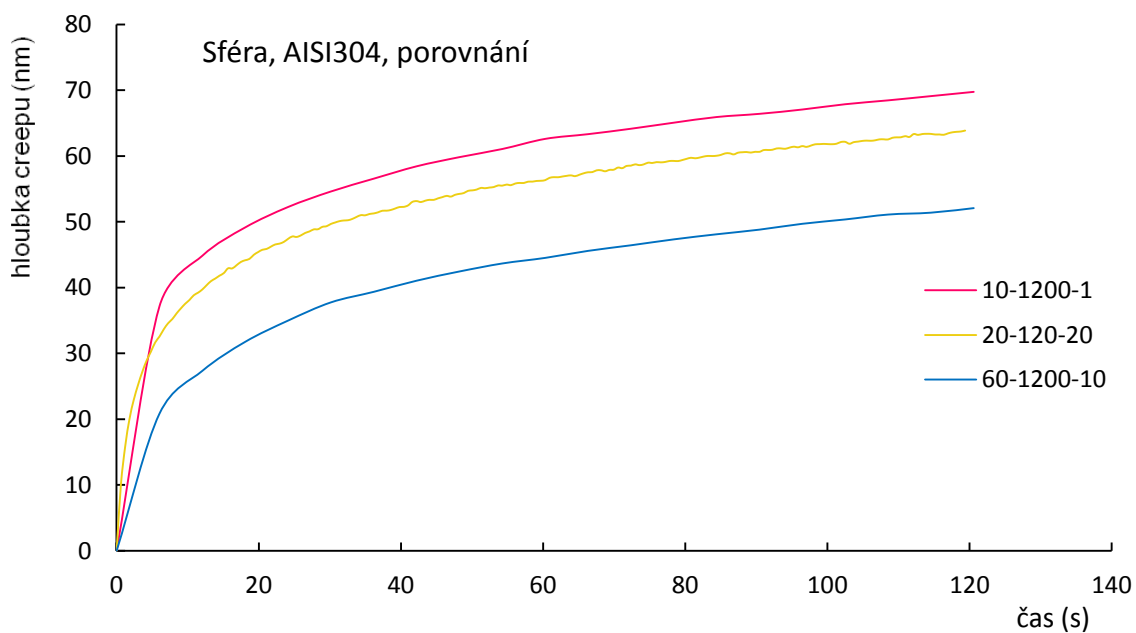


Obr. č. 30: Porovnání creepových křivek pro různé materiály, Berkovichův hrot, 10s zatížení.

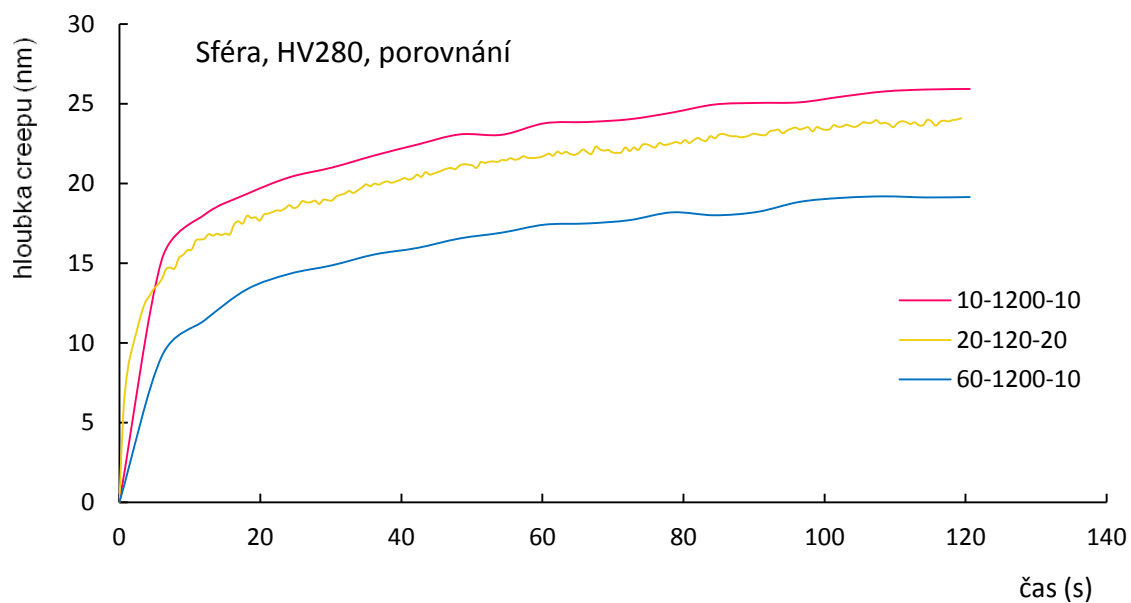


Obr. č. 31: Porovnání creepových křivek pro různé materiály, Berkovichův hrot, 60s zatížení.

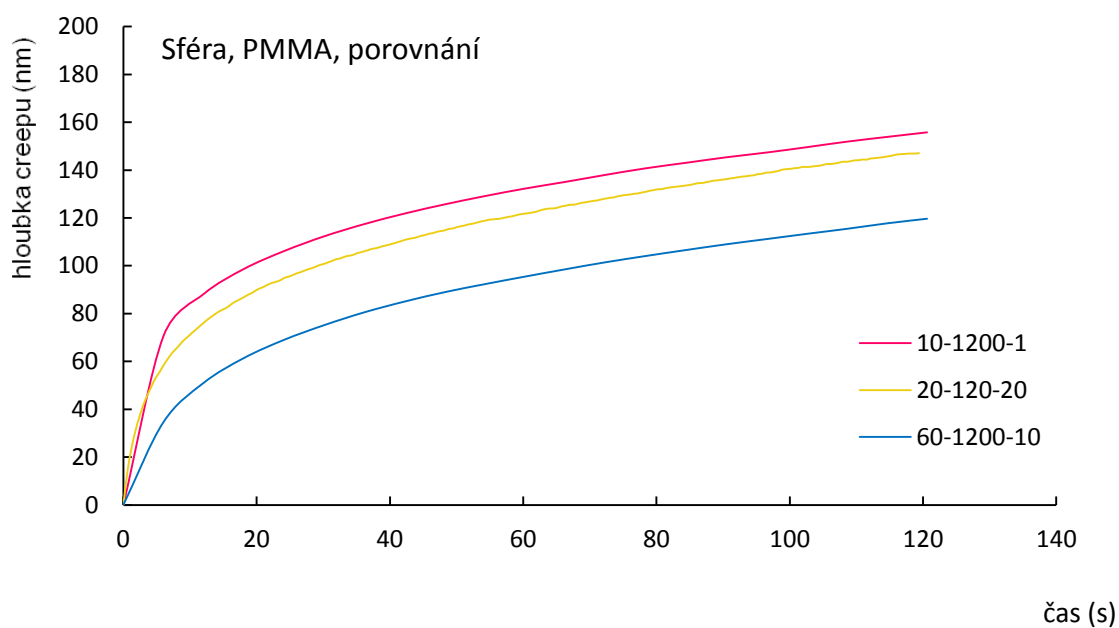
2.4.1.2. Sférický hrot



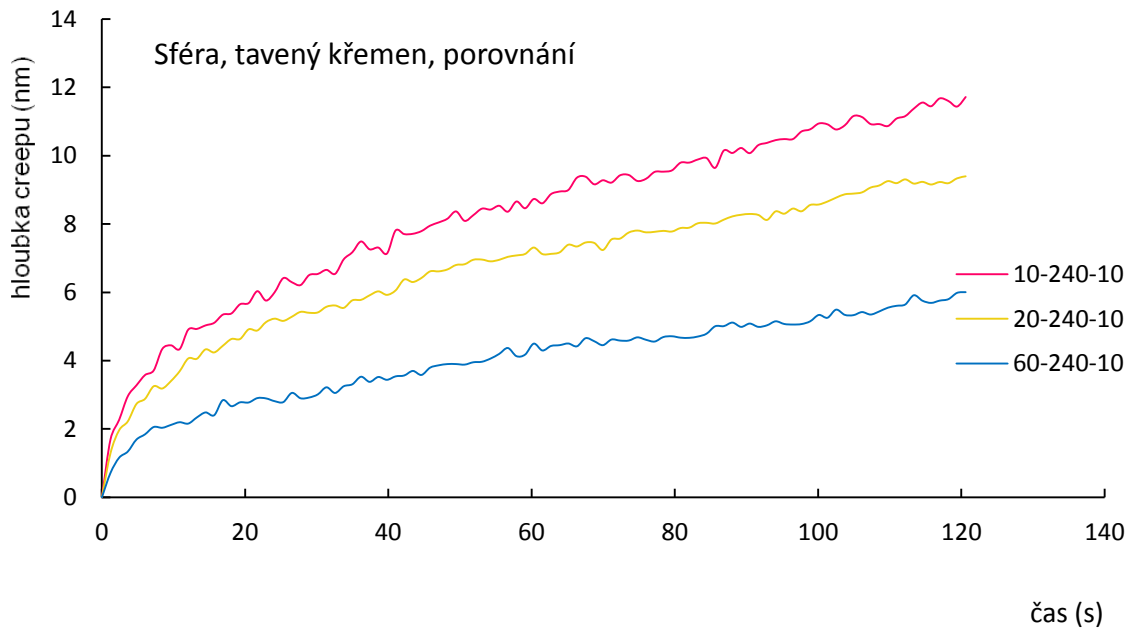
Obr. č. 32: Porovnání creepových křivek pro sférický hrot, ocel AISI 304.



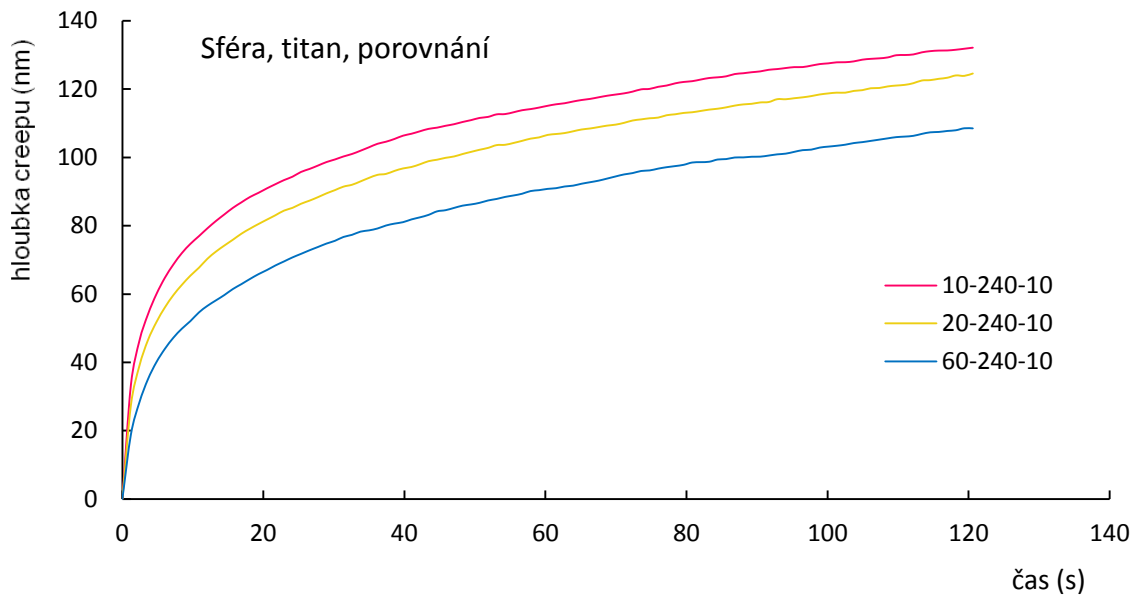
Obr. č. 33: Porovnání creepových křivek pro sférický hrot, ocel HV280.



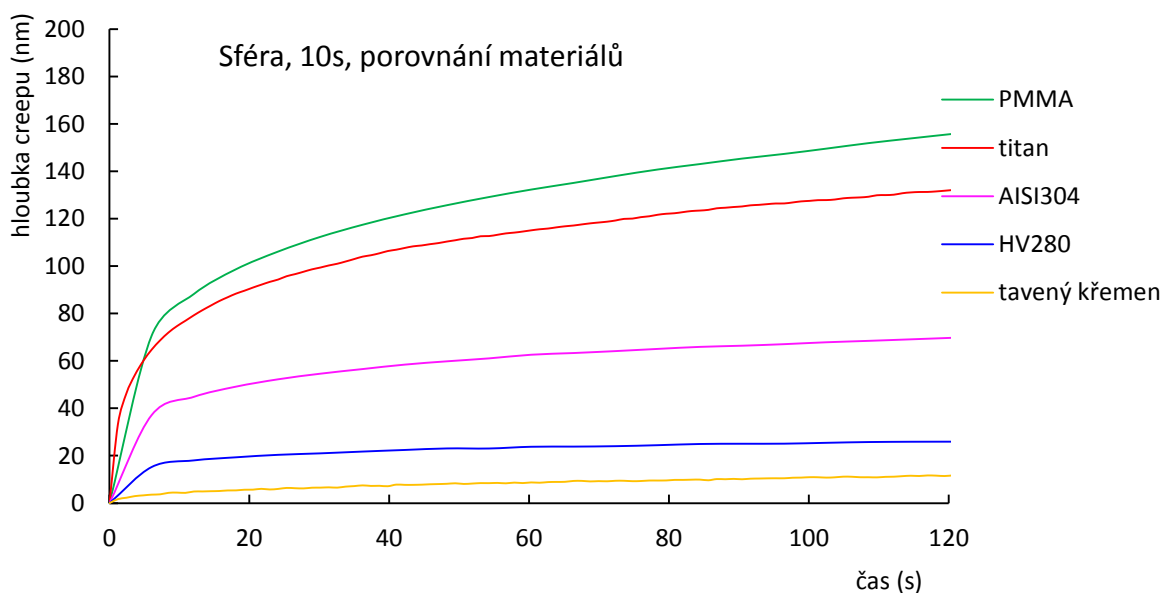
Obr. č. 34: Porovnání creepových křivek pro sférický hrot, PMMA.



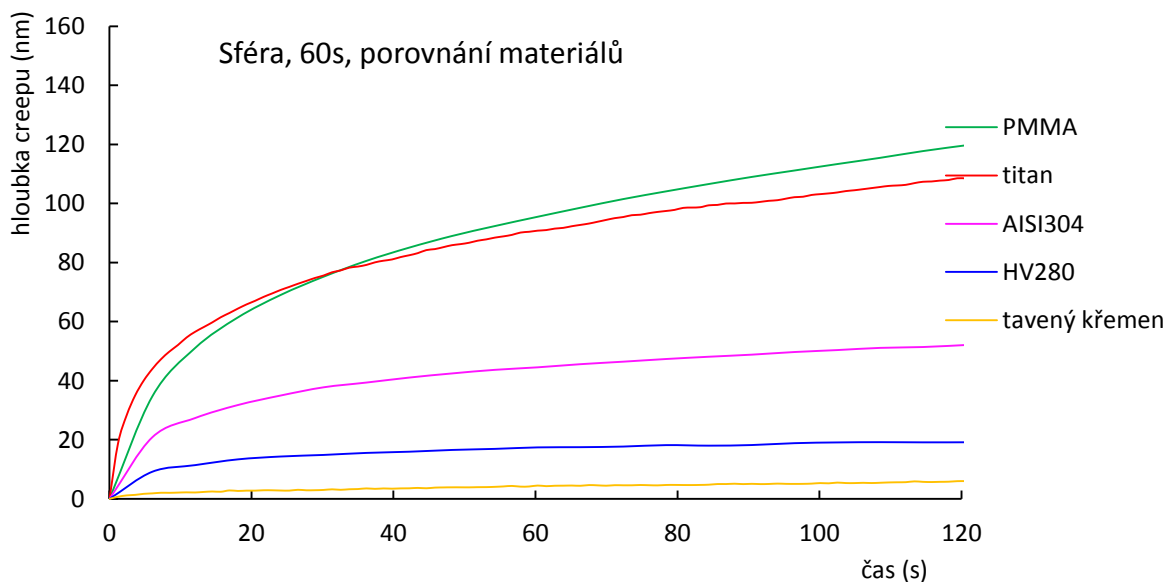
Obr. č. 35: Porovnání creepových křivek pro sférický hrot, tavený křemen.



Obr. č. 36: Porovnání creepových křivek pro sférický hrot, titan.



Obr. č. 37: Porovnání creepových křivek pro různé materiály, sférický hrot, 10s zatížení.



Obr. č. 38: Porovnání creepových křivek pro různé materiály, sférický hrot, 60s zatížení.

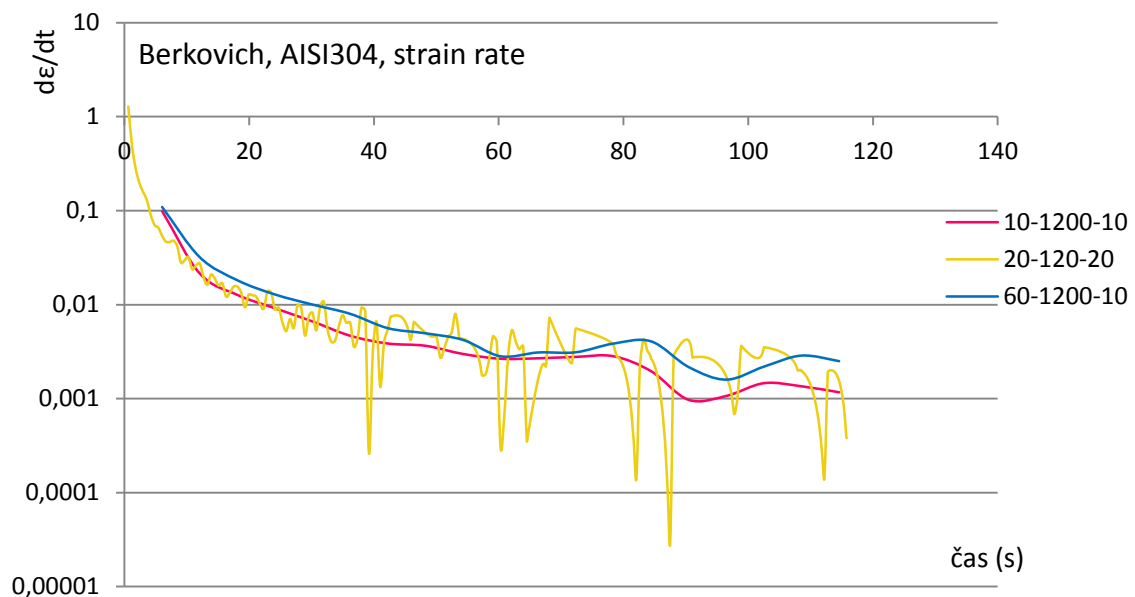
2.4.2. Porovnání materiálů podle rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$

V obrázcích 39 – 43 jsou zobrazeny rychlosti deformace neboli strain rate $\dot{\epsilon}$. Na ose y je použité logaritmické měřítko pro lepší rozlišení rozdílů mezi jednotlivými křivkami. Některé křivky se zdají být roztřepené. Je to z toho důvodu, že přístroj rozděljuje celou dobu měření na 200 hodnot. Je jedno, jak dlouho měření trvá, vždycky dostaneme 200 dat. U křivek, které jsou hladší, se zatěžovalo 1200 s. Tím, že do grafů jsou zaneseny hodnoty jen do 120 s, křivka se skládá z méně naměřených hodnot než roztřepené křivky,

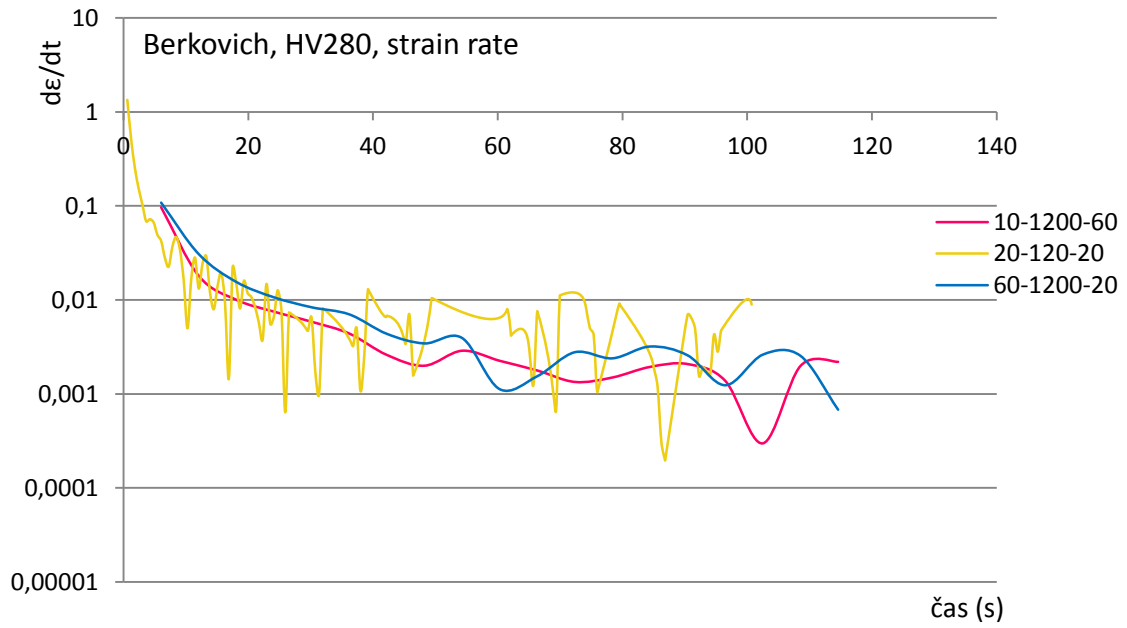
které se měřily po celkovou dobu 120 s. V grafu je tedy pro méně hladké křivky použito všech 200 naměřených dat. Může se zdát, že některé křivky nezačínají od nulové hodnoty. Je tomu proto, že měření, která probíhala původně 1200 s, mají do 120 s méně dat a výpočet rychlosti deformace je možný vždy až od druhé časové hodnoty. Jelikož první naměřený časový údaj je t_1 , ze vzorce (33) vyplývá, že první výpočet rychlosti deformace je:

$$\dot{\epsilon}_2 = \frac{1}{h_2} \frac{h_3 - h_1}{t_3 - t_1}. \quad (34)$$

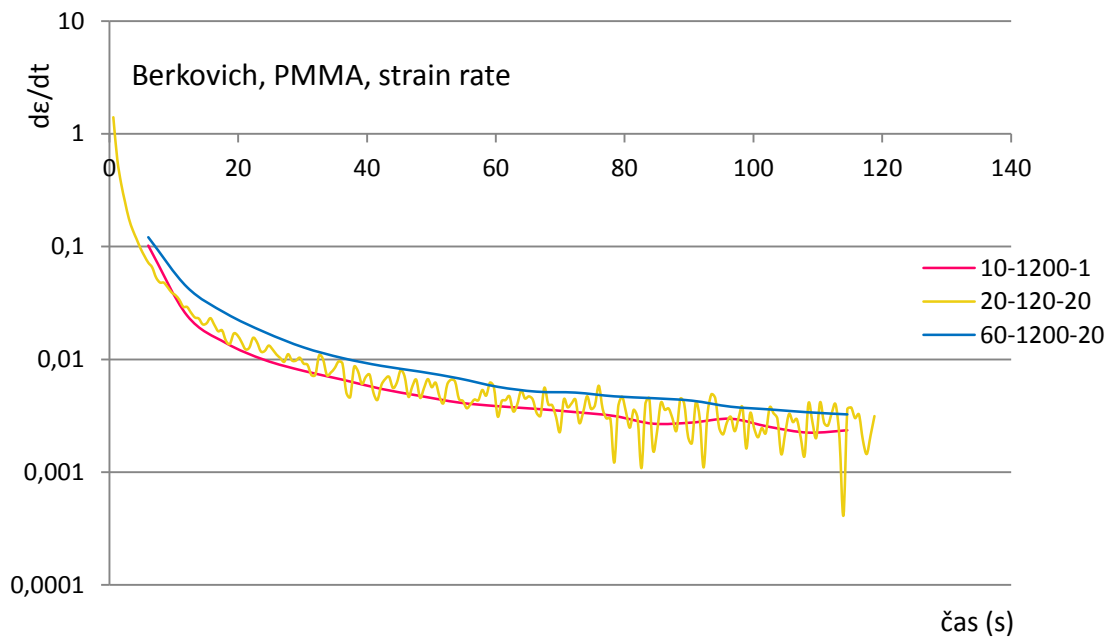
Nebyl pozorován významnější vliv doby zatěžování na rychlosti deformace.



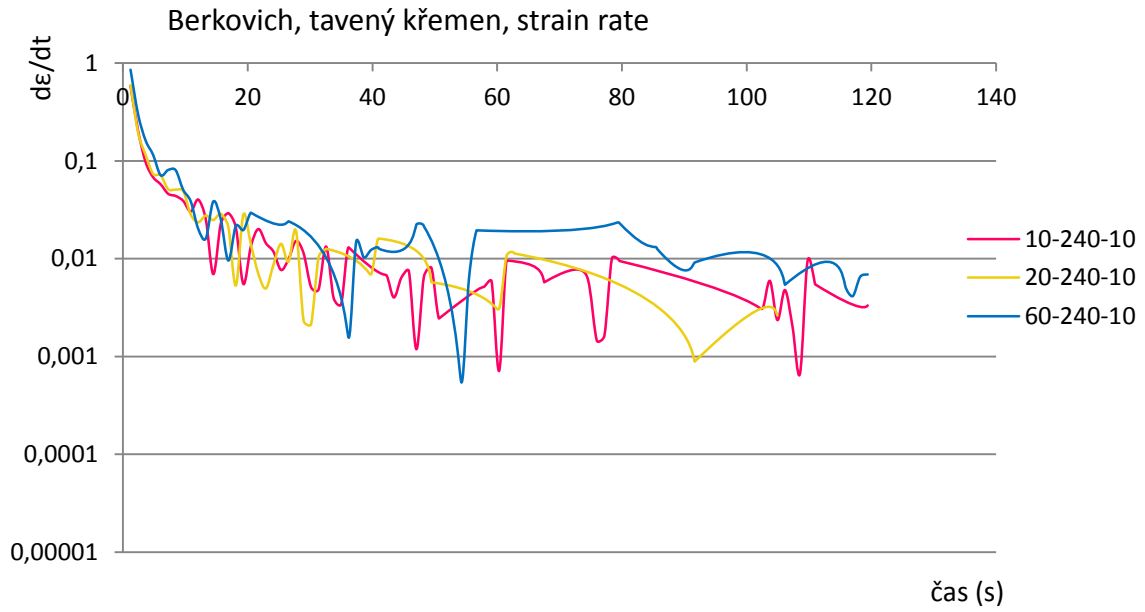
Obr. č. 39: Strain rate pro Berkovichův hrot, ocel AISI304.



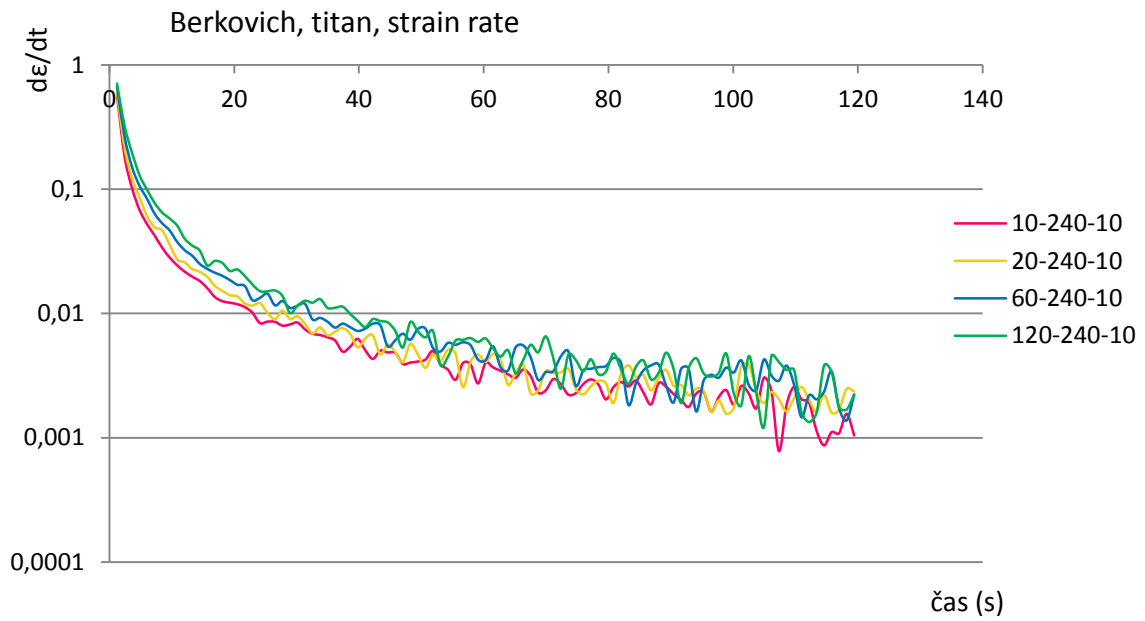
Obr. č. 40: Strain rate pro Berkovichův hrot, ocel HV280.



Obr. č. 41: Strain rate pro Berkovichův hrot, PMMA.



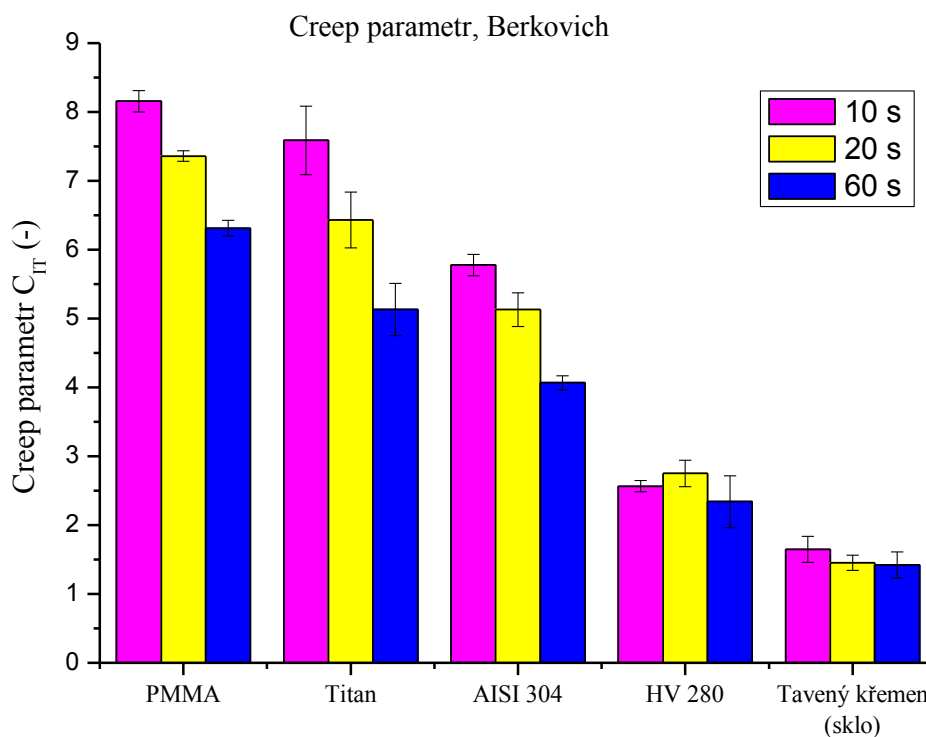
Obr. č. 42: Strain rate pro Berkovichův hrot, tavený křemen.



Obr. č. 43: Strain rate pro Berkovichův hrot, titan.

2.4.3. Creepový parametr C_{IT}

Creepový parametr C_{IT} se vypočítá ze vzorce (31). K výpočtu byly použity úplně stejné křivky, jako jsou uvedeny v kapitole 2.4.1. K výpočtu byl vždy použitý celkový čas zatížení 120 s. Výsledky jsou uvedeny v tabulkách 2 – 5. Z obrázků 44 a 45 lze vidět stejný trend jako v porovnání creepových křivek. Největší parametr C_{IT} , neboli nejvíce teče PMMA, pak titan, AISI304, HV280 a tavený křemík. Co se týče druhů indentorů, tak ty nemají na tento trend vliv. Stejně tak trend neovlivňuje rychlost zatěžování. Rychlost zatěžování má ale vliv na velikost parametru C_{IT} v rámci daného materiálu. Z obrázků lze vidět, že čím je doba zatěžování kratší, tím větší je creepový parametr a naopak. Stejný princip platí jak pro Berkovichův tak pro sférický hrot.



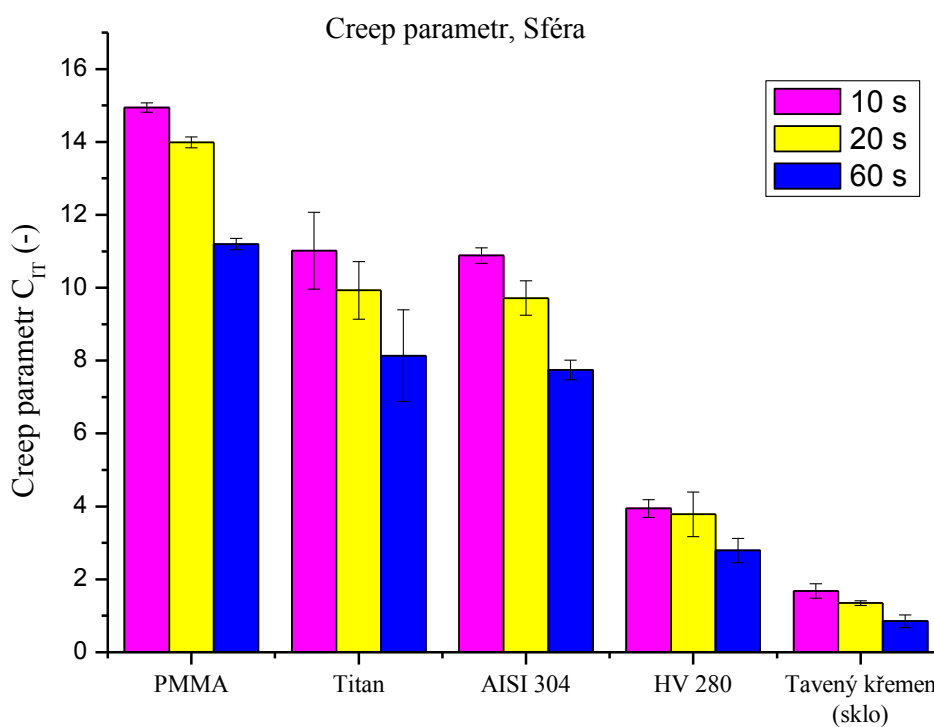
Obr. č. 44: Creep parametr C_{IT} pro Berkovichův hrot.

Berkovich	$C_{IT} 0,1/10/120$	$C_{IT} 0,1/20/120$	$C_{IT} 0,1/60/120$
Titan	$7,59 \pm 0,50$	$6,43 \pm 0,41$	$5,13 \pm 0,38$
AISI 304	$5,78 \pm 0,16$	$5,13 \pm 0,25$	$4,07 \pm 0,10$
HV 280	$2,57 \pm 0,08$	$2,75 \pm 0,19$	$2,34 \pm 0,38$
Tavený křemen	$1,65 \pm 0,19$	$1,45 \pm 0,11$	$1,42 \pm 0,19$

Tab. č. 2: Hodnoty creepového parametru C_{IT} pro Berkovichův hrot.

Berkovich	$C_{IT} 0,01/10/120$	$C_{IT} 0,01/10/120$	$C_{IT} 0,01/10/120$
PMMA	$8,16 \pm 0,16$	$7,36 \pm 0,08$	$6,31 \pm 0,12$

Tab. č. 3: Hodnoty creepového parametru C_{IT} pro Berkovichův hrot.



Obr. č. 45: Creep parametr C_{IT} pro sférický hrot.

Sféra	$C_{IT} 0,1/10/120$	$C_{IT} 0,1/20/120$	$C_{IT} 0,1/60/120$
Titan	$11,01 \pm 1,05$	$9,93 \pm 0,79$	$8,14 \pm 1,26$
AISI 304	$10,88 \pm 0,21$	$9,72 \pm 0,48$	$7,75 \pm 0,27$
HV 280	$3,95 \pm 0,24$	$3,79 \pm 0,61$	$2,79 \pm 0,33$
Tavený křemen	$1,68 \pm 0,20$	$1,35 \pm 0,07$	$0,85 \pm 0,17$

Tab. č. 4: Hodnoty creepového parametru C_{IT} pro sférický hrot.

Sféra	$C_{IT} 0,01/10/120$	$C_{IT} 0,01/10/120$	$C_{IT} 0,01/10/120$
PMMA	$14,94 \pm 0,13$	$13,99 \pm 0,15$	$11,20 \pm 0,15$

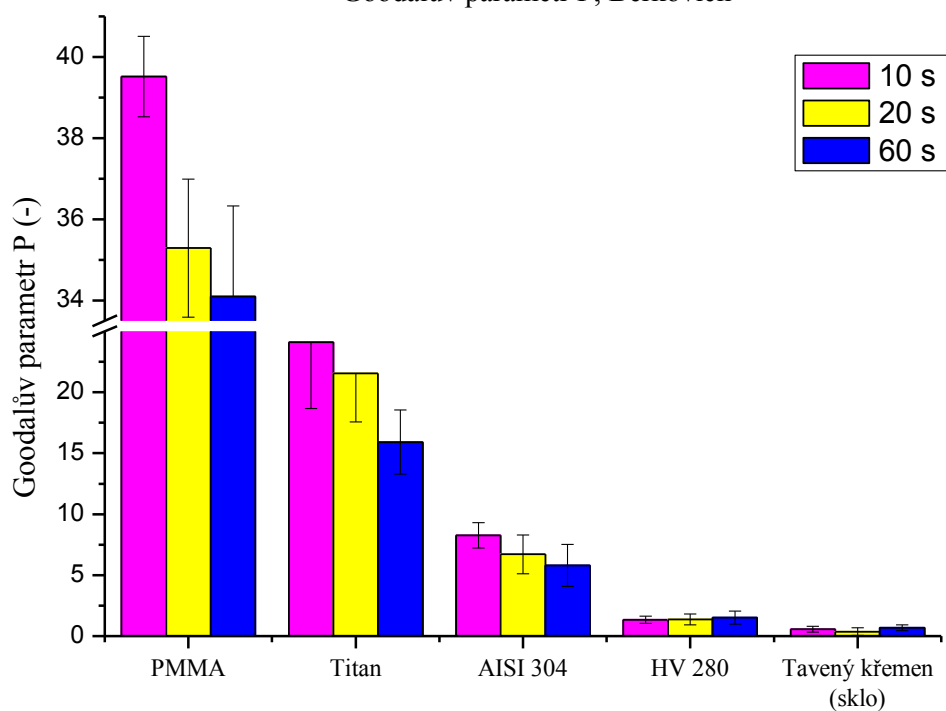
Tab. č. 5: Hodnoty creepového parametru C_{IT} pro sférický hrot.

2.4.4. Goodallův parametr P

Na níže uvedených obrázcích č. 46 (pro Berkovichův indentor) a č. 47 (pro sférický indentor) jsou zobrazeny vypočítané Goodallové parametry včetně jejich odchylek. Vždy je použito třídění podle druhu materiálu a podle doby zatěžování. Samotné zatížení trvalo vždy 120 s. Dále v tabulkách č. 6 a 7 jsou uvedené vypočítané hodnoty parametru P .

Goodallův parametr se vypočítá podle vzorce 32. Při výpočtu směrníc křivek byly použity nejlineárnější části křivek, v našem případě v časovém rozmezí 60 s – 120 s. Opět byla potvrzena tendence v tečení materiálů. Stejně jako při použití parametru C_{IT} nejvíce teklo PMMA, pak titan, AISI304, HV280 a nejméně tavený křemen. Doba zatěžování má vliv na velikost parametru P v rámci jednoho materiálu. Čím je doba zatěžování menší, tím je parametr P větší a naopak. Na tendenci nemá vliv druh indentoru ani doba zatěžování.

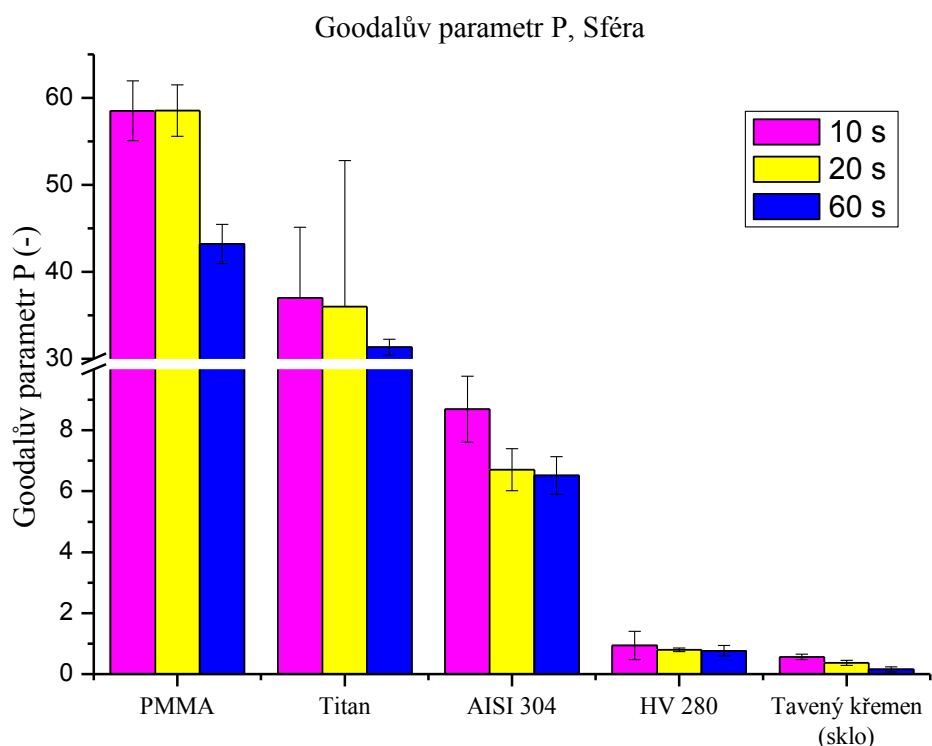
Goodalův parametr P, Berkovich



Obr. č. 46: Hodnoty Goodallového parametru P pro Berkovichův hrot.

Berkovich	10 s	20 s	60 s
PMMA	39,52 ± 0,99	35,29 ± 1,70	34,10 ± 2,23
Titan	24,12 ± 5,46	21,54 ± 3,99	15,92 ± 2,64
AISI 304	8,26 ± 1,04	6,71 ± 1,59	5,79 ± 1,73
HV 280	1,33 ± 0,29	1,37 ± 0,46	1,51 ± 0,53
Tavený křemen	0,57 ± 0,24	0,37 ± 0,31	0,69 ± 0,24

Tab. č. 6: Hodnoty Goodallového parametru P pro Berkovichův hrot.



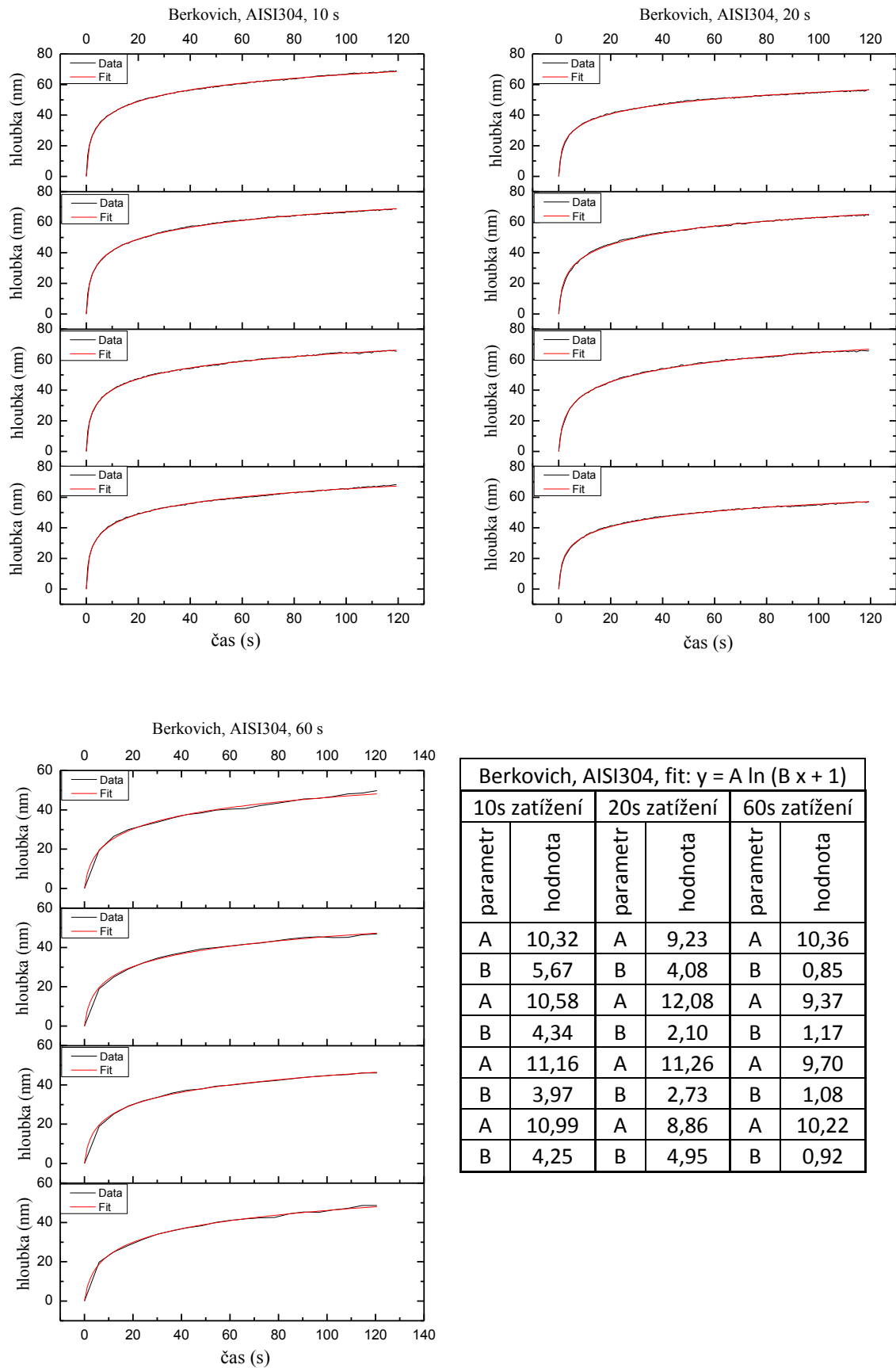
Obr. č. 47: Goodallův parametr P pro sférický hrot.

Sféra	10 s	20 s	60 s
PMMA	58,52 ± 3,44	58,55 ± 2,97	43,20 ± 2,24
Titan	36,99 ± 8,14	36,00 ± 16,79	31,35 ± 0,92
AISI 304	8,69 ± 1,08	6,71 ± 0,69	6,52 ± 0,62
HV 280	0,94 ± 0,46	0,80 ± 0,06	0,77 ± 0,17
Tavený křemen	0,56 ± 0,09	0,37 ± 0,09	0,15 ± 0,08

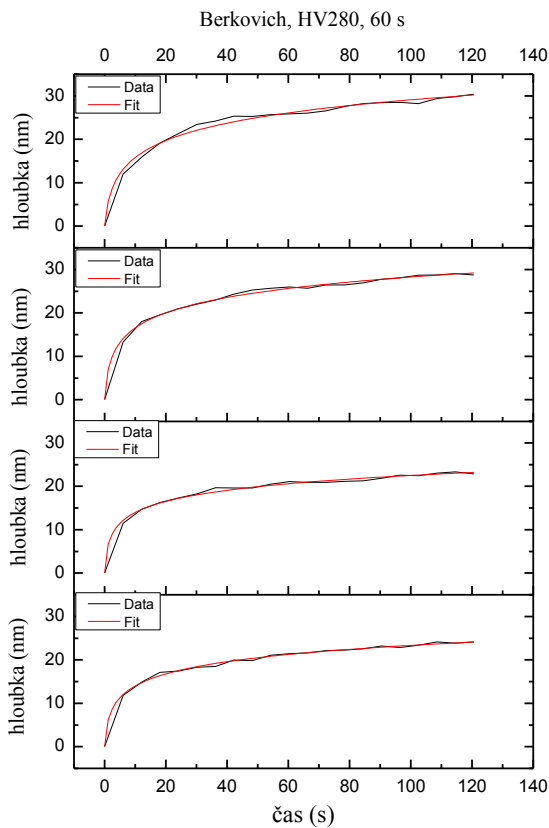
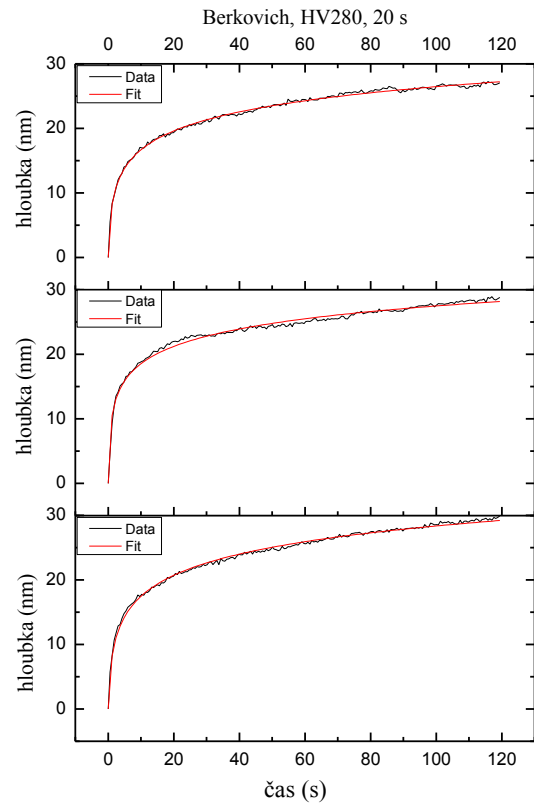
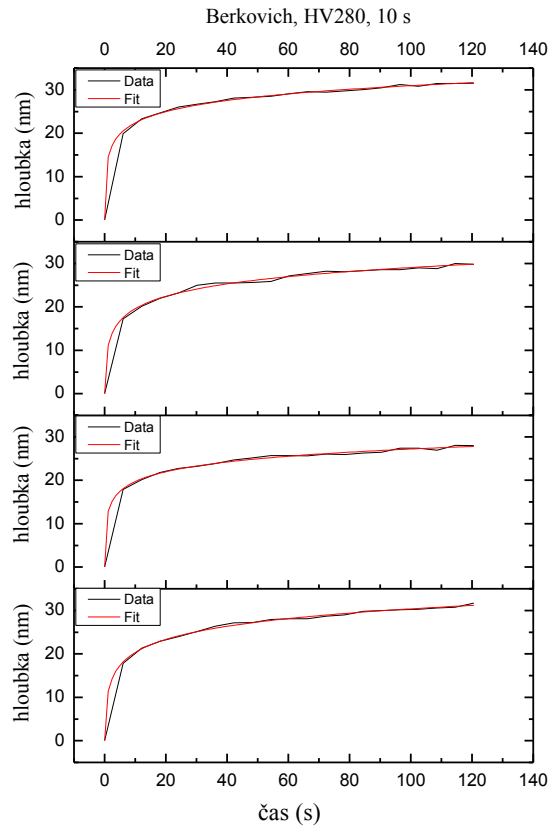
Tab. č. 7: Hodnoty Goodallového parametru P pro sférický hrot.

2.4.5. Logaritmický fit

V obrázcích č. 48 – 57 jsou zobrazeny logaritmické fity podle vzorce (30) vždy pro každý hrot všech 5 materiálů a také pro různé časy aplikace zátěže – 10 s, 20 s a 60 s. Dále jsou v obrázcích uvedeny vypočítané hodnoty naitovaných parametrů. V obrázcích 58 – 61 je zobrazeno přehledné porovnání parametrů podle druhu indentoru a druhu parametru. Jak je vidět, parametry A a B jsou různé pro odlišné materiály a nebyla pozorovaná žádná tendence. Pro 10s zatěžování oceli HV280 byly pro sférický i Berkovichův hrot vyřazeny 2 naitované parametry B. V těchto případech nám fit dal extrémní hodnoty a v grafech nejsou započítány.

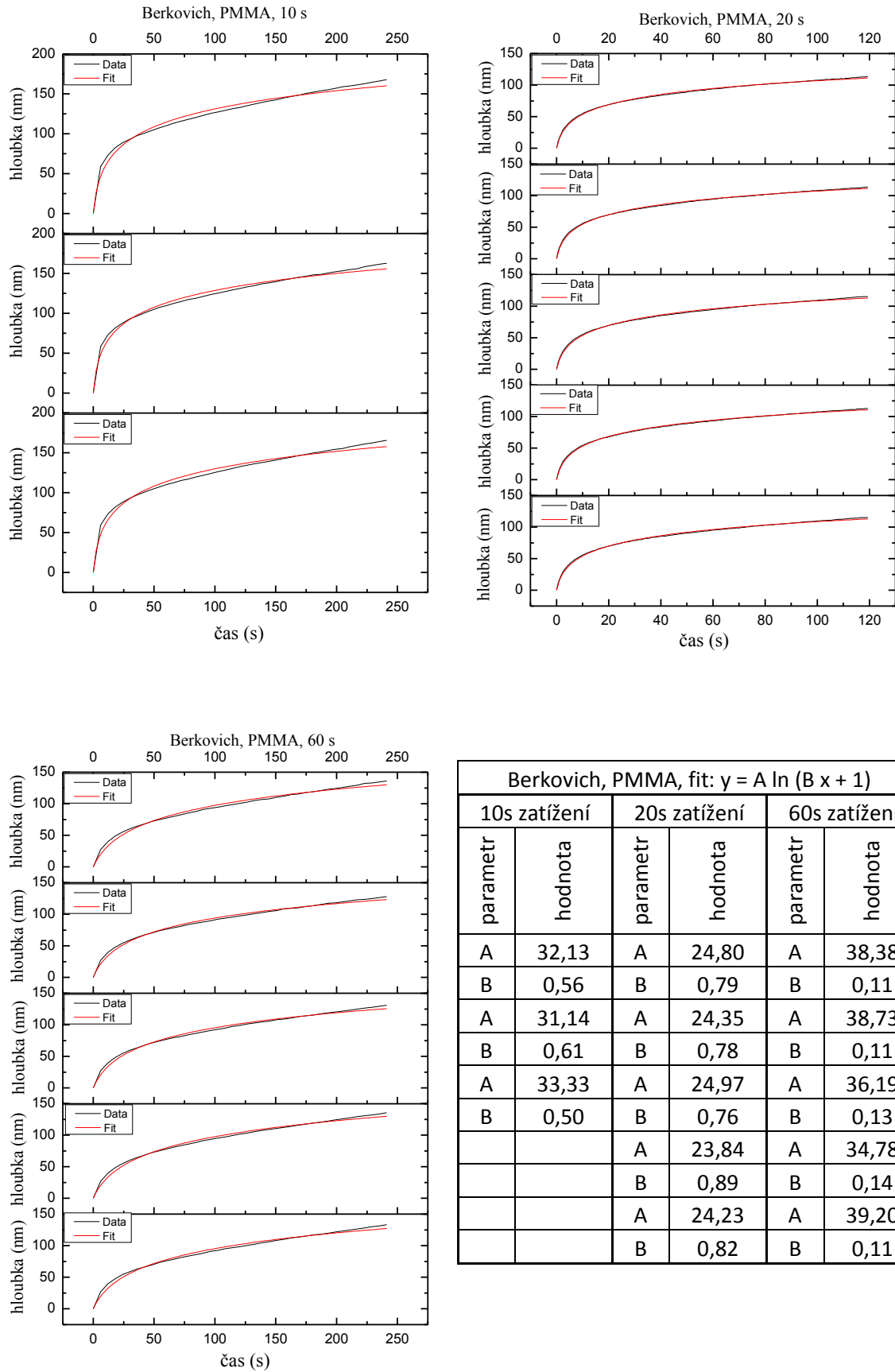


Obr. č 48: Logaritmičský fit pro Berkovichův hrot, ocel AISI304 a vypočítané hodnoty parametrů.

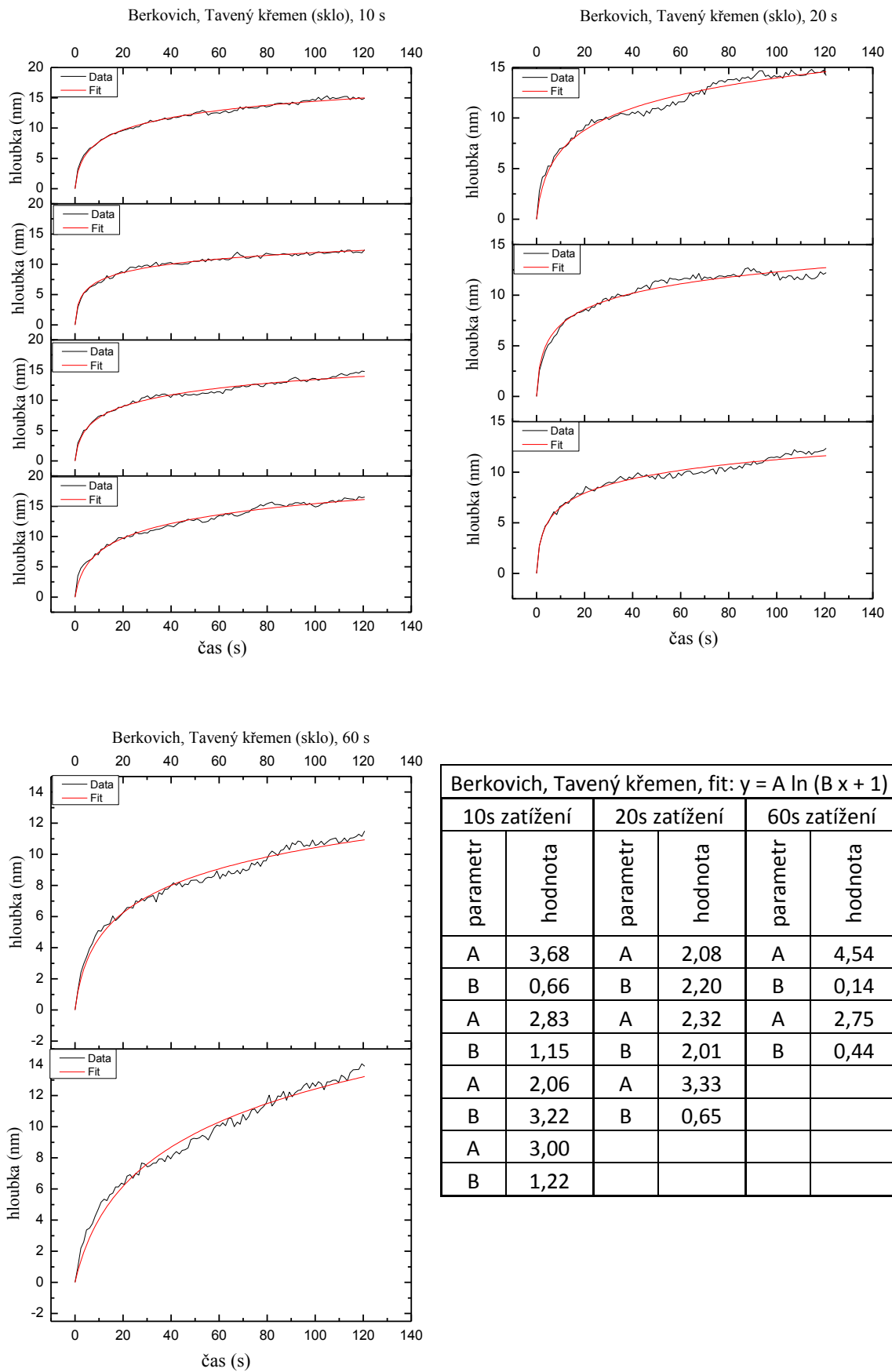


Berkovich, HV280, fit: $y = A \ln(Bx + 1)$					
10s zatížení		20s zatížení		60s zatížení	
parametr	hodnota	parametr	hodnota	parametr	hodnota
A	4,38	A	4,78	A	4,11
B	10,22	B	3,75	B	2,90
A	3,26	A	3,90	A	3,74
B	42,21	B	11,45	B	4,07
A	4,13	A	4,28	A	5,17
B	11,35	B	4,83	B	2,37
A	3,73			A	5,94
B	40,58			B	1,33

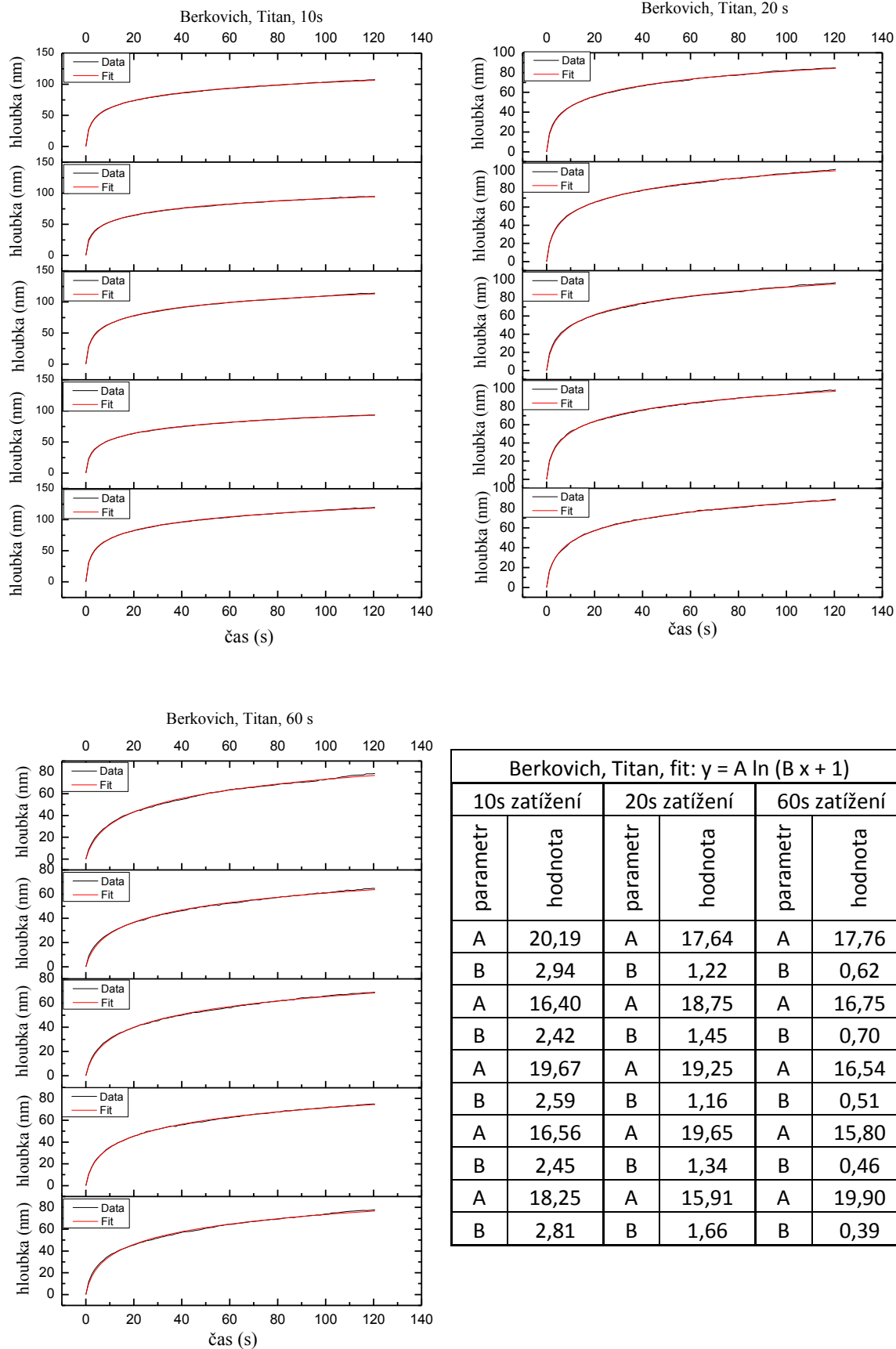
Obr. č 49: Logaritmický fit pro Berkovichův hrot, ocel HV280 a vypočítané hodnoty parametrů.



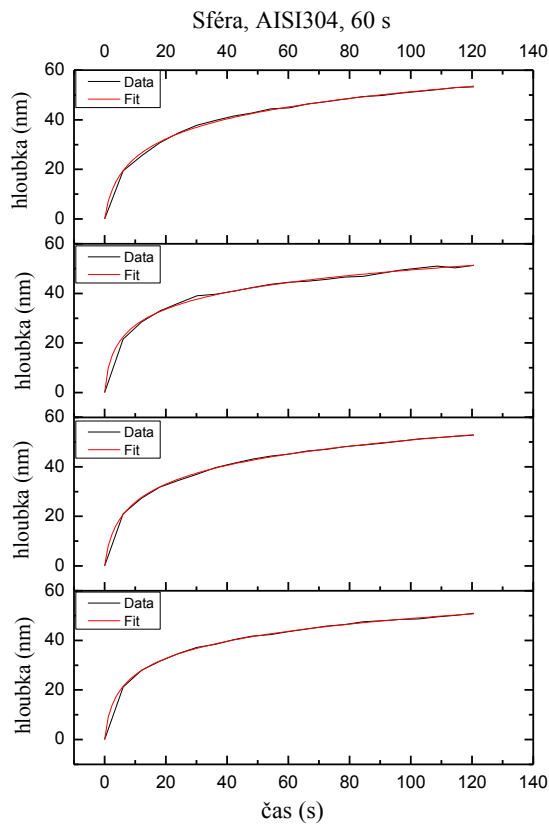
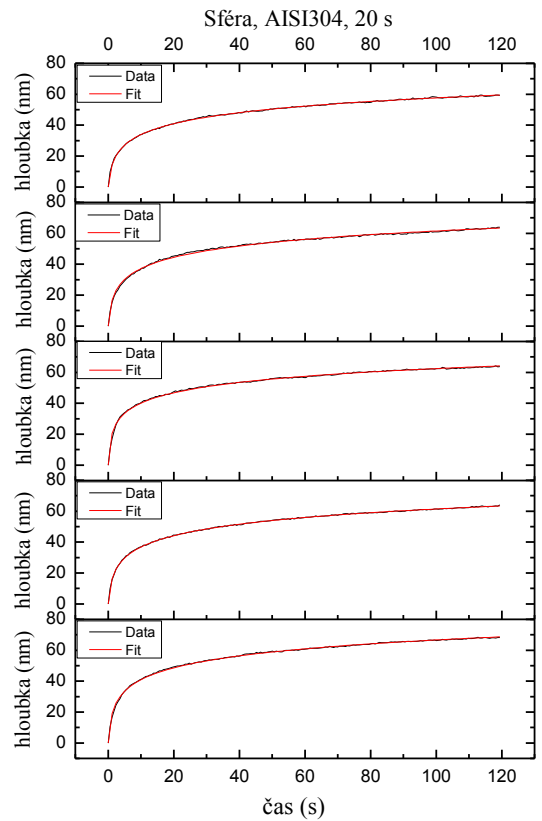
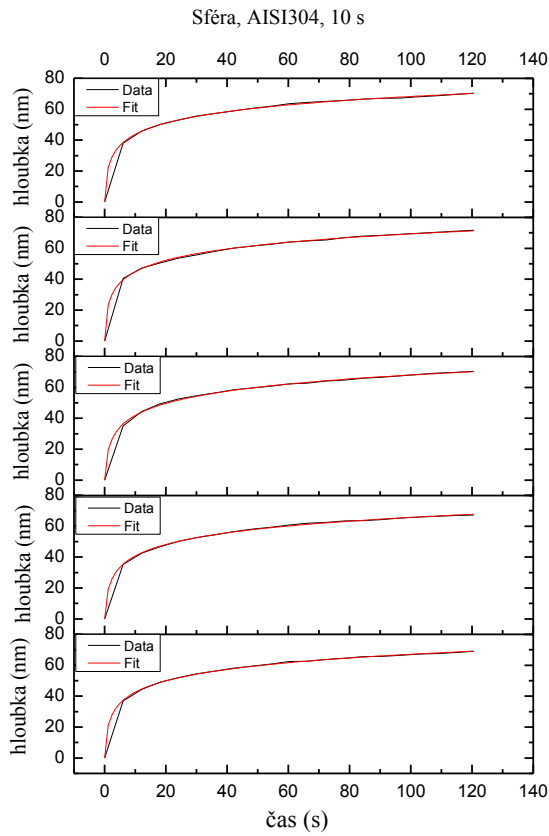
Obr. č 50: Logaritmičský fit pro Berkovichův hrot, PMMA a vypočítané hodnoty parametrů.



Obr. č 51: Logaritmický fit pro Berkovichův hrot, tavený křemen a vypočítané hodnoty parametrů.



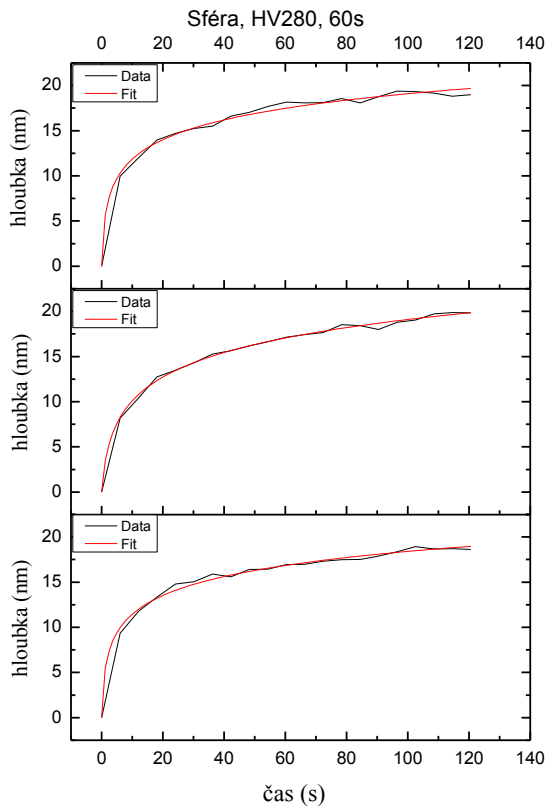
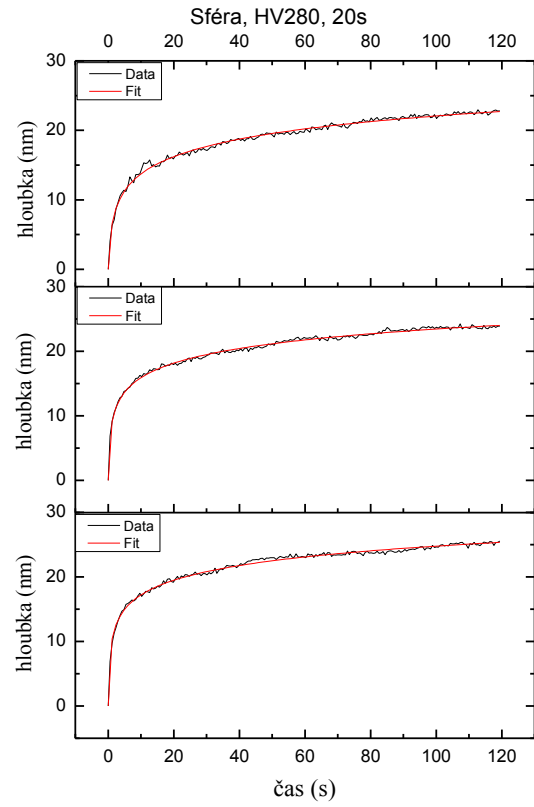
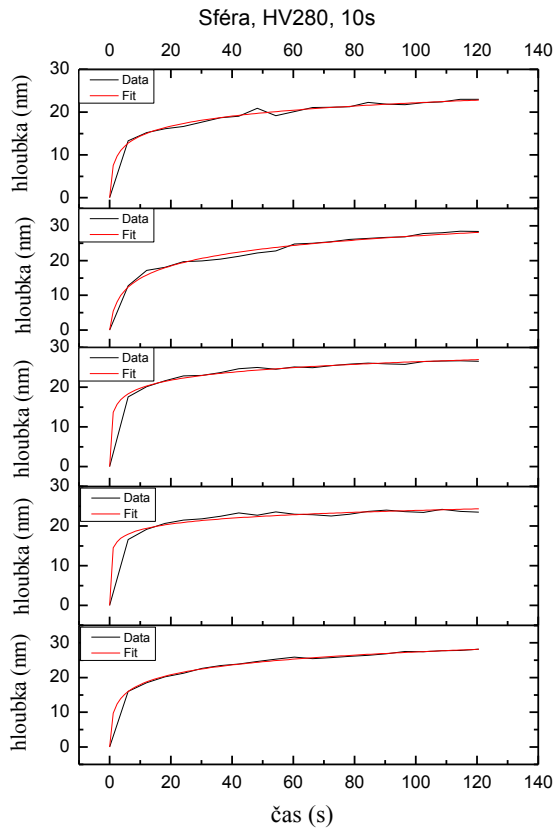
Obr. č 52: Logaritmický fit pro Berkovichův hrot, titan a vypočítané hodnoty parametrů.



Sféra, AISI304, fit: $y = A \ln(Bx + 1)$

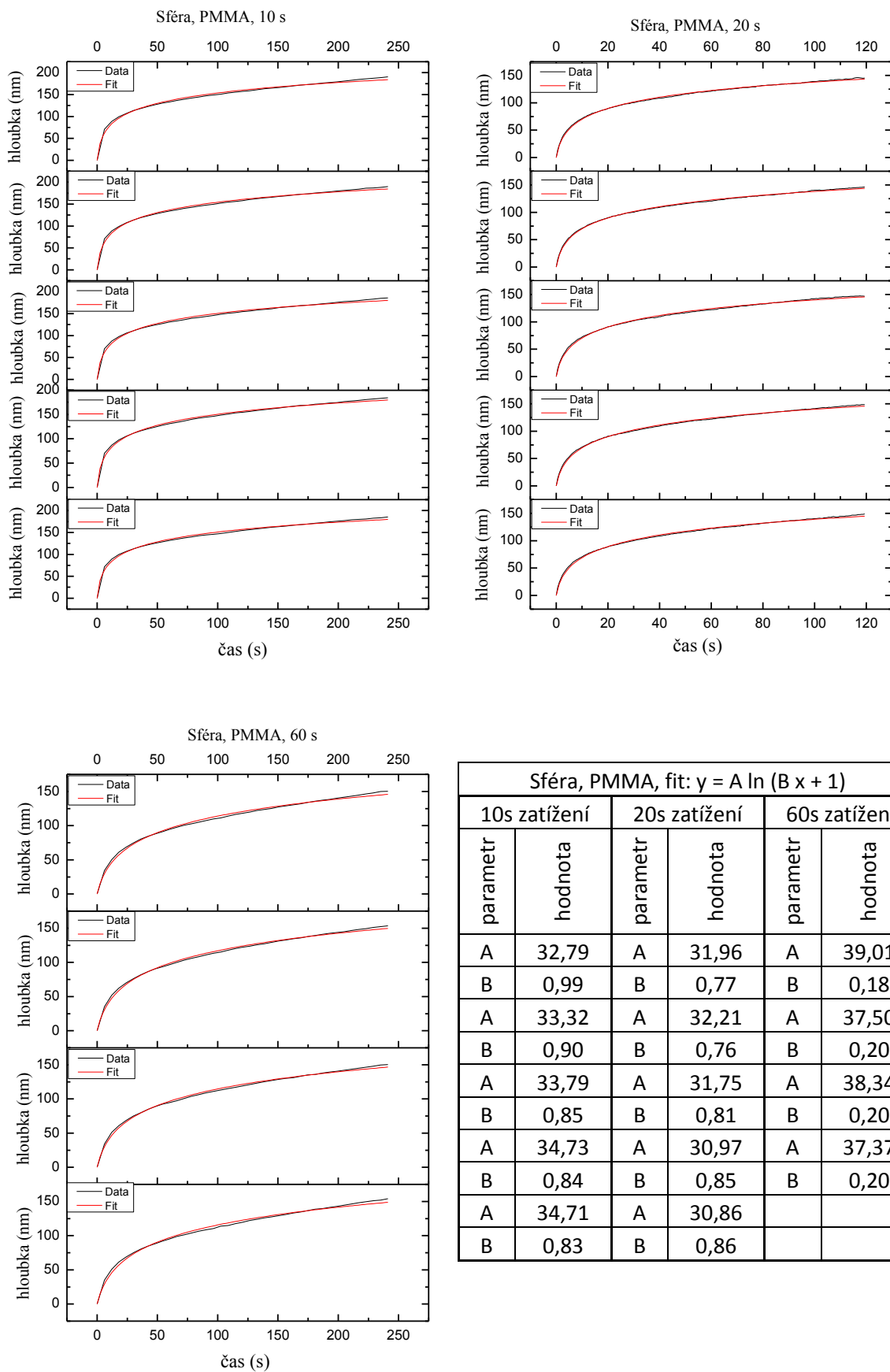
10s zatížení		20s zatížení		60s zatížení	
parametr	hodnota	parametr	hodnota	parametr	hodnota
A	10,73	A	11,31	A	10,21
B	5,18	B	3,62	B	1,18
A	10,96	A	10,84	A	11,38
B	4,00	B	2,88	B	0,86
A	11,49	A	9,78	A	9,98
B	3,71	B	5,93	B	1,41
A	10,69	A	10,69	A	12,27
B	6,56	B	3,14	B	0,64
A	10,71	A	10,47		
B	5,84	B	2,45		

Obr. č 53: Logaritmičský fit pro sférický hrot, ocel AISI304 a vypočítané hodnoty parametrů.

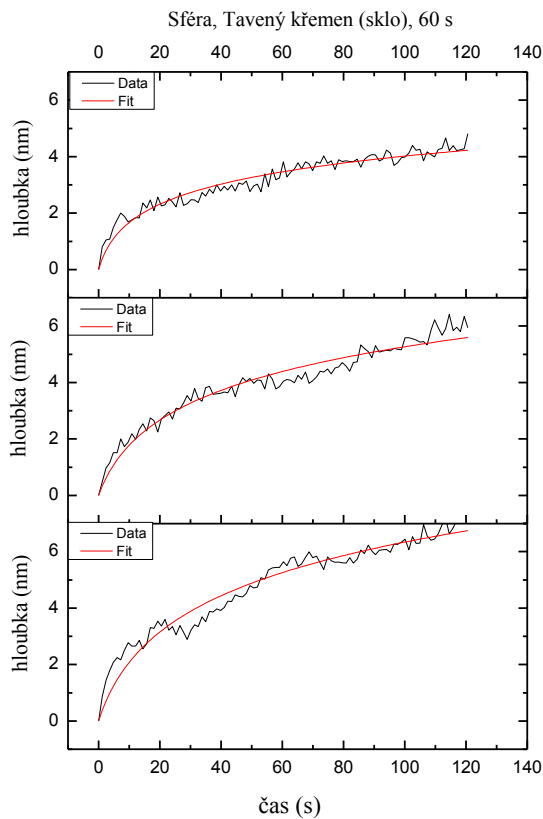
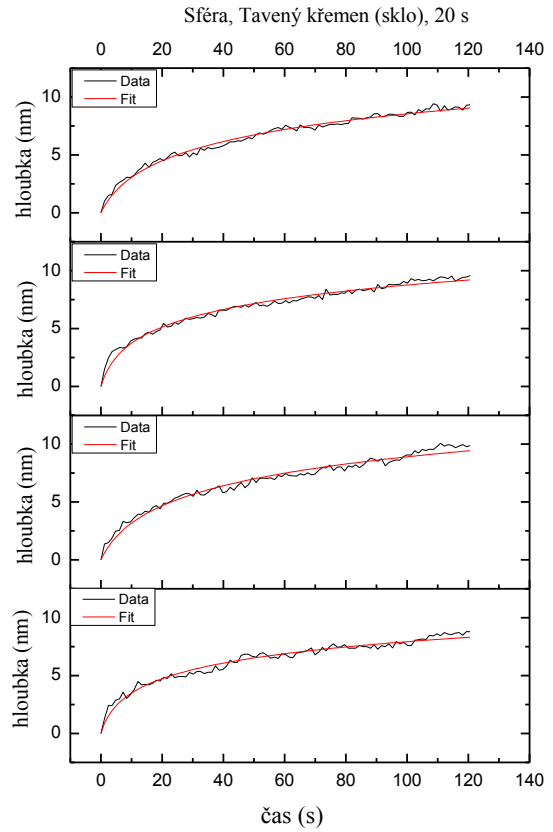
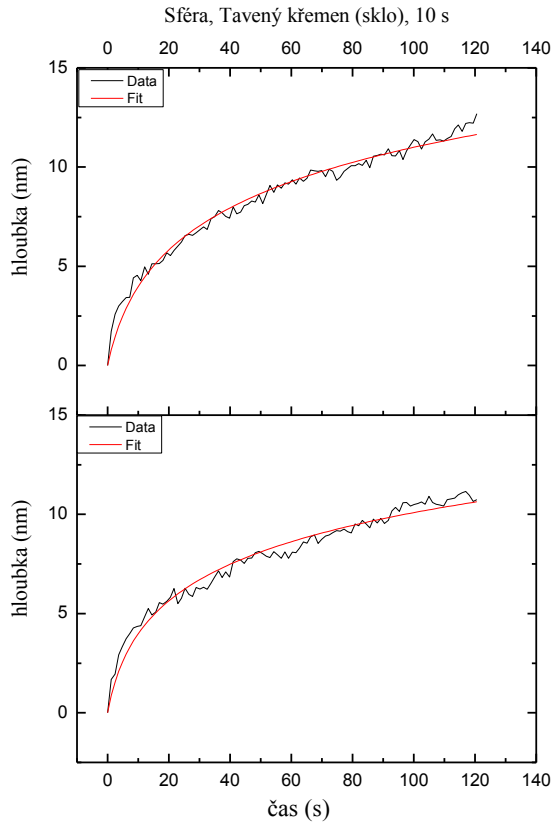


Sféra, HV280, fit: $y = A \ln(Bx + 1)$					
10s zatížení		20s zatížení		60s zatížení	
parametr	hodnota	parametr	hodnota	parametr	hodnota
A	4,09	A	3,29	A	3,05
B	7,98	B	18,61	B	4,14
A	2,13	A	3,29	A	4,05
B	774,15	B	12,46	B	1,11
A	2,88	A	3,66	A	3,18
B	94,71	B	4,17	B	4,05
A	5,47				
B	1,41				
A	3,40				
B	6,76				

Obr. č 54: Logaritmický fit pro sférický hrot, ocel HV280 a vypočítané hodnoty parametrů.



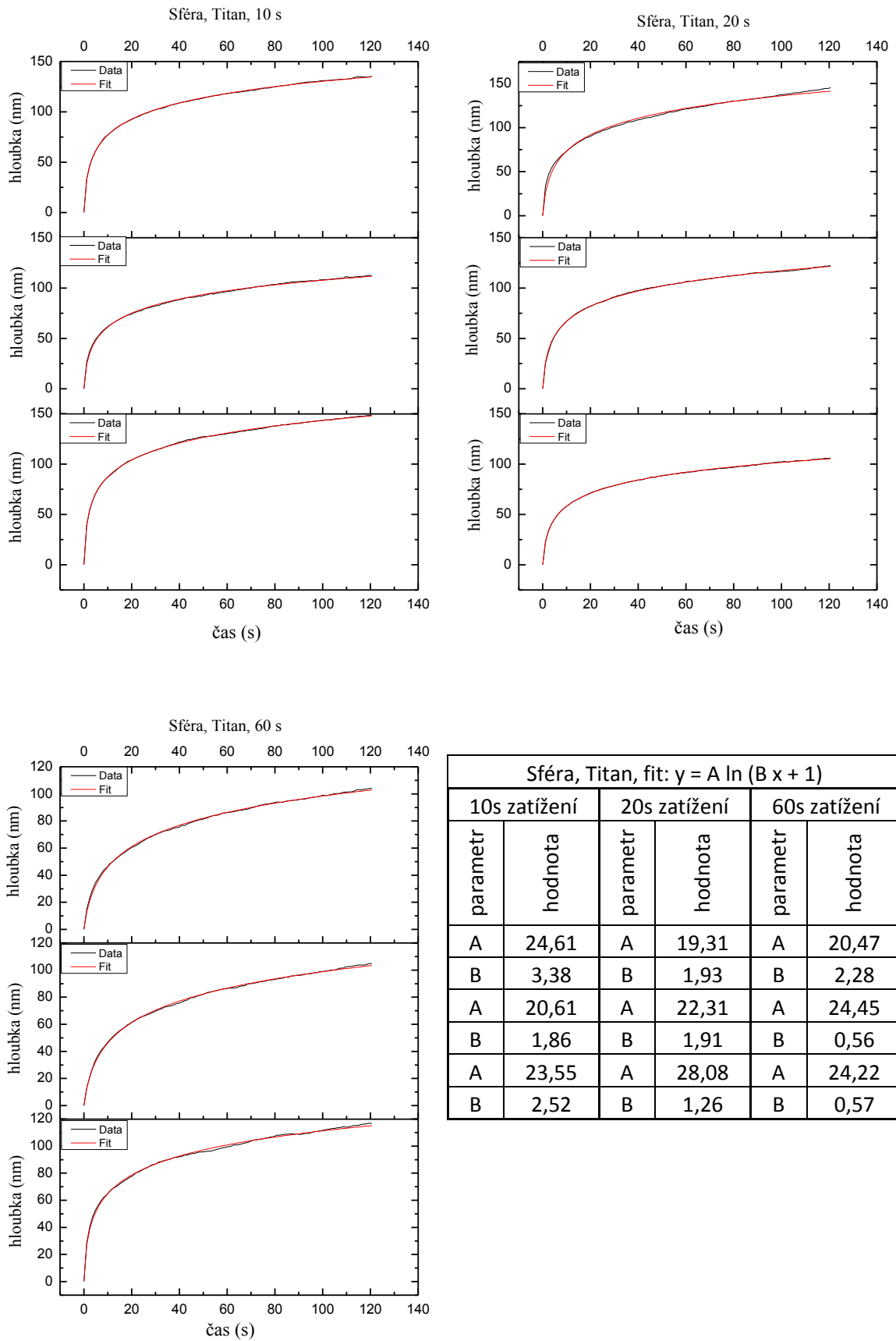
Obr. č 55: Logaritmičeský fit pro sférický hrot, PMMA a vypočítané hodnoty parametrů.



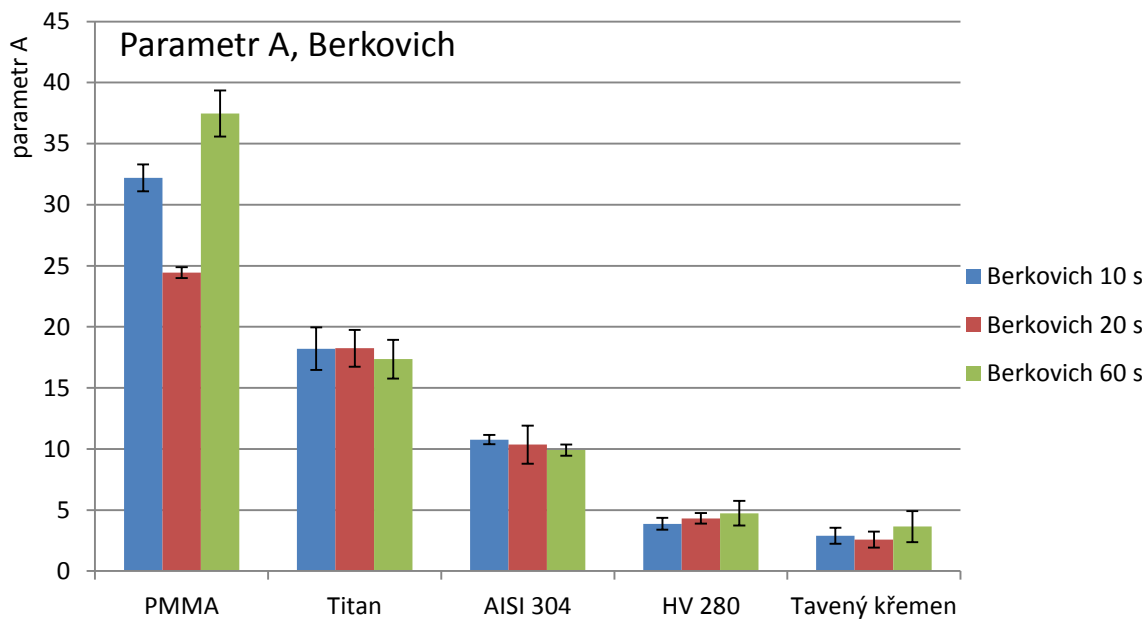
Sféra, Tavený křemen (sklo), fit: $y = A \ln(Bx + 1)$

10s zatížení		20s zatížení		60s zatížení	
parametr	hodnota	parametr	hodnota	parametr	hodnota
A	3,01	A	2,10	A	2,30
B	0,28	B	0,43	B	0,15
A	3,60	A	2,97	A	1,86
B	0,20	B	0,19	B	0,16
		A	2,40	A	1,14
		B	0,37	B	0,33
		A	2,83		
		B	0,19		

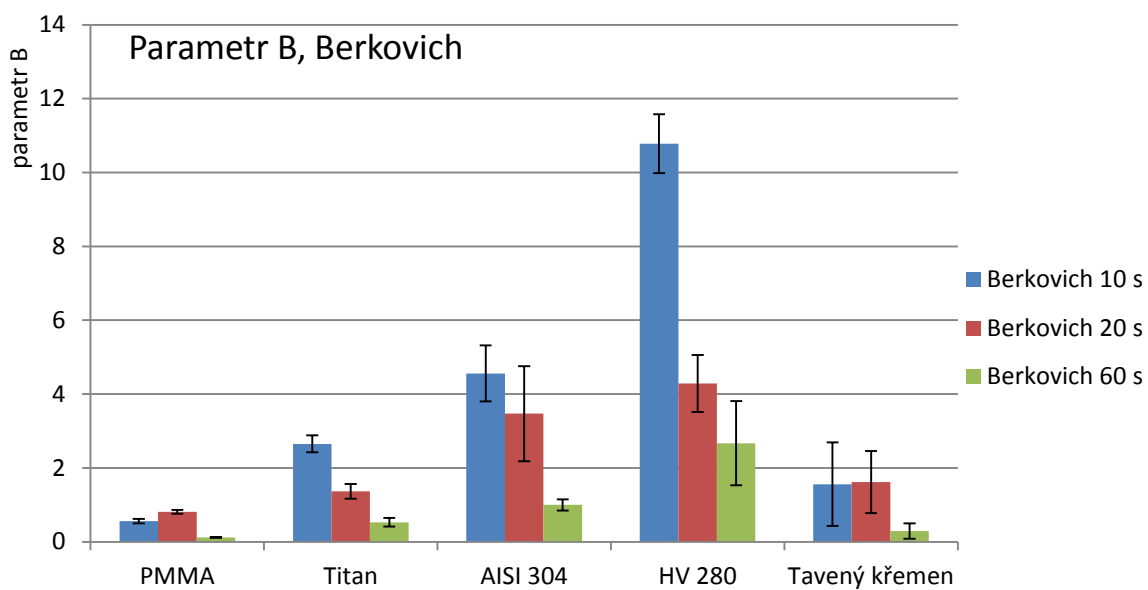
Obr. č 56: Logaritmický fit pro sférický hrot, tavený křemen a vypočítané hodnoty parametrů.



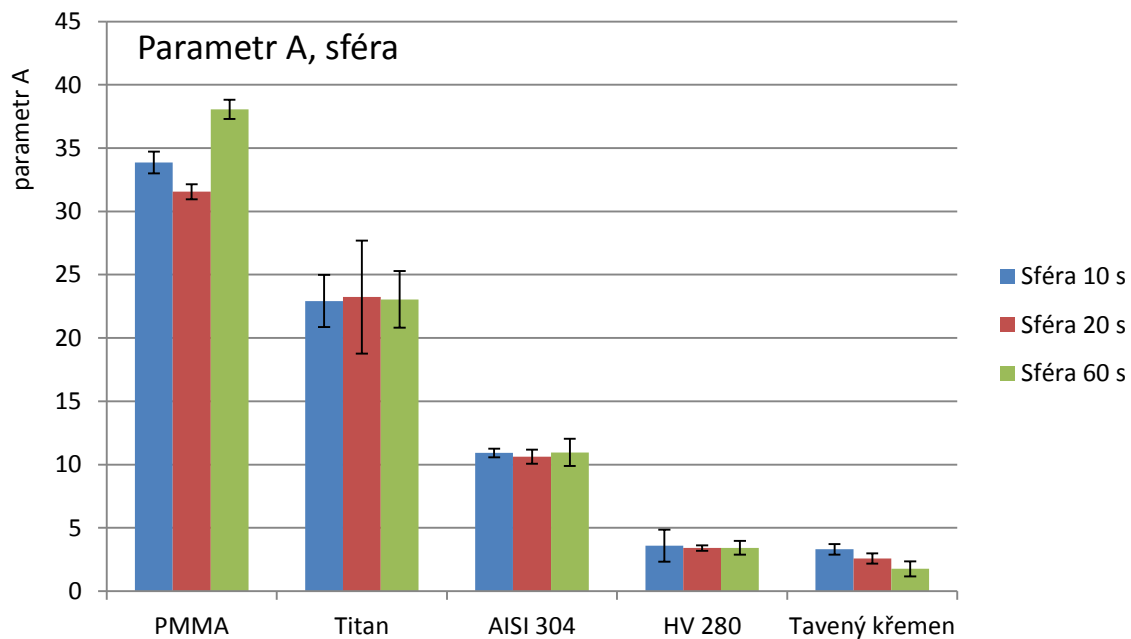
Obr. č 57: Logaritmický fit pro sférický hrot, titan a vypočítané hodnoty parametrů.



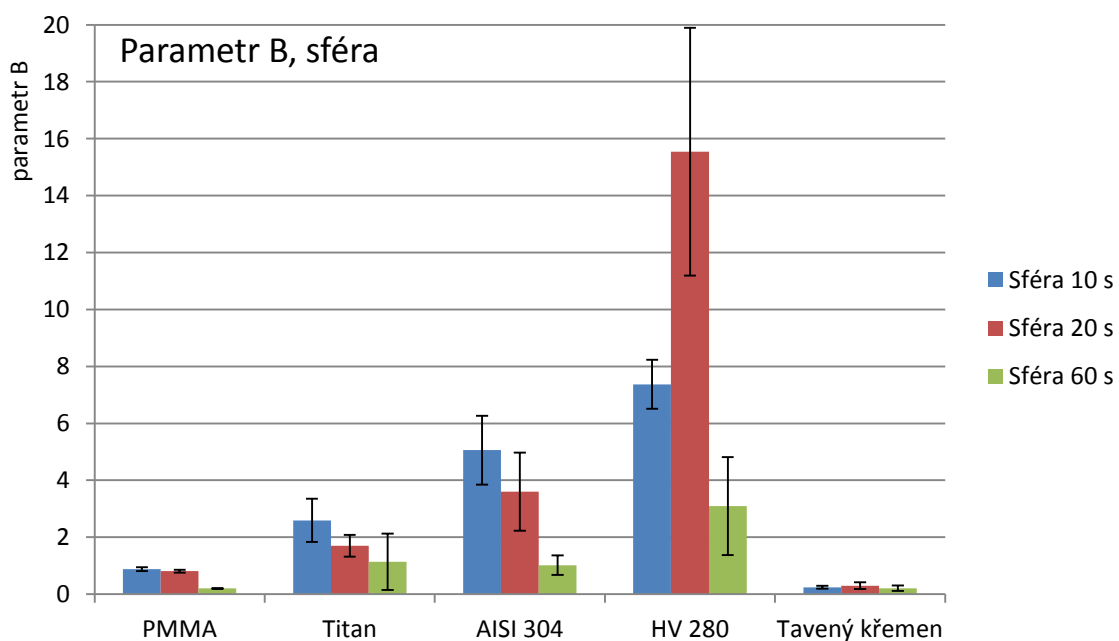
Obr. č. 58: Porovnání parametru A pro různé materiály, Berkovichův indentor.



Obr. č. 59: Porovnání parametru B pro různé materiály, Berkovichův indentor.



Obr. č. 60: Porovnání parametru A pro různé materiály, sférický indentor.



Obr. č. 61: Porovnání parametru B pro různé materiály, sférický indentor.

Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo analyzovat creep neboli tečení materiálu použitím nanoindentační zkoušky. Všechny vzorky byly testovány na objemových materiálech.

Srovnání mezi materiály dopadlo jednoznačně. Porovnáním creepových křivek, creepového parametru i Goodallova parametru bylo zjištěno, že nejvíce teče PMMA, následuje titan, oceli AISI304 a HV280 a nejméně teče tavený křemen.

Co se creepových křivek týče, potvrdil se trend uvedený Chudobou, Richterem [21]. Při zatěžování materiálu po dobu 10 s materiál tekl nejvíce, při 20 s již méně a při 60 s nejméně. U titanu lze ještě navíc vidět zatěžování po dobu 120 s, tehdy materiál tekl vůbec nejméně.

Parametr C_{IT} nám ukázal, jak moc který materiál teče. Byl rozříděný podle použitého hrotu. Parametr se porovnával podle druhu materiálu a podle doby zatěžování. Trend v tečení materiálů podle druhů materiálů zůstal zachovaný. Doba zatěžování neměla na trend vliv, ale ovlivnila hodnotu parametru C_{IT} v rámci jednoho materiálu.

Podobně dopadl Goodallův parametr. Byl rozříděný podle použitého indentoru a porovnával se v rámci daného materiálu podle doby zatěžování a v rámci stejné doby zatěžování podle druhu materiálu. Trendy byly opět zachovány.

Logaritmický fit se osvědčil, přesnost fitu byla od 93,4 % do 99,9 %. Ve dvou případech nám dal fit extrémní hodnoty, ty byly z následného porovnávání parametrů vyřazeny. Porovnání parametrů je rozříděno podle druhu indentoru a druhu parametru. U parametrů A a B nebyla pozorovaná žádná tendence.

Pokud bychom porovnávali velikost creepu podle druhu použitého indentoru, materiál za stejných experimentálních tekl více pod sférickým hrotem než pod Berkovichovým.

Na tuto bakalářskou práci by bylo možné navázat fity viskoelastických modelů a výpočty jejich parametrů. Dále by se mohlo věnovat zkoumání creepu tenkých vrstev, jelikož tenké vrstvy se chovají jinak než objemové materiály. Bylo by možné analyzované hodnoty porovnat s analýzou objemových materiálů uvedenou v této bakalářské práci.

Seznam použité literatury

- [1] A.C. Fischer-Cripps, Nanoindentation, 2nd ed., Springer, New York, 2004.
- [2] M.F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *Journal of Materials Research*, 1 (1986) 601-609.
- [3] S.I. Bulychev, V.P. Alekhin, M.K. Shorshorov, A.P. Ternovskii, G.D. Shnyrev, DETERMINATION OF YOUNGS MODULUS ACCORDING TO INDENTATION DIAGRAM, *Zavodskaya Laboratoriya*, 41 (1975) 1137-1140.
- [4] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, *Journal of Materials Research*, 19 (2004) 3-20.
- [5] X. Hernot, O. Bartier, Y. Bekouche, R. El Abdi, G. Mauvoisin, Influence of penetration depth and mechanical properties on contact radius determination for spherical indentation, *International Journal of Solids and Structures*, 43 (2006) 4136-4153.
- [6] E.G. Herbert, G.M. Pharr, W.C. Oliver, B.N. Lucas, J.L. Hay, On the measurement of stress-strain curves by spherical indentation, *Thin Solid Films*, 398 (2001) 331-335.
- [7] L.H. He, M.V. Swain, Nanoindentation derived stress-strain properties of dental materials, *Dental Materials*, 23 (2007) 814-821.
- [8] J.M. Wheeler, J. Michler, Invited Article: Indenter materials for high temperature nanoindentation, *Review of Scientific Instruments*, 84 (2013).
- [9] W.C. Oliver, G.M. Pharr, AN IMPROVED TECHNIQUE FOR DETERMINING HARDNESS AND ELASTIC-MODULUS USING LOAD AND DISPLACEMENT SENSING INDENTATION EXPERIMENTS, *Journal of Materials Research*, 7 (1992) 1564-1583.
- [10] P. Veles, *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*, 1989.
- [11] M. Asadi, D. Guillot, A. Weck, A.K. Koul, A. Chamanfar, M. Jahazi, CONSTRUCTING A VALIDATED DEFORMATION MECHANISM MAP USING LOW TEMPERATURE CREEP STRAIN ACCOMMODATION PROCESSES FOR WASPALOY (A NICKEL-BASED SUPERALLOY), *Amer Soc Mechanical Engineers*, New York, 2014.
- [12] MIKULČÁK, Jiří. *Matematické, fyzikální a chemické tabulky a vzorce pro střední školy*. Praha: Prometheus, 2003. ISBN 80-719-6264-3.
- [13] N.E. Dowling, *Mechanical behavior of materials : engineering methods for deformation, fracture, and fatigue*, 4th ed., Pearson, Boston, 2013.

- [14] FIALA, J., MENTL, V., ŠUTTA, P. *Struktura a vlastnosti materiálů*. 1. vyd. Praha: Academia, 2003. 572 s. ISBN 80-200-1223-0.
- [15] ZOUHAR, Bc. Michal. *Deformační napěťová analýza a hodnocení mezních stavů částí tlustostěnného potrubí v oblasti creepu*. Brno, 2009. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Pavel Hlavoň, Ph.D.
- [16] A.C. Fischer-Cripps, Multiple-frequency dynamic nanoindentation testing, *Journal of Materials Research*, 19 (2004) 2981-2988.
- [17] D.-L. Chen, P.-F. Yang, Y.-S. Lai, A review of three-dimensional viscoelastic models with an application to viscoelasticity characterization using nanoindentation, *Microelectronics Reliability*, 52 (2012) 541-558.
- [18] P.N. Hagin, M.D. Zoback, Viscous deformation of unconsolidated reservoir sands - Part 2: Linear viscoelastic models, *Geophysics*, 69 (2004) 742-751.
- [19] ČTVRTLÍK, Mgr. Radim. *Fyzikální vlastnosti tenkých vrstev*. Olomouc, 2009. Dizertační práce. Univerzita Palackého v Olomouci. Vedoucí práce Prof. RNDr. Miroslav Hrabovský, DrSc.
- [20] B. Wolf, Inference of mechanical properties from instrumented depth sensing indentation at tiny loads and indentation depths, *Cryst. Res. Technol.*, 35 (2000) 377-399.
- [21] T. Chudoba, F. Richter, Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results, *Surface & Coatings Technology*, 148 (2001) 191-198.
- [22] M.J. Mayo, R.W. Siegel, A. Narayanasamy, W.D. Nix, MECHANICAL-PROPERTIES OF NANOPHASE TiO₂ AS DETERMINED BY NANOINDENTATION, *Journal of Materials Research*, 5 (1990) 1073-1082.
- [23] R. Goodall, T.W. Clyne, A critical appraisal of the extraction of creep parameters from nanoindentation data obtained at room temperature, *Acta Materialia*, 54 (2006) 5489-5499.
- [24] W.B. Li, R. Warren, A MODEL FOR NANO-INDENTATION CREEP, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 41 (1993) 3065-3069.
- [25] ČSN EN ISO 14577-1. *Kovové materiály - Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů: Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Český normalizační institut, 2003, 32 s.

- [26] M.J. Mayo, W.D. Nix, A MICRO-INDENTATION STUDY OF SUPERPLASTICITY IN PB, SN, AND SN-38 WT-PERCENT-PB, *Acta Metallurgica*, 36 (1988) 2183-2192.
- [27] Pollock HM, Maugis D, Barquins M. Characterisation of submicrometre surface layers by indentation. In: Blau PJ, Lawn BR, editors. *Microindentation techniques in materials science and engineering*. Philadelphia (PA): ASTM; 1986. p. 47–71.
- [28] ČTVRTLÍK, Radim, Martin STRANYÁNEK, Petr BOHÁČ a Lubomír JASTRABÍK. Možnosti měřicího systému NanoTest™ NT600: Possibilities of measuring system NanoTest NT 600. *Jemná mechanika a optika : věda - výzkum - technologie - realizace : technický oborový časopis = Fine mechanics and optics*. 2005, 50(7), 211-214. ISSN 0447-6441.

Seznam symbolů

A	plocha vtisku
A_c	Arheniova konstanta závislá na napětí a druhu materiálu
$A_{1,2}$	Arheniova konstanta závislá na druhu materiálu
C_{IT}	creep parametr dle ČSN EN ISO 14577-1
d	průměr zrna
D_i, D_v	difuzní koeficienty
E	modul pružnosti
E^*	kombinovaný modul pružnosti
F	indentační zatěžující síla
h	hloubka vtisku, indentační hloubka
h_p	plastická hloubka vtisku
H	tvrdost
k	Boltzmanova konstanta – $1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$
P	Goodalův parametr
P_p, P_e	plastické, elastické vlastnosti materiálu
Q	aktivační energie
R_m	molární plynová konstanta – $8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
R	poloměr indentoru
t	čas
t_f	tření
T	teplota
T_g	teplota skelného přechodu
T_t	teplota tání
v	rychlost pohybu indentoru
α	vrcholový polouhel indentoru
δ	tloušťka rozhraní
$\varepsilon, \varepsilon_e, \varepsilon_{sc}, \varepsilon_{pl}$	deformace obecně, deformace elastická, deformace viskózní, deformace plastická
$\dot{\varepsilon}$	rychlost deformace (strain rate)
η	viskozita
η_τ	smyková viskozita

τ_v	tvarové charakteristiky indentoru
ν	Poissonovo číslo
Ω	atomový objem
σ	napětí