

Mechanické vlastnosti materiálů na nanometrové škále

Lokální mechanické vlastnosti

většina interakcí probíhá přes povrch

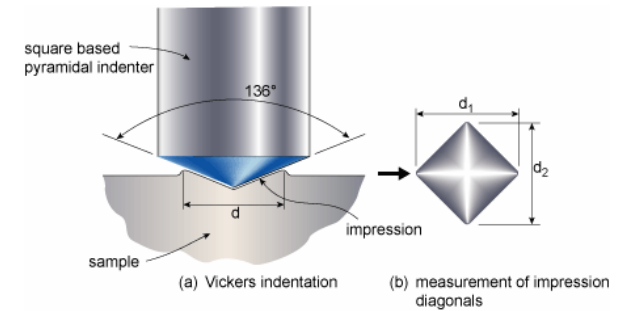
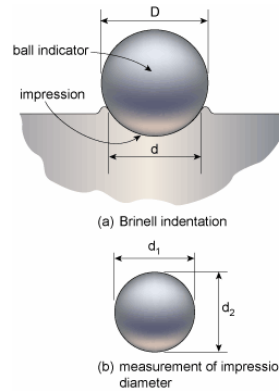
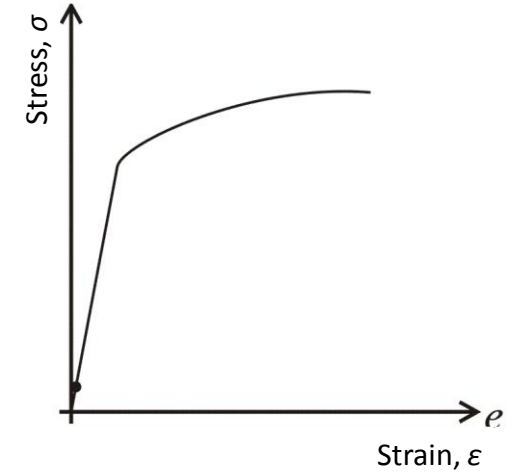
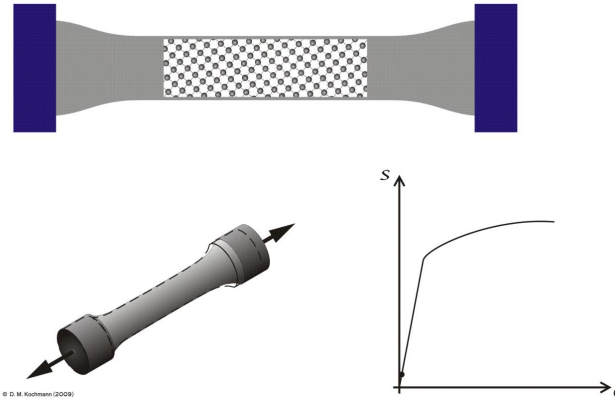
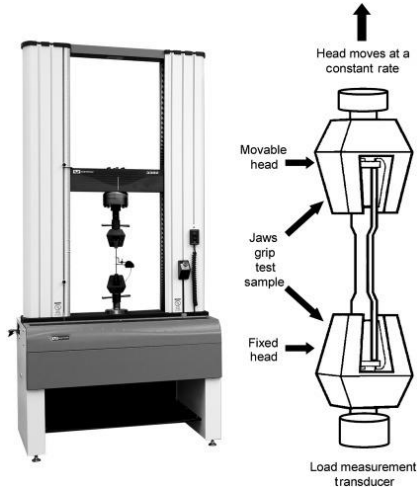


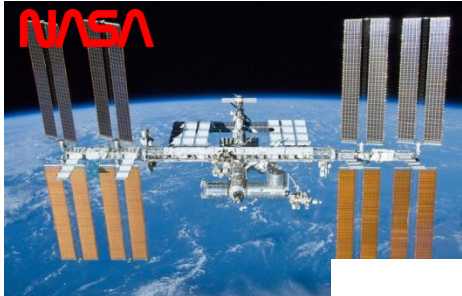
Povrchová odolnost a vnitřní integrita jsou kritické

- Pochopení odezvy materiálu/povrchu na vnější mechanické působení (namáhání) zásadní pro každý povrch/materiál bez ohledu na jeho primární použití/funkci
 - R&D nových materiálů závisí na spolehlivém testování
 - Povrchy mechanicky namáhány nejen při použití, ale i ve výrobě
 - Zásadní pro zvýšení životnosti

Lokální vlastnosti ... Testované oblasti na pomezí nano-mikro oblasti

Klasické metody - macro/micro





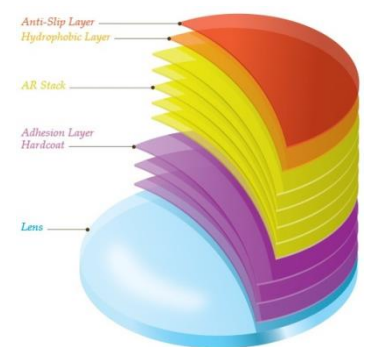
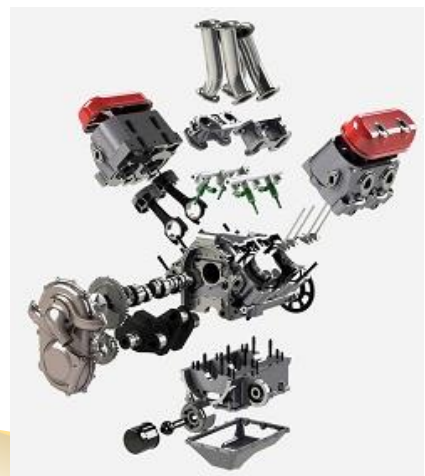
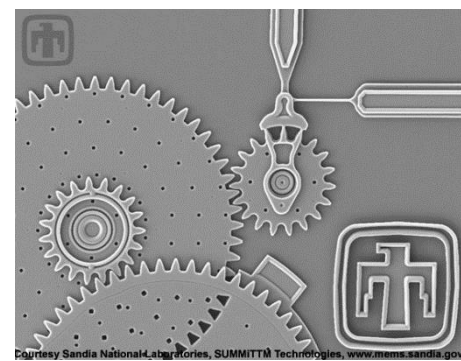
Thin films and surfaces









meopta



AZO
NANO



Faouz
Optic

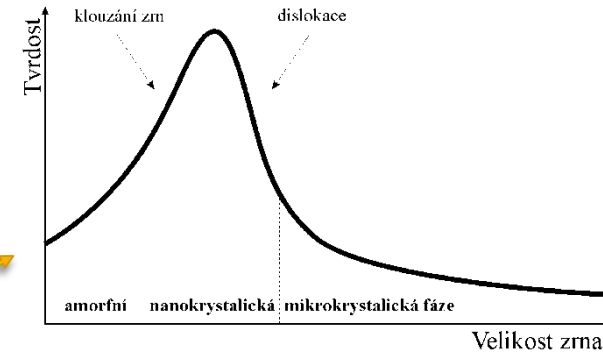
BIGAAN	VANADIN	TRIPLECOATING
pokvák AlCrBN	pokvák CrVN	pokvák TiN + ATiN + TiSi
		
detail povlaku	detail povlaku	detail povlaku
TRIPLECOATING Cr	MARWIN Si	MARWIN G
pokvák TiN + ATiN + CrAlSiN	pokvák TiAlSiN	pokvák TiAlN - ATiN
		
detail povlaku	detail povlaku	detail povlaku

Klasické metody - nepoužitelné

Hlavní faktory ovlivňující mechanické vlastnosti

➤ Interní faktory

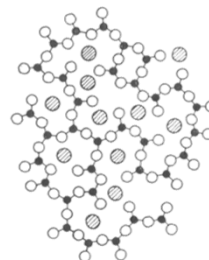
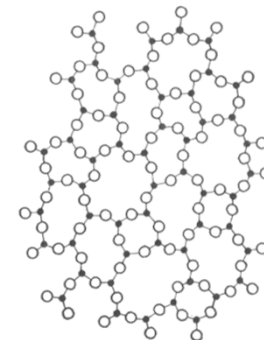
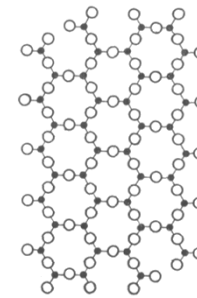
- chemické složení a chemická heterogenita
- struktura a strukturní heterogenita
- fázové složení (krystal. struktura) a homogenita
- velikost a tvar tělesa (složek, zrn)
- koncentrátoři napětí (konstrukční a technologické vruby)
- stav povrchu



➤ Externí faktory

- teplota
- rychlost deformace
- druh a časový průběh zatěžování
- okolní prostředí

krystalické SiO_2 amorfni SiO_2

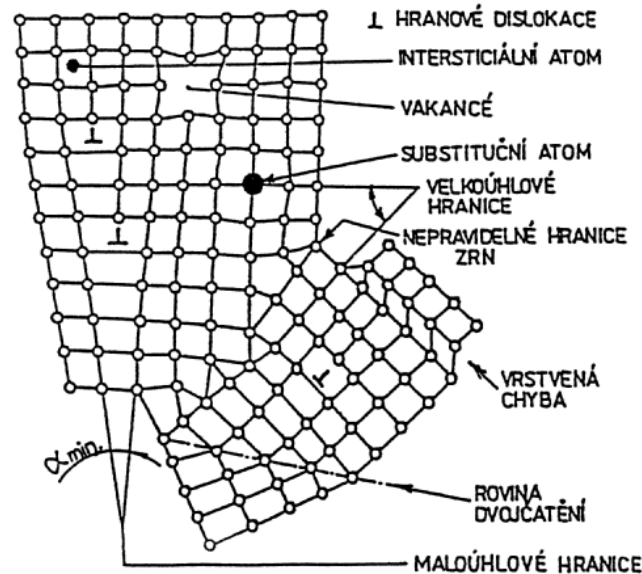


sodnořemičitého skla

● Si^{4+} ○ O^{2-} ⊙ Na^+

Poruchy krystalové mřížky

- v krystalu dojit k poruchám krystalové mřížky, neboli odchylkám od ideální krystalové mřížky
- v místě poruchy (až na výjimky) dochází k termodynamické nerovnováze
- aby tato nerovnováha přešla do rovnovážného stavu, který je energetický méně náročný, dochází v okolí poruchy k deformaci krystalové mřížky (např. atomy se posunují směrem k neobsazenému místu v mřížce)



Poruchy v krystalové mřížce kovu

1. Bodové poruchy

- vakance, t.j. neobsazené místa v mřížce
- intersticie - cizí atomy v mezimřížkové poloze
- substituce - původní atomy jsou nahrazeny jinými

2. Čarové poruchy - dislokace

- hranové
- šroubové
- smíšené

3. Plošné poruchy

- hranice zrn
- vrstvené chyby
- plochy dvojčatění

4. Prostorové poruchy

- široké hranice zrn
- vměstky

Z hlediska teorie plastických deformací jsou nejdůležitější
čarové poruchy - dislokace

Bodové poruchy krystalové mřížky

➤ Vakance

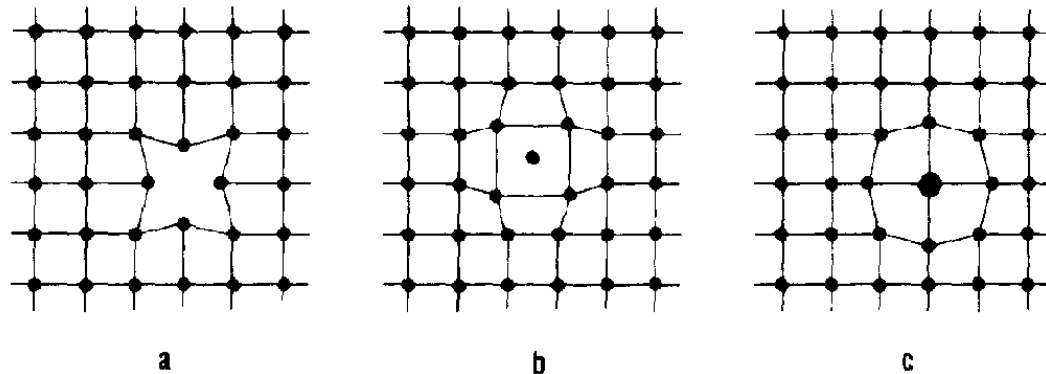
- neobsazený uzel mřížky, který vzniká přechodem částice z tohoto uzlu např. do intersticiální polohy
- může docházet k tzv. difúzi vakance neboli k jejímu přemístování v mřížce a to až na povrch
- migrace a vznik vakancí, a jiných bodových defektů mřížky, úzce souvisí s pravděpodobností udanou Boltzmannovou statistikou a tím i s teplotou

➤ Intersteciály

- částice je jakoby „navíc“ v takovém místě krystalové mřížky, ve kterém by za normálních podmínek žádná částice být neměla
- zpravidla jde o částici, která se uvolnila ze své normální polohy v mřížce (tato porucha tedy úzce souvisí s poruchou předchozí) a přešla do mezimřížové polohy
- částice v intersticiální poloze může taktéž difundovat
- intersteciál může být i cizí částice

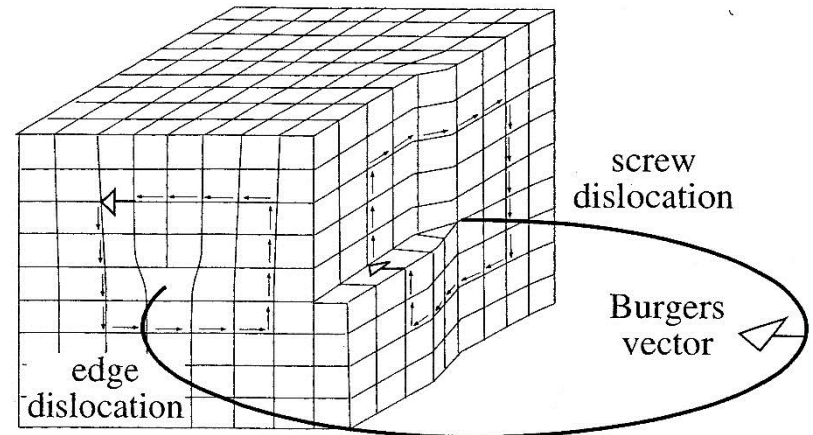
➤ Příměs

- vlastní částice krystalu je nahrazena částicí cizorodou



Čárové poruchy krystalové mřížky

- čárová porucha neboli dislokace mřížky znamená, že porušená oblast má čárový charakter
- **Hranová dislokace**
 - typ poruchy, při níž chybí souvislá část atomů a tím dochází k deformaci mřížky v jejím okolí
 - můžeme si to představit tak, že máme pravidelný čtverec atomů složený z 10x10 atomů a uprostřed čtverce chybí např. 5 atomů v řadě za sebou, které by zde za normálních okolností byly ve svých mřížkových polohách
 - vlivem toho dojde v daném místě k deformaci posunem okolních atomů směrem do mezery. Jinými slovy se jedná o "přímkové vakance" v mřížkových polohách
- **Šroubová dislokace**
 - deformace části mřížky, která se projeví hromadným posunem větší či menší skupiny částic proti jejich poloze v dokonalém krystalu
 - lze si to představit tak, že máme objemovou mřížku atomů, kterou uprostřed "nastříhneme" a obě nastřižené části vůči sobě posuneme od sebe o pár atomových vzdáleností
 - výsledná mřížka se jeví jako šroubovice ... způsobeno zejména tím, že při růstu krystalu se preferují jisté plochy více než jiné



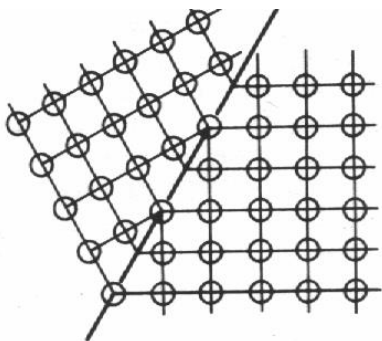
Plošné a objemové poruchy krystalové mříže

➤ Plošné poruchy

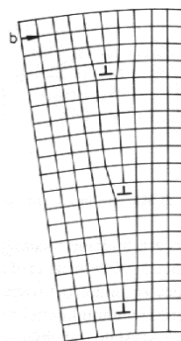
- změna koordinace atomů celé roviny může vzniknout poruchou v pravidelnosti vrstvení rovin během krystalizace
- hranice zrn

➤ Objemové poruchy

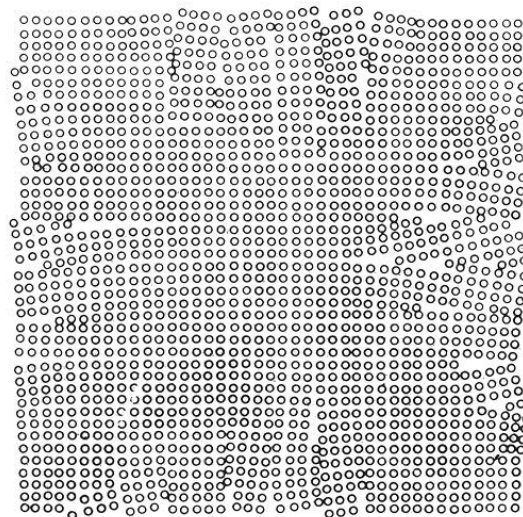
- stejně jako se u dislokací projevuje tendence ke shlukování podél rovin, tak také bodové poruchy mají tendenci ke shlukování
- vakance se mohou např. shlukovat a vytvářet větší dutiny v krystalech, které se mohou dále rozpadnout na dislokace nebo tvořit trhliny i
- intersticiální atomy se mohou shlukovat a vytvářet precipitáty různých tvarů



Dvojčatová hranice



Symetrická sklonová malouhlová hranice



Koheze

- technologické vlastnosti souvisí s kohezními meziatomovými silami
- velká kohezní síla
 - ⇒ **velký modul pružnosti**
 - ⇒ **vyšoká teplota tání**
 - ⇒ **malý koeficient teplotní roztažnosti**
- kohezní síly x reálná mechanická pevnost a plastické vlastnosti
 - **mez kluzu a lomová pevnost \ll síla potřebná pro vzájemné odtržení atomů** ⇐ **poruchy krystalové mříže**



Fyzikální princip koheze

- závislost $U = U(r)$ umožňuje stanovit elastickou stlačitelnost
- malá objemová deformace ... $r_0 \rightarrow r_0 + dr_0 \Leftrightarrow U(r_0) \rightarrow U(r_0 + dr_0)$
- Taylorův rozvoj

$$U(r_0 + dr) = U(r_0) + \left(\frac{dU}{dr} \right)_{r=r_0} dr + \frac{1}{2} \left(\frac{d^2U}{dr^2} \right)_{r=r_0} (dr)^2 + \dots$$

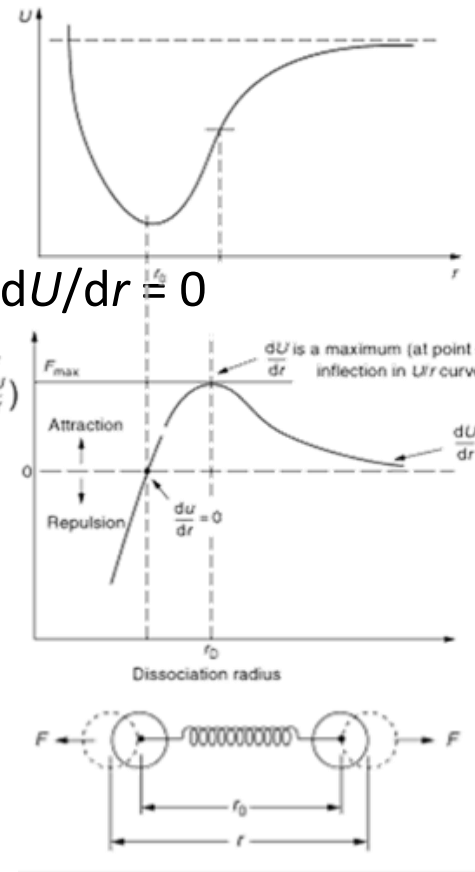
- pro malé deformace lze vyšší členy zanedbat, v rovnováze je $dU/dr \equiv 0$

$$dU = U(r_0 + dr) - U(r_0) = \frac{1}{2} \left(\frac{d^2U}{dr^2} \right)_{r=r_0} (dr)^2$$

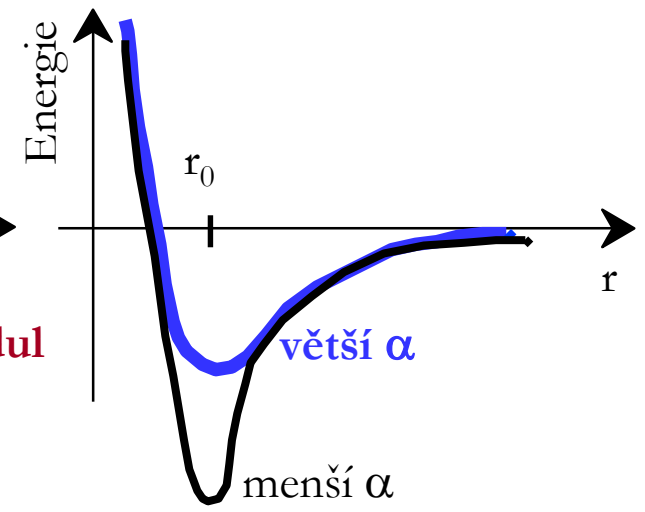
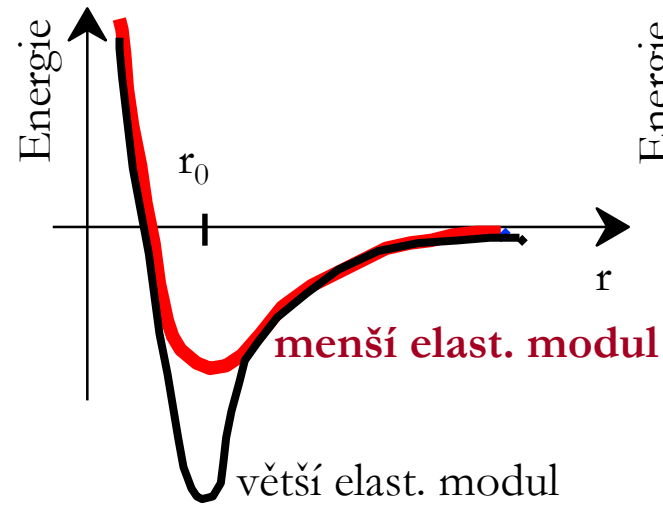
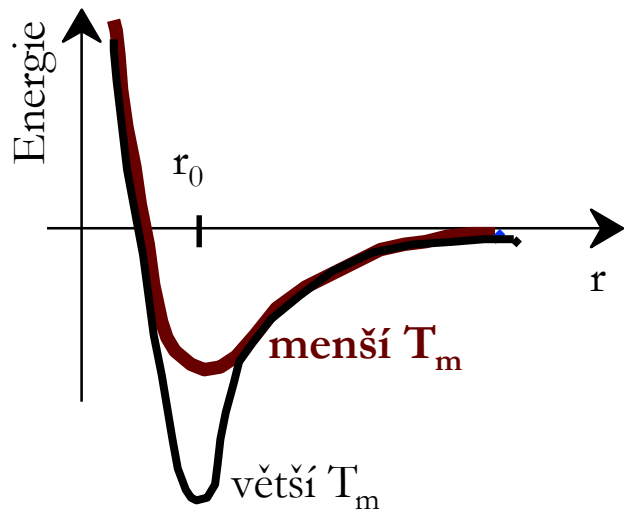
- síla potřebná na vyvolání deformace

$$F = \frac{dU}{dr} = \frac{1}{2} \frac{d^2U}{dr^2} dr$$

pro malé deformace ($dr/r \ll 1$) je síla úměrná deformaci a faktorem úměrnosti je d^2U/dr^2 ... elastická konstanta \Leftrightarrow platí Hookův zákon



Srovnání



teplota tavení T_m roste s E_0

modul roste se zakřivením
 $E \sim$ zakřivení u r_0

koef. teplotní roztažnosti α
klesá s rostoucí E_0



Elastické konstanty a pevnost

- tahového napětí $\sigma \Rightarrow$ relativní prodloužení $\varepsilon = (r-r_0)/r_0$ (r_0 ... rovnovážná vzdálenost)
- zvýšení napětí o $d\sigma \Rightarrow$ vykoná práce $dU = \sigma d\varepsilon$
- závislost napětí na deformaci $\sigma = \sigma(\varepsilon) \dots \sigma = dU/d\varepsilon$, vyjádříme-li kohezní energii jako funkci deformace
- maximální hodnota $\sigma = \sigma^*$ vyjadřuje ideální (teoretickou) pevnost

$$\sigma^* = (dU/d\varepsilon)_{\max} \sim (dU/dr)_{\max}$$

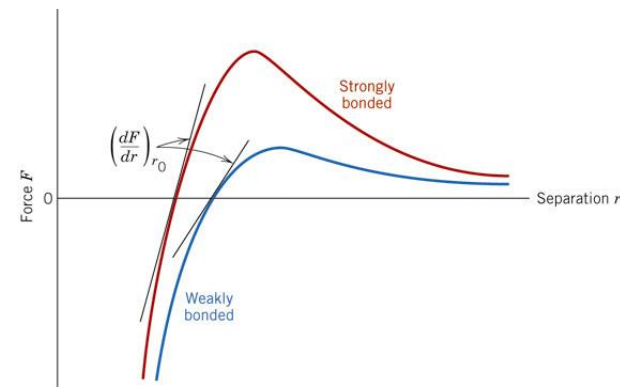
- modul pružnosti pro malé deformace ... $E = (d\sigma/d\varepsilon)_{\varepsilon \rightarrow 0}$ je roven

$$E = (d^2U/d\varepsilon^2)_{\varepsilon \rightarrow 0} \sim (d^2U/dr^2)_{r \rightarrow r_0}$$

- pevnost a elastické konstanty nejsou rovny vazbové energii U_0 , ale závisí na její změně při deformaci

- pevnost \sim maximální strmosti U

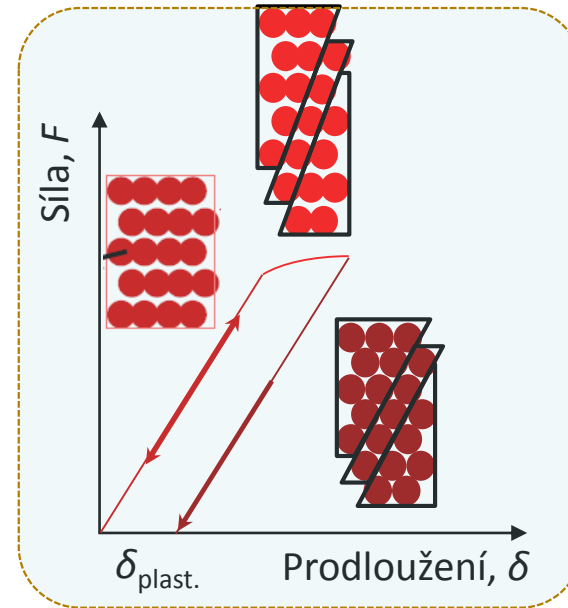
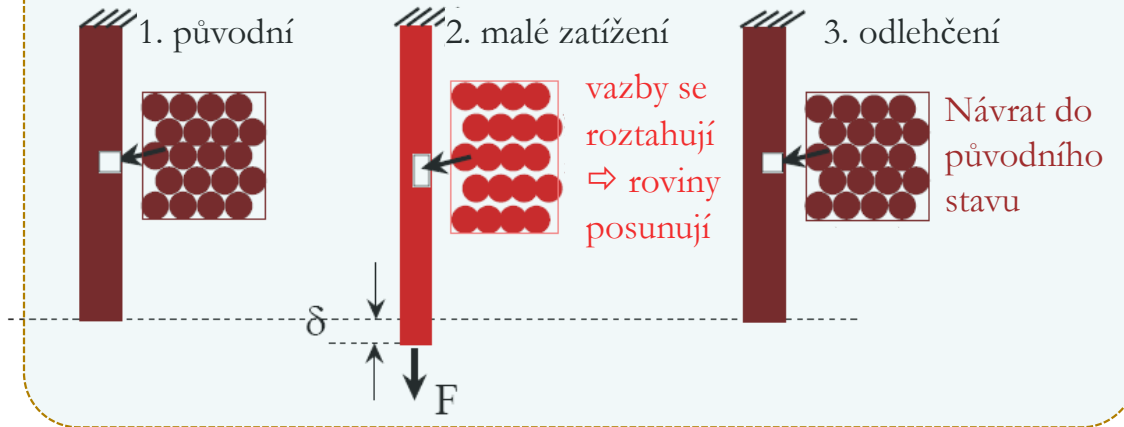
- elastické moduly \sim křivosti U v oblasti minima



Elastická a plastická deformace

- vnější působení \Rightarrow posun atomů \Rightarrow změna parametru mřížky

ELASTICKÁ DEFORMACE

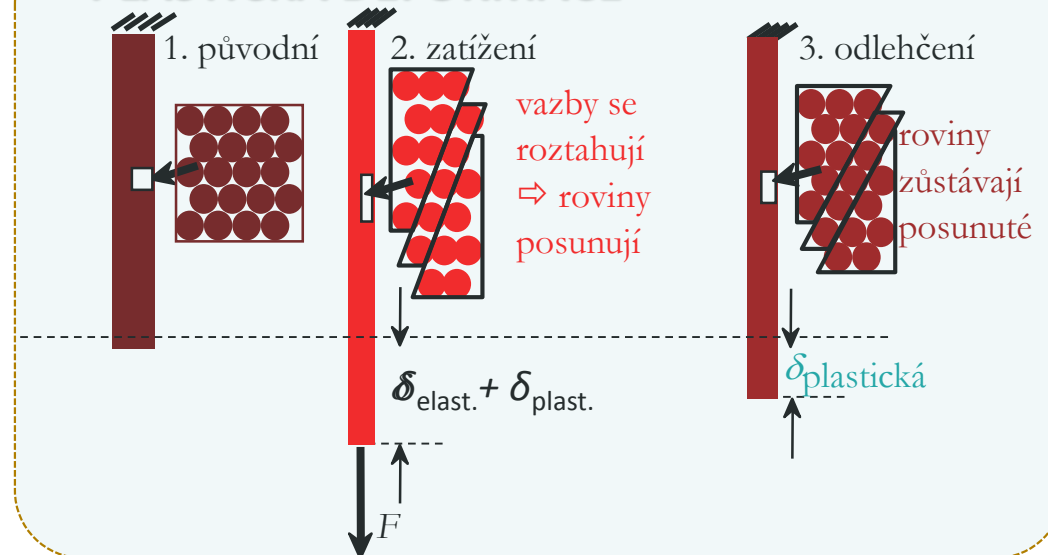


ELASTICKÁ ... v krystalové mřížce materiálu dojde k vychýlení menšímu než je polovina mřížkového parametru

PLASTICKÁ ... vychýlení je větší než kritické a změna je nevratná resp. vratná část je minimální

- vzniká po překročení určité kritické hodnoty napětí (mez kluzu)

PLASTICKÁ DEFORMACE



Hookův zákon

- tahové namáhání tyče \Rightarrow prodloužení tyče $\frac{\Delta l}{l} \approx \frac{F}{S} \longrightarrow \frac{\Delta l}{l} = \frac{1}{E} \frac{F}{S}$
- Hookův zákon pro deformaci v tahu

- poměrné prodloužení tyče je přibližně přímo úměrné působící síle a nepřímo úměrné příčnému jejímu průřezu

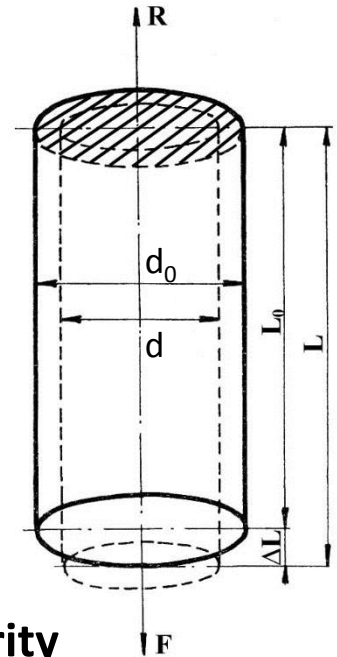
- relativní prodloužení

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}$$

- normálové napětí

$$\sigma = \frac{F}{S_0}$$

$$\sigma = E \varepsilon$$



- **E udává jak velké by muselo být napětí, aby se zkušební tyč prodloužila na dvojnásobek své původní délky, za předpokladu linearit**

- E ... Youngův modul pružnosti v tahu [Pa]

Moduly pružnosti

Látka	E [GPa]	G [GPa]	K [GPa]	Látka	E [GPa]	G [GPa]	K [GPa]
Al	70,7	26,4	73	dural	72,5	27,5	75
Si	95	33	313	litina	110	44	73
Cu	123	45,5	138	mosaz	99	36,5	118
Pb	16	5,6	43	ocel	204	79	161
Pt	170	61	256	SiO ₂	73	31	37
Ag	79	29	101	kaučuk	0,0015	0,0005	0,083
Au	78,5	276	167	polystyren	3,2	1,2	3,1
Fea	212	82	172	sklo	50-110	20-25	38-36
U	180	72	120	plexisklo	3,3	1,2	3,7
diamant	1120	520	435	H ₂ O led	9,3	3,5	9,1
bronz	97-102	33-37	112	NaCl	38,5	15,2	25

Pro kovy $E \sim K$

Tvrdość vs. modul pružnosti


- **modul pružnosti** (elastické konstanty) ... intrinzická fyzikální charakteriska materiálu definována přímo atomovými vazbami a prostorovým uspořádáním atomů
- **tvrdost** není intrinzická charakteristika materiálu ... souvisí s mechanismy plastické deformace probíhajícími v materiálu ⇒

odráží tedy jak strukturní i deformační mechanismy

- existují práce jak předpovědět tvrdost krystalů na základě jejich struktury ...
např. vliv anizotropie



Tvrдость

- 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 dílů je obvykle bezvýznamné**
 - **Tvrдость je obecně definována jako vlastnost, jež se projevuje odporem proti pružné, nebo plastické deformaci tělesa, nebo oddělování části povrchu, nebo jejich kombinaci**
 - **Tvrдость je definována jako odpor, který klade materiál proti vnikání cizího tělesa**
 - více než 100 existujících zkušebních metod zkoušení tvrdosti
 - 1Newton (1kp=9,80665N)
- 

Historie – posledních 200 let

➤ Vývoj metod již téměř 200 let

1. Mohs, F.: Grundniss der Mineralogie, Dresden 1822
2. Brinell, J.A.: J. Iron and Steel Inst., **59**, (1900), 243
3. Meyer, E.: Zeits. D. Vereins Deutsch Ingenieure. **52**, (1908), 645.
4. Tabor, D.: The Hardness of Metals, Oxfordpress, 1951.

...



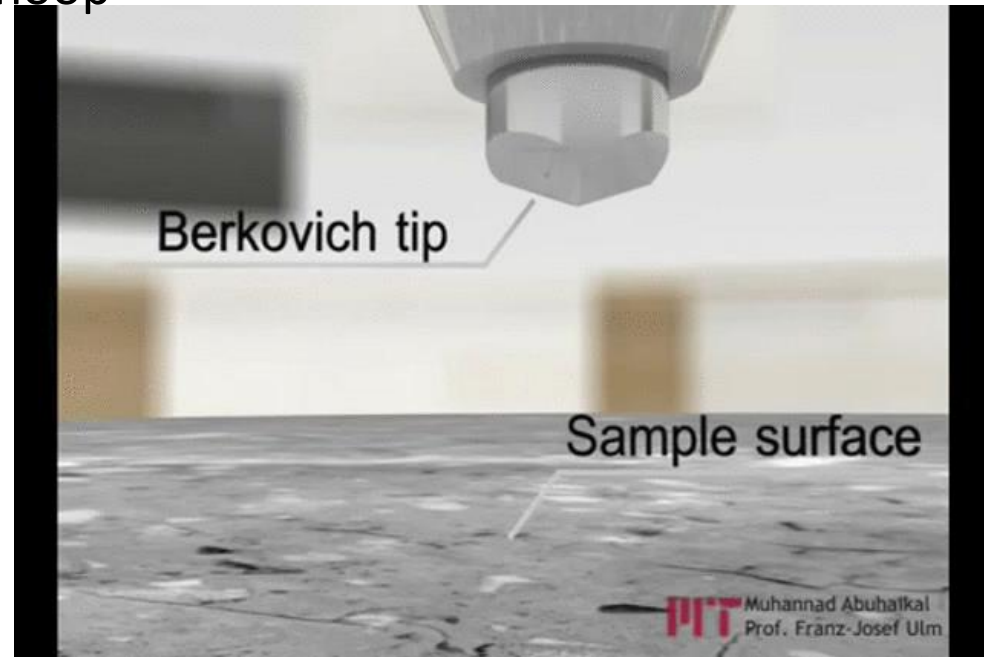
Zkoušky tvrdosti - dělení

Dělení podle aplikace zátežné síly

- statické
 - Vickers, Rockwell, Brinell, Knoop
- dynamické
 - Shoreho skleroskop

Dělení podle principu

- vrypové
 - Mohs
- odrazové
 - Shore
- **vnikací (vtisková)**
 - Vickers, Rockwell, Brinell, Knoop



Rozsah makro	Rozsah mikro	Rozsah nano
$2N \leq P \leq 30kN$	$2N \geq P; h \geq 2 \mu m$	$h \leq 0,2 \mu m$

Zkoušky tvrdosti - dělení

Odrázové metody

- tvrdost definována velikostí odrazu závaží s kulovitě vybroušeným diamantovým hrotem, který dopadá z definované výšky
- hodnota tvrdosti HSh (podle Shoreho) je dána výška odskoku

Vrypové metody

- při malém zatížení se tvrdým hrotem vytvoří na zbroušeném povrchu materiálu vryp
- míra tvrdosti je síla, potřebná k vytvoření vrypu širokého 0,01 mm

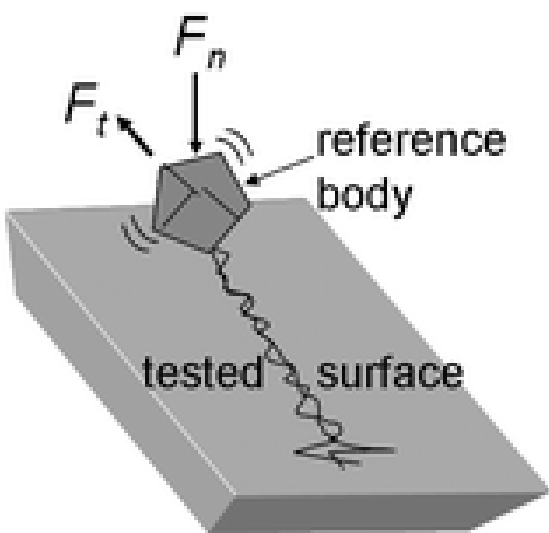
Vnikací metody

- nejrozšířenější metoda založena na vtlačování indentoru (kulička, kužel, jehlan ...) z tvrdého materiálu (kalená ocel, diamant, ...) do zkušebního vzorku
- měří se velikost vtisku (plocha, hloubka nebo úhlopříčka)
- nejpoužívanější a nejznámější jsou zkoušky podle Brinella, Rockwella a Vickerse

Mohsova stupnice tvrdosti

➤ Friedrich Mohs (1822)

- materiálem s vyšším číslem lze udělat vryp do materiálu s číslem nižším



Tvrdost	Látka	Chemický název	Chemický vzorec
1	mastek	kyselý metakřemičitan hořečnatý	$H_2Mg_3(SiO_3)_4$
2	sůl kamenná	chlorid sodný	NaCl
3	kalцит (vápenec)	uhličitan vápenatý	$CaCO_3$
4	fluorit (kazivec)	fluorid vápenatý	CaF_2
5	apatit		$Ca(PO_4)_3$
6	živec (ortoklas)	křemičitan hlinitodraselný	$KAlSi_3O_8$
7	křemen	oxid křemičitý	SiO_2
8	topaz		Al_2SiO_4
9	korund	oxid hlinitý	Al_2O_3
10	diamant	uhlík	C



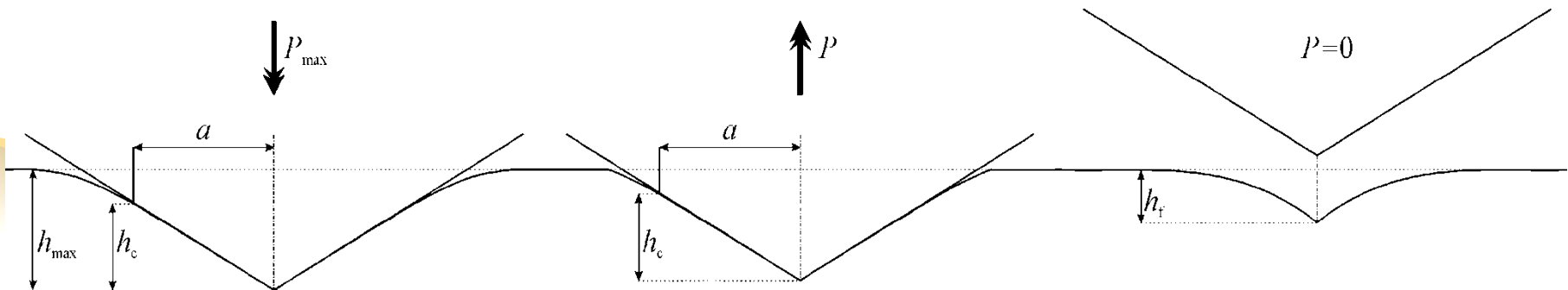
Vtisková zkouška tvrdosti

- hrot (definovaný tvar a rozměry) zatěžován normálovou silou F
- hrot vniká do povrchu do hloubky $h \Rightarrow$ vtisk má plochu A
- plocha A a síla F definují tlak pod hrotem, který je kompenzovaný tvrdostí materiálu

čím tvrdší materiál, tím menší A

$$\text{TVRDOST} = \frac{P_{\max}}{A}$$

- klasicky je tvrdost určována na základě rozměrů reziduálního vtisku



VTISKOVÉ METODY ZKOUŠENÍ TVRDOSTI

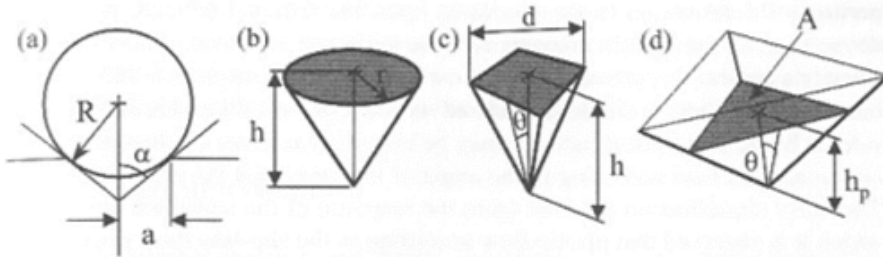
Berkovich tip

Sample surface

PIT Prof. František Uhlík

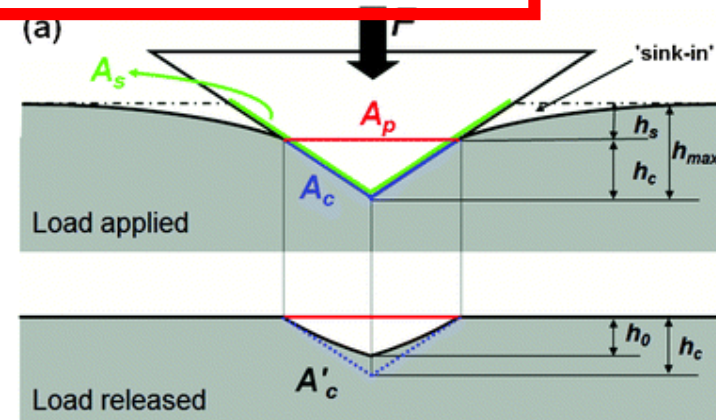
- nejrozšířenější jsou statické vnikací metody
- metody Brinell, Vickers, Knoop - **měřítkem tvrdosti velikost plastické deformace**
- metody Rockwell - **měřítkem tvrdosti velikost elasticko plastické deformace**
- Tvrdost je u vnikacích metod definována jako

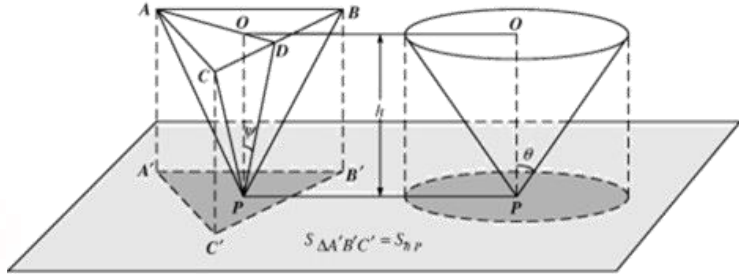
odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa



- Tvrdost u vnikacích metod je definována jako
- **A_c ...kontaktní plocha** ... plocha vtisku (**metody Brinell, Vickers, Martens**)
- **A_p ...průmět kontaktní plochy** ... plocha průmětu vtisku (**Knoop, Mayer**)
- u metod Rockwell je tvrdost **určována přímo z trvalé hloubky vtisku**

$$\text{TVRDOST} = \frac{P_{\max}}{A}$$

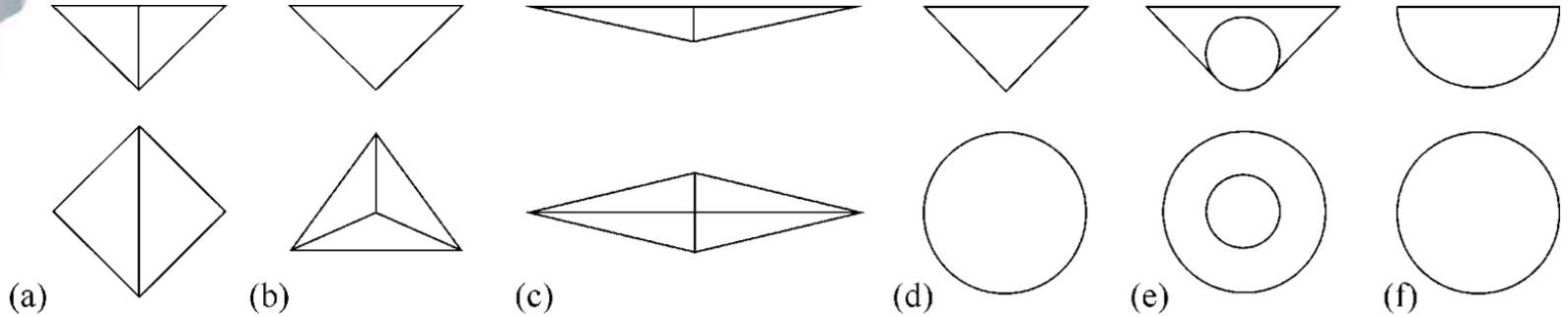
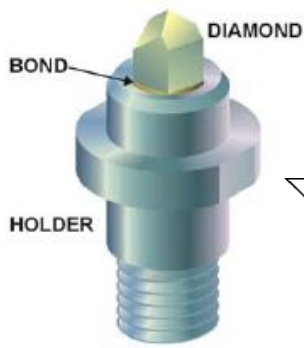




Indentory - vnikací tělesa

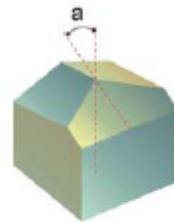
- **Tvrдость je u vnikacích metod definována jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa**
- **pro provedení testu tvrdosti je třeba aby indentor byl alespoň o 20% tvrdší než vzorek (pro vytvoření plastické deformace)**
- obvykle jednoduchého geometrického tvaru ... koule, kužel, jehlan
 - jednoduchost a reprodukovatelnost výroby
 - optimální využití vlastností materiálu vnikacího tělesa tvar vnikacího tělesa
Vickers respektuje tvar krystalu diamantu a tak i jeho maximální tvrdost
- kužel a jehlan (pyramidy) \Leftrightarrow stanovování tvrdosti nezávislé na velikosti použité zkušební síly (podobnost vtisků)
 - na rozdíl od sféry

Indentory

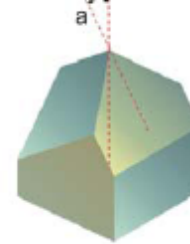


α_t značí úhel který svírají stěny hrotu, a úhel mezi osou pyramidy a jejími stěnami, A_d je povrch a A_p je průřez hrotu

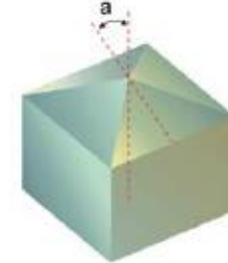
BERKOVICH
IB



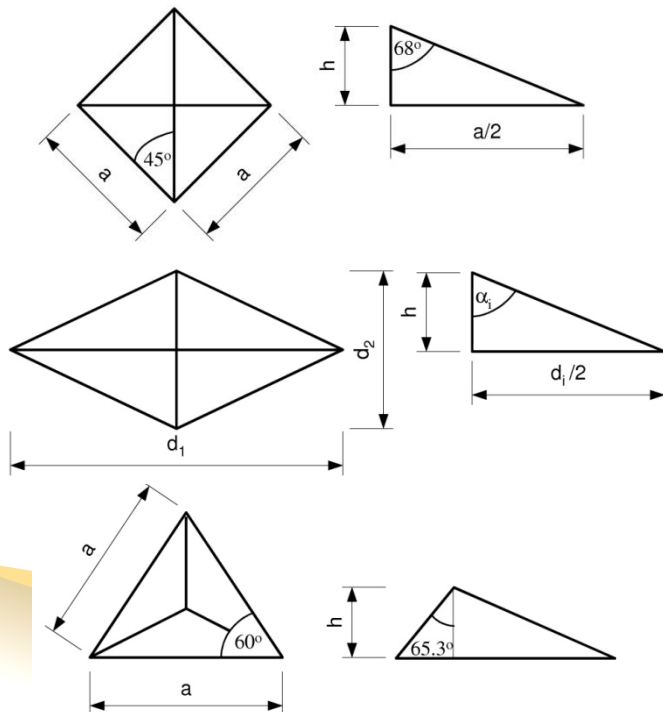
CUBE CORNE
IC



VICKERS
FV

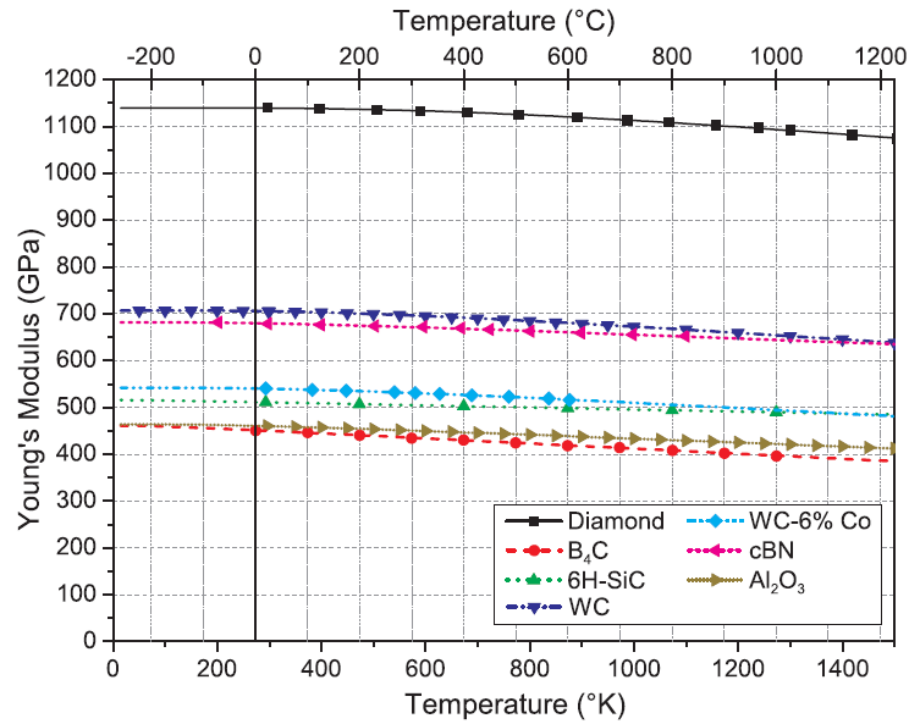
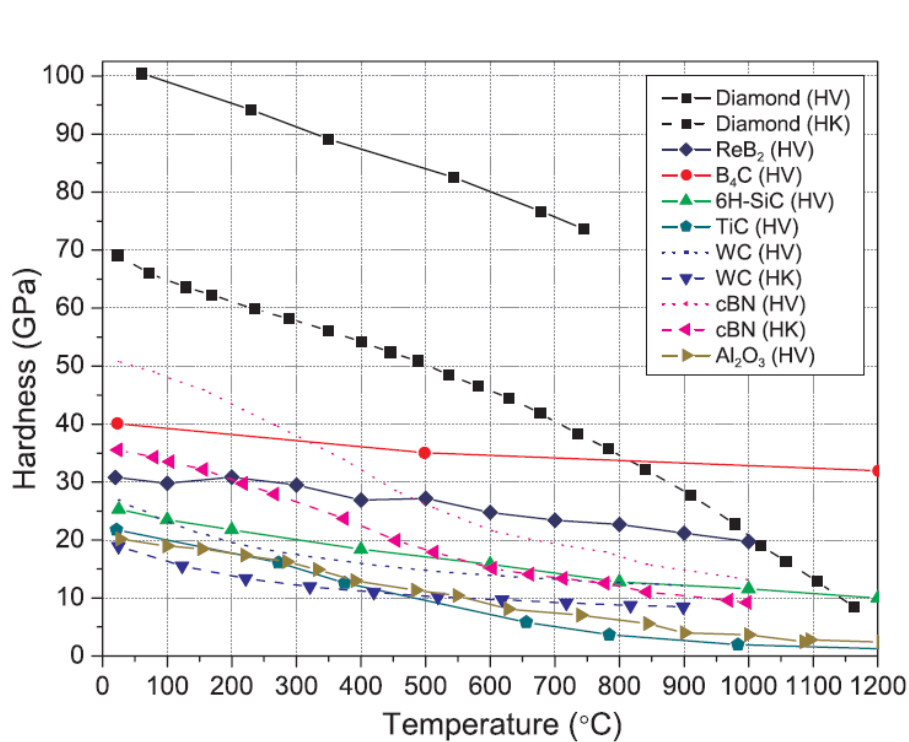


ROUND END CONE
VR



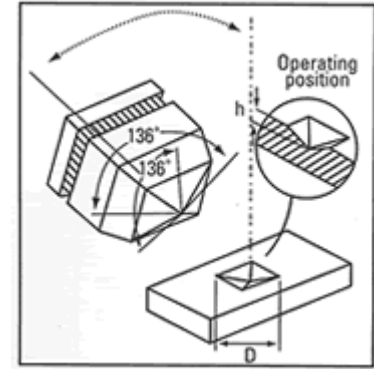
	Vickers	Berkovich	Mod. Berkovich	Cube-conner
α_t	136°	141,9°	142,3°	90°
α	68°	65,03°	65,27°	35,264°
A_d/h^2	$4 \frac{\sin a}{\cos^2 a}$	$3\sqrt{3} \frac{\sin a}{\cos^2 a}$	$3\sqrt{3} \frac{\sin a}{\cos^2 a}$	9/2
	$\cong 26,43$	$\cong 26,43$	$\cong 26,97$	= 4,5
A_p/h^2	$4 \tan^2 a$	$3\sqrt{3} \tan^2 a$	$3\sqrt{3} \tan^2 a$	$3\sqrt{3}/2$
	$\cong 24,504$	$\cong 23,96$	$\cong 24,494$	$\cong 2,598$
A_d/A_p	$1/\sin a$	$1/\sin a$	$1/\sin a$	$1/\sin a = 3/\sqrt{3}$
	$\cong 1,0785$	$\cong 1,1031$	$\cong 1,1010$	$\cong 1,7320$

Indentory pro vysokoteplotní měření



Tvrdość podle Vickerse

- 1924 Smith a Sandland ([Vickers Ltd](#))
- vtlačování diamantového indentoru (pravidelný čtyřboký jehlan se čtvercovou základnou a s daným vrcholovým úhlem $136^\circ \pm 0,5^\circ$)
- měřena je úhlopříčka reziduálního vtisku
- tvrdość podle Vickerse je vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše povrchu vtisku, jenž se uvažuje

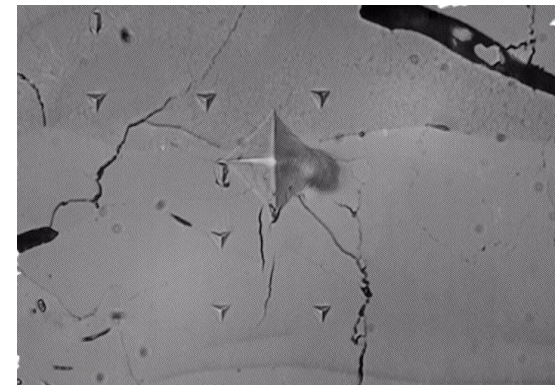


$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1,8544 \frac{F}{d^2} \frac{[kp]}{[mm^2]}$$

$$HV = 0,102 \times 1,8544 \frac{F}{d^2} = 0,1891 \frac{F}{d^2} \frac{[N]}{[mm^2]}$$

F zkušební zatížení v kp nebo N

d aritmetický průměr úhlopříček d_1, d_2 v mm



Indentační praskání - Vickers

INDENTAČNÍ LOMOVÁ HOUŽEVNATOST K_{IC}

➤ rovnice pro K_{IC} podle Chicota:

➤ Radial-median cracks

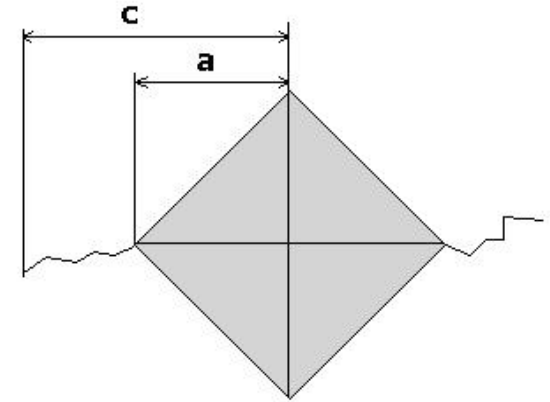
$$K_{E(R-M)} = 0,0154 \left(\frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \left(\frac{L}{c^{3/2}} \right)$$

➤ Palmqvist cracks

$$K_{E(P)} = 0,0089 \left(\frac{E}{H_v} \right)^{2/5} \left(\frac{L}{a^{1/2}} \right)$$

➤ Intermediate cracks

$$K_{E(M-M)} = (0,0074 - 0,0043q) f \left(\frac{E}{H_v} \right) \frac{L}{a^q c^{1,5-q}}$$



$$K_c = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{L_{\max}}{C^{3/2}} \right)$$

L ... Normálová síla aplikovaná na indentor

Měření lokálních mechanických vlastností

➤ komplexní analýza mechanických vlastností v malých objemech

➤ Nano-mechanické a nano-tribologické testy

➤ Nanoindentace (instrumentovaná vtisková zkouška)

➤ do 500 °C (700 °C in Ar, 950 °C ve vakuu)

➤ Nano-compresní test

➤ Nano-scratch test

➤ Testy opotřebení

➤ Nano-dynamický testy

➤ Materiálové charakteristiky

➤ Tvrdost

➤ Elastický modul

➤ Lomová houževnatost

➤ Creep (tečení)

➤ Adheze

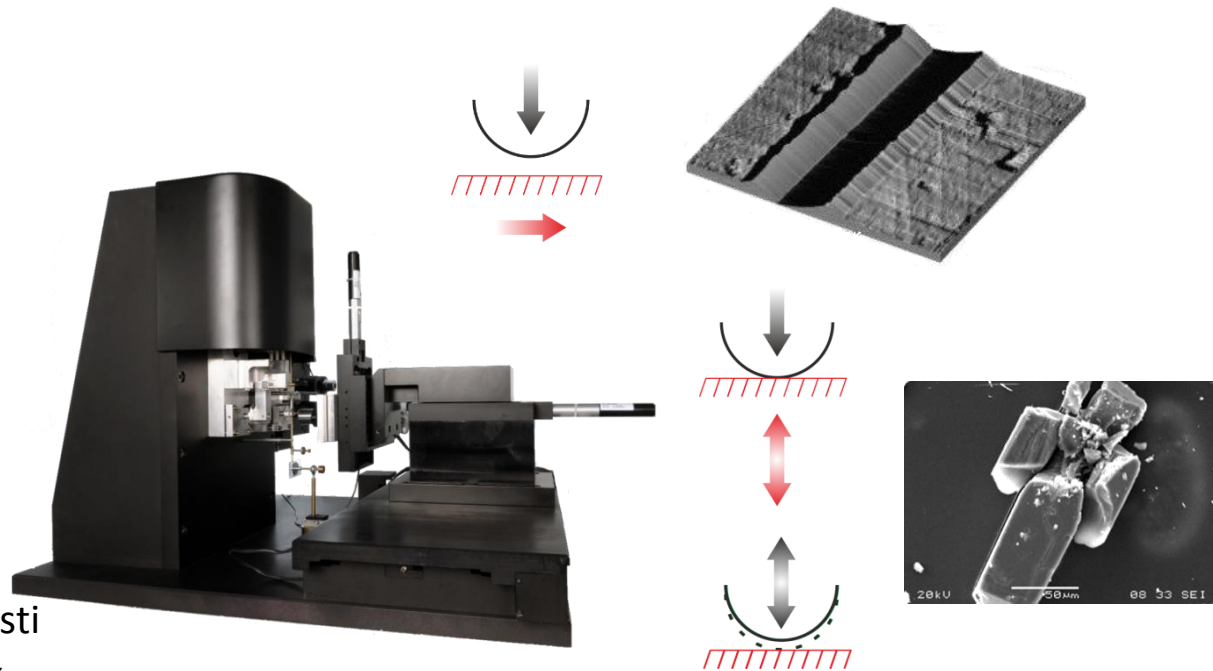
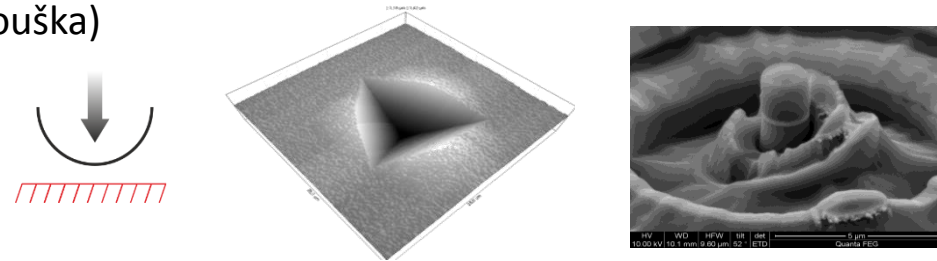
➤ Koheze

➤ Reziduální pnutí

➤ Dynamické - únavové vlastnosti

➤ Otěruvzdornost – opotřebení

➤ Teplotní stabilita

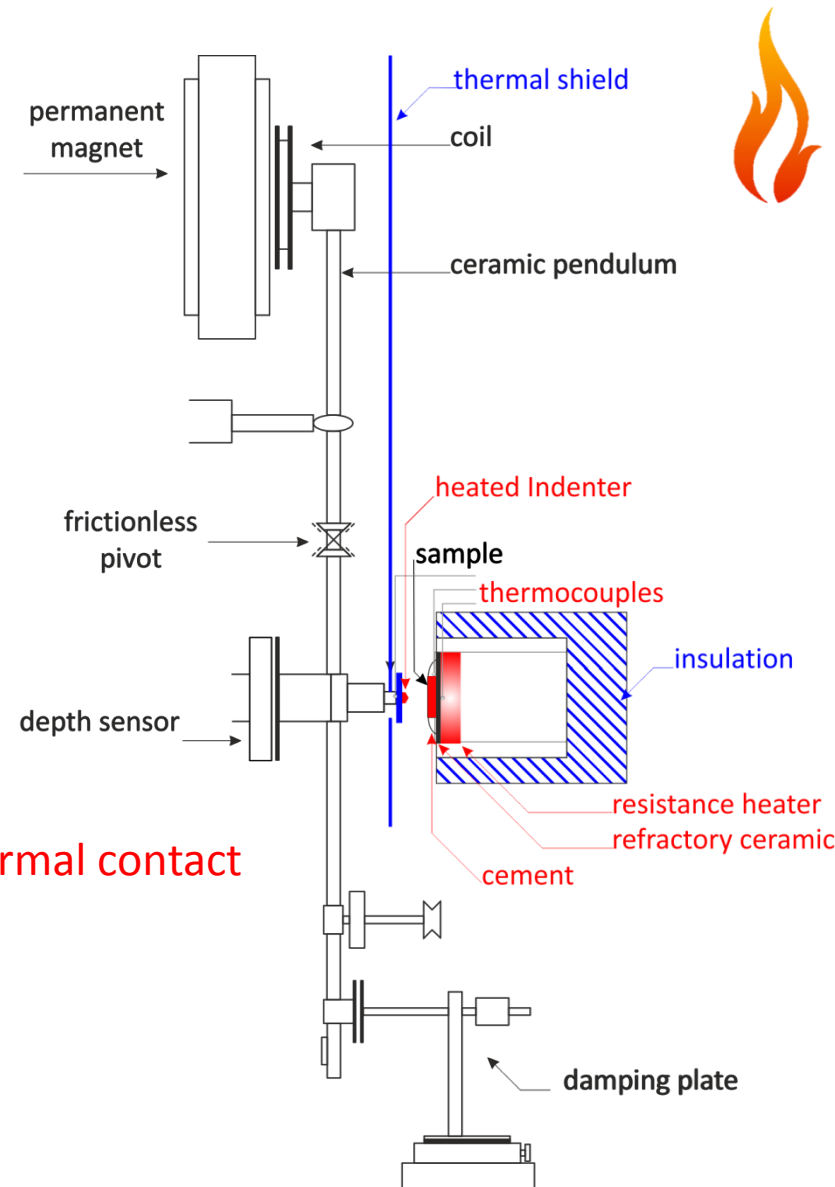


NanoTest™ koncept

- Keramické kyvadlo
- speciální zavěšení
- magnet + cívka
- senzor posunutí
- síla aplikována v horizontálním směru

Vysokoteplotní setup

- Teplotní štít
- vzorek na vyhřívaném držáku
- Vyhřívaný indnetor (diamond, c-BN, ...) ⇒ isothermal contact
- PID regulátor + termočlánky



Aplikace - NanoTest

➤ Materiály

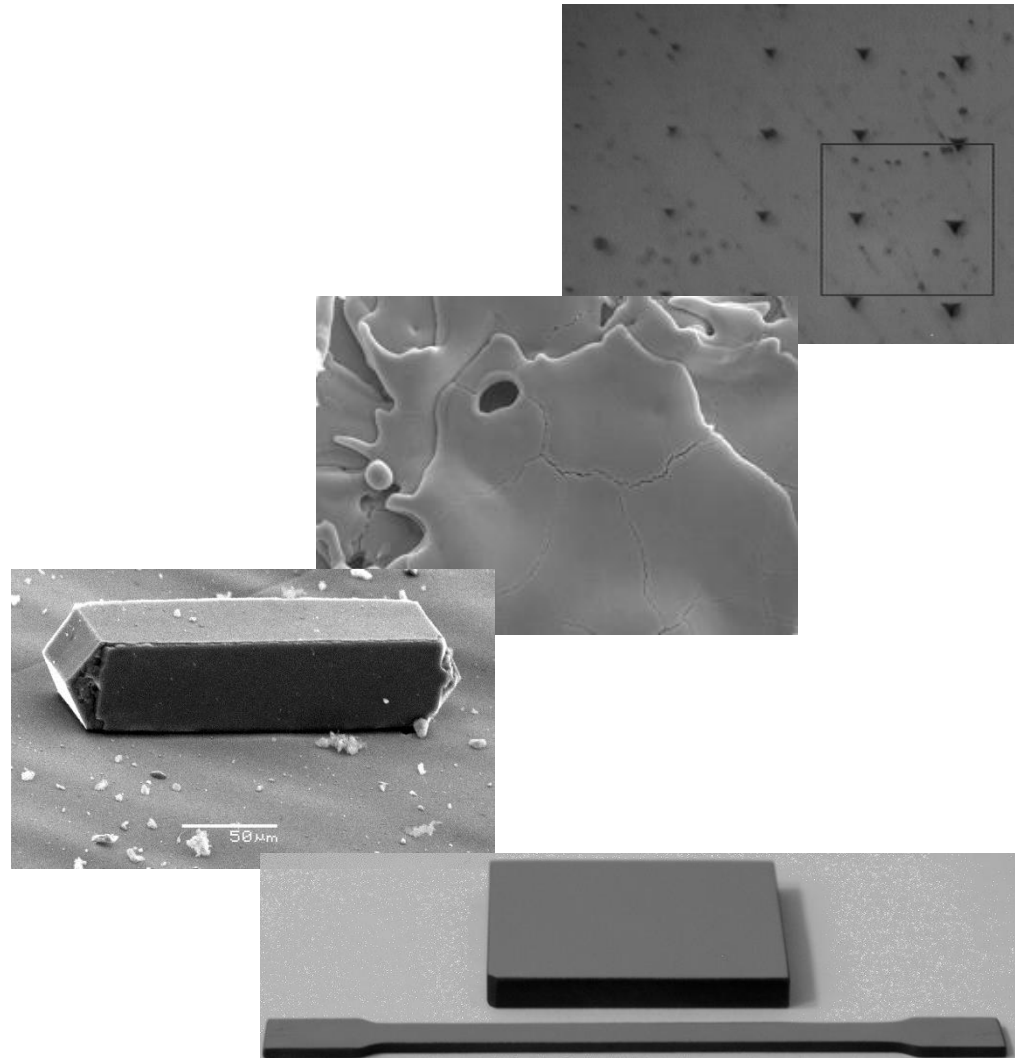
- Tenké vrstvy
- Mikroskopické objekty
- Objemové materiály
- Biomateriály

➤ Efekty

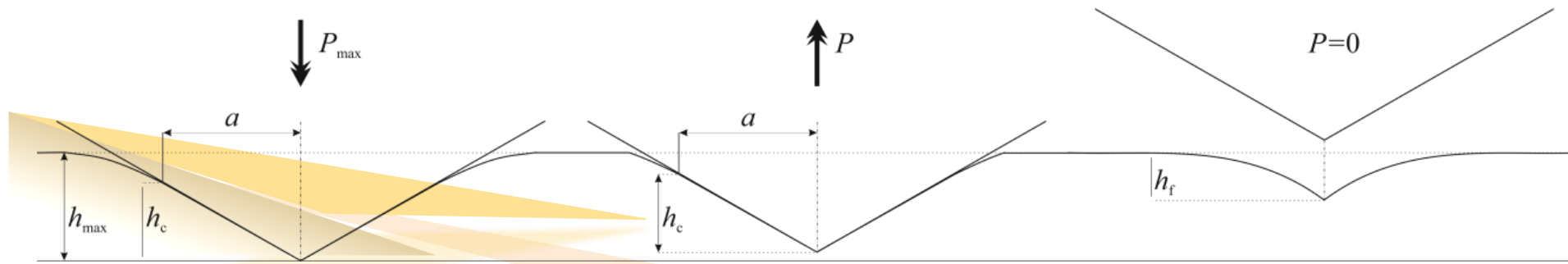
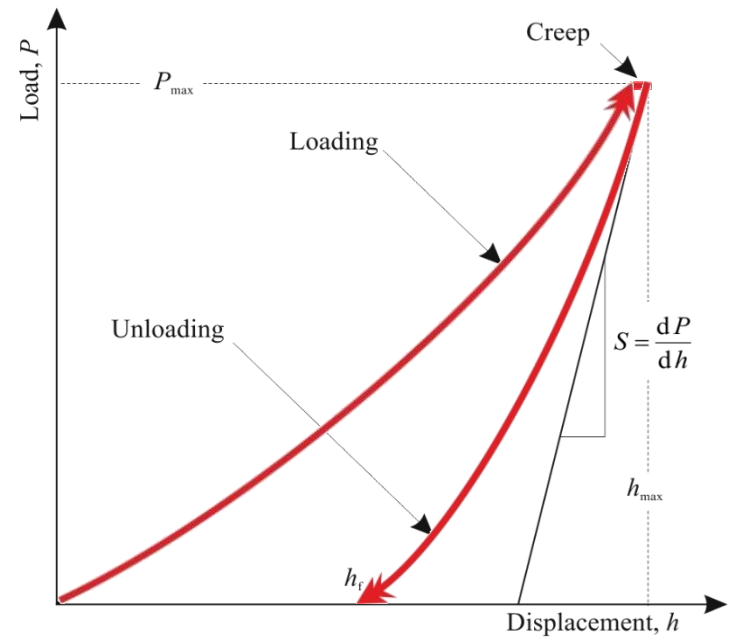
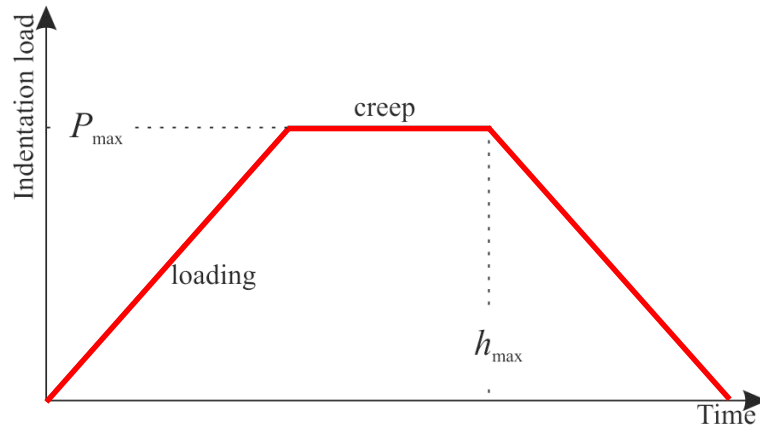
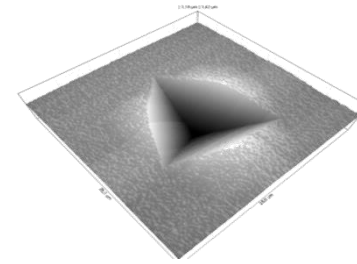
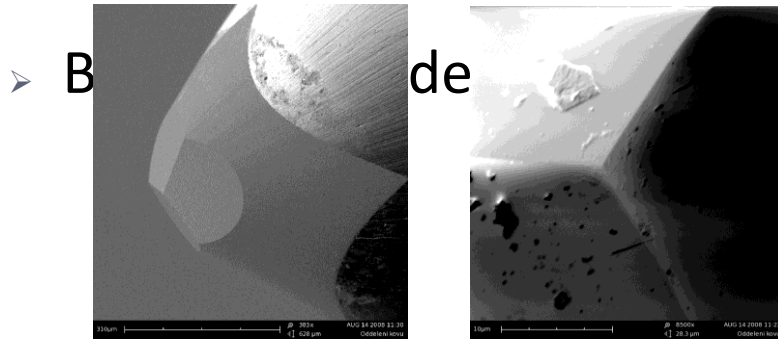
- Fázové transformace
- Záporná tuhost
- Incipient plasticity
 - Dislocation burst

➤ Velikost vzorku

- max. 50x50x50 mm
- min. 50x50x50 μm
- minimální velikost 10x10 μm

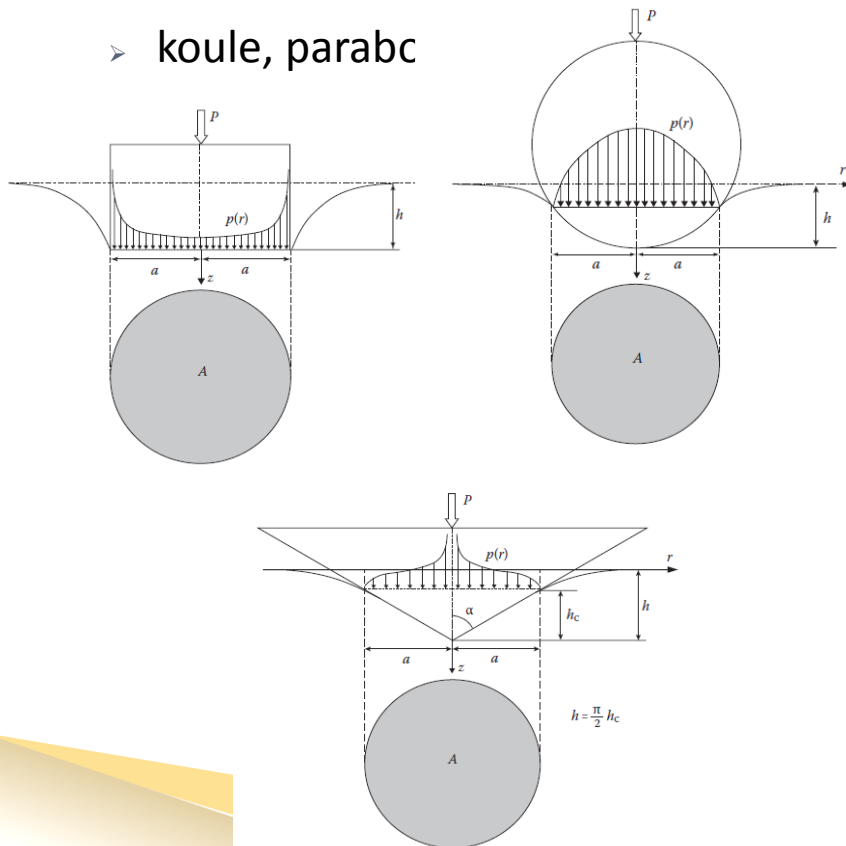


Princip nanoindentance



Geometrické závislosti elast. zatěžování

- srovnání indentorů
- válec (plochý razník)
- koule, parabol

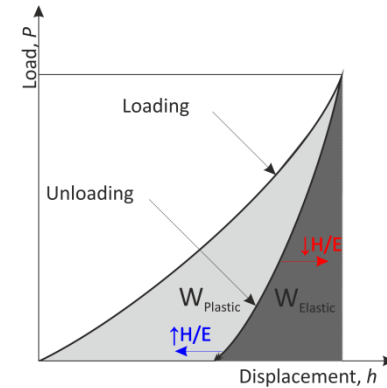


Cylinder / Prism	Sphere / Parabola	Cone / Pyramid
<p>Load (a. u.) vs Depth (a. u.)</p>	<p>Load (a. u.) vs Depth (a. u.)</p>	<p>Load (a. u.) vs Depth (a. u.)</p>
Load - depth - relation / unloading index n ($F \sim h^n$) $F \sim h / n = 1$	$F \sim h^{3/2} / n = 1.5$	$F \sim h^2 / n = 2$
Contact stiffness S $S = (dF/dh) = \text{constant}$	$S = (dF/dh) \sim h^{1/2}$	$S = (dF/dh) \sim h$
Contact area A_C / area function index m ($A_C \sim h^m$) $A_C \sim S^2 = \text{constant} / m = 0$	$A_C \sim S^2 \sim h \sim F^{2/3} / m = 1$	$A_C \sim S^2 \sim h^2 \sim F / m = 2$
Mean contact pressure p_{mean} $p_{\text{mean}} \sim F \sim h$	$p_{\text{mean}} \sim F^{1/3} \sim h^{1/2}$	$p_{\text{mean}} = \text{constant}$
<p>Pressure P_m (a. u.) vs Depth (a. u.)</p>	<p>Pressure P_m (a. u.) vs Depth (a. u.)</p>	<p>Pressure P_m (a. u.) vs Depth (a. u.)</p>
Depth location of the contact point h_c		
<p>$h_c = (1-2/\pi)h = 0.36h$</p>	<p>$h_c = 0.5h$</p>	<p>$h_c = (2/\pi)h = 0.64h$</p>

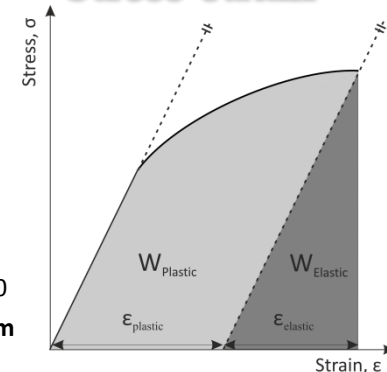
Nanoindentační křivka

- bohatý zdroj informací o deformační odezvě materiálu
- analýza indentační křivky \Rightarrow tvrdost, el. modul, creep ...
- “material fingerprint”

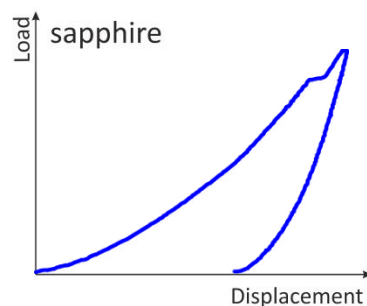
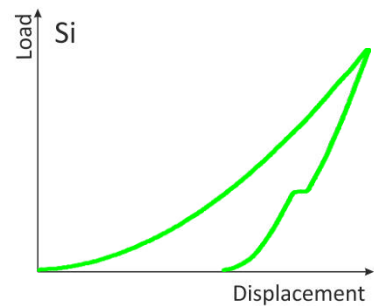
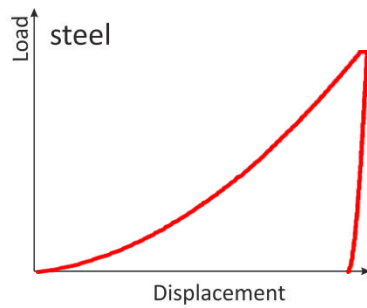
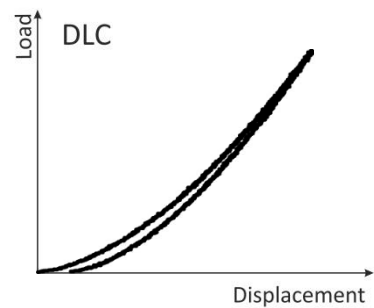
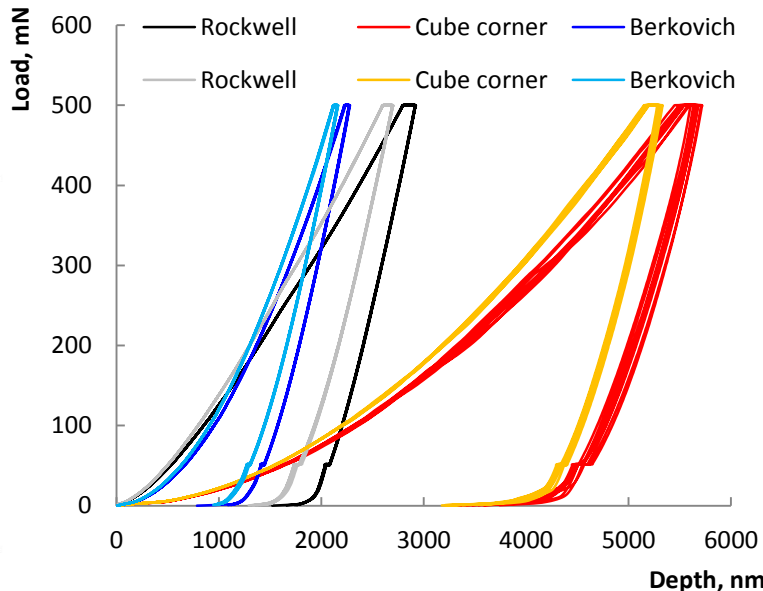
Indentation



Stress-strain



AS-org. vs AS-425°C_2h



W_{Total} ... Celková indentační práce

$W_{Elastic}$... Elastická energie (elasticky uložená energie)

$W_{Plastic}$... Spotřebovaná plastická energie (nevratná) \Rightarrow na vytvoření plastického vtisku

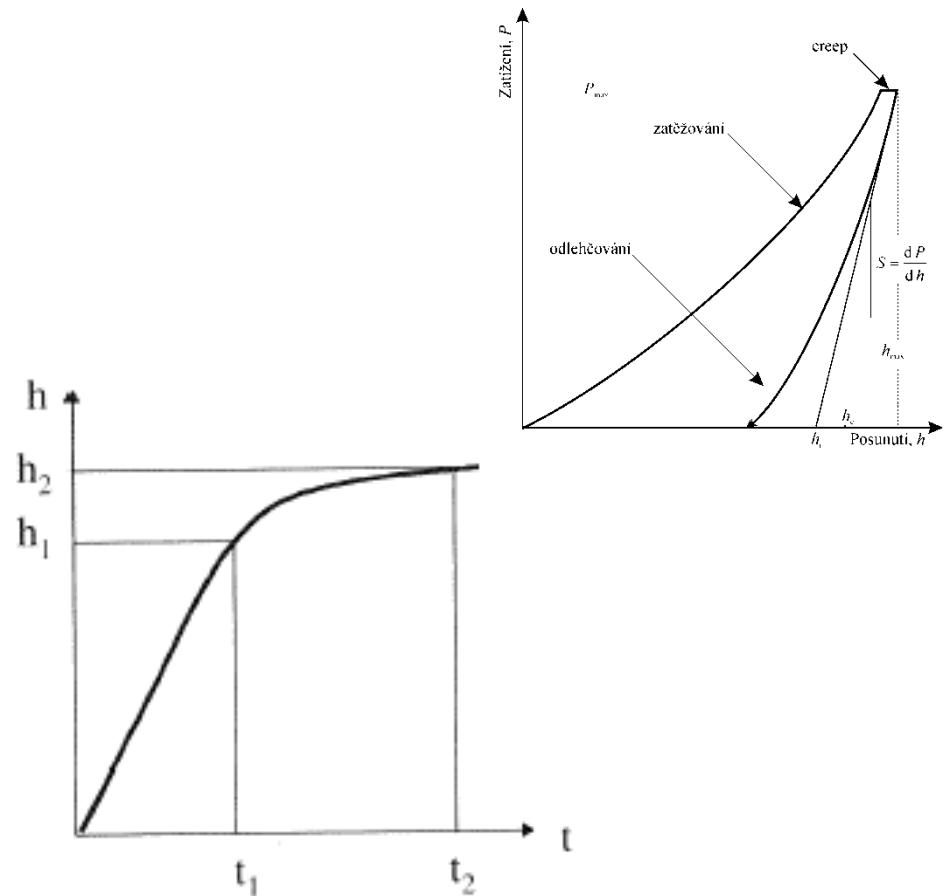
Index plasticity ... $W_{Plastic} / W_{total}$ (souvisí s opotřebením a houževnatostí)

$$W_{Total} = W_{Plastic} + W_{Elastic}$$

Creep - vtiskové tečení


- Dwell period
- velký vliv na H a E
- u kovů chyba E až 50%
- eliminace
 - ⇒ delší dwell period
 - ⇒ rychlé odlehčení

$$C_{IT} = \frac{h_2 - h_1}{h_1} 100$$

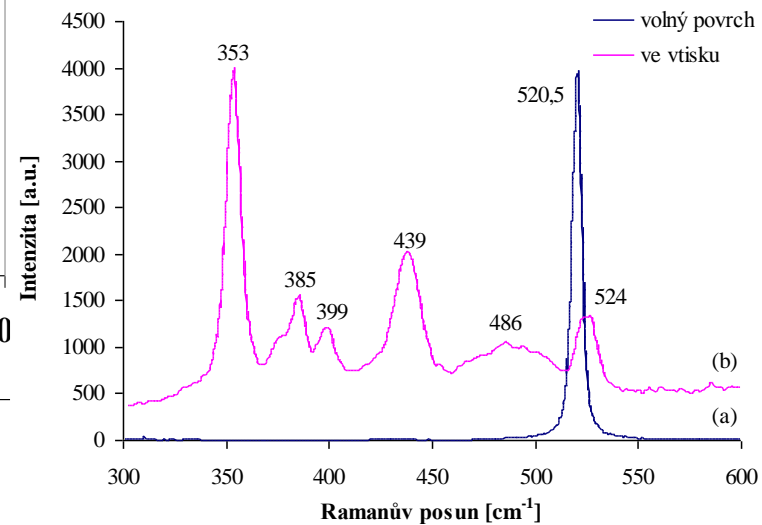
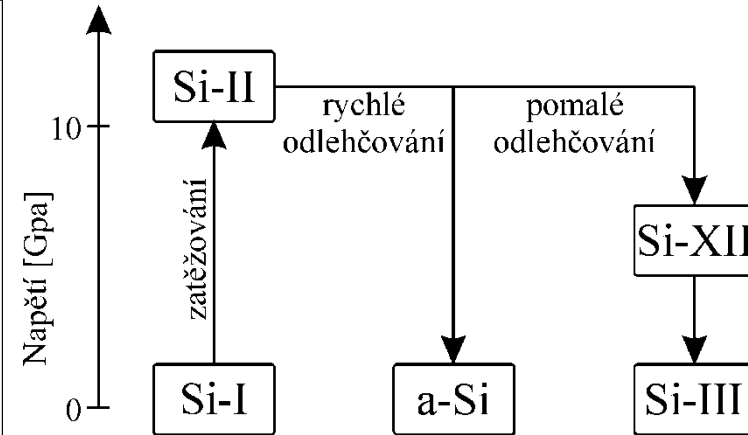
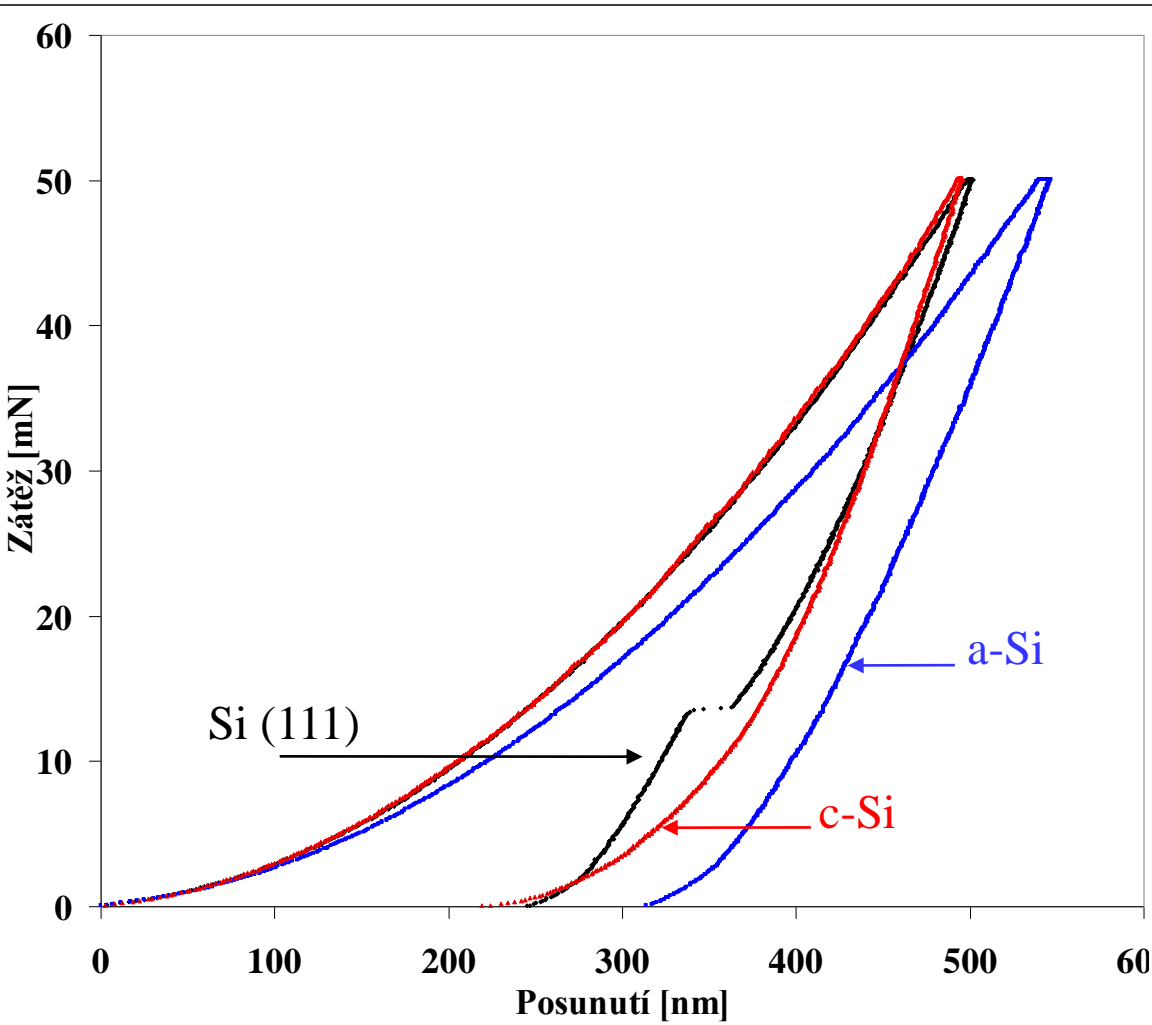


Dwell time (s)	Hardness (GPa)	Reduced modulus (GPa)	Dwell time (s)	Hardness (GPa)	Reduced modulus (GPa)
10	0.139 ± 0.01 ^a	2.61 ± 0.02	10	0.259 ± 0.03 ^a	3.11 ± 0.04
60	0.132 ± 0.01	2.42 ± 0.01	60	0.248 ± 0.02	2.96 ± 0.04
180	0.125 ± 0.01	2.34 ± 0.01	180	0.235 ± 0.04	2.91 ± 0.03
600	0.119 ± 0.02	2.34 ± 0.02	600	0.214 ± 0.00	2.91 ± 0.05

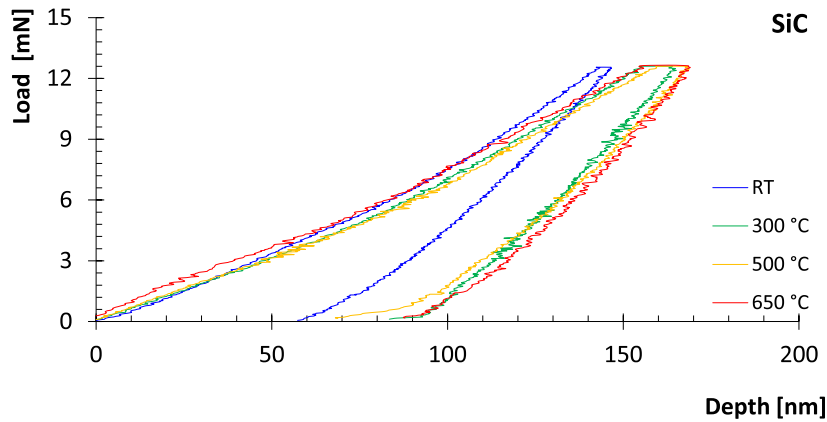
Faktory ovlivňující nanoindentační měření

- tvarová funkce hrotu
 - tvar vtisku
 - pile-up
 - sink-in
 - vliv substrátu
 - korekce nanoindentačních dat
 - poddajnost přístroje
 - teplotní drift
- 

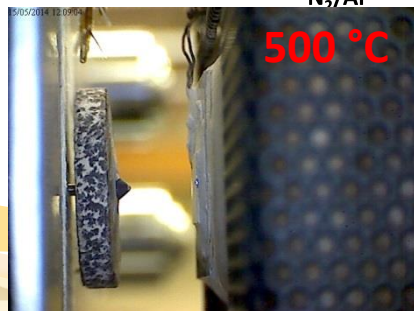
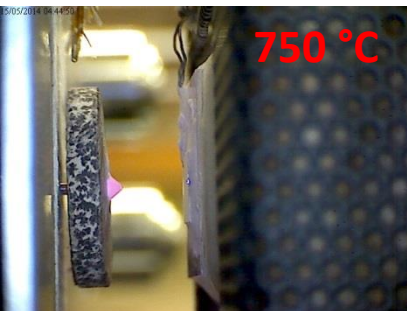
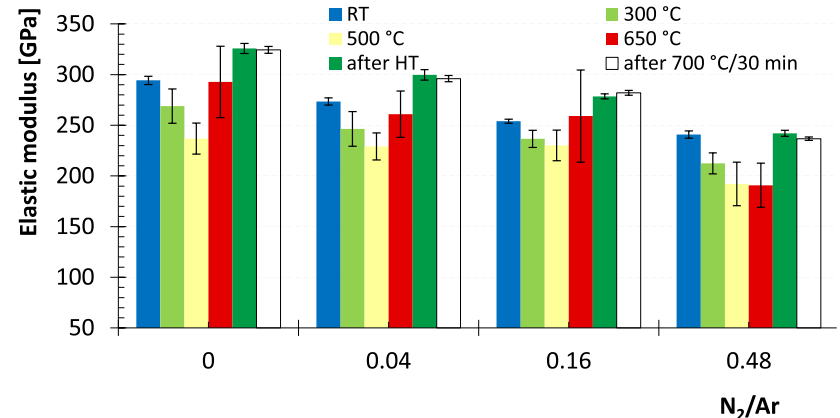
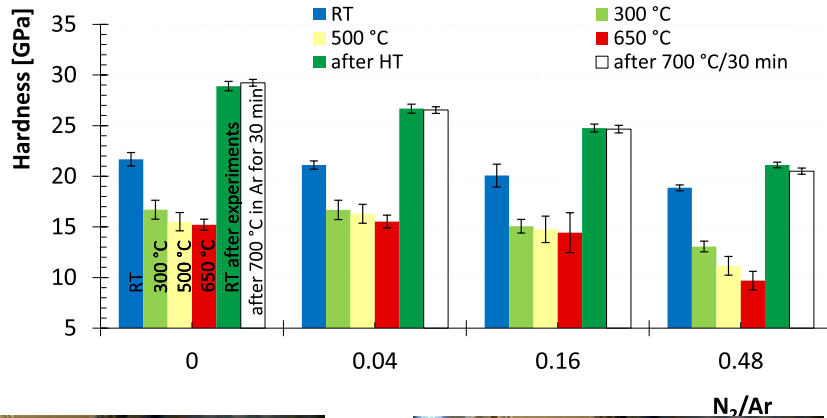
Fázové přechody indukované tlakem



Hot stage indentation



- ▶ Real high temperature properties (in situ measurement)
- ▶ up to 650 °C in Ar with c-BN indenter
- ▶ H drops to 77% for SiC at 300 °C, small further softening
- ▶ SiCN (40at.%) to 69% at 300 °C, gradual softening
- ▶ E decreases up to 500 °C and increases at 650 °C ⇒
 ↑SRO prevails over softening processes
- ▶ H and E after 650 °C almost identical as after 30 min. at 700 °C ⇒ Thermal stability



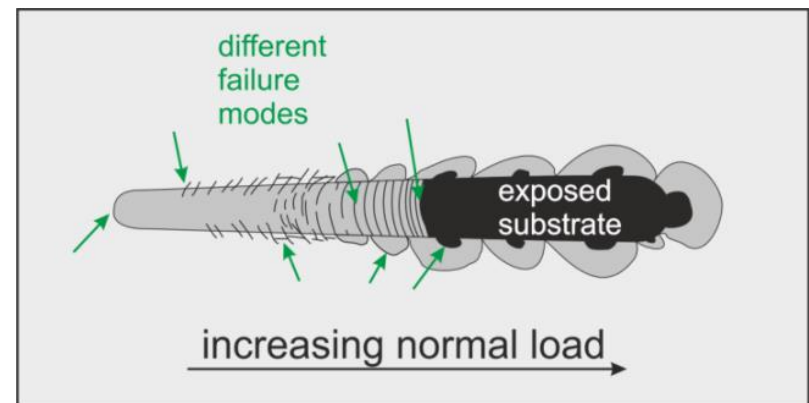
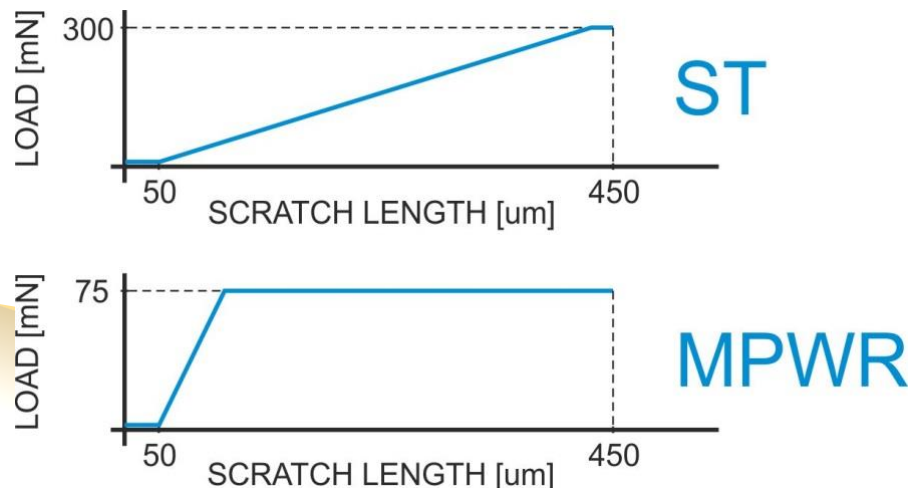
In-situ high temperature testing



Real performance of the films

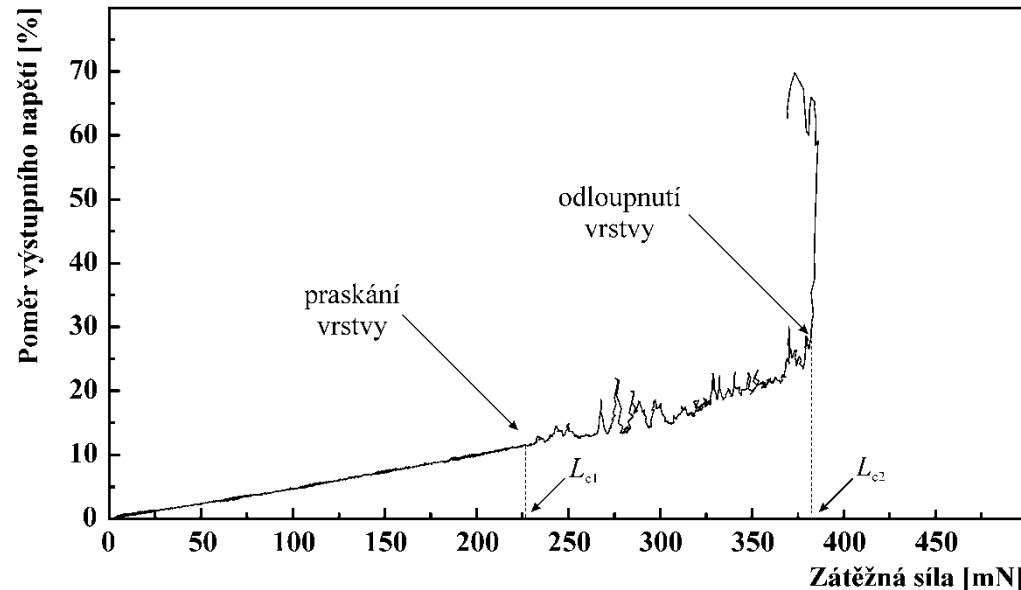
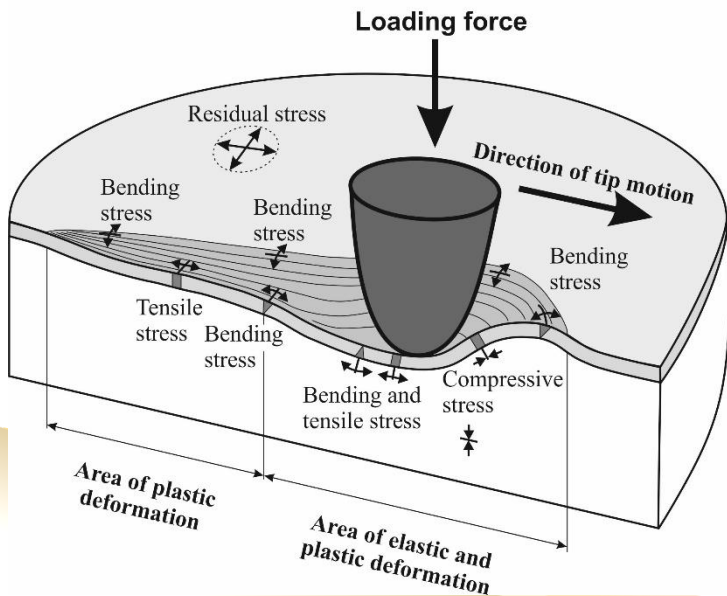
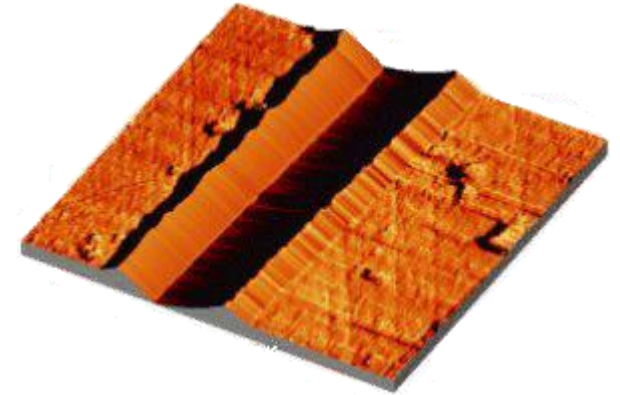
Vrypová zkouška - Scratch test

- Komplexní metoda pro ohodnocení **adhezních a kohezních vlastností** tenkých vrstev optických, ochranných či funkčních
- Diamantový indentor je tažen po povrchu vzorku při zvyšující se normálové síle (nebo konstantní)
 - Rockwell, ve speciálních případech i Berkovič nebo cube corner (hrana krychle)
- 2 přístupy
 - ST je jednopřejezdový vryp s postupným zatěžováním...nebo varianta MPW – 3-přejezdový test ve schématu topografie-scratch-topografie
 - MPWR je vícepřejezdový test po stejné trase, kdy je maximální zátěžné síly dosaženo již na počátku a pak je udržována konstantní

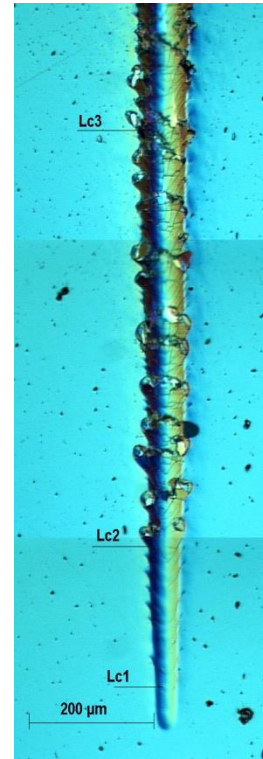
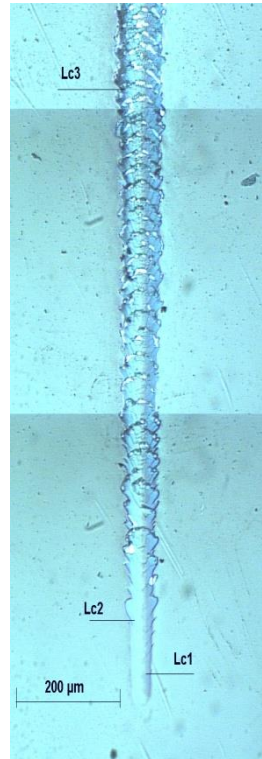
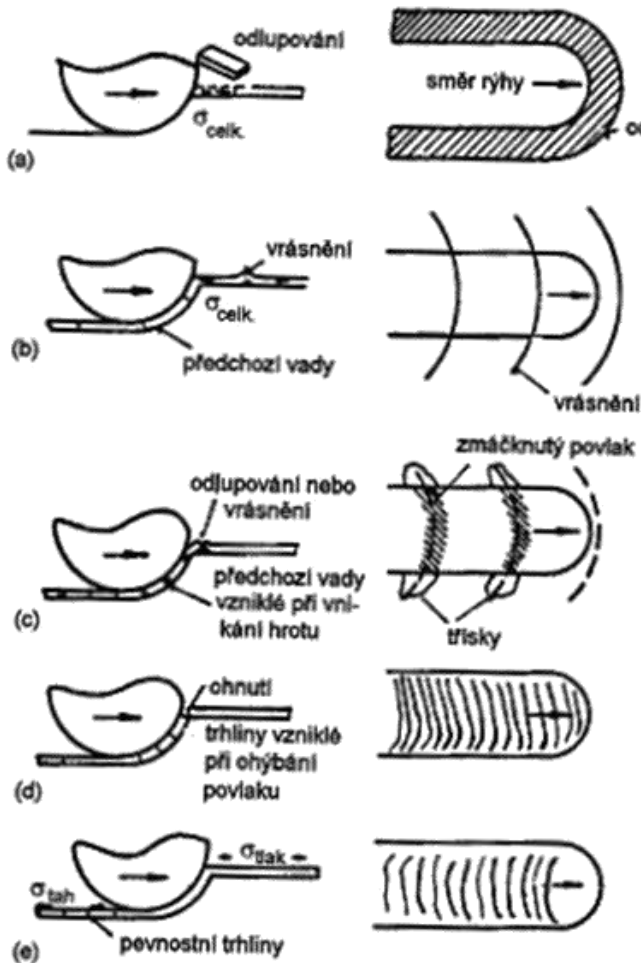


Scratch test – vyhodnocení

- ❑ Velmi komplikované napěťové pole
- ❑ Akustická emise, frikční sonda
- ❑ Kritickou zátěž lze určit několika způsoby
 - ❑ prudká změna penetrační hloubky sondy
 - ❑ náhlá změna frikční síly mezi hrotem a povrchem
 - ❑ detekce peaků signálu z akustické emise

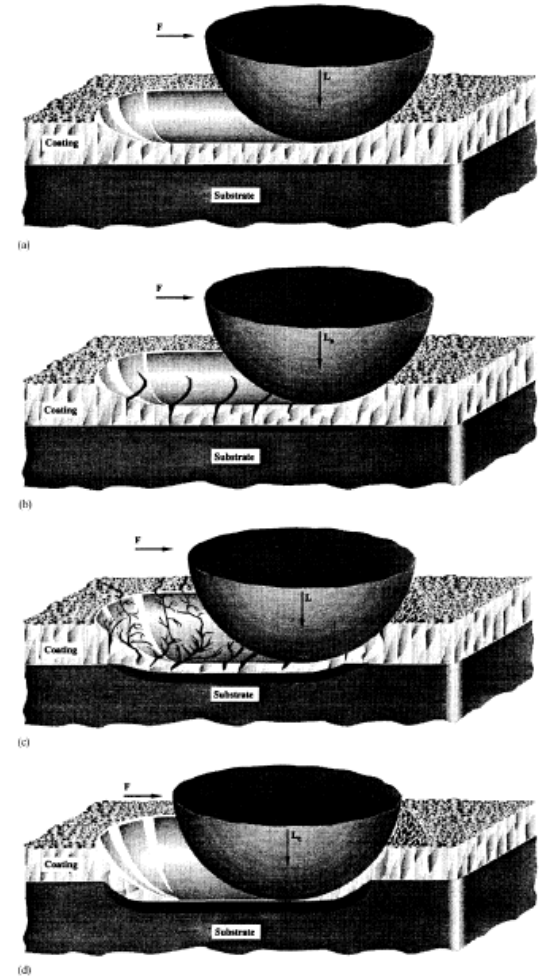


Módy poruch při scratch testu



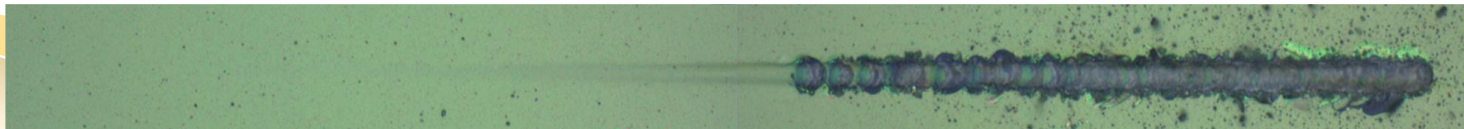
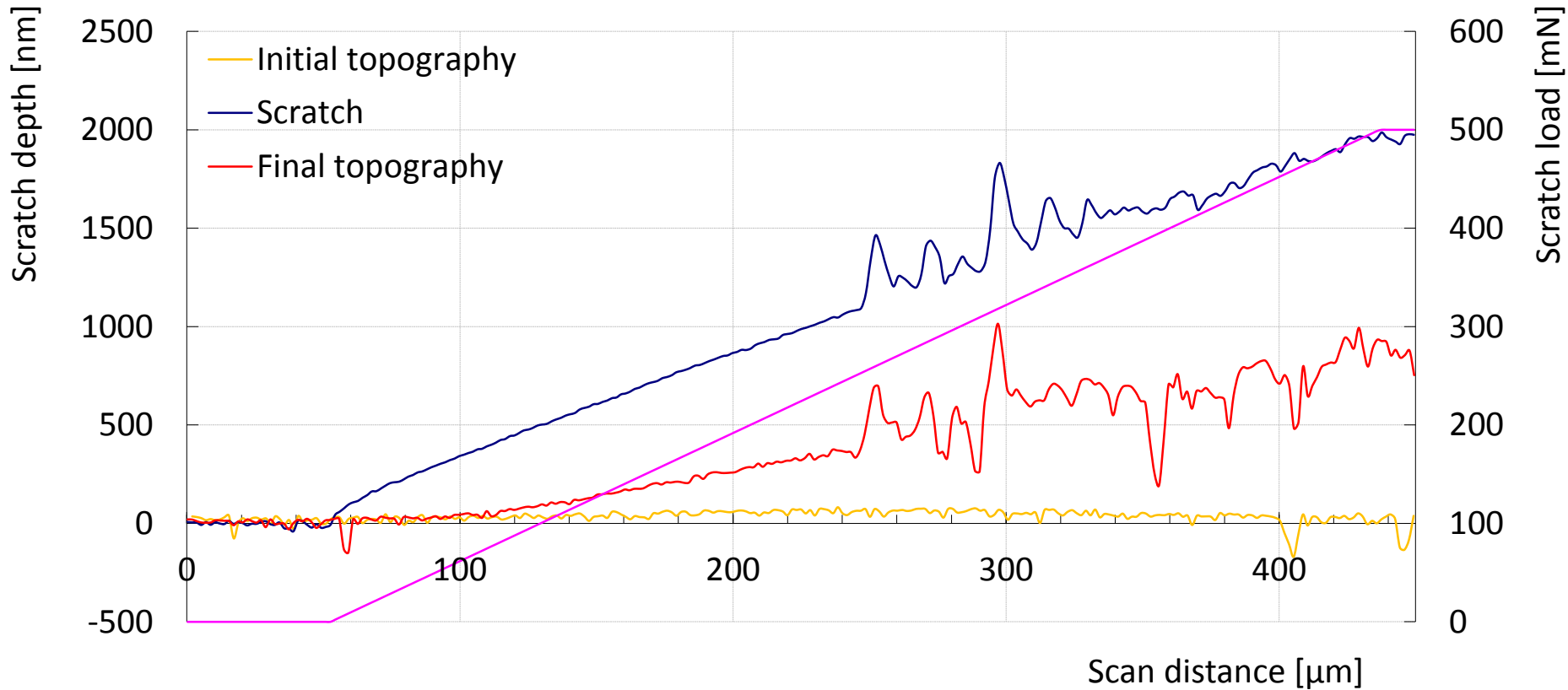
Si-C:H

Ti-C:H



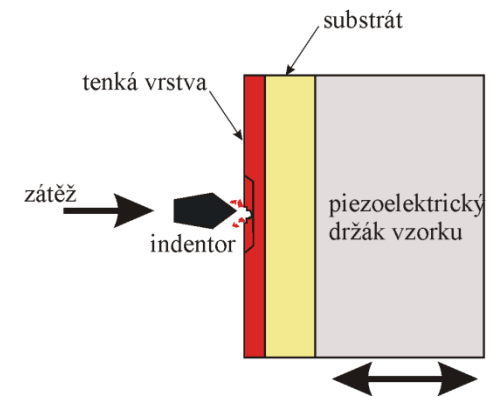
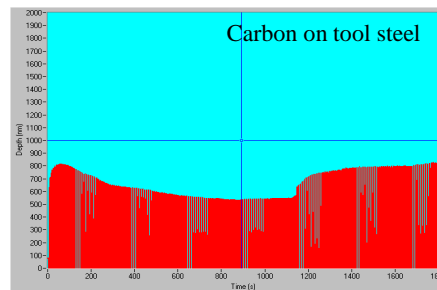
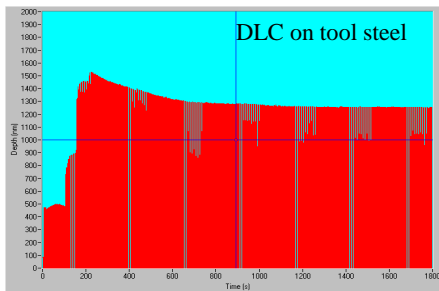
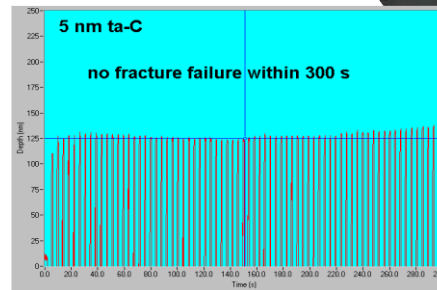
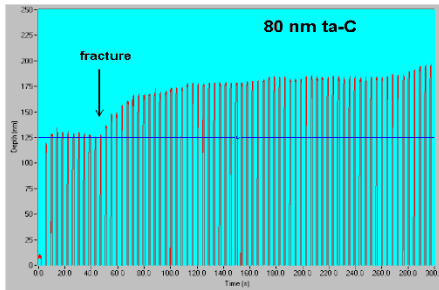
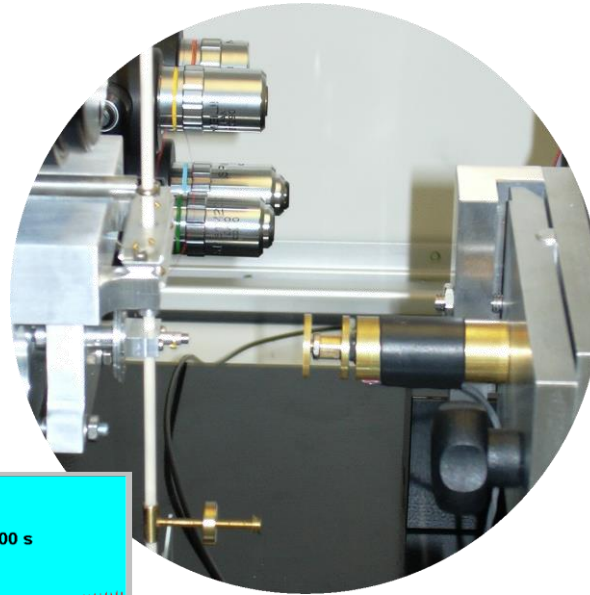
Analýza scratch testu

- Nanodiamantová tenká vrstva dopovaná borem



Nano - Impact test™

- Dynamická zkouška
- Vzorek umístěn na vibrujícím, funkčním generátorem buzeném, držáku



Impulse test a Dynamická tvrdost

- ❑ Modifikace Impact testu
- ❑ Vzorek statický
- ❑ Impulsní pohyb hrotu

