

České vysoké učení technické v Praze  
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská

Katedra materiálů  
Obor: Diagnostika materiálů



**Počítačové modelování fyzikálních  
procesů při nanoindentaci tenkých  
vrstev**

**Computer modelling of physical  
processes in nanoindentation of  
thin films**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vypracovala: Daria Shutova  
Vedoucí práce: doc. Ing. Aleš Materna, Ph.D.  
Rok: 2023

Katedra: materiálů

Akademický rok: 2021/2022

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Student: Daria Shutova

Studijní program: Aplikace přírodních věd

Obor: Diagnostika materiálů

Název práce: Počítačové modelování fyzikálních procesů při nanoindentaci tenkých vrstev  
(česky)

Název práce: Computer modelling of physical processes in nanoindentation of thin films  
(anglicky)

Pokyny pro vypracování:

- 1) Proveďte rešerši numerických a experimentálních poznatků o indentaci tenkých vrstev. Zaměřte se zejména na instrumentovanou indentaci, její vyhodnocení v případě indentace tenkých vrstev, vliv „sink-in“ a „pile-up“ fenoménu na interpretaci dosažených výsledků tvrdosti a indentačního modulu a typ vrstvy a substrátu z pohledu mechanických vlastností (tvrdá vrstva na měkkém substrátu, měkká na tvrdém).
- 2) Vytvořte 2D numerický model indentace pomocí numerické metody konečných prvků. Při tvorbě modelu zohledněte numerické (velikost modelu, velikost prvků, ...) a fyzikální (tuhost indentoru, tření mezi indentorem a indentovaným materiálem, ...) vlivy na přesnost výsledků.
- 3) Udělejte parametrickou studii vlivu rozdílných mechanických vlastností materiálu vrstvy a substrátu a hloubky indentace na výsledky indentační zkoušky.
- 4) Diskutujte výsledky parametrické studie a porovnejte je s daty publikovanými v odborné literatuře.

Doporučená literatura:

- [1] 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. 2004, **19**(1), 3–20
- [2] G. Constantinides, K.S. Ravi Chandran, F.-J. Ulm a K. J. Van Vliet : Grid indentation analysis of composite microstructure and mechanics. Principles and validation. Materials Science and Engineering. A. 2006, **430**(1-2), 189–202
- [3] A. Bolshakov, W. C. Oliver, G. M. Pharr: Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation. Part II. Finite element simulations. Journal of Materials Research. 1996, **11**(3), 760–768
- [4] K. Durst, M. Göken a H. Vehoff: Finite element study for nanoindentation measurements on two-phase materials. Journal of Materials Research. 2004, **19**(1), 85–93
- [5] N. Fujisawa, W. Li a M. V. Swain: Observation and numerical simulation of an elastic-plastic solid loaded by a spherical indenter. Journal of Materials Research. 2004, **19**(12), 3474–3483
- [6] J. C. Hay, A. Bolshakov a G. M. Pharr: A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data. Journal of Materials Research. 1999, **14**(6), 2296–2305

Jméno a pracoviště vedoucího práce:

Ing. Aleš Materna, Ph.D., Katedra materiálů, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT v Praze

Jméno a pracoviště konzultanta:

Prof. Dr. Ing. Petr Haušild, Katedra materiálů, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT v Praze

Datum zadání bakalářské práce: 6. 10. 2021

Termín odevzdání bakalářské práce: 7. 7. 2022

Doba platnosti zadání je dva roky od data zadání

V Praze dne 6. 10. 2021

  
garant oboru

  
vedoucí katedry



  
děkan

### **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracovala samostatně a použila jsem pouze podklady (literaturu, projekty, SW atd.) uvedené v příloženém seznamu.

V Praze dne .....

.....

Daria Shutova

## **Poděkování**

Děkuji vedoucímu práce doc. Ing. Aleši Maternovi, Ph.D. za neocenitelné rady a pomoc při tvorbě bakalářské práce.

Daria Shutova

*Název práce:*

**Počítačové modelování fyzikálních procesů při nanoindentaci tenkých vrstev**

*Autor:* Daria Shutova

*Studijní program:* Aplikace přírodních věd

*Obor:* Diagnostika materiálů

*Druh práce:* Bakalářská práce

*Vedoucí práce:* doc. Ing. Aleš Materna, Ph.D.

*Konzultant:* prof. Dr. Ing. Petr Haušild

*Abstrakt:* Tato bakalářská práce se zaměřuje na popis počítačového modelování nanoindentace tenkých vrstev. V první části práce je provedena teoretická rešerše, která se zabývá procesem nanoindentační zkoušky, jejím vyhodnocením a modelováním metodou konečných prvků. Druhá část práce obsahuje detailní popis tvorby 2D numerického modelu. Při vytváření modelu jsou zohledněny vlivy numerických a fyzikálních parametrů na přesnost výsledků. Následně je provedena numerická studie, která zkoumá vliv mechanických vlastností materiálů vrstvy a substrátu a hloubky indentace na výsledky indentační zkoušky. Provedené simulace zahrnují dva systémy: poddajnou (a měkkou) vrstvu na tuhém (a tvrdém) substrátu a tuhou vrstvu na poddajném substrátu. Výsledky ukazují, že Youngův modul pružnosti je závislý na poměru maximální hloubky vtisku k tloušťce vrstvy. V případě poddajné vrstvy modul pružnosti roste se zvětšující se hloubkou vtisku, v případě tuhé vrstvy postupně klesá.

*Klíčová slova:* nanoindentace, tenké vrstvy, počítačové modelování, metoda konečných prvků

*Title:*

**Computer modelling of physical processes in nanoindentation of thin films**

*Author:* Daria Shutova

*Abstract:* This bachelor's project focuses on the description of computer modeling of nanoindentation for thin films. The first part of the project consists of theoretical research that deals with the process of nanoindentation, its analysis, and finite element modeling. The second part of the project contains a detailed description of the 2D numerical model development. The model takes into consideration the effects of numerical and physical parameters on result accuracy. Subsequently, a numerical study is performed to investigate the influence of the mechanical properties of the film and substrate materials and the indentation depth on the indentation results. The simulations include two systems: a soft film on a stiff (hard) substrate and a hard film on a soft substrate. The results demonstrate that the Young's modulus depends on the ratio of the maximum indentation depth to the film thickness. In the first case, the elastic modulus increases as this ratio increases, while in the second case it gradually decreases.

*Key words:* nanoindentation, thin films, computer modelling, finite element method

# Obsah

<b>Seznam použitých symbolů</b>	<b>viii</b>
<b>Seznam obrázků</b>	<b>ix</b>
<b>Úvod</b>	<b>1</b>
<b>1 Nanoindentační zkouška</b>	<b>2</b>
1.1 Instrumentovaná indentační zkouška . . . . .	2
1.1.1 Popis zkoušky . . . . .	2
1.1.2 Analýza křivky zatěžování-odlehčování . . . . .	3
1.1.3 Pile-up a sink-in . . . . .	6
1.1.4 Indentace tenkých vrstev . . . . .	9
1.2 Matematické modely indentační zkoušky . . . . .	10
1.2.1 Metoda konečných prvků (MKP) . . . . .	10
1.2.2 Simulace nanoindentační zkoušky pomocí MKP . . . . .	11
1.2.3 2D MKP modely . . . . .	11
1.2.4 3D MKP modely . . . . .	13
<b>2 Praktická část</b>	<b>15</b>
2.1 Tvorba modelu . . . . .	15
2.1.1 Geometrické uspořádání sítě . . . . .	15
2.1.2 Materiálové vlastnosti . . . . .	17
2.1.3 Vliv velikosti modelu . . . . .	18
2.1.4 Vliv velikosti prvků . . . . .	20
2.1.5 Model s třením . . . . .	24
2.1.6 Model s poddajným indentorem . . . . .	25
2.2 Model indentace tenké vrstvy . . . . .	27
2.2.1 Sít použitá pro model s vrstvou . . . . .	27
2.2.2 Numerické parametry modelu . . . . .	29
2.2.3 Vyhodnocení dat . . . . .	29
2.2.4 Stanovení korekčního faktoru $\beta$ . . . . .	30
2.3 Výsledky a diskuze . . . . .	32
2.3.1 Vliv hloubky vtisku na indentační modul materiálu vrstvy . . . . .	32
2.3.2 Vliv hloubky vtisku na průmět kontaktní plochy a chování materiálu pro různé systémy . . . . .	35
<b>Závěr</b>	<b>39</b>
<b>Bibliografie</b>	<b>41</b>

# Seznam použitých symbolů

$A$	$[\mu\text{m}^2]$	průmět kontaktní plochy
$A_{kont}$	$[\mu\text{m}^2]$	průmět kontaktní plochy stanovený přímo ze simulací MKP
$A_{OP}$	$[\mu\text{m}^2]$	průmět kontaktní plochy stanovený ze simulací MKP podle metody Olivera a Pharra
$a$	$[\mu\text{m}]$	poloměr průmětu kontaktní plochy
$E$	$[\text{MPa}]$	Youngův modul pružnosti materiálu
$E_{eff}$	$[\text{MPa}]$	efektivní modul pružnosti materiálu
$E_{dok}$	$[\text{MPa}]$	Youngův modul pružnosti dokonale tuhého indentoru
$E_i$	$[\text{MPa}]$	Youngův modul pružnosti indentoru
$E_{pod}$	$[\text{MPa}]$	Youngův modul pružnosti poddajného indentoru
$H$	$[\text{MPa}]$	tvrdost
$h$	$[\mu\text{m}]$	hloubka vtisku
$h_c$	$[\mu\text{m}]$	svislá vzdálenost, podél které je kontakt uskutečněn
$h_f$	$[\mu\text{m}]$	trvalá hloubka vtisku
$h_{max}$	$[\mu\text{m}]$	maximální hloubka vtisku
$h_s$	$[\mu\text{m}]$	posunutí povrchu na obvodu kontaktu
$l$	$[\mu\text{m}]$	celková délka hrany modelu
$m$	$[-]$	exponent mocninné závislosti
$P$	$[\text{N}]$	indentační síla
$P_{max}$	$[\text{N}]$	maximální indentační síla
$S$	$[\text{N}/\mu\text{m}]$	kontaktní tuhost
$t$	$[\mu\text{m}]$	tloušťka vrstvy
$\alpha$	$[-]$	koeficient mocninné závislosti
$\beta$	$[-]$	geometrický korekční faktor v metodě Olivera a Pharra
$\epsilon$	$[-]$	konstanta dána geometrií indentoru
$\theta$	$[\text{°}]$	polovina úhlu indentoru
$\mu$	$[-]$	koeficient tření
$\nu$	$[-]$	Poissonovo číslo
$\sigma_Y$	$[\text{MPa}]$	mez kluzu
$\phi$	$[\text{°}]$	polovina vrcholového úhlu ekvivalentního kužele



# Seznam obrázků

1.1	Tvary různých indentorů . . . . .	3
1.2	Graf zatížení-odlehčení . . . . .	4
1.3	Schematické znázornění procesů vtlačování ukazující zmenšování hloubky vtisku během zatěžování . . . . .	5
1.4	Parametr pile-up je dán poměrem hloubky kontaktu $h_c$ k celkové hloubce $h_{max}$ . . . . .	7
1.5	Chování materiálu pile-up a sink-in na straně s maximální hloubkou vtisku . . . . .	8
1.6	Zóny hustoty sítě konečných prvků a okrajové podmínky pro systémy tenké vrstvy a materiálu substrátu. Zóna I v tenké vrstvě má nejvyšší hustotu sítě, zatímco zóna III v substrátu má nejnižší hustotu. Okrajové podmínky jsou aplikovány podél osy symetrie a na spodní povrch podložky [10] . . . . .	12
1.7	Příklad sítě modelu MKP v oblasti poblíž indentoru [16] . . . . .	13
1.8	Příklad sítě modelu celého vzorku s Berkovichovým indentorem a zvětšení sítě v oblasti indentoru [17] . . . . .	13
1.9	(a) Symetrie Berkovichova indentoru, (b) síť 3D modelu Berkovichova indentoru [19] . . . . .	14
1.10	Simulace nanoindentace pomocí 3D MKP modelu, (a) uspořádání v prostoru (b), pohled na síť seshora [20] . . . . .	14
2.1	Schematické znázornění uspořádání sítě . . . . .	16
2.2	Základní síť MKP modelu s poddajným indentorem . . . . .	17
2.3	Základní síť MKP modelu s poddajným indentorem, zvětšení kontaktní zóny se zachycením detailů přechodu sítě . . . . .	17
2.4	Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu A s poměry $l/h_{max} = 10$ a $l/h_{max} = 250$ , kde $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku a $l$ je délka hrany modelu . . . . .	18
2.5	Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu B s poměry $l/h_{max} = 10$ a $l/h_{max} = 250$ , kde $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku a $l$ je délka hrany modelu . . . . .	19
2.6	Závislost vypočteného modulu pružnosti $E$ materiálu A na poměru $l/h_{max}$ , kde $l$ je délka hrany modelu a $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku . . . . .	19
2.7	Závislost vypočteného modulu pružnosti $E$ materiálu B na poměru $l/h_{max}$ , kde $l$ je délka hrany modelu a $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku . . . . .	20
2.8	Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu A pro různé délky strany prvku . . . . .	21
2.9	Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu B pro různé délky strany prvku . . . . .	21

2.10	Závislost vypočteného modulu pružnosti $E$ na velikosti strany prvku pro materiál A . . . . .	22
2.11	Závislost vypočteného modulu pružnosti $E$ na velikosti strany prvku pro materiál B . . . . .	22
2.12	Závislost modulu pružnosti $E$ pro dva typy sítě systému materiálů A-B na poměru $h_{max}/t$ , kde $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku a $t$ je tloušťka vrstvy . . . . .	23
2.13	Závislost modulu pružnosti $E$ pro dva typy sítě systému materiálů B-A na poměru $h_{max}/t$ , kde $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku a $t$ je tloušťka vrstvy . . . . .	24
2.14	Křivky zatěžování-odlehčování pro homogenní materiál A, kde $P$ je indentační síla a $h$ je hloubka vtisku . . . . .	24
2.15	Křivky zatěžování-odlehčování pro homogenní materiál B, kde $P$ je indentační síla a $h$ je hloubka vtisku . . . . .	25
2.16	Křivky zatěžování-odlehčování modelů s poddajným a dokonalé tuhým indentorem pro homogenní materiál A, kde $P$ je indentační síla a $h$ je hloubka vtisku . . . . .	26
2.17	Křivky zatěžování-odlehčování modelů s poddajným a dokonalé tuhým indentorem pro homogenní materiál B, kde $P$ je indentační síla a $h$ je hloubka vtisku . . . . .	26
2.18	Základní síť MKP modelu s dokonalé tuhým indentorem . . . . .	28
2.19	Základní síť MKP modelu s dokonalé tuhým indentorem, (a) zvětšení kontaktní zóny se zachycením detailů přechodu síti, (b) detail zvětšení kontaktní zóny přímo pod indentorem . . . . .	29
2.20	Simulovaná závislost indentační síly $P$ na posunu $h$ pro vtisk s $h_{max} = 0,7 \mu\text{m}$ pro systém: vrstva A - substrát B se zvýrazněným fitem počáteční fáze odlehčení . . . . .	30
2.21	Závislost korekčního faktoru $\beta$ na poměru $h_f/h_{max}$ , kde $h_f$ je trvalá hloubka vtisku a $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku . . . . .	31
2.22	Profily vtisku pro homogenní materiály se zvětšením v oblasti deformovaného povrchu, kde $u_x$ je posuv ve směru x . . . . .	32
2.23	Křivky zatěžování-odlehčování modelů pro systémy: A - B a B - A, pro vtisk s maximální hloubkou $h_{max} = 0,1 \mu\text{m}$ , kde $P$ je indentační síla a $h$ je hloubka vtisku . . . . .	33
2.24	Křivky zatěžování-odlehčování modelů pro systémy: A - B a B - A, pro vtisk s maximální hloubkou $h_{max} = 0,9 \mu\text{m}$ , kde $P$ je indentační síla a $h$ je hloubka vtisku . . . . .	33
2.25	Závislost vypočítaného modulu pružnosti na poměru $h_{max}/t$ , kde $h_{max}$ je maximální hloubka vtisku a $t$ je tloušťka vrstvy . . . . .	34
2.26	Oblast celkové logaritmické deformace $\varepsilon_{xx}$ při vtisku do hloubky s poměrem $h_{max}/t = 1$ pro (a) homogenní materiál A, (b) homogenní materiál B, (c) vrstva z materiálu A - substrát z materiálu B, (d) vrstva z materiálu B - substrát z materiálu A . . . . .	35

- 2.27 Oblast celkové logaritmické deformace  $\varepsilon_{xx}$  pro (a) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,5$  pro systém vrstva z materiálu A - substrát z materiálu B, (b) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,5$  pro systém vrstva z materiálu B - substrát z materiálu A, (c) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,1$  pro systém vrstva z materiálu A - substrát z materiálu B, (d) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,1$  pro systém vrstva z materiálu B - substrát z materiál A . . . . . 36
- 2.28 Profily vtisku dvou systémů při maximální hloubce vtisku  $h_{max} = 0,9 \mu\text{m}$  se zvětšením v oblasti deformovaného povrchu, kde  $u_x$  je posuv ve směru x . . . . . 37
- 2.29 Profily vtisku dvou systémů při maximální hloubce vtisku  $h_{max} = 0,2 \mu\text{m}$  se zvětšením v oblasti deformovaného povrchu, kde  $u_x$  je posuv ve směru x . . . . . 37

# Úvod

V posledních letech se nanoindentace stala klíčovou technikou pro zkoumání mechanických vlastností materiálů v mikro a nanoměřítku. Díky své schopnosti hodnotit modul pružnosti tenkých vrstev se stala nezbytným nástrojem v materiálovém výzkumu a průmyslových aplikacích. Avšak při použití této metody je důležité pečlivě zvážit hloubku vtisku, protože v případě větších hloubek vtisku může být stanovený indentační modul silně ovlivněn deformací substrátu, na který je tenká vrstva naneseána.

Cílem této bakalářské práce je na základě rešerše dostupných literárních zdrojů shrnout základní poznatky o indentaci tenkých vrstev. Následně se práce zaměřuje na provedení numerické studie, která zkoumá vliv hloubky vtisku na stanovený indentační modul v systému vrstva – substrát.

Pro dosažení cílů práce je použita metoda konečných prvků (MKP) k numerické simulaci procesu indentace a zkoumání vlivu různých hloubek vtisku na indentační modul. V rámci této práce je zkoumán vliv elastickoplastického chování materiálu, modelu kontaktu mezi indentorem a materiálem, a reakce substrátu a vrstvy na indentaci.

První kapitola se věnuje teoretickému zkoumání procesu indentace a jeho simulace pomocí MKP. Základem teoretické části jsou články autorů Olivera a Pharra, kteří navrhli způsob analýzy výsledků indentační zkoušky, který se dnes běžně používá.

Druhá část práce prezentuje samotné výsledky modelování. Nejprve jsou popsány pomocné simulace pro stanovení vlivu geometrických a fyzikálních vlastností modelu na výsledky simulace, následně je provedena simulace pro dva systémy vrstva – substrát. V závěru praktické části jsou detailně diskutovány výsledky pro různé hloubky vtisku.

Tato práce navazuje na dlouhodobý výzkum katedry, který se kromě vlastního experimentálního měření mechanických vlastností malých objemů materiálů zabývá i teoretickými aspekty indentace. Cílem je správně interpretovat naměřená data.

# Kapitola 1

## Nanoindentační zkouška

### 1.1 Instrumentovaná indentační zkouška

#### 1.1.1 Popis zkoušky

Instrumentovaná indentace umožňuje měření tvrdosti a modulu pružnosti materiálu ze záznamu posuvu hrotu známé geometrie do určité oblasti za narůstajícího normálového zatížení [1].

Standardní vnikací zkoušky tvrdosti zahrnují měření velikosti zbytkového plastického otisku ve vzorku v závislosti na zatížení indentoru, což poskytuje míru plochy kontaktu pro dané zatížení indentoru. Při nanoindentacním testu se velikost zbytkového otisku často pohybuje v řádu nižších jednotek mikronů. Při průběhu zkoušky se měří hloubka průniku indentoru pod povrch vzorku při daném zatížení. Známa geometrie indentoru pak umožňuje odhadnout velikost oblasti kontaktu. Postup také umožňuje získat modul pružnosti a tvrdost zkoumaného materiálu z měření kontaktní tuhosti, tj. rychlosti změny zatížení a hloubky [2].

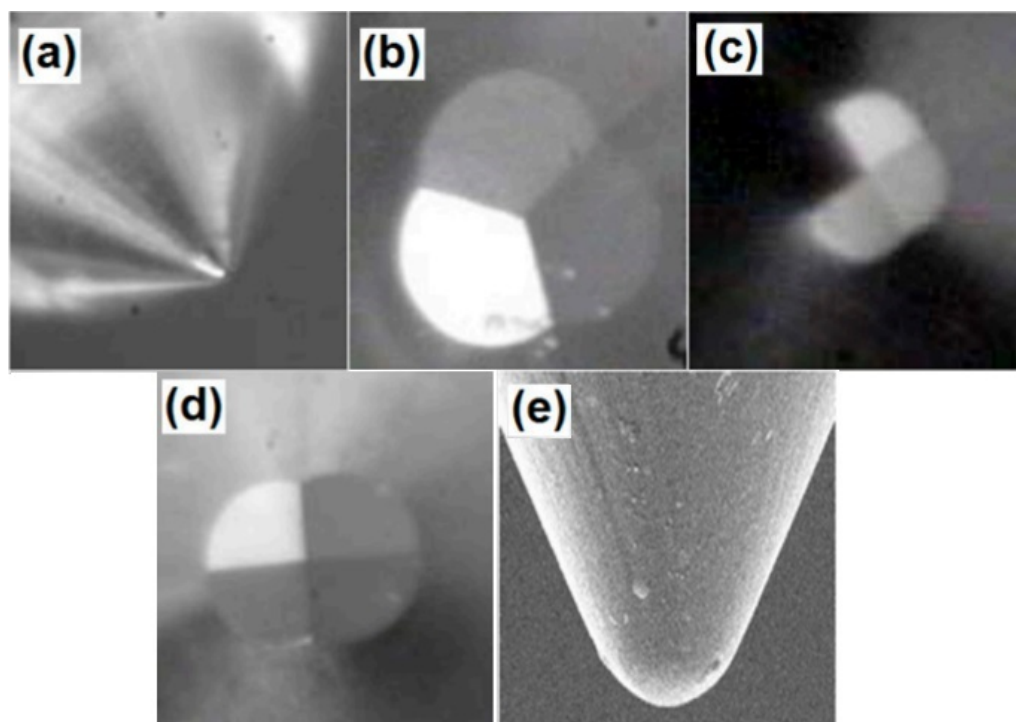
Většina hrotů používaných při nanoindentaci je vyrobena z diamantu. Nejčastěji používané tvary indentoru jsou: kónický indentor, Berkovichův indentor, Vickersův indentor, Knoopův indentor a sférický indentor (viz. Obr. 1.1).

Kónické indentory mají tvar rotačního kužele, obvykle s vrcholovým úhlem  $60^\circ$  nebo  $90^\circ$ . Tento typ indentoru se používá při scratch testu, zkoušce opotřebení, tahu a kompresních testů pro mikroelektromechanické systémy [3].

Vickersův indentor má tvar čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem  $136^\circ$  [2]. Vickersův indentor je vhodný pro měření mechanických vlastností ve velmi malém měřítku. Doporučené aplikace zahrnují testy materiálů, tenkých vrstev a fólií, vrypové zkoušky a zkoušky opotřebení [3].

Berkovichův indentor má tvar trojbokého jehlanu. Tento typ indentoru je běžně používán při nanoindentaci kvůli jeho geometrickému uspořádání, jehož hrot je zaostřován snadněji než čtyřstranná Vickersova geometrie, čímž je zajištěna přesnější kontrola nad procesem indentace. Vzhledem k tomu, že je obvykle používán střední kontaktní tlak pro definování tvrdosti při nanoindentaci, Berkovichovy indentory používané v nanoindentacních testech jsou navrženy tak, aby měly stejný poměr průmětu plochy k hloubce vtisku jako Vickersův indentor, v tomto případě je polovina vrcholového úhlu  $65,27^\circ$ . Ekvivalentní poloviční úhel kužele, který dává stejný vztah mezi plochou a hloubkou, se rovná  $70,296^\circ$ .

Aplikace Berkovichova indentoru jsou mnohem rozsáhlejší, například jsou používány při testování materiálů, tenkých vrstev, polymerů, vrypových zkouškách,



**Obrázek 1.1:** Tvary různých indentorů: (a) kónický indentor; (b) Berkovichův indentor; (c) Vickersův indentor; (d) Knoopův indentor; (e) sférický indentor [3]

zkouškách opotřebení, zkoumání mikroelektromechanických systémů a zobrazování in situ [2].

Knoopův indentor se podobá Vickersovu indentoru s tím rozdílem, že diamantový jehlan má úhlopříčky rozdílné délky, což vede ke vtisku, který má jednu úhlopříčku s délkou přibližně sedmkrát kratší než druhou úhlopříčkou. Úhly pro protilehlé strany Knoopova indentoru se rovnají  $172,5^\circ$  a  $130^\circ$ . Tento indentor je užitečný pro studium velmi tvrdých materiálů z důvodu snadnějšího měření délky dlouhé úhlopříčky zbytkového otisku v porovnání s měřením rozměrů otisku vytvořeného Vickersovým nebo sférickým indentorem [2].

Sférický indentor lze použít ke zkoumání plastického chování a deformačního zpevnění materiálu. Vzhledem k tomu, že kontaktní napětí při použití kulového indentoru jsou na začátku malá a vyvolávají pouze elastickou deformaci, lze rostoucí hloubkou vtisku zachytit přechod od elastické k plastické deformaci [3].

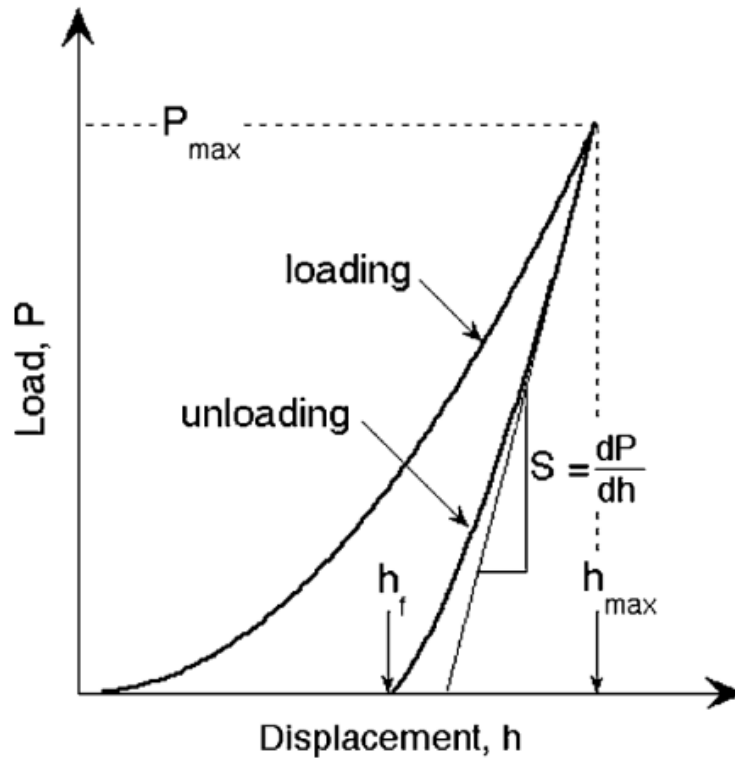
### 1.1.2 Analýza křivky zatěžování-odlehčování

Pro analýzu získaných dat se používá analytický model navržený v roce 1992 Oliverem a Pharrm [4], který byl následně zpřesněn v článku z roku 2004 [5].

V průběhu nanoindentační zkoušky jsou získána data hloubky vtisku a zatížení, pomocí kterých se pak dá stanovit tvrdost a modul pružnosti vzorku.

Samotná zkouška probíhá následujícím způsobem: indentor, který je na začátku v kontaktu s povrchem, je vtlačován do materiálu definovanou rychlostí, buď až do dosažení předem nastaveného maximálního zatížení anebo nastavené maximální hloubky vtisku. Poté dojde k odlehčení se stejnou rychlostí. V případě měření na tenké vrstvě, by neměla hloubka vtisku přesáhnout 10 % tloušťky této vrstvy, aby

se zabránilo vlivu podkladové vrstvy na měřenou tvrdost.



Obrázek 1.2: Graf zatěžování-odlehčování [5]

Výsledná křivka zatěžování-odlehčování je závislá na mechanických vlastnostech zkoumaného materiálu. Schematické znázornění typického souboru dat je uvedeno na Obr. 1.2, kde parametr  $P$  označuje zatížení a  $h$  posunutí indentoru vzhledem k počátečnímu nedeformovanému povrchu.

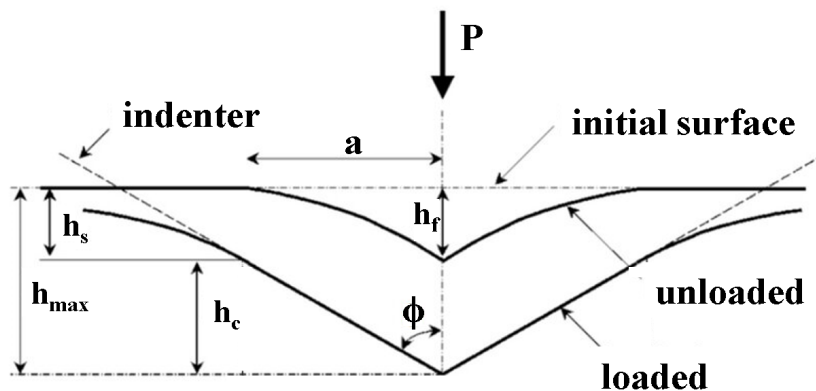
Pro účely modelování se předpokládá, že deformace má při zatížení jak elastický, tak i plastický charakter. Během odlehčení se předpokládá vracení materiálu v pružné zóně deformace, zbylý vtisk se nachází v plastické zóně deformace.

Existují tři důležité veličiny odečtené z  $P$ - $h$  křivek: maximální indentační síla  $P_{max}$ , maximální hloubka  $h_{max}$  a kontaktní tuhost  $S = \frac{dP}{dh}$ , která je definována jako sklon horní části odlehčovací křivky během počátečních fází odlehčení. Přesnost měření indentační tvrdosti a indentačního modulu pružnosti přímo závisí na tom, jak dobře lze tyto parametry experimentálně měřit. Další důležitou veličinou je konečná hloubka vtisku indentoru po odlehčení  $h_f$  [4].

Podstatným rozšířením analýzy ke stanovení tvrdosti  $H$  a modulu pružnosti  $E$  je metoda, která zahrnuje i ten fakt, že křivka odlehčení je zřetelně zakřivená způsobem, který nelze aproximovat pomocí řešení s předpokladem plochého (válcového) indentoru s neměnicí se plochou během indentace. Za podmínky aproximace plošným indentorem je kontaktní plocha  $A$  konstantní, když je indentor vytahován, a výsledná křivka odlehčení je lineární. Naproti tomu experimenty ukázaly, že odlehčovací křivky jsou zřetelně zakřivené a obvykle dobře aproximované mocninným vztahem:

$$P = \alpha(h - h_f)^m, \quad (1.1)$$

kde  $m$  a  $\alpha$  jsou konstanty. Pokud platí, že  $1,2 \leq m \leq 1,6$ , pak při aproximaci musíme použít model indentoru ve tvaru rotačního hyperboloidu, pro  $m = 1$  výše uvedený vztah odpovídá plochému válcovému indentoru [5].



**Obrázek 1.3:** Schematické znázornění procesů vtlačování, kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku,  $h_s$  je posunutí povrchu na obvodu kontaktu a  $h_c$  je svislá vzdálenost, podél které je kontakt uskutečněn a  $h_f$  je konečná hloubka vtisku po odlehčení indentoru,  $P$  je indentační síla a poloměr kontaktní plochy je  $a$  [5]

Na Obr. 1.3 je znázorněna reakce pružně plastického materiálu během indentace. V průběhu testu lze naměřenou maximální hloubku vtisku  $h_{max}$  popsat následujícím vztahem:

$$h_{max} = h_c + h_s, \quad (1.2)$$

kde  $h_s$  je posunutí povrchu na obvodu kontaktu a  $h_c$  je kontaktní hloubka.

Hloubku posunutí povrchu na okraji kontaktu  $h_s$  lze vypočítat využitím následujícího vztahu:

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S}, \quad (1.3)$$

kde  $P_{max}$  je maximální indentační síla,  $\varepsilon$  je konstanta dána geometrií indentoru a  $S$  je kontaktní tuhost vzorku vypočítaná z části odlehčení  $P - h$  křivky.

Za využití vzorců (1.2) a (1.3) pro hloubku kontaktu  $h_c$  lze odvodit následující vztah:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (1.4)$$

Funkci plochy nazýváme funkcí  $f(d)$ , jež popisuje průmět plochy indentoru ve vzdálenosti  $d$  od špičky indentoru, pak kontaktní plochu  $A$  lze vyjádřit jako:

$$A = f(h_c) \quad (1.5)$$

Tato funkce musí být pečlivě kalibrována nezávislým měřením tak, aby se uvažovaly odchylky od nedokonalé geometrie indentoru. Tyto odchylky jsou dány především zaoblením Berkovichova indentoru během opotřebení.

Po stanovení kontaktní plochy můžeme tvrdost  $H$  odhadnout následujícím vztahem:



$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (1.6)$$

Efektivní modul pružnosti  $E_{eff}$  zohledňuje tu skutečnost, že dochází k elastickým deformacím jak ve vzorku s Youngovým modulem  $E$  a Poissonovým číslem  $\nu$ , tak i v indentoru s elastickými konstantami  $E_i$  a  $\nu_i$ .

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (1.7)$$

Měření modulu pružnosti vyplývá z jeho vztahu ke kontaktní ploše a naměřené tuhosti vzorku, vypočítané z odlehčovací části křivky vtisku jako:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A}. \quad (1.8)$$

Typ indentoru	Promítnutá kontaktní plocha $A$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	Poloviční úhel $\theta$ [°]	Úhel ekvivalentního kužele $\phi$ [°]	Konstanta $\varepsilon$ [-]	Geometrický korekční faktor $\beta$ [-]
Sférický	$A \approx \pi 2Rh_c$	N/A	N/A	0,750	1,000
Kónický	$A = \pi h_c^2 \tan^2 \phi$	$\phi$	$\phi$	0,727	1,000
Berkovichův	$A = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \theta$	65,27°	70,30°	0,750	1,034
Vickersův	$A = 4h_c^2 \tan^2 \theta$	68,00°	70,30°	0,750	1,012
Knoopův	$A = 2h_c^2 \tan \theta_1 \tan \theta_2$	$\theta_1 = 86,25^\circ$ $\theta_2 = 65,00^\circ$	77,64°	0,750	1,012

**Tabulka 1.1:** Průmět kontaktní plochy  $A$ , korekce  $\varepsilon$  a geometrické korekční faktory  $\beta$  pro různé typy indentorů v závislosti na polovičních úhlech  $\theta$ , což jsou úhly čelních ploch k ose indentoru a efektivních úhlech kužele  $\phi$  uvedené pro různé druhy indentorů [2]

Korekční faktor  $\beta$ , který se objevuje ve vzorci (1.8), je velmi důležitý pro případy, kdy je požadováno přesné měření mechanických vlastností materiálů. Tento korekční faktor ovlivňuje nejen modul pružnosti, ale i tvrdost, kvůli tomu, že postupy pro stanovení funkce plochy  $A$  jsou založené na výše uvedené rovnici (1.8). V případě, kdy je provedena chybná kalibrace plošné funkce, dochází k chybnému výpočtu funkce plochy. Proto bez správně stanoveného korekčního faktoru  $\beta$  je omezená přesnost měření pro tvrdost  $H$  a Youngův modul pružnosti  $E$  [5]. V Tab. 1.1 jsou uvedené hodnoty korekčního faktoru  $\beta$  pro základní typy indentorů.

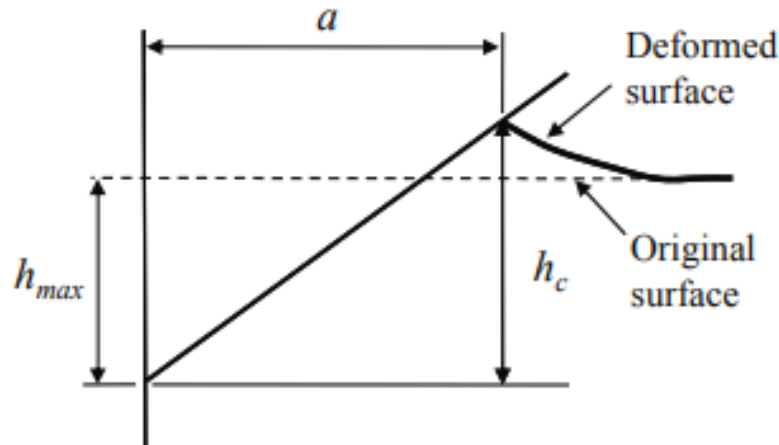
### 1.1.3 Pile-up a sink-in

Během vtlačování do materiálu velmi tvrdým indentorem, se materiál deformuje různě v závislosti na jeho mechanických vlastnostech, povaze a tvaru indentoru. Obvykle se uvažují dva odlišné způsoby deformace, a to:

1. "sink-in", při němž je materiál tažen dolů směrem ku hrotu vtisku a je vtahován do hloubky;

2. "pile-up" při němž se materiál hromadí na obvodu kontaktní plochy.

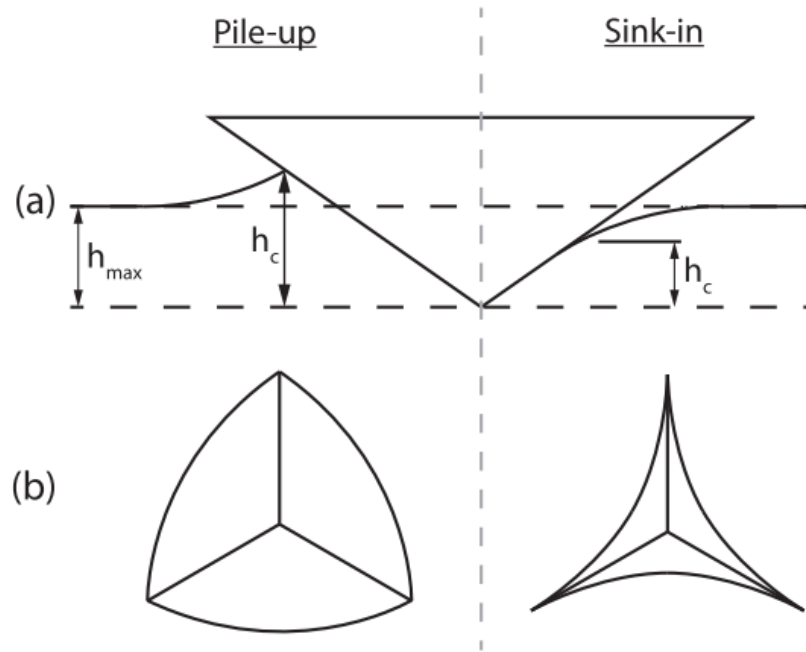
Pile-up nebo sink-in lze kvantifikovat pomocí parametru pile-up, který je dán poměrem hloubky kontaktu  $h_c$  k celkové hloubce  $h_{max}$ , jak je schematicky znázorněno na Obr. 1.4. Pokud je tento parametr menší než 1, lze říct, že materiál má chování typu sink-in. V případě hodnoty parametru větší než 1 má materiál chování typu pile-up [2].



**Obrázek 1.4:** Parametr pile-up je dán poměrem hloubky kontaktu  $h_c$  k celkové hloubce  $h_{max}$  [2]

Pro klasické vnikací zkoušky, kde se úhlopříčka vtisku měří opticky, mají tyto způsoby deformace malý vliv na měření tvrdosti, protože platí, že diagonální délka vtisku zůstává konstantní jak při maximálním zatížení tak i po následujícím odlehčení. Pro instrumentované indentační zkoušky jsou mechanické vlastnosti, jak tvrdost, tak i modul pružnosti, vypočítané s přesnou hodnotou kontaktní plochy závislou na kontaktní hloubce. Oba způsoby deformace tak ovlivňují výpočet mechanických vlastností materiálů. Například, Alcalá a kol. [6] uvedli, že se mohou vyskytnout chyby až do 30 % při výpočtu kontaktní plochy, pokud se způsob deformace nebere v úvahu. Pro stanovení skutečné tvrdosti a modulu pružnosti je vyžadována velice přesná znalost hloubky kontaktu.

Analýza pro nanoindentaci je založena na předpokladu, že došlo k chování typu sink-in v oblasti kolem vtisku, protože dané chování je charakteristické pro elastické kuželové vtisky. Nicméně v závislosti na chování materiálu se může lišit kontaktní hloubkou vtisku, jak je znázorněno na Obr. 1.5. V případě chování typu pile-up je kontaktní hloubka  $h_c$  větší než maximální hloubka vtisku  $h_{max}$ . Na Obr. 1.5b jsou zobrazeny tvary průmětů kontaktních ploch na maximální hloubce pro oba případy vtisků provedených Berkovichovým indentorem. V případě pile-up, pozorujeme konvexní charakter křivek průmětu kontaktních ploch. Tato skutečnost je dána hromaděním materiálu na plochých oblastech mezi ostrými hranami hrotu. Pokud dochází k chování materiálu typu sink-in křivky průmětu kontaktních ploch mají nekonvexní charakter, tj. materiál se zahlubuje do vzorku. Pro většinu materiálů



**Obrázek 1.5:** Chování materiálu pile-up a sink-in na straně s maximální hloubkou vtisku: (a) profil vtisku, (b) geometrie průmětů kontaktních ploch pro každý případ [7]

je splněn předpoklad chování typu sink-in, ale existují případy, kdy teorie nedokázala správně předpovědět skutečnou kontaktní plochu pro elasticko-plastický vtisk v závislosti na modulu pružnosti materiálu, což je dáno efektem pile-up [7].

Jak už bylo uvedeno, metoda vyhodnocení křivky zatěžování-odlehčování Olivera a Pharra je dobře použitelná pro případ chování materiálu typu sink-in. Pokud dochází k chování typu pile-up, vzorec (1.1) vede k podhodnocení skutečné kontaktní plochy, což vede k nadhodnocení tvrdosti a modulu pružnosti. Pro kuželové indentory je tento vliv významný, pokud je poměr konečné hloubky vtisku  $h_f$  k maximální hloubce vtisku  $h_{max}$  větší než 0,7 (tj.  $h_f/h_{max} > 0,7$ ). V případě když je tento poměr větší než 0,85, tj.  $h_f/h_{max} > 0,85$  nezohlednění vlivu efektu pile-up může vést k více než 50 % chybě při výpočtu modulu pružnosti  $E$  a tvrdosti  $H$  [8].

Tang, Guo a kol. [8] navrhli při použití metody Olivera-Pharra, že korekční faktor  $\beta$  původně navržený pro zohlednění odchylek v kontaktní tuhosti způsobených nedostatkem osové symetrie u jehlanových indenterů [5] není konstantou, ale lineární funkcí poměru  $h_f/h_{max}$ , tj. [8]

$$\beta = k + b \cdot \frac{h_f}{h_{max}}. \quad (1.9)$$

Tímto formálním způsobem se dá eliminovat chyba při výpočtu  $E$ . Autoři například uvádí, že pro materiály s poměrem  $h_f/h_{max} > 0,85$  jsou vypočtené hodnoty  $E$  větší než vstupní hodnota  $E$ . Metoda může přinést větší chybu pokud se používá nevhodný korekční faktor  $\beta$ .

### 1.1.4 Indentace tenkých vrstev

Při nanoindentaci tenkých vrstev je důležité sledovat vliv substrátu. Pro eliminaci vlivu tuhosti substrátu na přesnost výsledku platí doporučení aby maximální hloubka vtisku nepřesáhla 10 % celkové tloušťky vrstvy. V praxi se však ukázalo, že vtisky pouze do 10 % tloušťky fólie nejsou praktické u ultratenkých fólií ( $< 10$  nm) nebo u tenkých fólií (20 nm - 1  $\mu$ m). Chování zkoušeného materiálu je tak stále závislé na vlastnostech substrátu [9].

Ve své práci popsal Bull [9] měření těchto dvou vlastností pomocí krátkého a dlouhého dosahu, kde tvrdost  $H$  je vlastnost krátkého dosahu a modul pružnosti  $E$  je vlastnost dlouhého dosahu. V případě měření tvrdosti by měla plastická zóna vtisku zůstat ve vrstvě. Na rozdíl od měření Youngova modulu pružnosti, kdy při měření dochází k rozšíření elastické zóny, která je řádově větší než zóna odpovídající plastické deformaci.

Pelegri a Huang ve svém článku [10] popsali vliv substrátu na mechanické vlastnosti materiálu pro různé konfigurace systému, jako jsou měkká vrstva na tvrdém substrátu nebo tvrdá vrstva na měkkém substrátu. Pro různé materiály byly použité následující mechanické vlastnosti uvedené v Tab. 1.2.

Materiál	Youngův modul $E$ [MPa]	Mez kluzu $\sigma_Y$ [MPa]	Poissonovo číslo $\nu$ [-]
Měkký	100 000	1 000	0,30
Tvrký	200 000	20 000	0,25

**Tabulka 1.2:** Vstupní mechanické vlastnosti pro MKP analýzu nanoindentace použitých v článku Pelegri a Huang [10]

Následující pozorování pro dané materiály byla ověřena Pelegrim a Huangem pro vtisky s poměrem maximální hloubky vtisku  $h_{max}$  k celkové tloušťce vrstvy  $t$  mezi 0,05 a 0,45, tj.  $0,05 \leq h_{max}/t \leq 0,45$  [10].

#### Nanoindentace měkké vrstvy na tvrdém substrátu

Při dané konfiguraci je pozorovatelný následující vliv na mechanické vlastnosti vrstvy:

1. tvrdost  $H$  měkké vrstvy na tvrdém substrátu se shoduje s tvrdostí homogenního měkkého materiálu;
2. vypočtený Youngův modul pružnosti  $E$  měkké vrstvy je funkcí poměru  $h_{max}/t$ , která postupně roste. Při  $h_{max}/t = 0,05$  je odchylka mezi modulem pružnosti  $E$  vrstvy a samotného materiálu nulová a při  $h_{max}/t = 0,45$  dosahuje 48 % [10].

#### Nanoindentace tvrdé vrstvy na měkkém substrátu

Pokud je v modelu tvrdá vrstva na měkkém substrátu, lze pozorovat následující změny mechanických vlastnosti materiálu:

1. tvrdost  $H$  tvrdé fólie zanedbatelně osciluje kolem tvrdosti tvrdého materiálu, když se  $h_{max}/t$  mění od 0,05 do 0,30. Od  $h_{max}/t = 0,35$  však má tvrdost

tvrdé vrstvy tendenci klesat spolu se zvyšováním  $h_{max}/t$  a při  $h_{max}/t = 0,45$  odchylka činí 15 %;

2. vypočtený Youngův modul  $E$  tvrdé fólie je také funkcí poměru  $h_{max}/t$ . V tomto případě se modul pružnosti  $E$  odchyloval od modulu tvrdého substrátu i při nejmenším poměru  $h_{max}/t$ . Odchylka se zvýšila z 8 % (při funkci poměru  $h_{max}/t = 0,05$ ) na 31 % (při funkci poměru  $h_{max}/t = 0,45$ ) [10].

V obou případech je vyhodnocení Youngova modulu pružnosti silně ovlivněno poměrem  $h_{max}/t$ . Naproti tomu vyhodnocení tvrdosti měkkého filmu je poměrem  $h_{max}/t$  ovlivněno zanedbatelně. Pokud jde o hodnocení tvrdosti tvrdé vrstvy, tento vliv je zřejmý pouze při velkých hodnotách  $h_{max}/t$  [10].

## 1.2 Matematické modely indentační zkoušky

### 1.2.1 Metoda konečných prvků (MKP)

Metoda konečných prvků (MKP) je výpočetní technika používaná k získání přibližných řešení okrajových úloh v inženýrství. Zjednodušeně řečeno, okrajový problém je matematický problém, ve kterém jedna nebo více závislých proměnných musí splňovat diferenciální rovnici všude uvnitř známé oblasti nezávislých proměnných a splňovat specifické podmínky na hranici oblasti. Tato oblast je předmět zájmu a nejčastěji představuje fyzikální strukturu [11].

Dílčí kroky při formulování analýzy fyzikálního problému metodou konečných prvků jsou následující [11]:

1. Preprocessing — krok předzpracování je zcela obecně popsán jako definování modelu a zahrnuje:
  - definování geometrické oblasti problému;
  - definování typů prvků, které se mají použít;
  - definování materiálových vlastností prvků;
  - definování geometrických vlastností prvků (délka, tloušťka a podobně);
  - pokrytí oblasti prvky (síťování modelu);
  - definování fyzikálních omezení (okrajových podmínek);
  - definování zatížení.
2. Řešení — ve fázi řešení software konečných prvků sestaví řídicí algebraické rovnice v maticovém tvaru a vypočítá neznámé hodnoty primárních proměnných. Vypočtené hodnoty se pak zpětnou substitucí použijí k výpočtu dalších, odvozených veličin, jako jsou reakční síly, napětí v prvcích [11]. Primární neznámá se v jednotlivých případech liší podle povahy problému. Často používané primární neznámé v analýze konečných prvků jsou následující: posunutí, teplota, rychlost a tepelný tok [12].
3. Postprocessing — analýza a vyhodnocení výsledků řešení. Software pro postprocessing obsahuje sofistikované postupy, které slouží k třídění, vypsání a vykreslení vybraných výsledků z řešení MKP. Mezi příklady operací, které lze provádět, patří např.:

- seřazení napětí v prvcích podle velikosti;
- kontrola rovnováhy;
- výpočet součinitelů bezpečnosti;
- vykreslení deformovaného tvaru konstrukce;
- animace dynamického chování modelu [11].

### 1.2.2 Simulace nanoindentační zkoušky pomocí MKP

MKP se běžně používá jako pomocný nástroj k charakterizaci mechanických vlastností materiálů a tenkovrstvých materiálů pomocí simulací nanoindentace s cílem analyzovat jeho deformační odezvu a zkoumat vliv geometrie indentoru, tření a elastických a plastických vlastností materiálu. Jedním z problémů techniky nanoindentace je vliv substrátu na mechanickou odezvu deformované vrstvy. U odezvy systému hrají významnou roli mechanické vlastnosti vrstvy a substrátu. Během procesu vtlačování se bezprostředně pod hrotem indentoru vytvoří deformační zóna, která se může rozšířit až k substrátu. Deformační zóna je plně vratná pro dokonale elastický materiál, ale u skutečných materiálů dochází k trvalé plastické deformaci [13].

Tvorba sítí pro simulace nanoindentační zkoušky pomocí MKP obsahují následující kroky:

1. sestrojení geometrie, tj. vytvoření geometrického modelu zkoumaného vzorku a indentoru s co největší přesností, zahrnující tloušťku nanosené vrstvy a geometrii diamantového indentoru;
2. sestrojení sítě - na základě geometrického modelu se generuje síť, což je diskrétní aproximace modelu pomocí konečných prvků (trojúhelníků, čtyřúhelníků u 2D úlohy). Velikost a hustota prvků sítě jsou vybrány tak, aby byla zachycena dostatečná míra detailů a přesnost odezvy;
3. zadání materiálových vlastností pro všechny materiály v modelu, včetně vrstvy, substrátu a indentoru. Materiálové vlastnosti mohou zahrnovat elastické moduly, meze kluzu, atd.;
4. specifikace interakce mezi povrchy materiálů včetně definice kontaktu, vazeb nebo tření mezi vrstvou, substrátem a indentorem spolu s určením všech existujících zatížení na povrch materiálu a popisem experimentu s vtisky (nanoindentační zkouška) včetně historie zatížení v průběhu času [14].

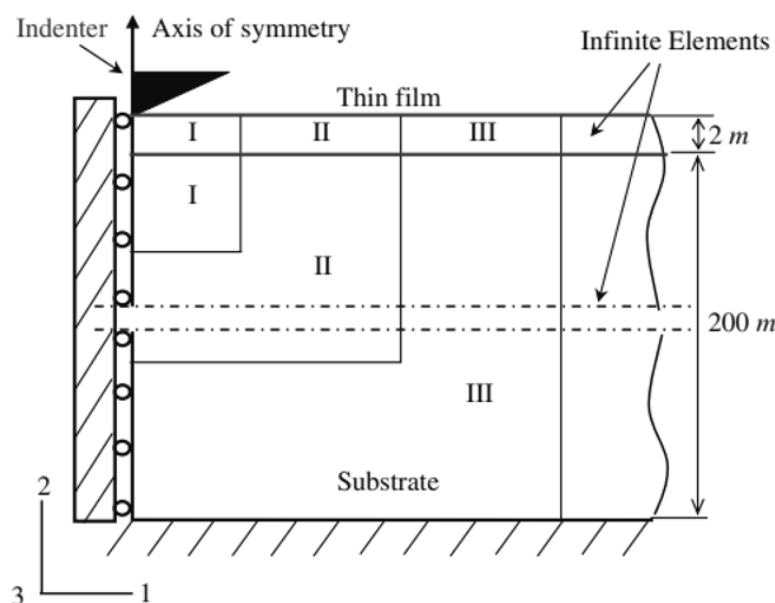
Výsledkem simulace, v níž jsou jako vstupní parametry zadány mechanické vlastnosti vzorku i indentoru, jsou simulované křivky zatěžování-odlehčování, na které se běžně aplikuje metoda Olivera a Pharra. Simulovaná křivka zatěžování-odlehčování umožňuje porovnání se skutečnými experimentálními údaji. Taková srovnání mohou například přinést informace o nelineárních jevech, jako jsou praskání nebo fázové změny, které by mohly nastat u skutečného vzorku během nanoindentačního testu [2].

### 1.2.3 2D MKP modely

2D MKP modely se dají použít v případě rotačně symetrické úlohy. Z geometrického uspořádání jednotlivých indentorů je zřejmé, že tuto metodu lze aplikovat bez významného omezení v případě kónického a sférického indentoru.

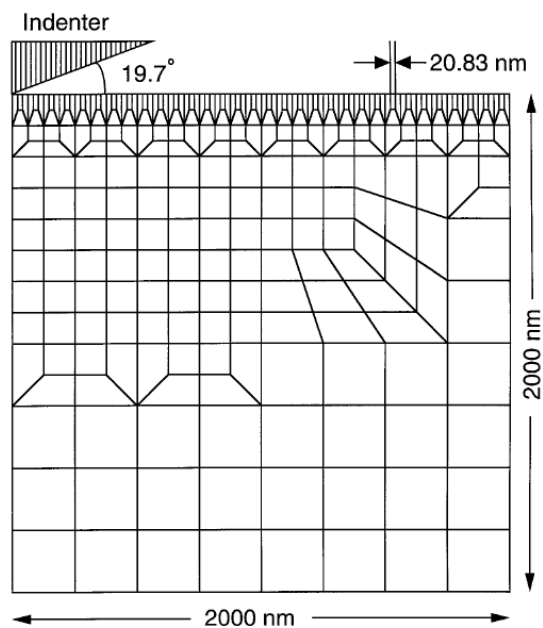
Avšak běžným přístupem v simulaci konečných prvků je použití 2D osově symetrického indentačního modelu, který používá indentor kónického tvaru jako ekvivalent Berkovichova indentoru. Hlavním důvodem této aproximace je to, že problém s 3D kontaktem může vyžadovat velké množství výpočetních zdrojů a obvykle trvá dlouho, než se dokončí, zvláště při použití jemné 3D sítě pro přesné výsledky. Proto při modelování nanoindentace použitím Berkovichova indentoru je výhodná aproximace pomocí kuželového indentoru s velikostí poloviny vrcholu ekvivalentního kuželu  $70,3^\circ$ , což poskytuje stejný poměr hloubky vtisku k projektované ploše jako Berkovichův indentor. Samotný vzorek tím pádem bude reprezentován válcem zadané geometrie. Využitím kuželového indentoru lze zjednodušit analýzu MKP pomocí 2D osově symetrického modelu, což umožňuje rychlejší simulace s využitím menšího počtu počítačových zdrojů [15]. Samotná simulace probíhá ve dvou krocích a to zatížení a odlehčení. Při zatěžování se tuhý kuželový indentor pohybuje podél osy rotační symetrie a proniká do tenké vrstvy až do předem nastavené maximální hloubky; při odlehčování se indentor vrací do výchozí polohy [10].

Na Obr. 1.6 jsou znázorněny jednotlivé oblasti dle jemnosti nastavené sítě a okrajové podmínky pro MKP model v případě aproximace Berkovichova indentoru. Okrajové podmínky byly aplikované podél osy rotační symetrie a na spodním povrchu, aby v těchto místech nedocházelo k normálovým posunům [16].

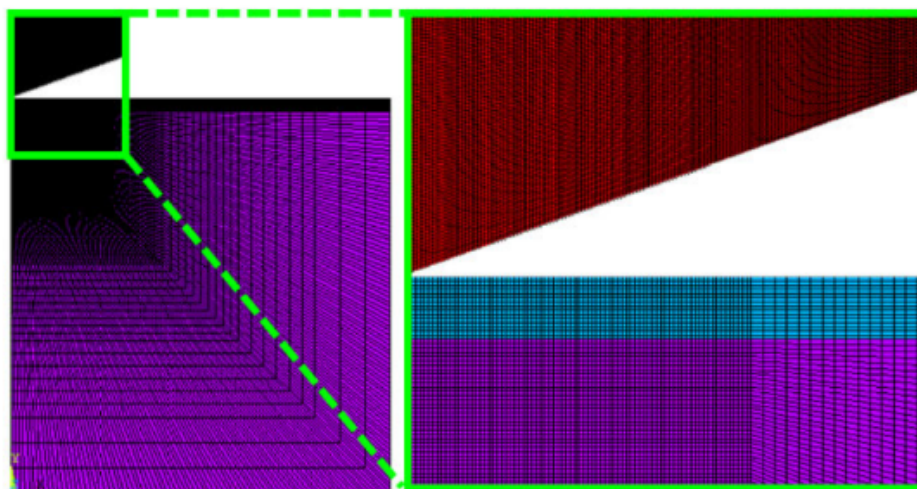


**Obrázek 1.6:** Zóny hustoty sítě konečných prvků a okrajové podmínky pro systémy tenké vrstvy a materiálu substrátu. Zóna I v tenké vrstvě má nejvyšší hustotu sítě, zatímco zóna III v substrátu má nejnižší hustotu. Okrajové podmínky jsou aplikovány podél osy symetrie a na spodní povrch podložky [10]

Na Obr. 1.7 a na Obr. 1.8 jsou další příklady sítě pro 2D MKP model a poddajný indentor.



**Obrázek 1.7:** Příklad sítě modelu MKP v oblasti poblíž indenteru [16]



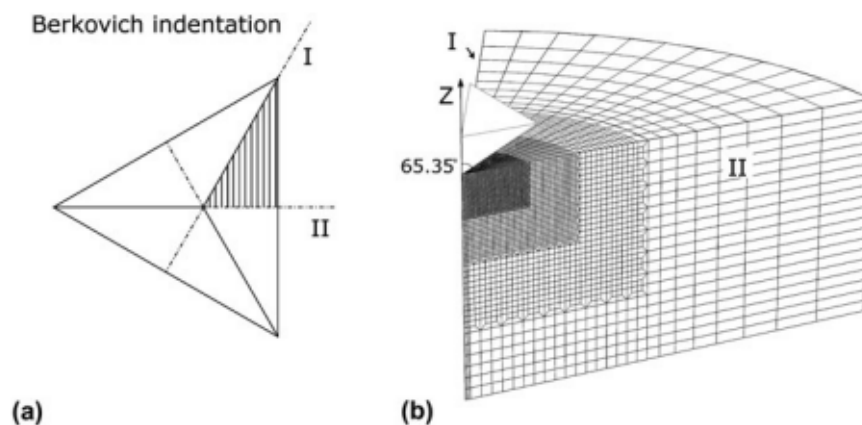
**Obrázek 1.8:** Příklad sítě modelu celého vzorku s Berkovichovým indentorem a zvětšení sítě v oblasti indenteru [17]

### 1.2.4 3D MKP modely

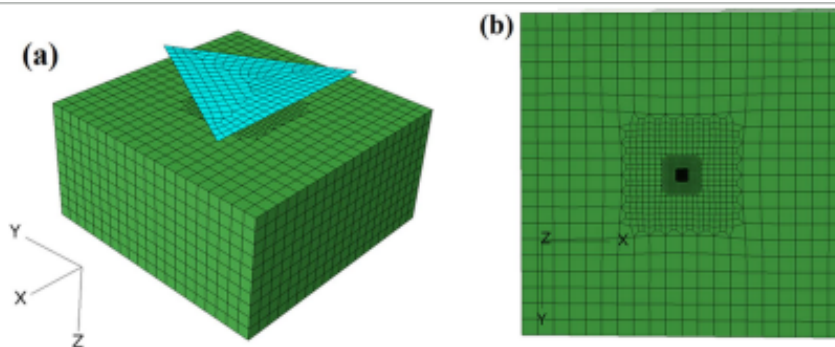
3D MKP modely lze aplikovat na jakoukoliv geometrii indenteru. Pro 3D modely platí stejná pravidla uspořádání hustoty sítě, kdy je nejhustější síť v oblasti přímo pod indentorem. Okrajové podmínky v 3D modelu se aplikují na spodní a boční stranu vzorku. Většinou se při 3D modelování v síti objevují prvky typu čtyřstěn se čtyřmi uzly, pětistěn se šesti uzly a šestistěn s osmi uzly. Vzorek má obvykle geometrický tvar krychle nebo kužele. Kvůli geometrii indenteru se dá použít



symetrie při modelování, a tím snížit výpočetní náročnost modelu. Například, Vickersův indentor je symetrický podél osy  $x$  a  $z$  a Berkovichův indentor je symetrický podél osy  $x$ , což dává možnost použít čtvrtinu vzorku pro simulace, resp. polovinu vzorku [18]. Celkem má Berkovichův indentor trojnásobnou symetrii, což umožňuje modelování jenom jedné šestiny indentoru a vzorku [19]. Příklad použití symetrie Berkovichova indentoru je znázorněn na Obr. 1.9. Další příklad 3D modelu je na Obr. 1.10, kde je vypočten bez použití symetrie.



**Obrázek 1.9:** (a) Symetrie Berkovichova indentoru, (b) síť 3D modelu Berkovichova indentoru [19]



**Obrázek 1.10:** Simulace nanoindentace pomocí 3D MKP modelu, (a) uspořádání v prostoru (b), pohled na síť seshora [20]

# Kapitola 2

## Praktická část

### 2.1 Tvorba modelu

Cílem praktické části předkládané práce bylo vytvoření 2D MKP modelu indentačního procesu, kde při modelování bylo nutno nalézt kompromis mezi výpočetní náročností modelu a numerickou a fyzikální přesností. Dalším cílem bylo provedení parametrické studie vlivu mechanických vlastností materiálu na výsledky nanoindentační zkoušky.

Pro výběr konečného typu modelové sítě bylo nutné nejprve provést výpočty, aby se zjistil vliv některých geometrických vlastností modelu. V této práci byly provedeny simulace pro určení vlivu velikosti modelu a velikosti konečného prvku umístěného v kontaktní zóně přímo pod indentorem.

Analýza nanoindentace metodou konečných prvků byla provedena v softwaru Marc Mentat 2015. Pro simulace byl zvolen Berkovichův indenter, který byl v rotačním symetrickém 2D modelu nahrazen ekvivalentním kónickým indentorem s vrcholovým úhlem, jehož polovina má velikost  $70,3^\circ$ .

#### 2.1.1 Geometrické uspořádání sítě

Pro modelování bylo zvoleno následující geometrické uspořádání sítě modelu, které je znázorněno na Obr. 2.1, kde zóna I je oblast přímo pod indentorem s největší hustotou sítě. Vrstvu na obrázku představuje menší část zóny I a zóna II, v zóně II má síť stejné rozložení jako zóna I ve směru osy x a podél osy y dochází k postupnému zvětšování prvků. Zóny označené jako III mají síť, která se skládá z lichoběžníků, jež vznikají rozšířením podél obou os. Na Obr. 2.1 jsou znázorněny i okrajové podmínky. Model byl fixován podél osy rotační symetrie x ve směru osy y, aby se udržela spojitost modelu v okolí rotační symetrie. Samotný vzorec byl fixován podél jeho základny, tj. podél pravé strany modelu byl zakázán pohyb ve směru osy x. Ostatní hrany modelu jsou bez omezení.

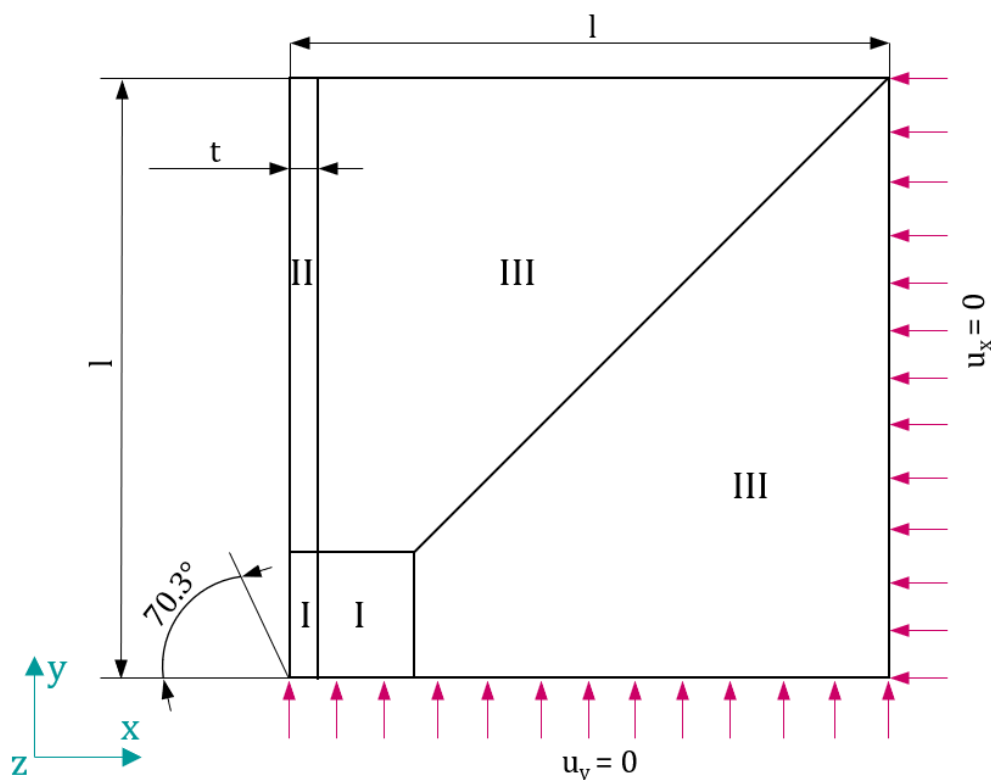
V této simulaci byly použity dva materiály, které jsou považované za elasticko-plastické. Výpočty byly provedeny pro několik druhů modelů, které se dají rozdělit podle tuhosti indentoru a typu kontaktu mezi indentorem a vzorkem:

1. dokonale tuhý indenter bez tření;
2. dokonale tuhý indenter s třením;
3. poddajný indenter bez tření;

4. poddajný indenter se třením;

nebo podle vlastností vzorků:

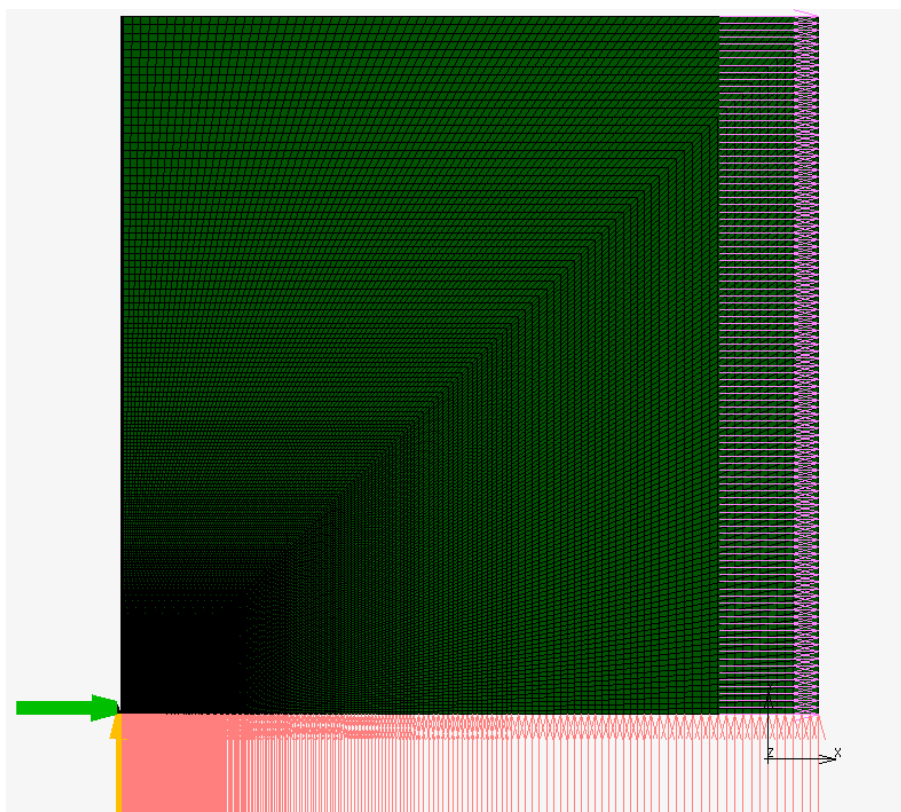
1. homogenní modely pro dva různé materiály - spočítány pro všechny typy indenterů;
2. model s tvrdou vrstvou na měkkém substrátu - spočítán pouze pro tuhý indenter bez tření;
3. model s měkkou vrstvou na tvrdém substrátu - spočítán pouze pro tuhý indenter bez tření.



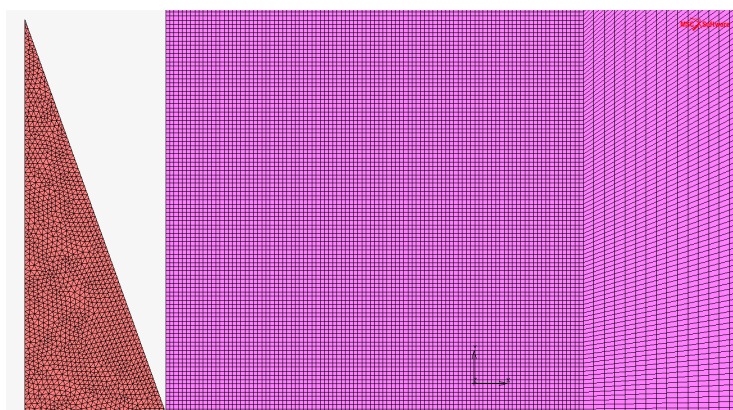
**Obrázek 2.1:** Schematické znázornění uspořádání sítě

Indenter byl uchycen tak, aby byl uvolněn jenom ve směru zatížení, ve kterém se pohyboval. V případě dokonale tuhého indenteru byla použita úsečka, která znázorňuje dokonalou tuhou plochu. V tomto případě se zatížení řídilo pomocí nastavení maximální hloubky vtisku.

V případě poddajného indenteru bylo řídicí veličinou simulace napětí na indenter. Pro poddajný indenter byla udělaná trojúhelníková síť s kontaktní stranou trojúhelníků odpovídající délky strany čtverce v modelu vzorku. Indenter byl uchycen podél rotační osy, levá strana indenteru byla rovnoměrně zatížena napětím. Na Obr. 2.2 je vidět síť s okrajovými podmínkami pro model s poddajným indentorem. Na Obr. 2.3 je ukázaná kontaktní zóna a detail sítě.



Obrázek 2.2: Základní síť MKP modelu s poddajným indentorem



Obrázek 2.3: Základní síť MKP modelu s poddajným indentorem, zvětšení kontaktní zóny se zachycením detailů přechodu sítě

### 2.1.2 Materiálové vlastnosti

Pro účely modelování byly zvolené dva materiály, které jsou označené jako materiál A a materiál B, jejich vlastnosti jsou uvedené v Tab. 2.1. Materiály byly zvolené tak, aby meze kluzu  $\sigma_Y$  a Youngův modul pružnosti  $E$  materiálu B byl dvakrát větší než stejné parametry materiálu A. Modul zpevnění mají oba materiály stejné. Materiál A přibližně odpovídá oceli, materiál B wolframu. Při modelování byl použit izotropní model zpevnění.

Pro modelování poddajného indentoru z diamantu byly použity následující parametry: modul pružnosti  $E = 1\,050\,000$  MPa a Poissonovo číslo  $\nu = 0,2$  [21].

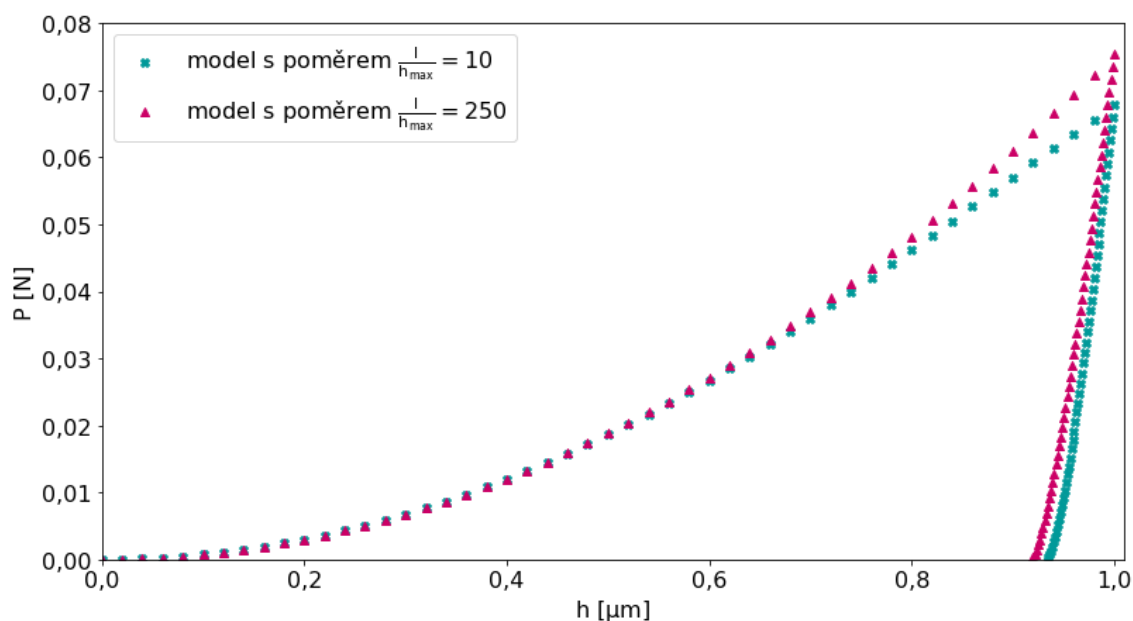
materiál	Poissonovo číslo $\nu$ [-]	Modul pružnosti E [Mpa]	Modul zpevnění [MPa]	Mez kluzu $\sigma_k$ [MPa]
materiál A	0,31	200 000	100	400
materiál B	0,28	400 000	100	800

**Tabulka 2.1:** Zadané materiálové vlastnosti pro dva druhy materiálů

### 2.1.3 Vliv velikosti modelu

Vliv velikosti vzorku na přesnost výpočtu modulu pružnosti  $E$  byl zkoumán změnou poměru celkové délky modelu  $l$  ku hloubce maximálního vtisku  $h_{max}$ . Při zvětšování modelu byla velikost prvků zachována a byla v zóně kontaktu  $0,05 \mu\text{m}$ .

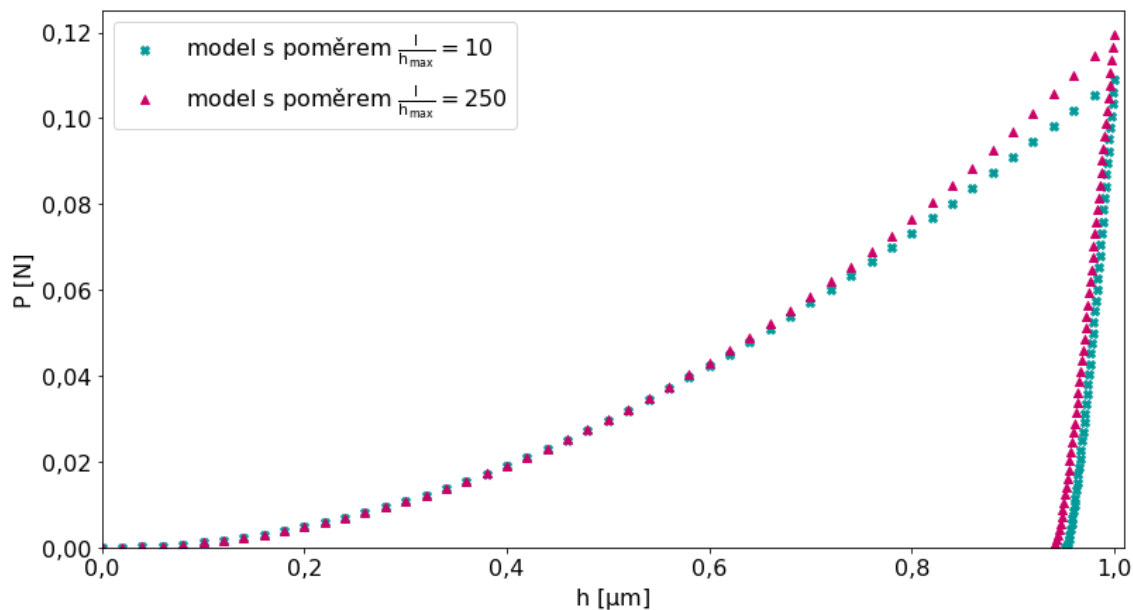
Na Obr. 2.4 a Obr. 2.5 jsou křivky zatěžování-odlehčování pro model s délkou hrany rovnou desetinasobku tloušťky vrstvy, tj.  $l/h_{max} = 10$  a pro model s poměrem  $l/h_{max} = 250$ . Jak je vidět z grafů model s větší stranou má větší maximální indentační sílu  $P_{max}$  a menší trvalou hloubku vtisku  $h_f$ . To ovlivňuje výpočet kontaktní tuhosti  $S$  a kontaktní hloubky  $h_c$  tak, že obě hodnoty budou menší pro model s větší hranou modelu materiálu.



**Obrázek 2.4:** Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu A s poměry  $l/h_{max} = 10$  a  $l/h_{max} = 250$ , kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku a  $l$  je délka hrany modelu

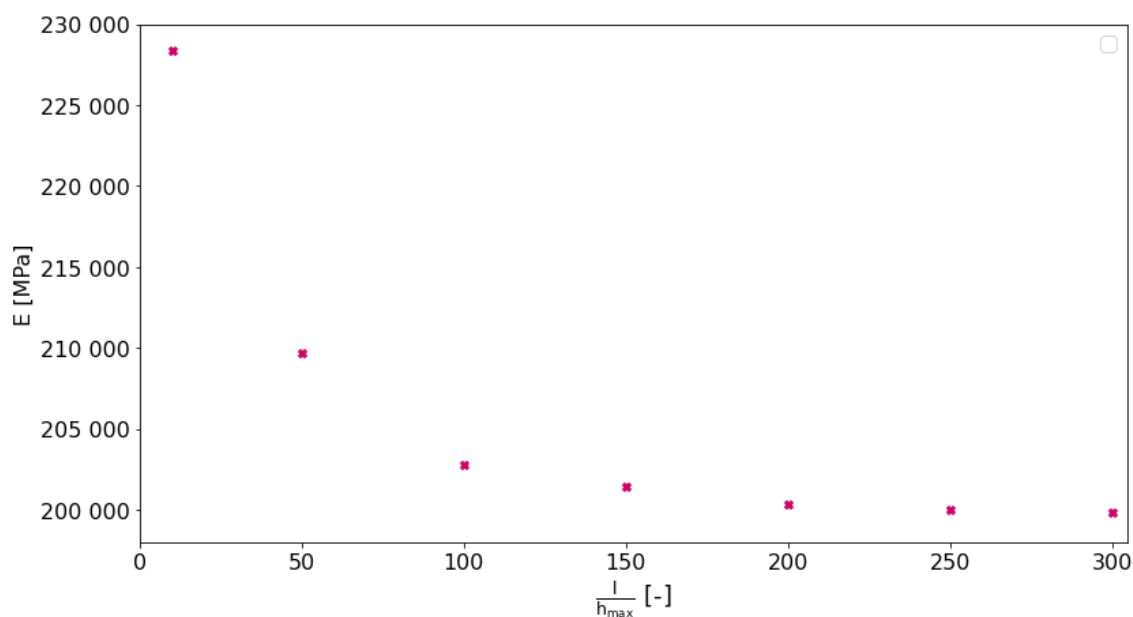
Model materiálu A s poměrem  $l/h_{max} = 250$  má  $P_{max} = 0,075 \text{ N}$  a  $h_f = 0,920 \mu\text{m}$ , s poměrem  $l/h_{max} = 10$  má  $P_{max} = 0,068 \text{ N}$  a  $h_f = 0,934 \mu\text{m}$ . Odchylka pro maximální indentační sílu  $P_{max}$  činí 10,29 % a pro trvalou hloubku vtisku  $h_f$  je odchylka 1,52 %.

Pro druhý model (materiál B) s poměrem  $l/h_{max} = 250$  je  $P_{max} = 0,119 \text{ N}$  a  $h_f = 0,941 \mu\text{m}$ , s poměrem  $l/h_{max} = 10$  má  $P_{max} = 0,109 \text{ N}$  a  $h_f = 0,952 \mu\text{m}$ . Odchylka pro  $P_{max}$  je 9,17% a pro  $h_f$  je odchylka 1,17 %.

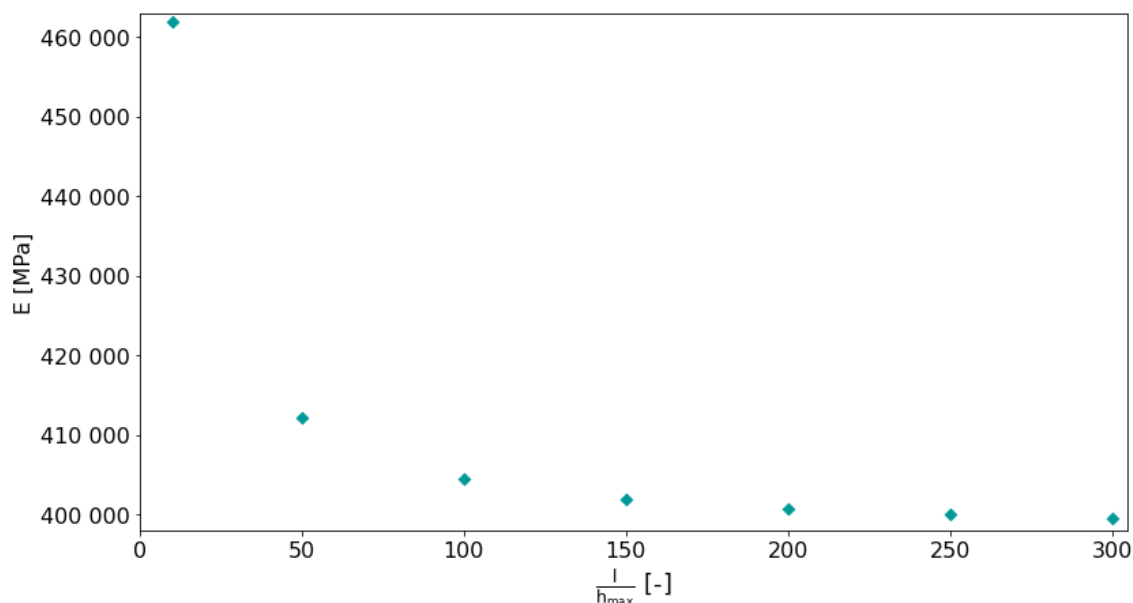


**Obrázek 2.5:** Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu B s poměry  $l/h_{max} = 10$  a  $l/h_{max} = 250$ , kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku a  $l$  je délka hrany modelu

Na Obr. 2.6 a Obr. 2.7 je znázorněna závislost modulu pružnosti  $E$  na poměru  $l/h_{max}$  pro oba materiály. Z grafů je patrné, že hodnota modulu pružnosti se ustálí na poměru  $l/h_{max} = 200$ . Odchylka mezi hodnotami  $E$  pro  $l/h_{max} = 200$  a  $l/h_{max} = 300$  činí jen 0,30 % pro materiál B a pro materiál A je tato odchylka menší než 0,01 %. Pro poměry  $l/h_{max} = 10$  a  $l/h_{max} = 250$  je odchylka 15,40 % u materiálu B, pro materiál A je tato odchylka stanovena na 14,17 % .



**Obrázek 2.6:** Závislost vypočteného modulu pružnosti  $E$  materiálu A na poměru  $l/h_{max}$ , kde  $l$  je délka hrany modelu a  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku



**Obrázek 2.7:** Závislost vypočteného modulu pružnosti  $E$  materiálu B na poměru  $l/h_{max}$ , kde  $l$  je délka hrany modelu a  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku

Velikost modelu ovlivňuje přesnost výsledků simulace. Modul pružnosti  $E$  nezávisí přímo na velikosti modelu, ale příliš malý model neeliminuje vliv okrajových podmínek, které mohou zkreslit přesnost výsledků kvůli nesprávné reprezentaci deformačního chování ve vzorku. Pro další simulace byla délka hrany modelu nastavena jako 250násobek hloubky největšího maximálního vtisku  $h_{max}$ .

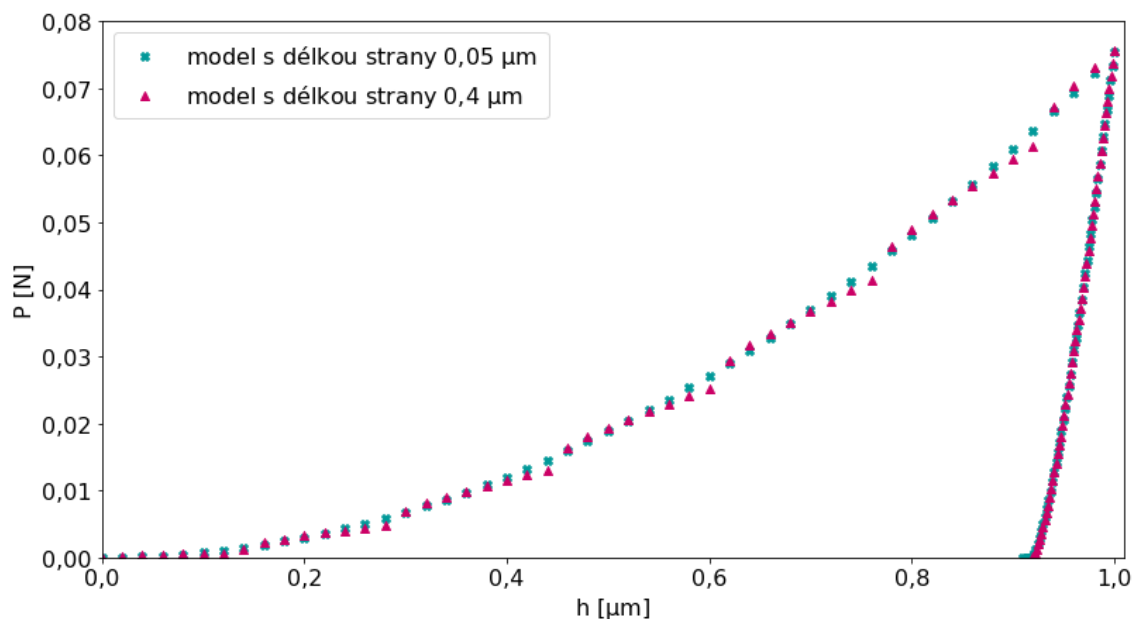
### 2.1.4 Vliv velikosti prvků

Pro vyhodnocení vlivu velikosti prvků na indentační modul  $E$  byly provedeny výpočty pro různé velikosti prvku v zóně přímo pod indentorem.

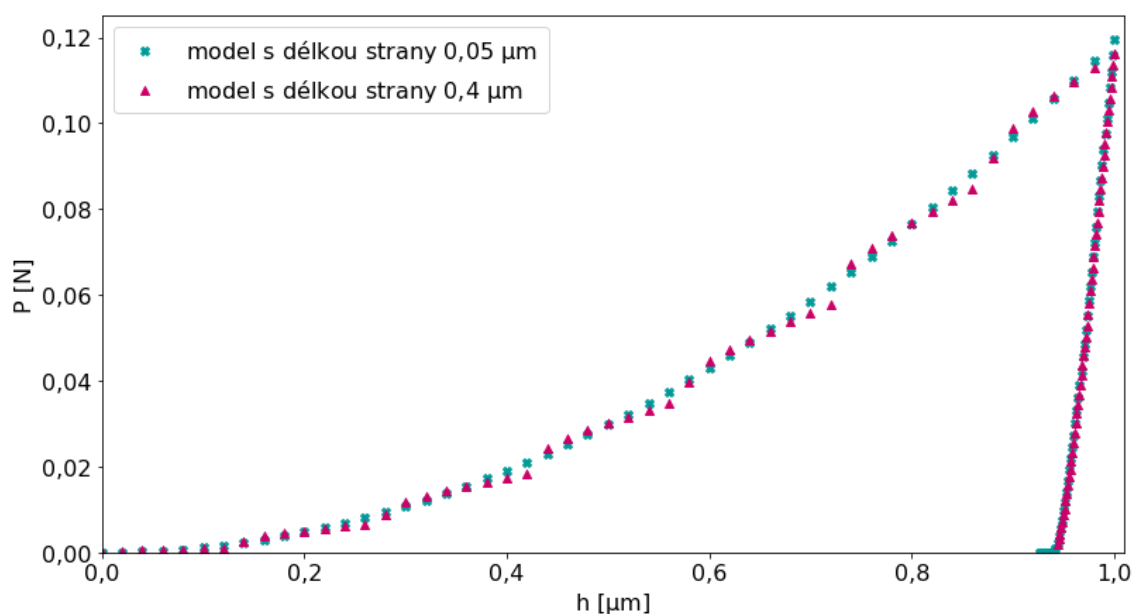
Na Obr. 2.8 a Obr. 2.9 jsou uvedeny křivky zatěžování-odlehčování pro oba materiály, pro délku strany prvku  $0,05\ \mu\text{m}$  a délku strany prvku  $0,40\ \mu\text{m}$ . Je zřejmé, že při použití hrubší sítě s většími prvky je materiál hruběji rozdělen a lokální změny jsou méně přesně zachyceny. To může vést k nehladké křivce zatěžování, protože odpor materiálu proti vnikání indentoru se mění skokově. Z grafů je patrný trend, kdy hodnoty pro větší prvek oscilují s určitou frekvencí kolem křivky hodnot pro menší prvek. V tomto případě lze říct, že při shodných hodnotách maximální indentační síly  $P_{max}$  pro oba modely jde o náhodu, tj. maximální síla se dostala do té části grafu, kde hodnoty pro model s větší stranou prvku přesně opakují křivku modelu s menší stranou prvku, což pozorujeme u materiálu A.

Stanovené hodnoty maximální indentační síly  $P_{max}$  jsou následující:

- pro materiál B je  $P_{max} = 0,116\ \text{N}$  pro model s délkou strany prvku  $0,40\ \mu\text{m}$  a  $P_{max} = 0,119\ \text{N}$  pro model s délkou strany prvku  $0,05\ \mu\text{m}$  a jejich odchylka činí  $2,58\ \%$ ;
- v případě materiálu A pro oba modely platí, že  $P_{max} = 0,075\ \text{N}$ .



**Obrázek 2.8:** Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu A pro různé délky strany prvku



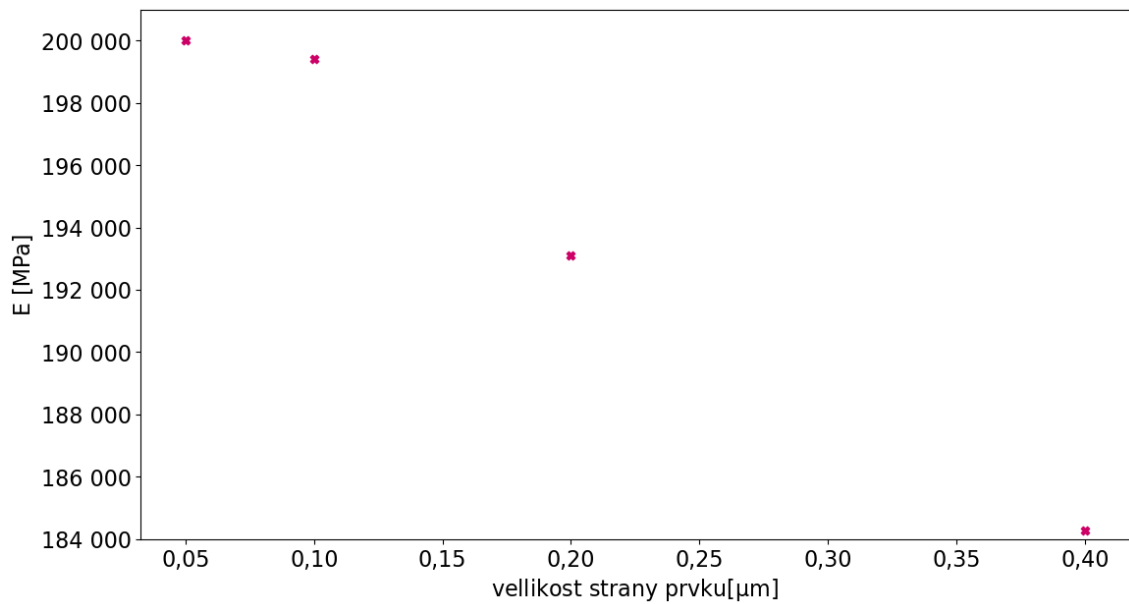
**Obrázek 2.9:** Křivky zatěžování-odlehčování pro modely materiálu B pro různé délky strany prvku

Na Obr. 2.10 a Obr. 2.11 jsou znázorněny závislosti modulu pružnosti  $E$  na velikosti strany prvku pro vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 1$  pro oba materiály.

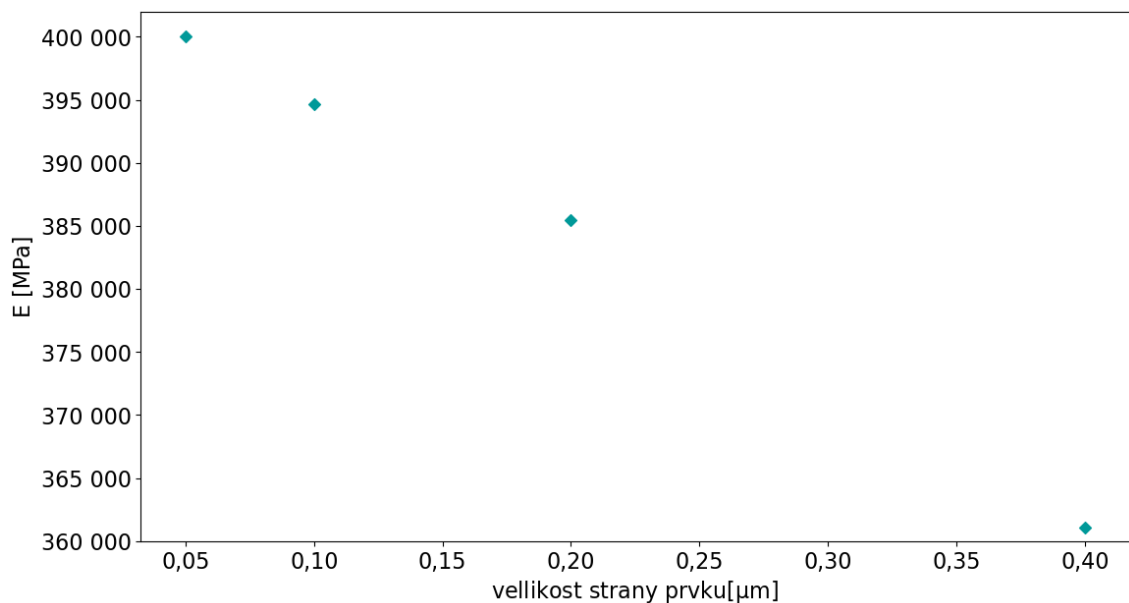
Při porovnání dvou nejmenších velikostí prvků v síti, tj. délka strany prvku  $0,05 \mu\text{m}$  a  $0,10 \mu\text{m}$ , je odchylka mezi modulem pružnosti  $E$   $0,29 \%$  pro materiál A a  $1,35 \%$  pro materiál B. Při porovnání nejmenšího a největšího prvku v síti, tj. délka strany prvku  $0,05 \mu\text{m}$  a  $0,40 \mu\text{m}$ , činí odchylka  $8,53 \%$  pro materiál A a  $10,79 \%$  pro materiál B. Z toho plyne, že pro materiál B je potřeba použít prvky menší velikosti



pro dosažení výsledků se stejnou chybou jako v případě materiálu A.



**Obrázek 2.10:** Závislost vypočteného modulu pružnosti  $E$  na velikosti strany prvku pro materiál A



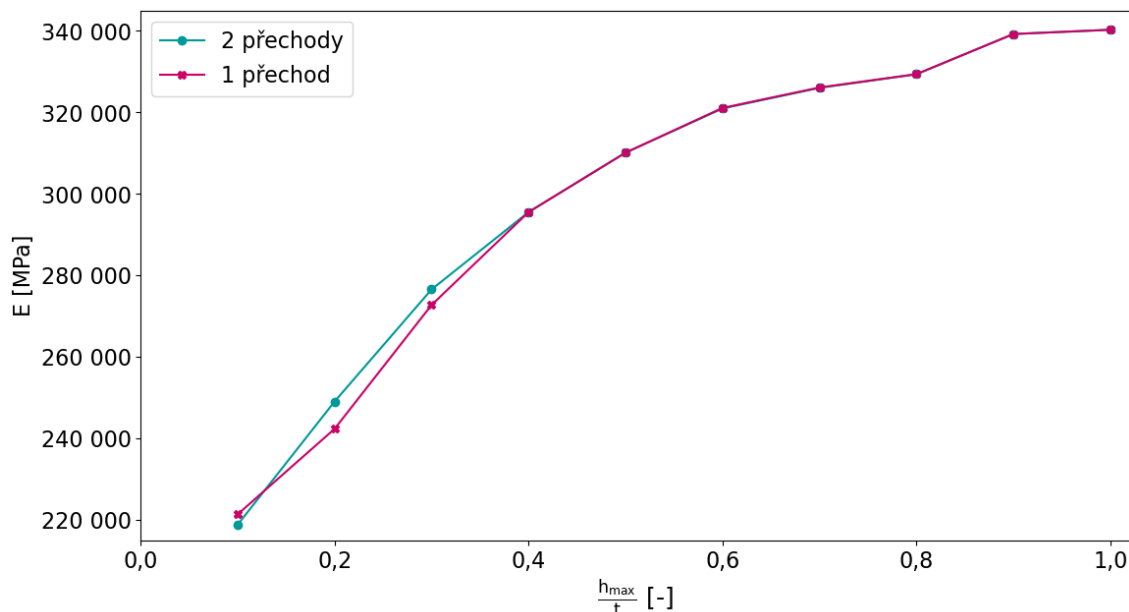
**Obrázek 2.11:** Závislost vypočteného modulu pružnosti  $E$  na velikosti strany prvku pro materiál B

Vzhledem k tomu, že při modelování bylo nutné průběžně zjemňovat síť pro menší hloubky vtisku, bylo také provedeno porovnání dvou variant změny sítě a to:

1. první varianta změny sítě je  $0,8 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 1,0 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,05 \mu\text{m}$ ,  $0,4 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 0,7 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,025 \mu\text{m}$  a  $0,1 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 0,3 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,0125 \mu\text{m}$ ;

2. druhá varianta změny sítě je  $0,6 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 1,0 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,05 \mu\text{m}$ ,  $0,1 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 0,5 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,025 \mu\text{m}$ .

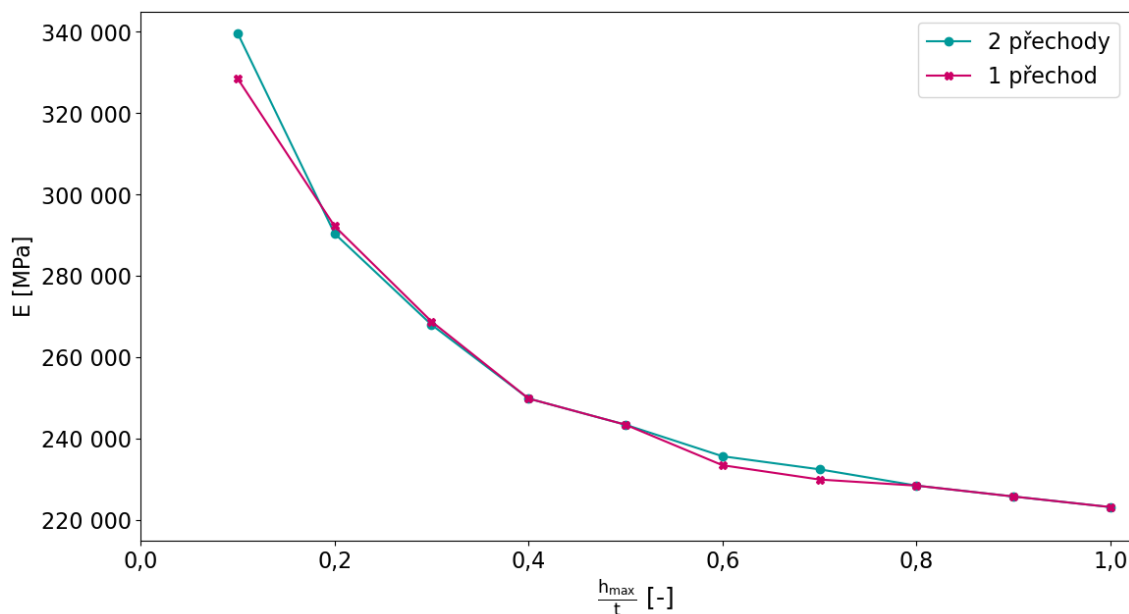
Na Obr. 2.12 a Obr. 2.13 jsou vyneseny závislosti modulu pružnosti  $E$  na poměru  $h_{max}/t$  pro dva systémy vrstva - substrát. V bodech, kde dochází ke změně sítě, lze pozorovat malé odchytky.



**Obrázek 2.12:** Závislost modulu pružnosti  $E$  pro dva typy sítě systému materiálů A-B na poměru  $h_{max}/t$ , kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku a  $t$  je tloušťka vrstvy

U systému vrstvy z materiálu B na substrátu z materiálu A jsou dvě oblasti s většími odchytkami: 3,3 % odchyška při nejmenším vtisku ( $h_{max}/t = 0,1$ ), dále odchyška 0,9 % v oblasti vtisku s poměrem  $h_{max}/t = 0,6$  a nakonec odchyška 1,1 % při  $h_{max}/t = 0,7$ . Ostatní odchyšky jsou zanedbatelné. Důležité je zmínit, že při dané konfiguraci vrstvy a materiálu není zajištěn dostatečný počet prvků v kontaktu při nejmenším vtisku. Použití sítě s jedním přechodem v zóně kontaktu obsahuje pouze 11 prvků a při změně sítě na síť se dvěma přechody se tento počet zvýší na 22, což stále není dostatečný počet prvků. Také v daném materiálu jsou vidět odchyšky v místech změny sítě. Jak bylo zmíněno dříve, materiál B vykazuje větší odchyšky a potřebuje jemnější síť. Použití stejné hrubší sítě pro oba materiály není zcela vhodné řešení. Důvodem, proč byla stejná síť použita pro oba materiály je snaha udržet konzistenci v simulaci a umožnit porovnání mezi materiály. Kromě toho, další zjemnění sítě by ovlivnilo výpočetní náročnost modelu, proto bylo rozhodnuto používat tuto síť pro oba materiály.

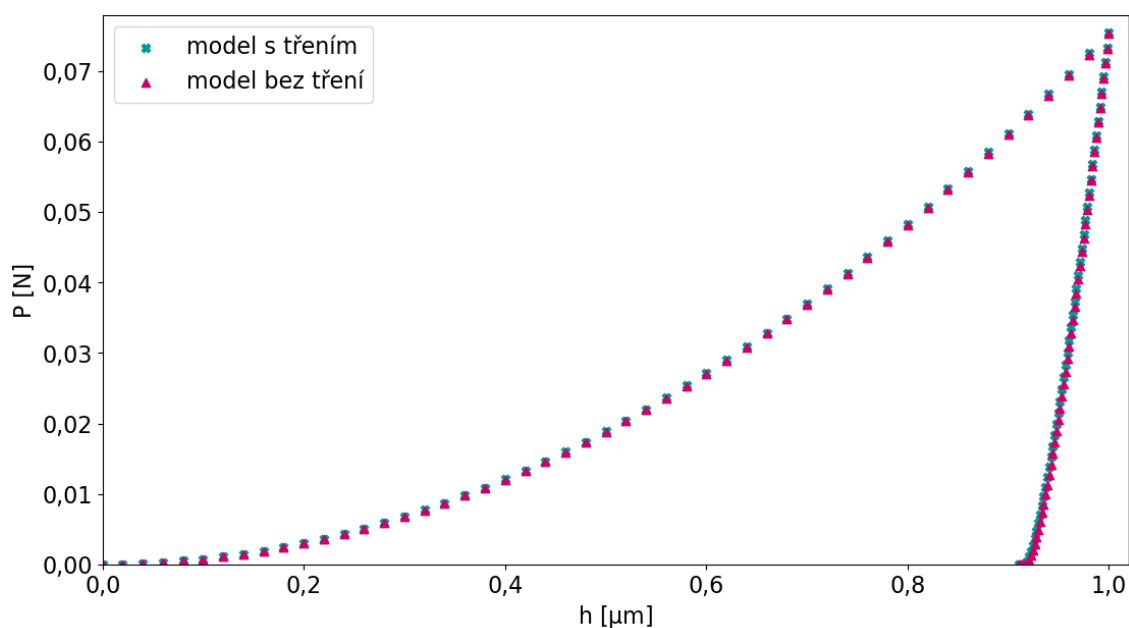
Při pozorování odchylek v systému vrstva materiál A - substrát materiál B jsou větší odchyšky pozorovány v oblasti menšího vtisku, např. 1,2 % při  $h_{max}/t = 0,1$ , 2,7 % při  $h_{max}/t = 0,2$  a 1,4 % při  $h_{max}/t = 0,3$ , ostatní odchyšky jsou zanedbatelné. V případě měkčí vrstvy je počet prvků při dvou přechodech dostatečný. Odchyšky jsou zde pozorovatelné pouze při nejmenších vtiscích, kdy síť s jedním přechodem nemá dostatečný počet prvků v kontaktu.



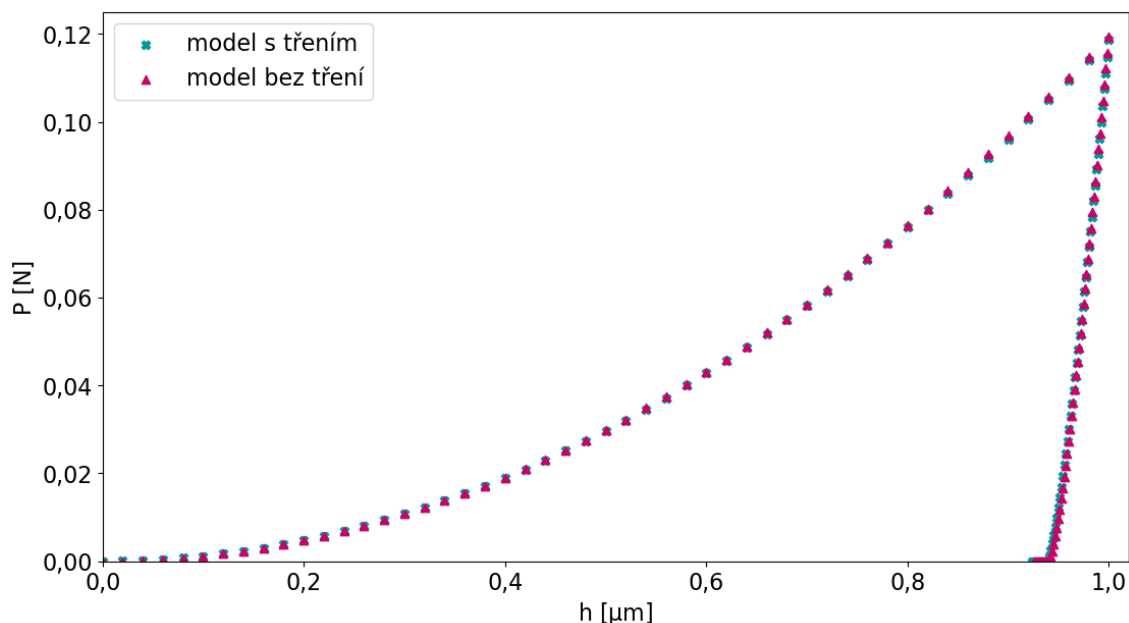
**Obrázek 2.13:** Závislost modulu pružnosti  $E$  pro dva typy sítě systému materiálů B-A na poměru  $h_{max}/t$ , kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku a  $t$  je tloušťka vrstvy

### 2.1.5 Model s třením

Pro pochopení vlivu tření na model byly provedeny výpočty na homogenních modelech s dokonale tuhým indentorem s koeficientem tření  $\mu = 0,16$ . Na Obr. 2.14 a Obr. 2.15 je porovnání křivek zatěžování-odlehčování pro homogenní materiály. Pro oba materiály jsou dané křivky skoro stejné, což potvrzuje možnost zanedbat vliv tření při dalších simulacích pro modely s vrstvou.



**Obrázek 2.14:** Křivky zatěžování-odlehčování pro homogenní materiál A, kde  $P$  je indentační síla a  $h$  je hloubka vtisku



**Obrázek 2.15:** Křivky zatěžování-odlehčování pro homogenní materiál B, kde  $P$  je indentační síla a  $h$  je hloubka vtisku

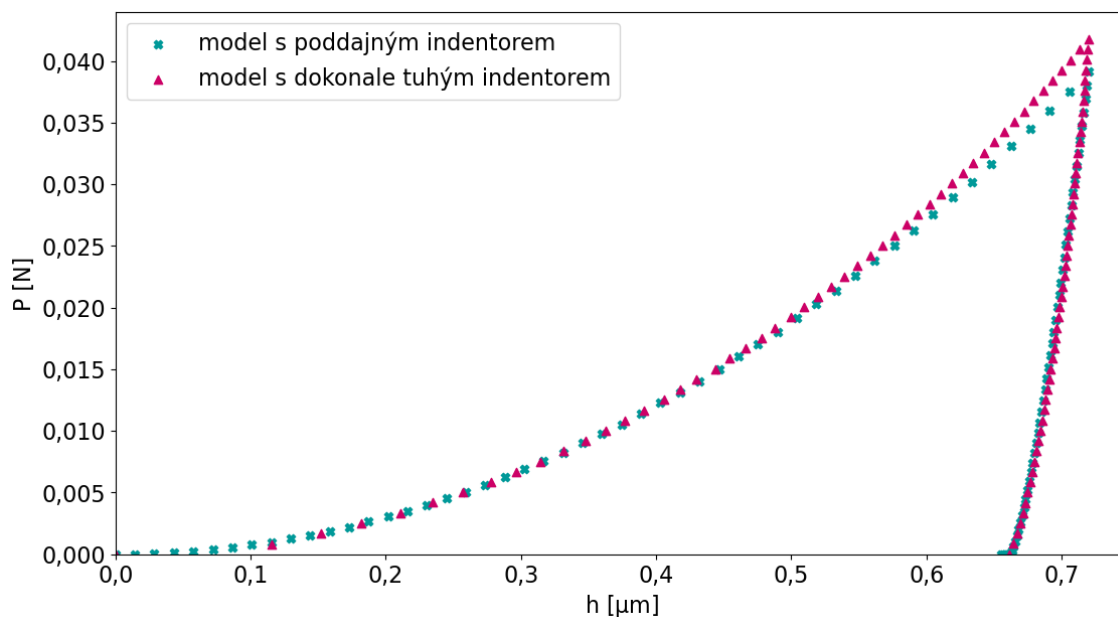
Při analýze obou materiálů byl rozdíl mezi modulem pružnosti  $E$  u modelu bez tření a modelem s třením přibližně 1,0 %. U materiálu A se  $E$  snížil o 0,7 % a u materiálu B o 1,2 %, obě hodnoty jsou blízké. Lze předpokládat, že vliv na vypočtený modul  $E$  v obou systémech se bude rovněž pohybovat kolem 1 %. Hodnoty vypočtených modulů pružnosti jsou uvedené v Tab. 2.2.

materiál	$E$ bez tření [MPa]	$E$ s třením [MPa]	Odchylka [%]
materiál A	200 000	198 562	0,7
materiál B	400 000	395 117	1,2

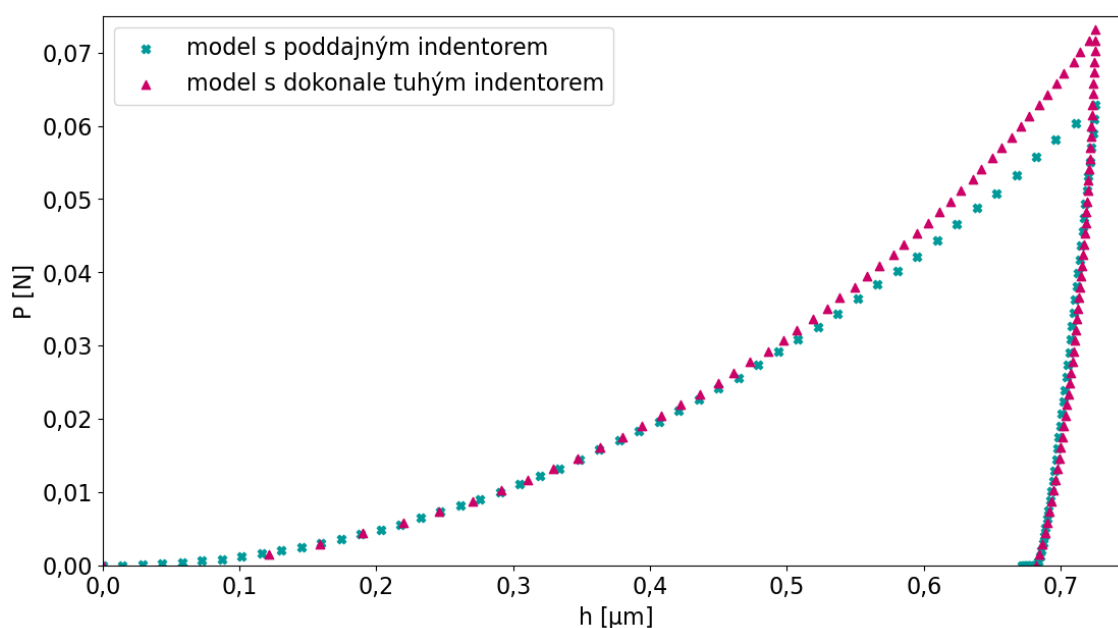
**Tabulka 2.2:** Vypočítané moduly pružnosti  $E$  pro materiál A a materiál B bez tření a s koeficientem tření  $\mu = 0,16$  a také odchylky těchto modulů pružnosti  $E$

### 2.1.6 Model s poddajným indentorem

Jak bylo výše uvedeno, byl vytvořen také model s poddajným indentorem. Simulace a výpočty byly provedeny pro homogenní materiály pro následující porovnání se simulací s dokonale tuhým indentorem pro vtisk stejné hloubky. Vzhledem k tomu, že poměr  $h_f/h_{max}$  se nacházel mimo interval, pro který byl stanoven vztah (2.3), byl korekční faktor  $\beta$  stanoven experimentálně z modelů s dokonale tuhým indentorem. Na Obr. 2.16 a Obr. 2.17 jsou porovnány křivky zatěžování-odlehčování pro modely s poddajným a dokonale tuhým indentorem. V případě simulace s poddajným indentorem bylo přímo nastaveno zatížení působící na indentor, zatímco v případě dokonale tuhého indentoru bylo zatížení nastaveno pomocí posuvu indentoru do maximální hloubky vtisku  $h_{max}$ , tak aby  $h_{max}$  odpovídala maximální hloubce vtisku simulace s poddajným indentorem.



**Obrázek 2.16:** Křivky zatěžování-odlehčování modelů s poddajným a dokonale tuhým indentorem pro homogenní materiál A, kde  $P$  je indentační síla a  $h$  je hloubka vtisku



**Obrázek 2.17:** Křivky zatěžování-odlehčování modelů s poddajným a dokonale tuhým indentorem pro homogenní materiál B, kde  $P$  je indentační síla a  $h$  je hloubka vtisku

Pro simulace byly použité následující parametry:

1. pro materiál A bylo zatížení působící na indentor nastaveno na 600 MPa , maximální síla při daném zatížení  $P_{max} = 0,0417$  N, korekční faktor  $\beta = 1,01265$ ,
2. pro materiál B bylo zatížení působící na indentor nastaveno na 900 MPa, maximální síla při daném zatížení  $P_{max} = 0,0628$  N, korekční faktor  $\beta = 1,06950$ .

Z grafů pro oba materiály plyne, že maximální indentační síla  $P_{max}$  pro model s poddajným indentorem je nižší než pro model s dokonale tuhým indentorem. Pro materiál A platí, že  $P_{max} = 0,0417$  N pro dokonale tuhý indenter a  $P_{max} = 0,0391$  N pro poddajný indenter, odchylka mezi hodnotami je 6,65 %. Pro materiál B je  $P_{max} = 0,0628$  N pro dokonale tuhý indenter a  $P_{max} = 0,0731$  N pro poddajný indenter, odchylka mezi hodnotami je 16,40 %.

V Tab. 2.3 jsou uvedené vypočítané moduly pružnosti pro simulace s poddajným indentorem a odchylka od zadaného modulu pružnosti. Indentační modul byl vypočten podle (1.7) ve tvaru:

$$E = \frac{E_{eff} \cdot E_i \cdot (1 - \nu^2)}{E_i - E_{eff} \cdot (1 - \nu_i^2)} \quad (2.1)$$

materiál A				materiál B			
$h_{max}$ [μm]	$E_{pod}$ [MPa]	$E_{dok}$ [MPa]	Odchylka [%]	$h_{max}$ [μm]	$E_{pod}$ [MPa]	$E_{dok}$ [MPa]	Odchylka [%]
0,72	234 722	200 000	17,4	0,70	483 596	400 000	20,9

**Tabulka 2.3:** Vypočítané hodnoty modulu pružnosti  $E$  pro vtisky stejné hloubky při simulaci s dokonale tuhým indentorem a poddajným indentorem

Pro oba materiály vychází modul pružnosti  $E_{pod}$  stanovený ze simulace s poddajným indentorem přibližně o 1/5 vyšší, než u simulace s dokonale tuhým indentorem. V případě materiálu A je odchylka nižší, což je dáno patrně větším rozdílem tuhosti materiálu A a materiálu indentoru, než v případě simulované indentace materiálu B.

Zmíněné odchylky mohou být způsobeny tím, že nebyl modelován celý indenter, ale pouze jeho malá část, která se nachází nejbliž ke kontaktní oblasti. Tímto způsobem by mohlo dojít k nepřesnému odhadu interakce mezi materiálem a indentorem, což by ovlivnilo naměřené hodnoty modulu pružnosti.

## 2.2 Model indentace tenké vrstvy

V předkládané práci je řešena úloha nanoindentace s tloušťkou vrstvy  $t = 1,0$  μm, kde zatěžování bylo provedeno posuvem indentoru do maximální hloubky vtisku  $h_{max}$ . Simulace proběhly pro dva systémy: měkká vrstva na tvrdém substrátu, kde měkký materiál reprezentuje materiál A a tvrdá vrstva na měkkém substrátu, kde tvrdý materiál reprezentuje materiál B. V rámci simulací bylo použito 10 různých maximálních hloubek vtisku  $h_{max}$ , které byly voleny na základě poměru hloubky maximálního vtisku a tloušťky vrstvy  $h_{max}/t$  v rozmezí od 0,1 do 1,0 s krokem 0,1.

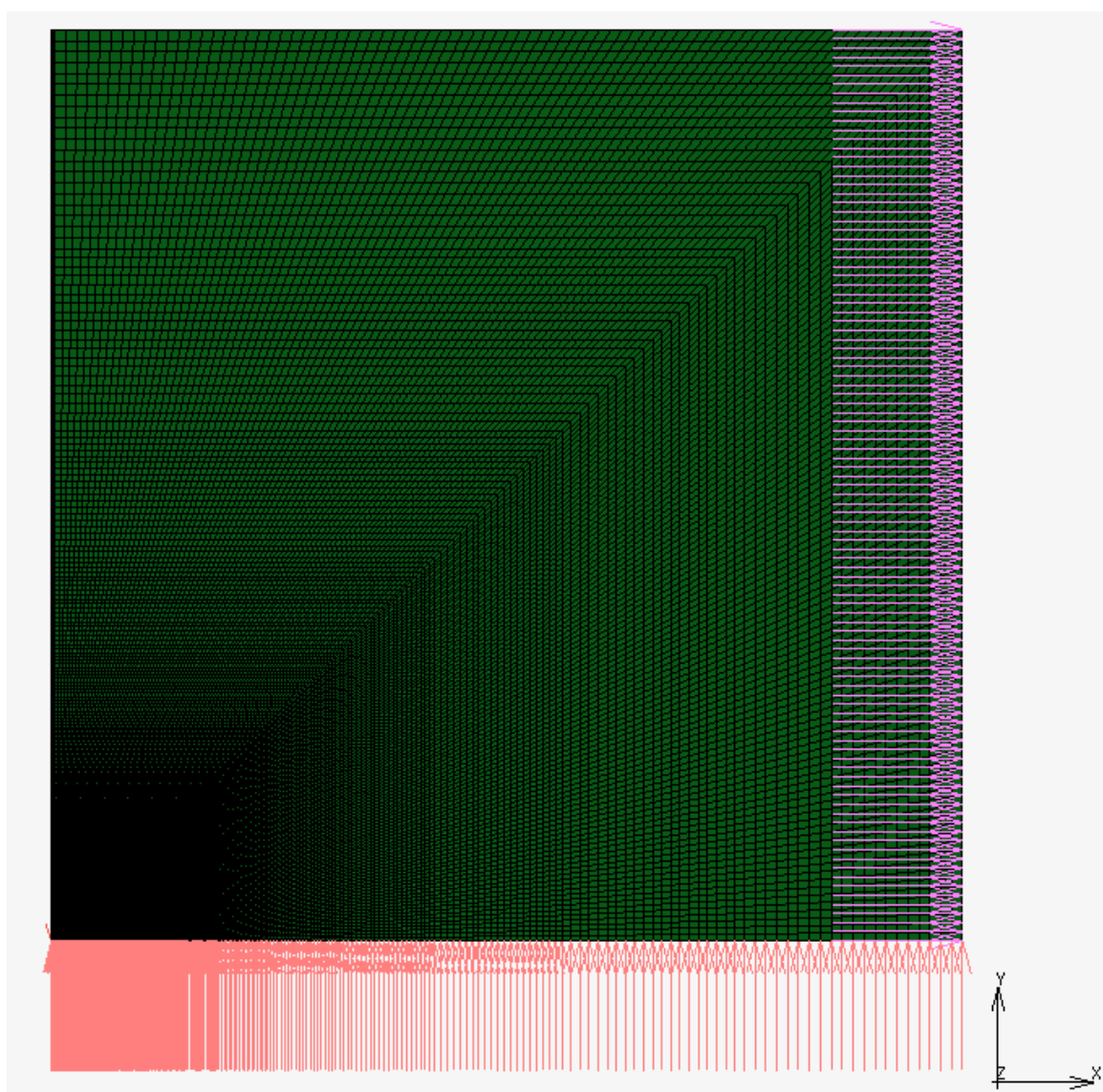
### 2.2.1 Síť použitá pro model s vrstvou

Na základě provedených simulací v kapitole 2.1 byly geometrické parametry voleny následujícím způsobem: rozměr vzorku  $l$  byl zvolen 250krát větší, než největší hloubka vtisku  $h_{max}$ , aby simulace nebyla ovlivněná okrajovými podmínkami. Vzhledem k tomu, že pro každý model bylo provedeno 10 vtisků s různou hloubkou  $h_{max}$  bylo nutné udělat zjemnění síť následujícím způsobem:

1.  $0,8 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 1,0 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,05 \mu\text{m}$ ;
2.  $0,4 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 0,7 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,025 \mu\text{m}$ ;
3.  $0,1 \mu\text{m} \leq h_{max} \leq 0,3 \mu\text{m}$  s velikostí prvků v zóně kontaktu  $0,0125 \mu\text{m}$ .

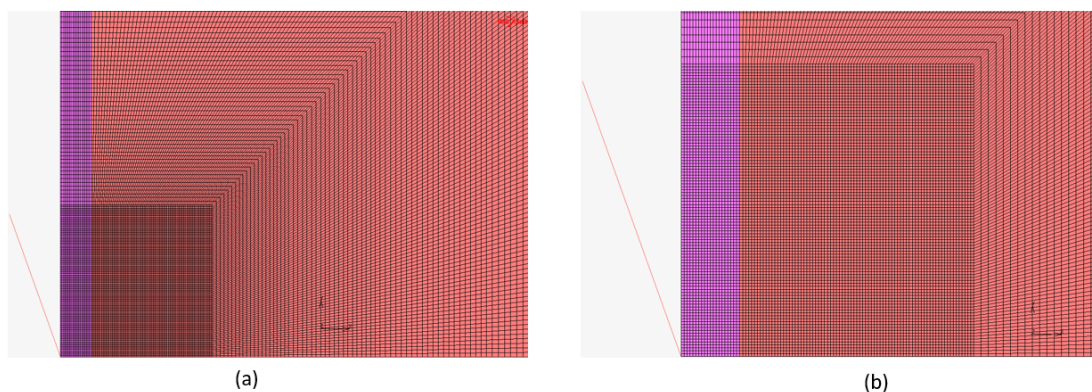
V rámci modelování byly použity následující okrajové podmínky: zakotvení podél osy rotační symetrie  $x$  ve směru osy  $y$ , samotný vzorec byl fixován podél své základny, a ostatní hrany modelu nebyly omezeny.

Pro provedení simulací byl zvolen Berkovichův indentor, který byl v rotačně symetrickém 2D modelu nahrazen ekvivalentním kónickým indentorem s vrcholovým úhlem  $70,3^\circ$ . Indentor byl uvažován jako dokonale tuhý. Na Obr. 2.18 a Obr. 2.19 je znázorněna síť použitá pro výpočty modelu s vrstvou.



Obrázek 2.18: Základní síť MKP modelu s dokonale tuhým indentorem





**Obrázek 2.19:** Základní síť MKP modelu s dokonalé tuhým indentorem, (a) zvětšení kontaktní zóny se zachycením detailů přechodu síti, (b) detail zvětšení kontaktní zóny přímo pod indentorem

### 2.2.2 Numerické parametry modelu

Numerické parametry simulace nanoindentační zkoušky pomocí MKP mají vliv na přesnost a stabilitu výpočtu a také ovlivňují výpočetní náročnost simulace. Pro účely této práce byly použity následující numerické parametry:

- při nanoindentaci se předpokládá pomalý proces se zanedbáním vlivu setrvačných sil, proto byl zvolen režim řešení (Loadcase) statický;
- iterační metoda byla zvolena Newton-Raphsova. Tato metoda se běžně používá pro řešení nelineárních problémů, včetně elasticko-plastického chování materiálu, kontaktních úloh a velkých deformací. Konvergence řešení byla nastavena pomocí relativní tolerance síly (relative force tolerance), která byla nastavena na hodnotu 0,01;
- řešič matic (Matrix solver) je symetrický typu multifrontal sparse;
- počet inkrementů pro simulace byl stanoven na 100;
- při modelování byl zvolen přístup zahrnující efekty velkých deformací;
- tření nebylo uvažováno.

### 2.2.3 Vyhodnocení dat

V průběhu simulace byly získány křivky zatěžování-odlehčování pro následující analýzu. Pro vyhodnocování dat byl použit skript napsaný v programovacím jazyce Python, v němž byla aplikována metoda Olivera-Pharra. Cílem bylo získat z křivky zatěžování-odlehčování indentační modul  $E$ . Ve skriptu byl použit následující algoritmus:

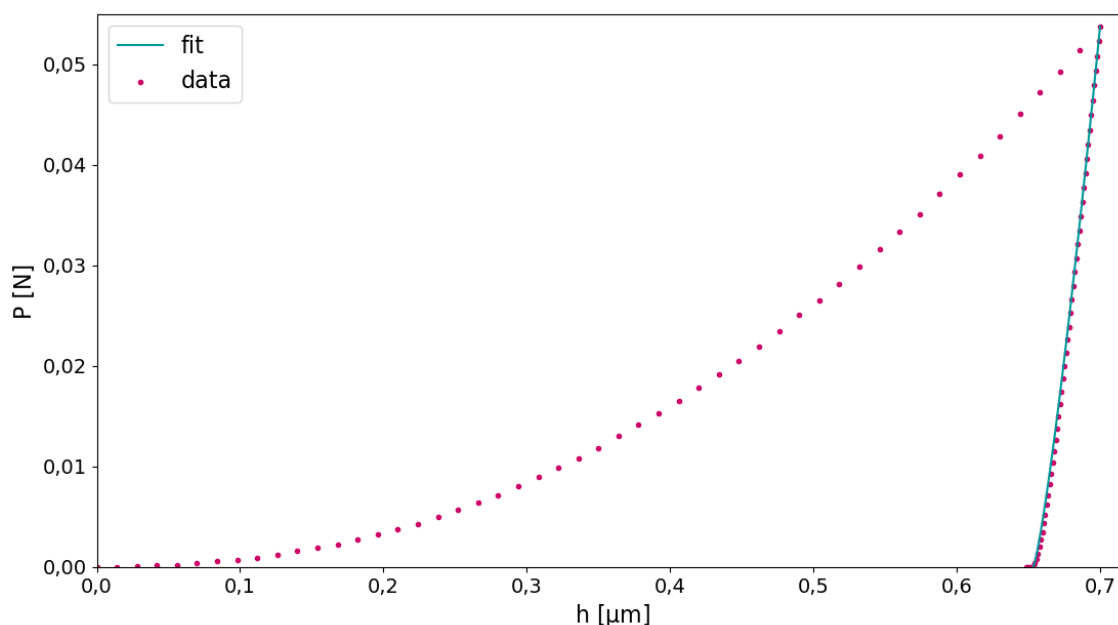
1. stanovení maximálních hodnot hloubky vtisku  $h_{max}$  a aplikované síly  $P_{max}$  z dat;
2. nalezení koeficientů  $\alpha$  a  $m$  podle (1.1) pomocí lineární aproximace hodnot  $\log h$  a  $\log P$  z počáteční fáze odlehčení;



3. nalezení kontaktní tuhosti  $S = \frac{dP}{dh}$  jako derivace vztahu (1.1);
4. stanovení hodnoty kontaktní hloubky vtisku  $h_c$  podle vzorce (1.4);
5. stanovení průmětu kontaktní plochy  $A$  podle vzorce (1.5);
6. výpočet efektivního modulu pružnosti  $E_{eff}$  podle vzorce (1.8);
7. výpočet modulu pružnosti  $E$  podle vzorce (1.7), kde v případě dokonale tuhého indentoru vynecháváme část vzorce s elastickými konstantami pro indentor, tj.

$$E = E_{eff} \cdot (1 - \nu^2) \quad (2.2)$$

Na Obr. 2.20 je uveden příklad aproximace křivky odlehčování podle výše uvedeného algoritmu.



**Obrázek 2.20:** Simulovaná závislost indentační síly  $P$  na posunu  $h$  pro vtisk s  $h_{max} = 0,7 \mu\text{m}$  pro systém: vrstva A - substrát B se zvýrazněným fitem počáteční fáze odlehčení

#### 2.2.4 Stanovení korekčního faktoru $\beta$

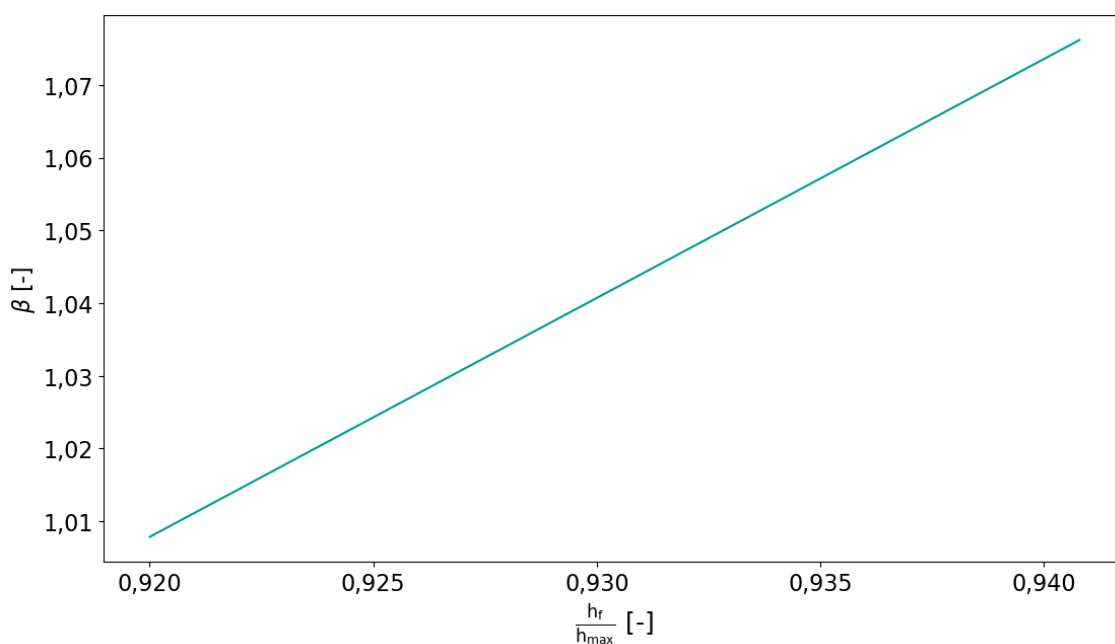
Má-li být dosaženo přesné shody mezi modulem pružnosti  $E$  vstupujícím do numerického modelu a indentačním modulem stanoveným z výsledků numerické simulace, lze toho dosáhnout pouze "naladěním" faktoru  $\beta$ , který byl zaveden pro zohlednění jiné geometrie indentoru než válcové. Dá se však očekávat, že vlivem rozdílného deformačního chování materiálů A a B budou hodnoty  $\beta$  pro oba materiály rozdílné. Pro systém vrstva - substrát s oběma materiály se v práci předpokládá  $\beta$  závislá na poměru  $h_f/h_{max}$  tak, jak to bylo navrženo v práci Tangu, Gua a kol. [8].

Pro stanovení korekčního faktoru  $\beta$  byly provedeny simulace homogenních vzorků pro dva různé materiály. Vlastnosti materiálů jsou uvedeny výše v Tab. 2.1. Pro oba materiály byl faktor  $\beta$  odvozen tak, aby výsledný modul pružnosti  $E$  odpovídal vstupnímu:

1. materiál A: poměr  $h_f/h_{max}=0,9190$  a korekční faktor  $\beta=1,0086$ ;
2. materiál B: poměr  $h_f/h_{max}=0,9408$  a korekční faktor  $\beta=1,0787$ .

Jak je vidět oba materiály mají významně odlišné korekční faktory  $\beta$ . Pro následné vyhodnocení modelů s vrstvou bylo rozhodnuto počítat faktor  $\beta$  jako lineární závislost na poměru  $h_f/h_{max}$  (viz. Obr.2.21) ve tvaru (1.9) odvozenou interpolací přímkou s využitím výše uvedených hodnot jako:

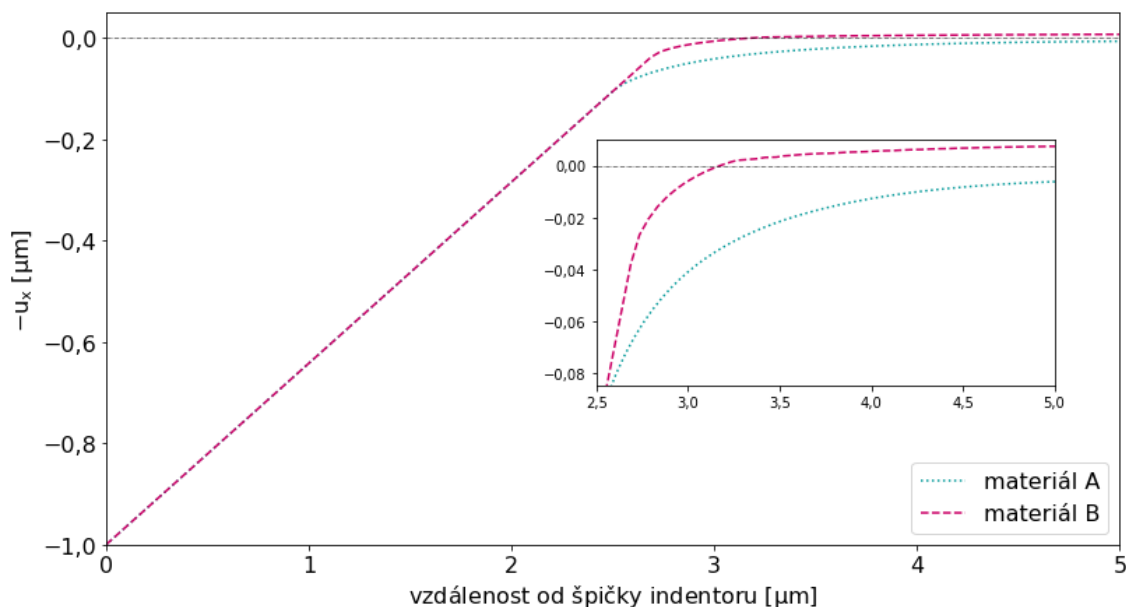
$$\beta = -1,947 + 3,216 \cdot \frac{h_f}{h_{max}}. \quad (2.3)$$



**Obrázek 2.21:** Závislost korekčního faktoru  $\beta$  na poměru  $h_f/h_{max}$ , kde  $h_f$  je trvalá hloubka vtisku a  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku

Podle metody Olivera a Pharra doporučené hodnoty pro korekční faktor  $\beta$  jsou  $1,0226 \leq \beta \leq 1,085$  [5]. Korekční faktor  $\beta$  pro materiál B se pohybuje v dané mezi, dokonce se nachází poblíž doporučené hodnoty  $\beta \cong 1,07$ . Materiál A má parametr  $\beta$  po korekci mimo tento interval.

Na Obr. 2.22 jsou znázorněné profily vtisku pro homogenní materiály. Při vizuální kontrole profilu vtisku materiál A vykazuje chování typu sink-in a materiál B vykazuje smíšené chování, jelikož na začátku lze pozorovat chování typu sink-in, následně chování typu pile-up.



**Obrázek 2.22:** Profily vtisku pro homogenní materiály se zvětšením v oblasti deformovaného povrchu, kde  $u_x$  je posuv ve směru  $x$

## 2.3 Výsledky a diskuze

### 2.3.1 Vliv hloubky vtisku na indentační modul materiálu vrstvy

Bylo provedeno 20 simulací (10 pro každý systém) s maximální hloubkou vtisku v rozmezí  $0,1 - 1,0$  násobku tloušťky vrstvy.

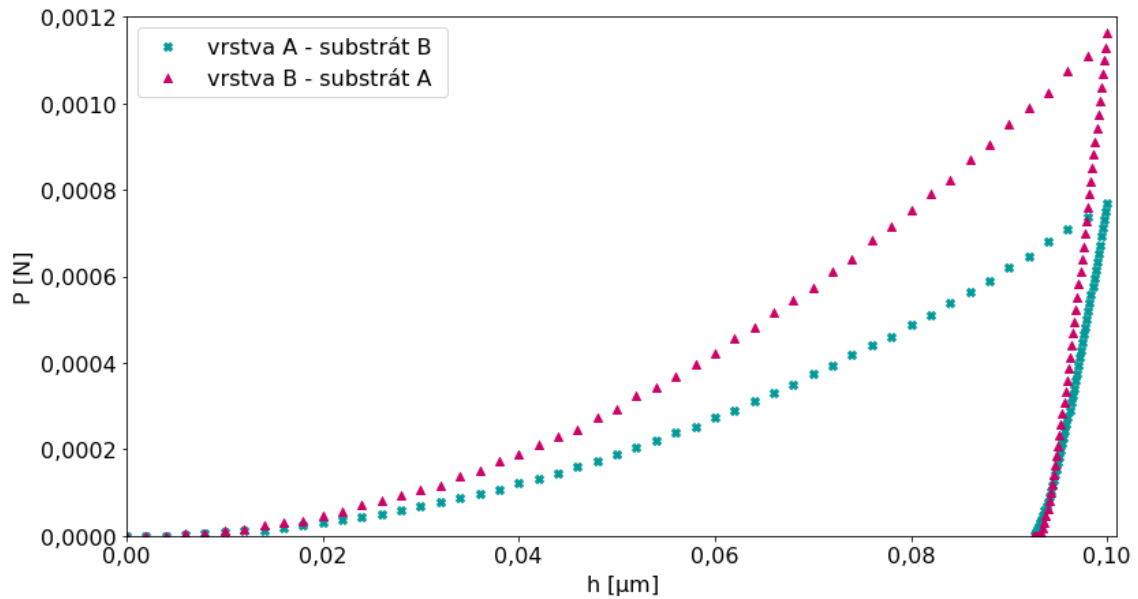
Příklady indentačních křivek pro hloubky vtisku  $h_{max} = 0,1 \cdot t = 0,1 \mu\text{m}$  resp.  $h_{max} = 0,9 \cdot t = 0,9 \mu\text{m}$  jsou na Obr. 2.23 resp. na Obr. 2.24

Při vtisku s maximální hloubkou  $h_{max} = 0,1 \mu\text{m}$  byl pozorován trend, kde systém s vrstvou z materiálu s menším modulem pružnosti  $E$  měl nižší hodnotu maximální indentační síly  $P_{max}$ . Pro systém vrstva A - substrát B byla maximální indentační síla  $P_{max} = 0,00077 \text{ N}$ , zatímco pro systém vrstva B - substrát A byla  $P_{max} = 0,00116 \text{ N}$ , což představuje odchylku mezi danými hodnotami ve výši 51 %.

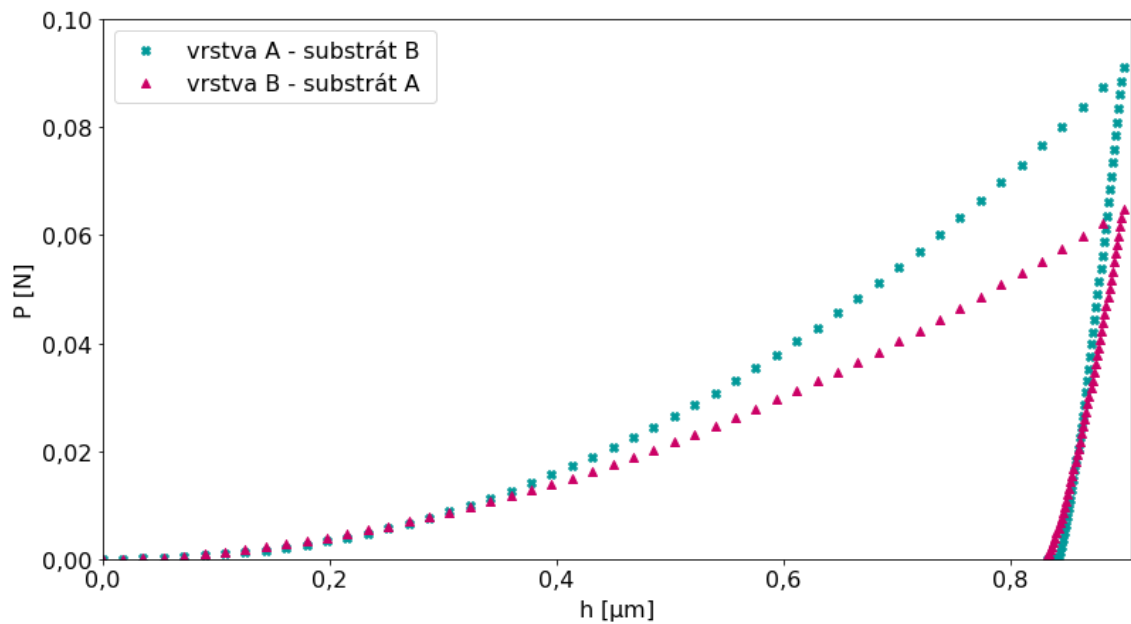
Pro vtisk s větší maximální hloubkou  $h_{max} = 0,9 \mu\text{m}$  byl pozorován opačný trend, kde systém s vrstvou z materiálu s menším modulem pružnosti  $E$ , tedy systém vrstva A - substrát B, má vyšší hodnotu maximální indentační síly  $P_{max} = 0,09111 \text{ N}$  ve srovnání se systémem vrstva B - substrát A, který má  $P_{max} = 0,06488 \text{ N}$ . Odchylka mezi danými hodnotami činí 40 %.

Kromě toho, z důvodu různé elasto-plastické odezvy obou materiálů může mít hloubka vtisku vliv na  $P_{max}$  nejen kvantitativní, ale i kvalitativní. Do hloubky vtisku přibližně  $0,35 \cdot t$  je větší maximální indentační síla  $P_{max}$  pro systém B-A. Zatímco od hloubky  $0,35 \cdot t$  je větší maximální indentační síla  $P_{max}$  pro systém A-B.

Závislost modulu pružnosti  $E$  na poměru  $h_{max}/t$ , kde  $t$  je tloušťka vrstvy, je na Obr. 2.25. Pro nízké hodnoty  $h_{max}/t$  se indentační modul blíží hodnotám  $E$  pro vrstvu. Se zvyšujícím se poměrem  $h_{max}/t$  se indentační moduly zvyšují pro systém A-B a snižují se pro systém B-A. Pro nejvyšší hloubky vtisku, tj.  $h_{max}/t = 1,0$  odchylka pro systém A-B činí 70,1 % a pro systém B-A odchylka je 44,2 %. Pro



**Obrázek 2.23:** Křivky zatěžování-odlehčování modelů pro systémy: A - B a B - A, pro vtisk s maximální hloubkou  $h_{max} = 0,1 \mu\text{m}$ , kde  $P$  je indentační síla a  $h$  je hloubka vtisku

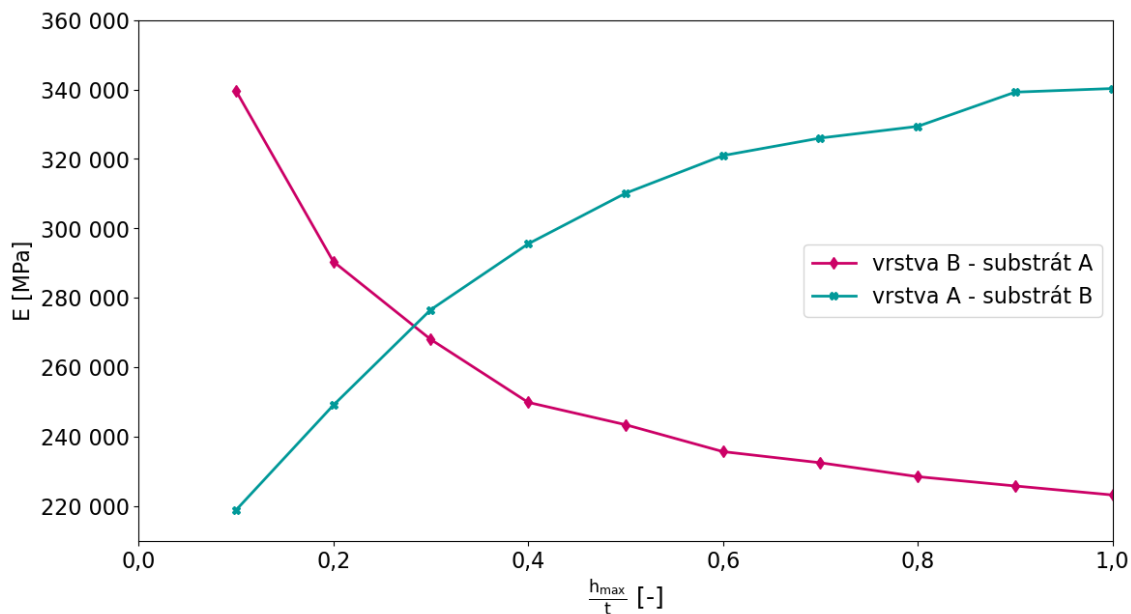


**Obrázek 2.24:** Křivky zatěžování-odlehčování modelů pro systémy: A - B a B - A, pro vtisk s maximální hloubkou  $h_{max} = 0,9 \mu\text{m}$ , kde  $P$  je indentační síla a  $h$  je hloubka vtisku

nejnižší hloubky vtisku, tj.  $h_{max}/t = 0,1$  odchylka pro systém A-B je 9,4 % a pro systém B-A odchylka je stanovena na 15,1 %.

Odchylka od hladkého průběhu pro systém A - B pro hodnoty  $h_{max}/t \approx 0,8$  je numerický artefakt daný přechodem na jinou síť konečných prvků. Pro systém B - A je pozorovatelný mírný skok v bodě  $h_{max}/t \approx 0,5$ , což je pravděpodobně způsobeno zvětšením vlivu substrátu.

Střední hodnoty mezi indentačními moduly, tj.  $E = 300\,000$ , systém vrstva A - substrát B dosáhne při poměru  $h_{max}/t \approx 0,43$ , zatímco systém vrstva B - substrát



**Obrázek 2.25:** Závislost vypočítaného modulu pružnosti na poměru  $h_{max}/t$ , kde  $h_{max}$  je maximální hloubka vtisku a  $t$  je tloušťka vrstvy

A dosahuje střední hodnoty  $E$  při  $h_{max}/t \approx 0,18$ . Z grafu je vidět, že indentační moduly pro oba systémy mají stejnou hodnotu při poměru  $h_{max}/t \approx 0,35$ , což se shoduje s již pozorovanou závislostí pro indentační síly  $P_{max}$ .

Hodnoty vypočítaného modulu pružnosti jsou uvedeny v Tab. 2.4.

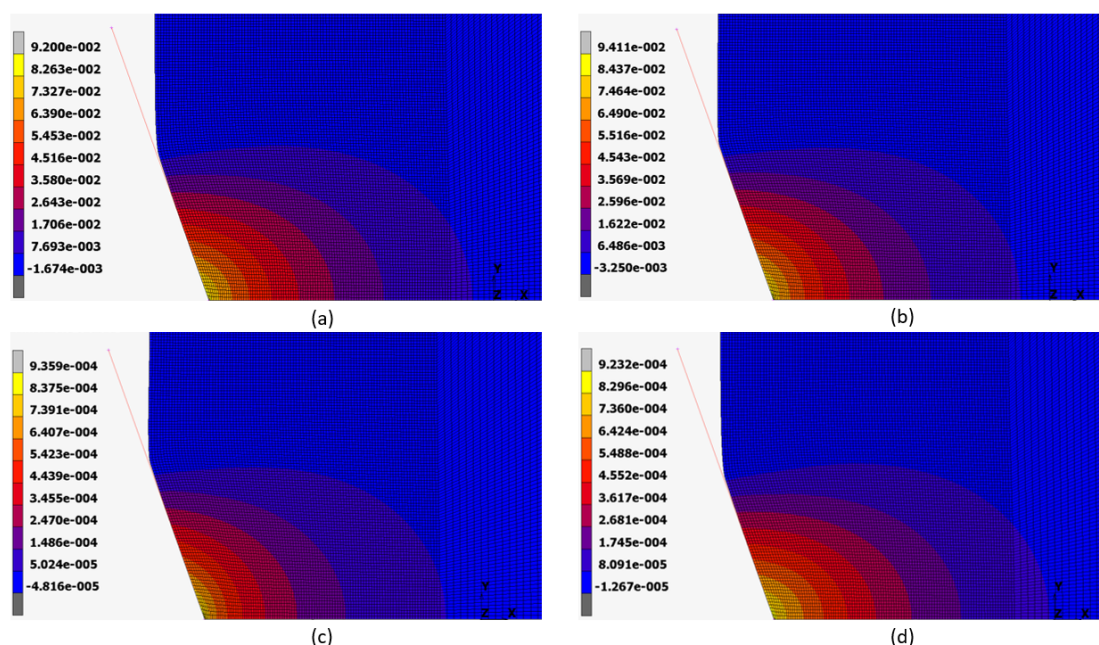
$h_{max}/t$ [-]	$E$ systému A - B [MPa]	Absolutní hodnota odchylky $E$ systému A - B od $E$ materiálu A [%]	$E$ systému B - A [MPa]	Absolutní hodnota odchylky $E$ systému B - A od $E$ materiálu B [%]
1,0	340 272	70,1	223 182	44,2
0,9	339 228	69,6	225 782	43,6
0,8	329 370	64,7	228 459	42,9
0,7	326 007	63,0	232 461	41,9
0,6	320 950	60,5	235 672	41,1
0,5	310 107	55,1	243 427	39,1
0,4	295 519	47,8	249 862	37,5
0,3	276 549	38,3	267 995	33,0
0,2	249 035	24,5	290 418	27,4
0,1	218 795	9,4	339 673	15,1

**Tabulka 2.4:** Vypočítané indentační moduly  $E$  pro dvě konfigurace materiálů a absolutní hodnota odchylky mezi indentačními moduly systému a vrstvy pro různé systémy materiálu a různé hloubky vtisku

### 2.3.2 Vliv hloubky vtisku na průmět kontaktní plochy a chování materiálu pro různé systémy

Na Obr. 2.26 jsou zobrazeny oblasti celkové logaritmické deformace  $\varepsilon_{xx}$  z výsledků simulací pro různé druhy materiálu při největším vtisku. Měkký materiál, tj. materiál A, má větší oblast deformace než materiál B. Je vidět, že substrát má velký vliv na deformaci. Systém vrstva A - substrát B má oblast deformace podobnou oblasti deformace homogenního materiálu B, dokonce je tato oblast u smíšeného materiálu menší než u původního materiálu substrátu. Měkký materiál na tvrdém substrátu se deformuje pod tlakem indentoru a rozšiřuje se jeho oblast deformace, zatímco v tvrdém substrátu dochází ke zmenšení deformace.

V případě systému vrstva B - substrát A se oblast deformace rozšířila v porovnání s oblastí deformace homogenního materiálu A. V takovém případě dochází k výrazné deformaci měkkého substrátu, na němž se tvrdá vrstva deformuje minimálně. Proto se oblast deformace rozšiřuje do měkkého substrátu, což způsobí celkové zvětšení oblasti deformace.



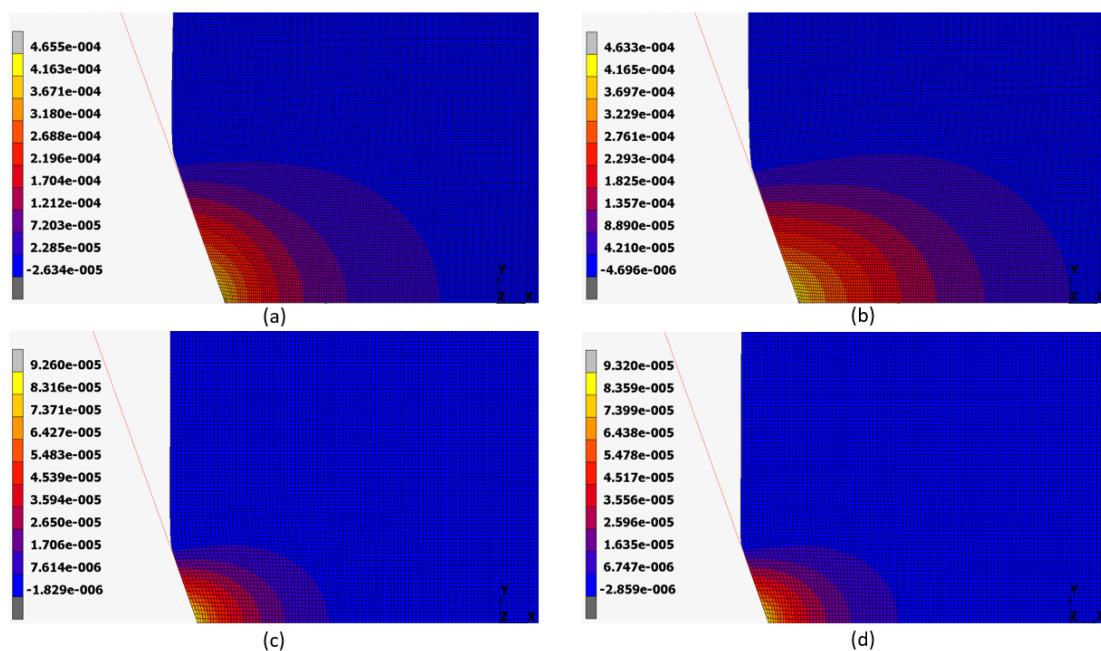
**Obrázek 2.26:** Oblast celkové logaritmické deformace  $\varepsilon_{xx}$  při vtisku do hloubky s poměrem  $h_{max}/t = 1$  pro (a) homogenní materiál A, (b) homogenní materiál B, (c) vrstva z materiálu A - substrát z materiálu B, (d) vrstva z materiálu B - substrát z materiálu A

Na Obr. 2.27 jsou znázorněny celkové logaritmické oblasti deformace  $\varepsilon_{xx}$  při větším přiblížení pro vtisky s poměrem  $h_{max}/t = 0,5$  a  $h_{max}/t = 0,1$  pro oba systémy.

V Tab. 2.5 je uvedeno porovnání průmětů kontaktních ploch  $A_{kont}$  stanovených přímo ze simulací MKP a  $A_{OP}$  stanovených ze simulací MKP podle metody Olivera a Pharra.

Při simulaci měkké vrstvy na tvrdém substrátu (vrstva A - substrát B) pro vtisky v rozmezí  $0,3 \leq h_{max}/t \leq 1,0$  byl průmět kontaktní plochy  $A_{kont}$  větší než  $A_{OP}$ . Na intervalu  $0,1 \leq h_{max}/t \leq 0,2$  naopak pozorujeme nadhodnocení průmětu kontaktní plochy počítaného podle metody Olivera-Pharra  $A_{OP}$ . Odchyly pro daný





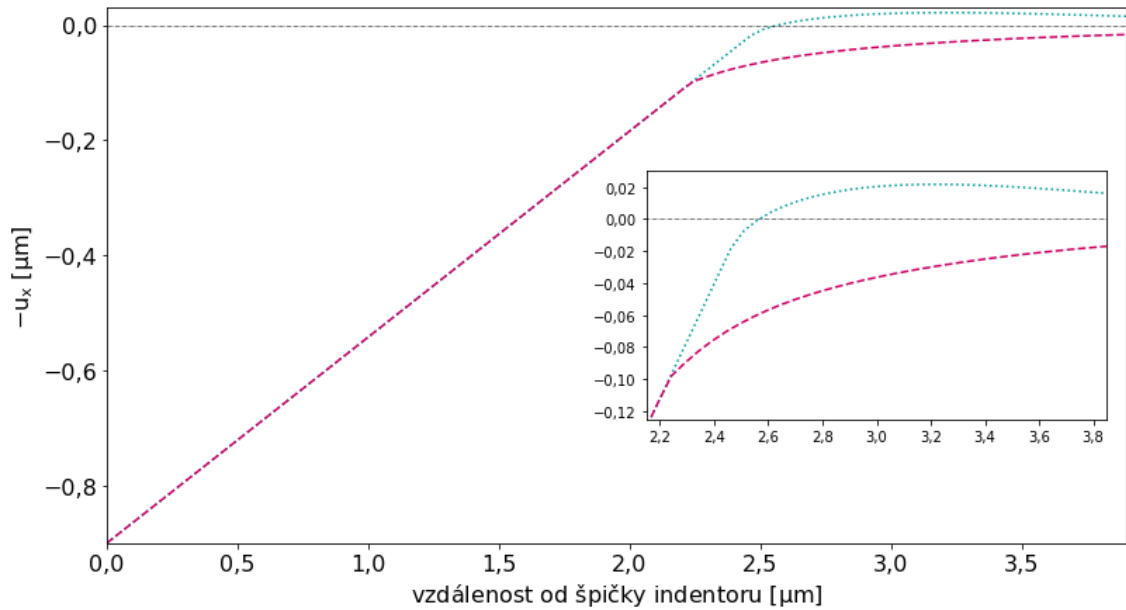
**Obrázek 2.27:** Oblast celkové logaritmicke deformace  $\varepsilon_{xx}$  pro (a) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,5$  pro systém vrstva z materiálu A - substrát z materiálu B, (b) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,5$  pro systém vrstva z materiálu B - substrát z materiálu A, (c) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,1$  pro systém vrstva z materiálu A - substrát z materiálu B, (d) vtisk s poměrem  $h_{max}/t = 0,1$  pro systém vrstva z materiálu B - substrát z materiálu A

$h_{max}/t$ [-]	vrstva A - substrát B			vrstva B - substrát A		
	$A_{kont}$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$A_{OP}$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	Odchylka [%]	$A_{kont}$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	$A_{OP}$ [ $\mu\text{m}^2$ ]	Odchylka [%]
1,0	23,977	22,734	5,5	19,409	22,499	-13,7
0,9	19,042	18,415	3,4	15,759	18,230	-13,6
0,8	15,272	14,530	5,1	12,474	14,407	-13,4
0,7	11,630	11,123	4,6	9,494	11,037	-14,0
0,6	8,473	8,172	3,7	6,985	8,110	-13,9
0,5	5,971	5,671	5,3	4,881	5,635	-13,4
0,4	3,790	3,627	4,5	3,122	3,605	-13,4
0,3	2,074	2,040	1,7	1,803	2,031	-11,2
0,2	0,882	0,906	-2,6	0,827	0,903	-8,4
0,1	0,212	0,226	-6,2	0,222	0,226	-1,8

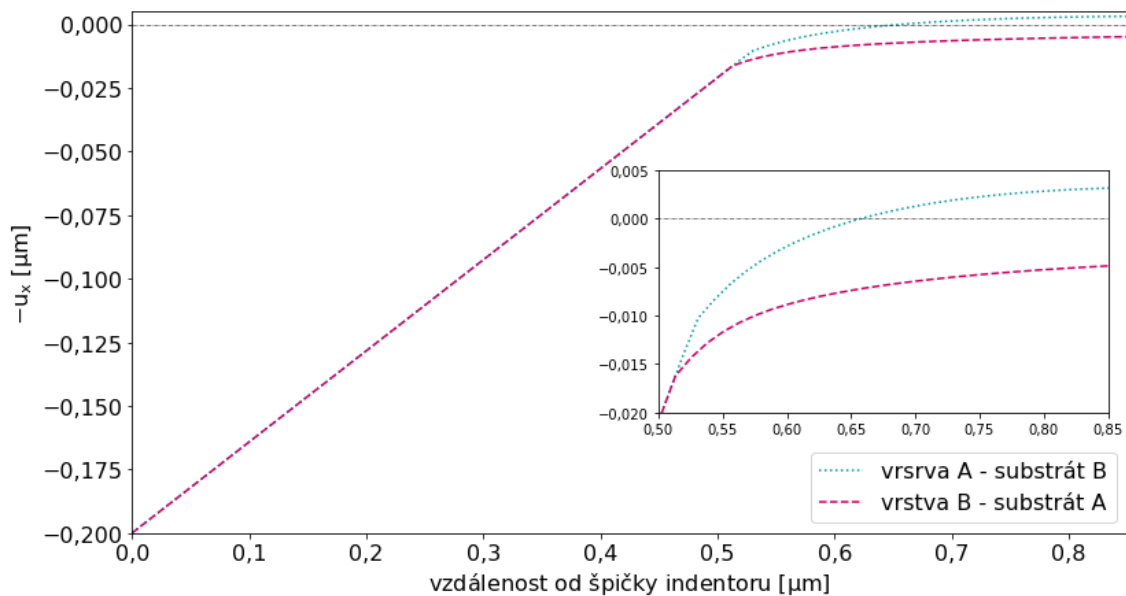
**Tabulka 2.5:** Vypočítané hodnoty průmětu skutečné kontaktní plochy  $A_{kont}$  a numericky vypočítané průměty kontaktní plochy  $A_{OP}$  a odchylka mezi nimi pro různé systémy materiálu a různé hloubky vtisku

systém jsou relativně malé a nejvyšší rozdíl při nejmenším vtisku dává odchylku 6,49 %. Při pozorování profilu vtisku daného systému je vidět smíšené chování sink-in a pile-up při vtiscích na intervalu  $0,1 \leq h_{max}/t \leq 0,2$ , z tohoto důvodu je  $A_{kont}$  nadhodnocený pro tyto dva vtisky. Od  $h_{max}/t = 0,3$  začíná převažovat chování typu pile-up, což se projevuje nižší hodnotou  $A_{OP}$  v porovnání s  $A_{kont}$ . Smíšené chování v tomto případě je způsobené vlivem substrátu, který vykazoval stejné chování. Na

Obr. 2.28 a Obr. 2.29 jsou porovnány profily vtisku pro oba systémy při maximální hloubce vtisku  $h_{max} = 0,9 \mu\text{m}$  a  $h_{max} = 0,2 \mu\text{m}$ .



**Obrázek 2.28:** Profily vtisku dvou systémů při maximální hloubce vtisku  $h_{max} = 0,9 \mu\text{m}$  se zvětšením v oblasti deformovaného povrchu, kde  $u_x$  je posuv ve směru x



**Obrázek 2.29:** Profily vtisku dvou systémů při maximální hloubce vtisku  $h_{max} = 0,2 \mu\text{m}$  se zvětšením v oblasti deformovaného povrchu, kde  $u_x$  je posuv ve směru x

Druhý systém tvrdá vrstva na měkkém substrátu (vrstva B - substrát A) má větší rozdíl mezi hodnotami  $A_{OP}$  a  $A_{kont}$ . Pro jakoukoliv hloubku vtisku dochází k nadhodnocení průmětu kontaktní plochy  $A_{OP}$ . Pro danou konfiguraci materiálu nejsou odchylky mezi průměty  $A_{OP}$  a  $A_{kont}$  ve většině případů zanedbatelné, na intervalu  $0,1 \leq h_{max}/t \leq 0,4$  se odchylky pohybují kolem 16 %. Nejmenší rozdíl



mezi  $A_{OP}$  a  $A_{kont}$  je při nejmenším vtisku, tj. při  $h_{max}/t = 0,1$ . Pro tento systém je při vizuální kontrole profilů vidět chování typu sink-in, což je vidět i z nadhodnocení  $A_{OP}$  v porovnání s  $A_{kont}$ .

Jak už bylo uvedeno, materiál s vrstvou A a substrátem B má menší oblast deformace a z Tab. 2.5 je zřejmé, že současně má větší průměty kontaktních ploch. Větší velikost  $A$  je způsobena tím, že tvrdý substrát rozkládá zatížení na větší plochu měkké vrstvy, což vede k většímu rozložení sil aplikovaných na materiál během nanoindentace.

# Závěr

V rámci této práce byla provedena analýza vlivu různých faktorů na modelování systému vrstva – substrát při nanoindentaci pomocí MKP. Během tvorby modelu byla věnována pozornost zejména analýze vlivu velikosti prvků, velikosti modelu, vlivu tření a vlivu poddajného indentoru na přesnost výpočtu modulu pružnosti  $E$ . Dále byly zkoumány dvě varianty tohoto systému, přičemž první varianta měla vrstvu s modulem pružnosti  $E$  a mezí kluzu  $\sigma_y$  dvakrát menšími, než měl substrát, zatímco druhá varianta naopak měla vrstvu s modulem pružnosti  $E$  a mezí kluzu  $\sigma_y$  dvakrát většími než u substrátu.

Na základě provedených simulací a analýz je možno učinit následující závěry:

1. Vliv velikosti prvků a modelu — výsledky ukázaly, že volba vhodné velikosti prvků a modelu je klíčová pro dosažení přesných výsledků při modelování nanoindentace. Pro zjednodušení modelu materiálu byl zvolen tvar válce s výškou rovnou poloměru podstavy, což ve 2D rotačně symetrickém modelu představuje čtverec. Velikost hrany čtverce byla zvolena jako 250násobek největšího z maximálních vtisků  $h_{max}$ , což je v tomto případě tloušťka vrstvy  $t$ . Velikost prvků byla volena v závislosti na hloubce maximálního vtisku  $h_{max}$  přibližně jako  $1/20 h_{max}$ .
2. Vliv tření — zahrnutí tření mezi indentorem a vzorkem nemá významný vliv na výpočet modulu pružnosti  $E$ . Bylo zjištěno, že zahrnutí tření způsobuje odchylku při výpočtu modulu pružnosti  $E$  kolem 1 %. Proto bylo při modelování systému vrstva – substrát tření zanedbané.
3. Vliv poddajného indentoru — ukázalo se, že použití poddajného indentoru místo dokonale tuhého se významně projevilo na vypočtené hodnotě modulu pružnosti  $E$ . Model s poddajným indentorem pro materiál A poskytl hodnotu modulu pružnosti na  $E = 234\,722$  MPa. Tato hodnota se odchyluje od hodnoty zadaného modulu pružnosti o 17,4 %. Pro materiál B byl vypočten modul pružnosti  $E = 483\,596$  MPa, odchylka v tomto případě činí 20,9 %. Takový rozdíl může být způsoben tím, že nebyl modelován celý indenter, ale jen jeho část. Vliv poddajného indentoru by bylo vhodné posoudit v podrobnější studii.
4. Vliv volby korekčního faktoru  $\beta$  v metodě Olivera-Pharra — volba vhodného korekčního faktoru má významný vliv na přesnost výsledků. Pro stanovení korekčního faktoru v systému vrstva - substrát byla použita lineární závislost na poměru  $h_f/h_{max}$  odvozená z hodnot korekčního faktoru pro jednotlivé materiály.
5. Vliv rozdílných modulů pružnosti  $E$  a mezí kluzu  $\sigma_y$  ve vrstvě a substrátu — byly porovnány dvě varianty systému vrstva – substrát. Modul pružnosti  $E$  byl

stanoven pro 10 různých poměrů maximální hloubky vtisku a tloušťky vrstvy  $h_{max}/t$  a to od 0,1 ndo 1,0 s krokem 0,1. Série simulací s různými mechanickými vlastnostmi vrstvy a substrátu a s různou hloubkou vtisku vedly k následujícím poznatkům:

- Vliv hloubky vtisku na modul pružnosti při poddajné (a měkké) vrstvě na tužším (a tvrdším) substrátu — získané výsledky naznačují, že modul pružnosti  $E$  roste s rostoucí hloubkou vtisku. Odchylka modulu pružnosti systému od modulu pružnosti vrstvy je 9,4 % při vtisku rovném 10 % celkové tloušťky vrstvy a dosahuje 70,1 % při vtisku hloubky rovnající se celé tloušťce vrstvy. Střední hodnoty mezi moduly pružnosti obou materiálů, tj.  $E = 300\,000$  MPa systém dosáhne přibližně při vtisku odpovídajícímu 43 % tloušťky vrstvy. Tento systém vykazuje smíšené chování, kdy je zpočátku pozorováno chování typu sink-in, následně chování typu pile-up.
- Vliv hloubky vtisku na modul pružnosti v případě tužší vrstvy na poddajnějším substrátu — bylo zjištěno, že indentační modul  $E$  klesá s rostoucí hloubkou vtisku. Odchylka modulu pružnosti systému od modulu pružnosti vrstvy je 15,1 % při vtisku rovném desetina tloušťky vrstvy a dosahuje odchylky 44,2 % při vtisku rovném tloušťce vrstvy. Střední hodnoty mezi moduly pružnosti obou materiálů tento systém dosáhne přibližně při vtisku rovném 18 % tloušťky vrstvy. V celém rozsahu zatížení bylo pozorováno chování typu sink-in.

# Bibliografie

1. Instrumented indentation testing (IIT). cit. 29. listopadu 2021. Dostupné také z: <https://wiki.anton-paar.com/en/instrumented-indentation-testing-iit/>.
2. FISCHER-CRIPPS, Anthony C. Nanoindentation, edited by Ward O. Winer, and Arthur E. Bergles. *Springer New York*, 2011. Dostupné také z: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/techlib-ebooks/detail.action?docID=798788>.
3. LIU, Mao; LIN, Jhe-yu; LU, Cheng; TIEU, Kiet Anh; ZHOU, Kun; KOSEKI, Toshihiko. Progress in Indentation Study of Materials via Both Experimental and Numerical Methods. *Crystals*. 2017, roč. 7, č. 10. ISSN 2073-4352. Dostupné z DOI: [10.3390/cryst7100258](https://doi.org/10.3390/cryst7100258).
4. OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, roč. 7, č. 6, s. 1564–1583. Dostupné z DOI: [10.1557/JMR.1992.1564](https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564).
5. OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*. 2004, roč. 19, č. 3, s. 3–20. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3>.
6. N'JOCK, M. Yetna; CHICOT, D.; NDJAKA, J.M.; LESAGE, J.; DECOOPMAN, X.; ROUDET, F.; MEJIAS, A. A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2015, roč. 90, s. 145–150. ISSN 0020-7403. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2014.11.008>.
7. HARDIMAN, Mark; VAUGHAN, Ted; MCCARTHY, C. The effects of pile-up, viscoelasticity and hydrostatic stress on polymer matrix nanoindentation. *Polymer Testing*. 2016, roč. 52. Dostupné z DOI: [10.1016/j.polymertesting.2016.04.003](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.04.003).
8. TANG, Zhongbin; GUO, Yazhou; JIA, Zhaohu; LI, Yulong; WEI, Qiuming. Examining the Effect of Pileup on the Accuracy of Sharp Indentation Testing. *Advances in Materials Science and Engineering*. 2015, roč. 2015, s. 1–10. Dostupné z DOI: [10.1155/2015/528729](https://doi.org/10.1155/2015/528729).
9. ZAK, S.; TROST, C. O. W.; KREIML, P.; CORDILL, M. J. Accurate measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation. *International Journal of Material Research*. 2022, roč. 37, s. 1373–1389. ISSN 0020-7403. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1557/s43578-022-00541-1>.

10. PELEGRI, Assimina; HUANG, Xiaoqin. Nanoindentation on soft film/hard substrate and hard film/soft substrate material systems with finite element analysis. *Composites Science and Technology*. 2008, roč. 68, s. 147–155. Dostupné z DOI: [10.1016/j.compscitech.2007.05.033](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.05.033).
11. HUTTON, David V. *Fundamentals of finite element analysis*. The McGraw Hill Companies, 2004.
12. HSU, T.R. *Applied Engineering Analysis*. Wiley, 2018. ISBN 9781119071204. Dostupné také z: <https://books.google.cz/books?id=eKrPrQEACAAJ>.
13. BRESSAN, J.D.; TRAMONTIN, A.; ROSA, C. Modeling of nanoindentation of bulk and thin film by finite element method. *Wear*. 2005, roč. 258, č. 1, s. 115–122. ISSN 0043-1648. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1016/j.wear.2004.05.021>. Second International Conference on Erosive and Abrasive Wear.
14. KNAPP, J. A.; FOLLSTAEDT, D. M.; MYERS, S. M.; BARBOUR, J. C.; FRIEDMANN, T. A. Finite-element modeling of nanoindentation. *Journal of Applied Physics*. 1999, roč. 85, č. 3, s. 1460–1474. ISSN 0021-8979. Dostupné z DOI: [10.1063/1.369178](https://doi.org/10.1063/1.369178).
15. MOORE, Steven W.; MANZARI, Majid T.; SHEN, Yin-Lin. Nanoindentation in elastoplastic materials: insights from numerical simulations. *International Journal of Smart and Nano Materials*. 2010, roč. 1, č. 2, s. 95–114. Dostupné z DOI: [10.1080/19475411003589889](https://doi.org/10.1080/19475411003589889).
16. BOLSHAKOV, A.; OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations. *Journal of Materials Research*. 1996, roč. 11, č. 3, s. 760–768. Dostupné z DOI: [10.1557/JMR.1996.0092](https://doi.org/10.1557/JMR.1996.0092).
17. CHENG, Shu-Wei; CHEN, Bo-Syun; JIAN, Sheng-Rui; HU, Yu-Min; LE, Phuoc Huu; TUYEN, Le Thi Cam; LEE, Jyh-Wei; JUANG, Jenh-Yih. Finite Element Analysis of Nanoindentation Responses in Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> Thin Films. *Coatings*. 2022, roč. 12, č. 10. ISSN 2079-6412. Dostupné z DOI: [10.3390/coatings12101554](https://doi.org/10.3390/coatings12101554).
18. SAKHAROVA, N.A.; FERNANDES, J.V.; ANTUNES, J.M.; OLIVEIRA, M.C. Comparison between Berkovich, Vickers and conical indentation tests: A three-dimensional numerical simulation study. *International Journal of Solids and Structures*. 2009, roč. 46, č. 5, s. 1095–1104. ISSN 0020-7683. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2008.10.032>.
19. WANG, Jiangting; HODGSON, Peter D.; YANG, Chunhui. Effects of mechanical properties on the contact profile in Berkovich nanoindentation of elastoplastic materials. *Journal of Materials Research*. 2012, roč. 27, č. 1, s. 313–319. Dostupné z DOI: [10.1557/jmr.2011.333](https://doi.org/10.1557/jmr.2011.333).
20. LIU, Mao; LU, Cheng; TIEU, Kiet; PENG, Ching-Tun; KONG, Chunhua. A combined experimental-numerical approach for determining mechanical properties of aluminum subjects to nanoindentation. *Scientific Reports*. 2015, roč. 5, s. 15072. Dostupné z DOI: [10.1038/srep15072](https://doi.org/10.1038/srep15072).
21. SAVVIDES, N.; BELL, T.J. Hardness and elastic modulus of diamond and diamond-like carbon films. *Thin Solid Films*. 1993, roč. 228, s. 289–292. Dostupné z DOI: [10.1016/0040-6090\(93\)90618-Y](https://doi.org/10.1016/0040-6090(93)90618-Y).