

Měření mikrotvrdosti tenkých vrstev

Petr Sucháček

Bakalářská práce
2011



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav výrobního inženýrství

akademický rok: 2010/2011

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE


(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Petr SUCHÁČEK**
Osobní číslo: **T07394**
Studijní program: **B 3909 Procesní inženýrství**
Studijní obor: **Technologická zařízení**

Téma práce: **Měření mikrotvrdosti tenkých vrstev**

Zásady pro vypracování:

1. Teorie mechanických zkoušek materiálu
2. Zkoušky tvrdosti
3. Zkoušky mikrotvrdosti
4. Provedení měření na mikrotvrdoměru DM2D
5. Zpracování a vyhodnocení výsledků měření


doc. Ing. Petr Sucháček, CSc.
ředitel ústavu




doc. Ing. Petr Sucháček, CSc.
ředitel ústavu

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. Ptáček, L. a kol.: **Nauka o materiálu I. Brno, Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 2002**
2. Norma ČSN EN 9507-1 Zkouška tvrdosti podle Vickerse Část 1: Zkušební metoda. Praha, ČNI, 1999
3. Norma ČSN EN 9507-2 Zkouška tvrdosti podle Vickerse Část 2: Ověření tvrdoměrů Vickers. Praha, ČNI, 1999
4. Norma ČSN 010250 - Statistické metody v průmyslové praxi. Praha, ÚNM, 1975

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Josef Hrdina

Ústav výrobního inženýrství

Datum zadání bakalářské práce:

14. února 2011

Termín odevzdání bakalářské práce:

3. června 2011

Ve Zlíně dne 12. ledna 2011

doc. Ing. Petr Hlaváček, CSc.
děkan



doc. Ing. Miroslav Maňas, CSc.
ředitel ústavu

Příjmení a jméno:

Obor:

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby ¹⁾;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 ²⁾;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 ³⁾ odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně

.....

¹⁾ zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevdělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

²⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

³⁾ zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá měřením mikrotvrlosti tenkých vrstev. V teoretické části jsou popsány mechanické zkoušky materiálu, druhy zkoušek tvrdosti a nakonec samotné zkoušky mikrotvrlosti. V praktické části byly nejdříve naměřeny hodnoty a následně zpracovány.

Klíčová slova: Zkoušky mikrotvrlosti, Vickers, indentory,

ABSTRACT

This bachelor work is dealing with the thin-layers microhardness measurement. Mechanical materials tests, hardness tests methods as well as microhardness tests alone are described in the theoretical part of this work. Measurement values were firstly measured and then analysed in the practical part of this work.

Keywords: Microhardness tests, Vickers, indentors

Úvodem bych chtěl poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce panu Ing. Josefovi Hrdinovi. Za odborné vedení, pomoc a připomínky při teoretické i praktické části mé práce. Dále za ochotu a trpělivost v průběhu vypracování celé bakalářské práce. Dále panu Ing. Jozefovi Sondorovi, vedoucímu technického rozvoje firmy LISS a.s. za nanesení povlaků.

Prohlašuji, že jsem na bakalářské práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. Dále prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

Ve Zlíně

.....

Podpis

OBSAH

PROHLÁŠENÍ	4
OBSAH	8
ÚVOD	11
I. TEORETICKÁ ČÁST	12
1 MECHANICKÉ ZKOUŠKY MATERIÁLŮ	13
1.1 ROZDĚLENÍ.....	13
1.1.1 Dělení mechanických zkoušek:.....	13
1.2 ZKOUŠKA TAHEM.....	14
1.2.1 Základní charakteristické body diagramu:.....	15
1.2.2 Hodnoty zjišťované na trhacím stroji:.....	16
1.3 ZKOUŠKA RÁZEM.....	17
1.3.1 Charpyho zkouška.....	18
1.4 ZKOUŠKY TVRDOSTI.....	19
2 DRUHY ZKOUŠEK TVRDOSTI	20
2.1 BRINELLOVA ZKOUŠKA TVRDOSTI.....	20
2.1.1 Zkoušené těleso:.....	21
2.1.2 Provedení zkoušky:.....	21
2.1.3 Označení zkoušky:.....	23
2.2 ROCKWELLOVA ZKOUŠKA TVRDOSTI.....	23
2.2.1 Zkoušené těleso:.....	24
2.2.2 Povedení zkoušky:.....	25
2.2.3 Označení zkoušky:.....	26
2.3 VICKERSOVA ZKOUŠKA TVRDOSTI.....	26
2.3.1 Zkoušené těleso:.....	27
2.3.2 Provedení zkoušky:.....	28
2.3.3 Označení zkoušky:.....	28
3 ZKOUŠKY MIKROTVRDOSTI	29
3.1.1 Provedení zkoušky pro Vickerse i Knoopu:.....	29
3.2 ROZDĚLENÍ.....	30
3.3 METODA PODLE VICKERSE.....	31
3.3.1 Vnikací těleso.....	31
3.3.2 Vztah pro výpočet tvrdosti podle Vickerse:.....	32

3.3.3	Zkušební zařízení:	32
3.4	METODA PODLE KNOOPA	32
3.4.1	Vnikací těleso:.....	33
3.4.2	Vztah pro výpočet tvrdosti podle Knoopu:.....	33
PRAKTICKÁ ČÁST		34
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	35
4.1	POVLAKY.....	35
4.1.1	CVD Povlaky.....	35
4.1.2	PVD Povlaky.....	37
4.1.3	Standardní metody úprav nástrojů před povlakováním.....	39
4.2	FIRMA LISS A.S.....	40
4.2.1	Typy mikrostruktur používané v praxi.....	42
4.3	PŘÍPRAVA VZORKŮ	45
4.3.1	Materiál vzorků.....	45
4.3.2	Úprava vzorků.....	46
4.4	TYPY JEDNOTLIVÝCH POVLAKŮ NA VZORCÍCH.....	46
4.4.1	TiN	46
4.4.2	TiCN.....	47
4.4.3	TiCN – multi.....	47
4.4.4	nACo– (nc-ALTiN/Si3N4)	48
4.4.5	DLC (diamond like carbon) – povrch strukturou podobný diamantu.....	49
4.5	METODA MĚŘENÍ.....	51
4.5.1	Měřicí přístroj.....	51
4.5.2	Metoda měření Oliver & Pharr.....	53
4.5.3	Vybrané důležité parametry měření.....	54
4.6	VÝSLEDKY MĚŘENÍ.....	55
4.6.1	Vzorek TiN	55
4.6.2	TiCN.....	56
4.6.3	TiCN – multi.....	58
4.6.4	nACo	60
4.6.5	DLC.....	62
4.7	ZÁVĚR	63
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY		65
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....		67
SEZNAM OBRÁZKŮ		68
SEZNAM TABULEK.....		70

SEZNAM GRAFŮ 71

SEZNAM PŘÍLOH..... 72

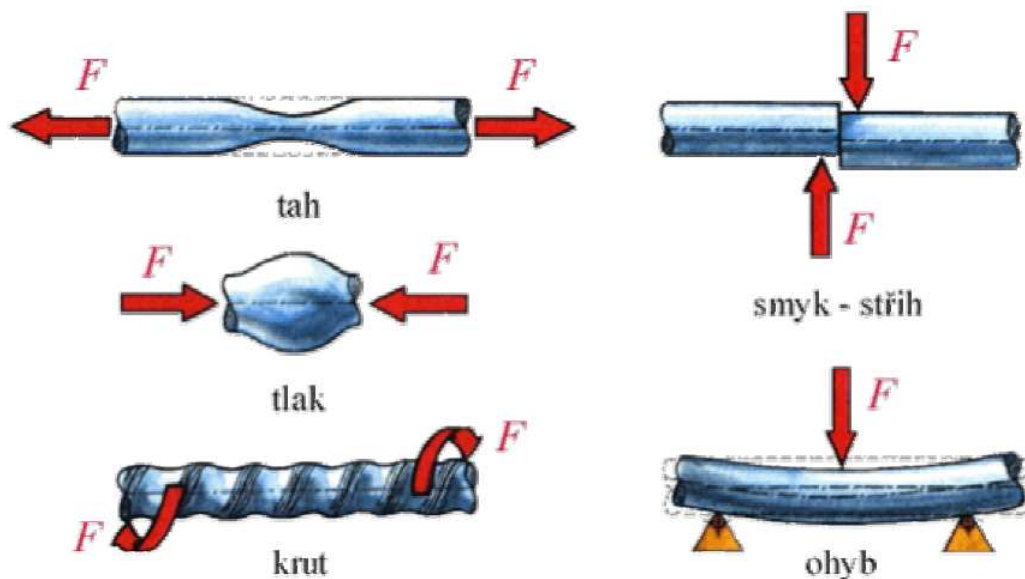
ÚVOD

Zkoušky mikrotvrlosti jsou používány na měření velmi tenkých vrstev. Toto měření poskytuje informace o elastickém a plastickém chování materiálu v lokálním objemu. Tuto metodu lze použít, jestliže je obecně zapotřebí snížit zkušební zatížení pod 10 N. Měření mikrotvrlosti se používá na kovové a jiné anorganické povlaky.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 MECHANICKÉ ZKOUŠKY MATERIÁLŮ

Materiály jsou při výrobě i při plnění své funkce vystaveny různým druhům namáhání, např. tah, tlak, ohyb, krut a stříh. Mechanické zkoušky jsou nezbytnou součástí při výrobě, při kontrole součástí a polotovarů a také jsou základem vývojových a výzkumných prací. Materiál musí mít určité vlastnosti, aby mohl výše uvedeným namáháním odolávat, např. pevnost, tvrdost, houževnatost, pružnost, tvárnost, atd. [1]



Obrázek 1 – Druhy namáhání [1]

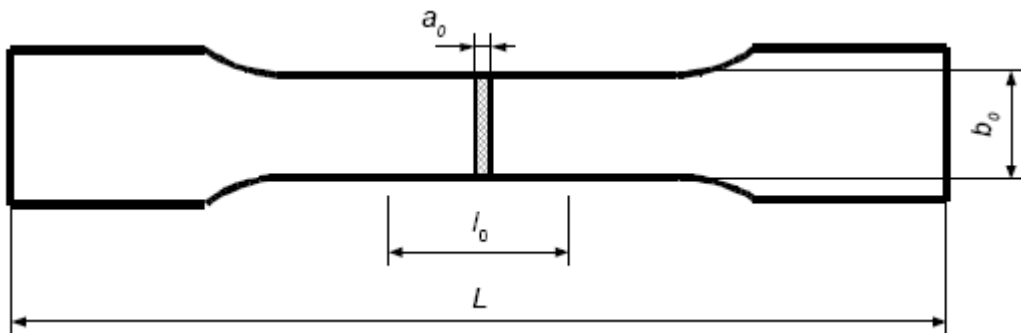
1.1 Rozdělení

1.1.1 Dělení mechanických zkoušek:

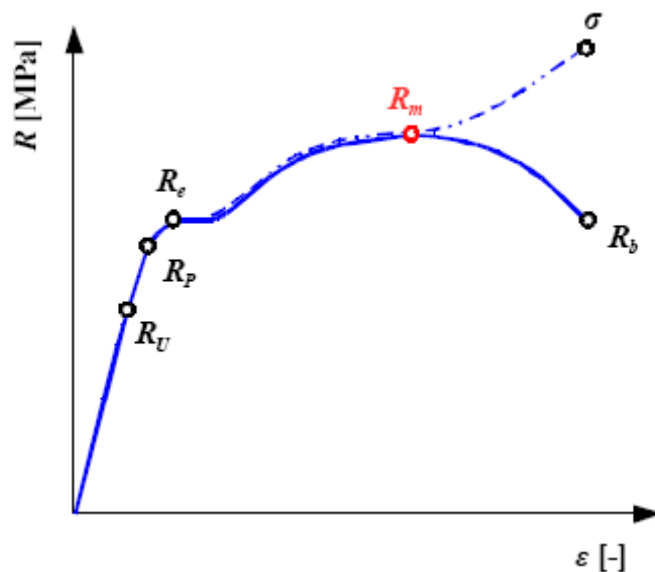
- a) podle charakteru působící síly:
 - statické (rychlost zatěžování vzorku je konstantní)
 - dynamické (zatížení působí nárazově po dobu zlomku sekundy)
 - únavové (cyklické, síla mění jak svou velikost, tak i směr)
- b) podle teploty, při které se zkouška provádí:
 - zkoušky za normálních teplot
 - zkoušky za nízkých teplot
 - zkoušky za vysokých teplot [10]

1.2 Zkouška tahem

Zkouška tahem patří mezi mechanické zkoušky statické a je jednou ze základních a nejdůležitějších. Zkouška se provádí na trhacím stroji. Tvar zkušební tyčinky je dán ČSN a volí se podle zkoušeného materiálu. Tyčinka se upíná do trhacího stroje tak, aby osa zkušební tyčinky ležela přesně v ose čelistí stroje. Při zatěžování plynule rostoucí silou se tyčinka deformuje, až do určitého tahového zatížení, kdy dojde k destrukci. Během zkoušky se sleduje závislost zatěžující síly na odpovídající deformaci. Trhací stroj v průběhu zkoušky kreslí pracovní diagram, který zobrazuje závislost zatěžující síly F na změně délky ΔL . Tvar diagramu závisí na zkoušeném materiálu. [1], [10]



Obrázek 2 – Zkušební tyčinka [10]



Obrázek 3 – Pracovní tahový diagram [10]

1.2.1 Základní charakteristické body diagramu:

R_U-mez úměrnosti

- až do toho bodu platí Hookův zákon ($\sigma = E \cdot \epsilon$), to znamená, že prodloužení je přímo úměrné napětí

R_p-mez pružnosti

- veškeré deformace, které působí na zkušební tělísko do této hodnoty, jsou deformace pružné, tedy vratné
- dosažení této meze způsobuje první trvalou deformaci, je to smluvní hodnota pro trvalou deformaci zkušební tyčinky 0,005% původní délky l_0 , zjišťování této meze je velmi zdlouhavé a obtížné

R_e-mez kluzu

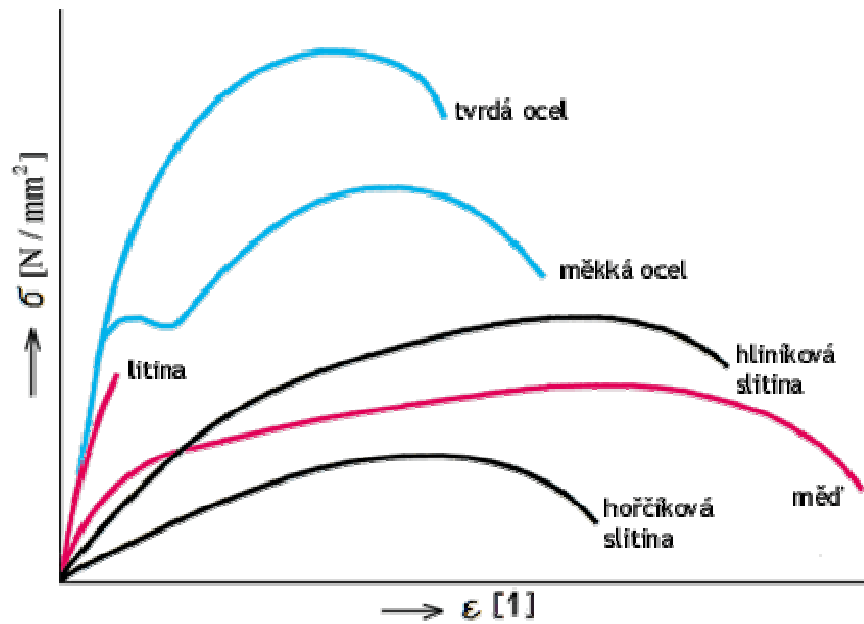
- napětí, při němž se zkušební tyčinka začne výrazně prodlužovat, aniž by stoupala zatěžující síla
- u některých materiálů se neprojevuje výrazná mez kluzu a proto se jako smluvní hodnota meze kluzu bere napětí způsobující trvalé prodloužení 0,2%

R_m-mez pevnosti

- největší zatížení, které materiál snese
- od tohoto bodu křivka tahového diagramu klesá až do okamžiku destrukce
- za mezí maximálního napětí se deformace soustředí do jednoho místa, objeví se krček, zátěžná síla začne klesat, tyč se přetrhne v místě nejmenšího průřezu
- v důsledku vytvoření krčku, pevnost v tahu neodpovídá skutečnému maximálnímu napětí protože síla se vztahuje na počáteční průřez S_0 , průběh skutečného napětí je v diagramu označen jako σ

R_b-mez přetržení

- bod, kdy dojde k přetržení zkoušeného materiálu [1], [10]



Obrázek 4 – Tahový diagram pro různé materiály [1]

1.2.2 Hodnoty zjišťované na trhacím stroji:

Pevnost v tahu:

$$R_m = \frac{F_{\max}}{S_0} \text{ [MPa]}$$

Pevnost v kluzu:

$$R_e = \frac{F_k}{S_0} \text{ [MPa]}$$

Poměrné prodloužení:

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l_u - l_0}{l_0} \text{ [1]}$$

Tažnost:

– poměrné prodloužení vyjádřené v procentech

$$A = \frac{l_u - l_0}{l_0} \cdot 100 \text{ [%]}$$

Zúžení (kontrakce):

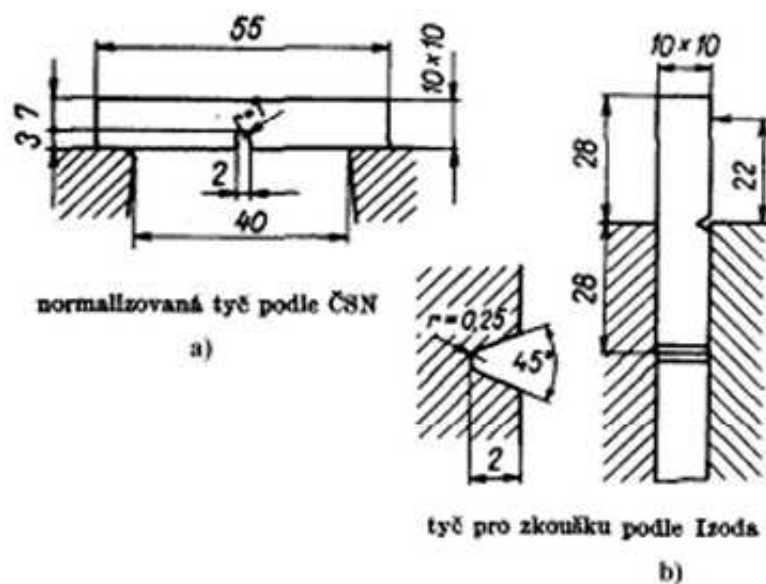
$$Z = \frac{\Delta S}{S_0} = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \cdot 100 [\%] [1], [10]$$

1.3 Zkouška rázem

Zkouška rázem patří mezi dynamické zkoušky materiálů. Rázové zatěžování vzniká tehdy, když časový interval působení síly je kratší, než jedna třetina minimální periody vlastních kmitů. Rázové zkoušky slouží k určení množství práce, nebo energie, které je potřebné na porušení zkušební vzorku.

Nejpoužívanější zkouškou z této skupiny je zkouška pevnosti v ohybu rázem. Její historie sahá až do roku 1901, kdy v Budapešti na sjezdu Mezinárodního svazu pro technické zkoušení materiálu přednášel Francouz G. Charpy o svých zkušenostech přerážení prismatických tyčí opatřených vrubem. V roce 1909 bylo na kongresu v Kodani doporučeno normování Charpyho zkoušky, která se brzy na to ujala po celém evropském kontinentě.

V Anglii navrhl Izod odlišné provedení zkoušky. Izod vetknul tyč až ke vrubu. Rozdíl obou způsobů spočívá v tom, že u Charpyho zkoušky narazí kladivo na zkoušenou tyč v rovině lomu, zatímco u Izodovy zkoušky narazí kladivo na místo od lomu vzdálené. Zkouška Izodova byla zavedena v Anglii a částečně v Americe.

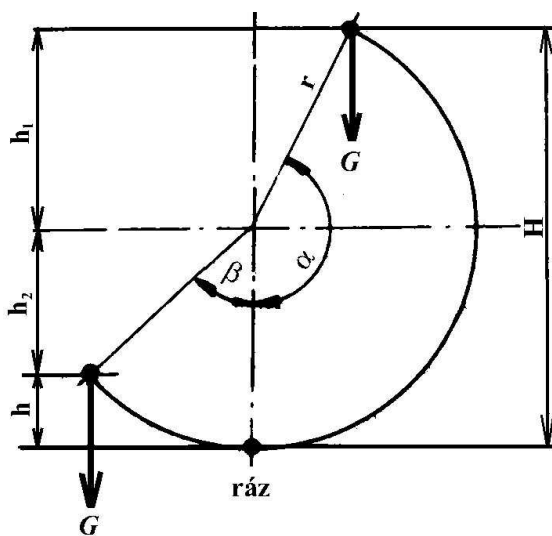


Obrázek 5 – Zkušební tyčinky pro zkoušku rázem [5]

1.3.1 Charpyho zkouška

Dále se budeme zabývat pouze Charpyho zkouškou rázem v ohybu. Těžké kladivo, otočné kolem osy, se vyzdvihne a upevní v počáteční poloze. V nejnižší poloze kladiva se upevní zkušební tyčinka ze zkoušeného materiálu. Po uvolnění z počáteční polohy se kladivo pohybuje po kruhové dráze, narazí nezkušební tyč, přerazí ji a vykývne se do konečné polohy. Tato poloha je nižší než výchozí poloha, protože na přeražení zkušební tyčinky se spotřebovala určitá práce. Aby byla hranice mezi křehkými a houževnatými materiály zřetelnější, nebo aby se houževnaté vzorky podařilo vůbec přerazit, používají se pro zjišťování rázové houževnatosti velice často vzorky opatřené vrubem. Vruby mají normou přesně stanovený tvar i velikost. Rázová houževnatost zjištěná na takových vzorcích, se pak označuje jako vrubová houževnatost. [1], [9]

Práce po přeražení tyče se nazývá nárazová práce:



kde :

H je výchozí výška kladiva vzhledem ke zkušební tyči

h je konečná výška kladiva vzhledem ke zkušební tyči

α je výchozí úhel kladiva

β je konečný úhel kladiva

Obrázek 6 – Charpyho kladivo [4]

$$K = G \cdot (H_0 - H) \quad [J]$$

Z nárazové práce se stanoví vrubová houževnatost:

$$KC = \frac{K}{S_0} \left[\frac{J}{\text{cm}^3} \right]$$

Ke zkoušce se používá kyvadlových kladiv s rázovou energií 0,5 – 300 J. Rychlost pohybu kladiva má být v okamžiku rázu dle normy 4 – 7 m·s⁻¹.

Vrubová houževnatost je závislá nejen na tvaru a velikosti vrubu, ale také je výrazně ovlivněna teplotou. Zkouška se běžně provádí při teplotě 20 °C, velmi často se zjišťuje celý průběh závislosti vrubové houževnatosti na teplotě. [4]

1.4 Zkoušky tvrdosti

Tabulka 1 – Rozdělení zkoušek tvrdosti [3]

Zkoušky tvrdosti	Statické	Vrypové	Metoda Martens
		Vnikací	Metoda Brinell
			Metoda Rockwell
			Metoda Vickers
	Dynamické	Plastické nárazové	Metoda volným pádem
			Metoda stlačenou pružinou
			Metoda porovnávací
		Elastické odrazové	Shoreho metoda volným pádem
			Metoda kyvadlová (duroskop)

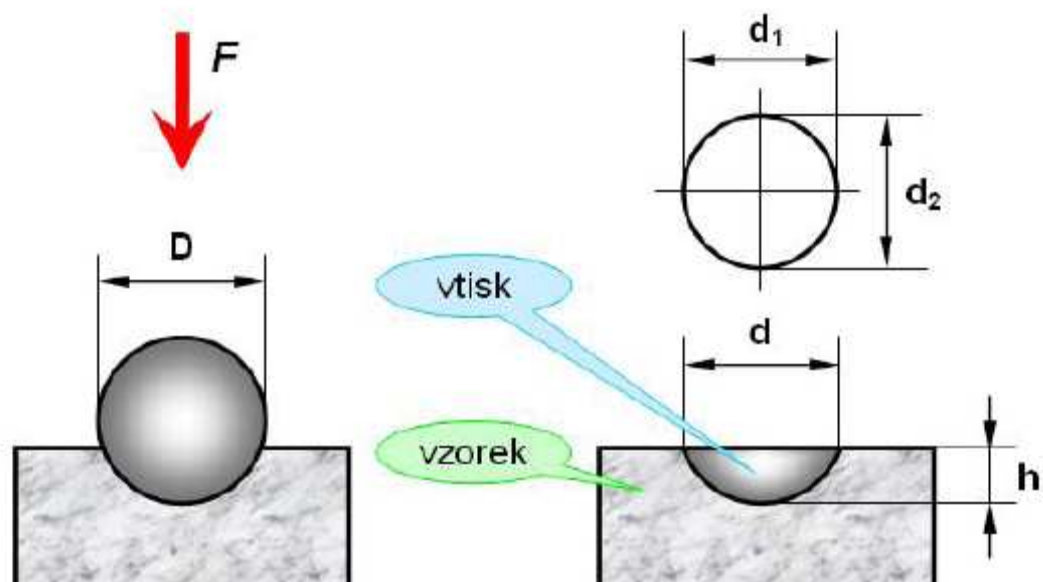
2 DRUHY ZKOUŠEK TVRDOSTI

Dále se budeme zabývat pouze vnímacími zkouškami tvrdosti, protože tyto zkoušky jsou typově shodné se zkouškami mikrotvrdomosti. Princip zkoušky spočívá ve vnikání tělíška do zkušebního materiálu. Tělíško je vtlačováno statickou silou, výsledky měření jsou velmi přesné. [11]

2.1 Brinellova zkouška tvrdosti

Autorem této metody je švédský inženýr J.A. Brinell, který tuto zkoušku poprvé představil v roce 1900 na mezinárodním kongresu o zkoušení materiálů. Dnes je nejrozšířenější zkouškou tvrdosti na světě. Je vhodná na zkoušení měkkých a středně tvrdých materiálů. Zkouší se poměrně velký objem kovu, čímž získáme průměrnou hodnotu tvrdosti celé struktury materiálu.

Podstata zkoušky spočívá v zatlačení kalené ocelové kuličky (metoda HBS), nebo kuličky z tvrdokovu (metody HBW) o průměru D do povrchu zkoušeného materiálu zatěžující silou F . Po odlehčení se určí aritmetický průměr vtisku d . Podle zatěžující síly indentoru a vtisku d se z tabulek určí tvrdost podle Brinella. [4]



Obrázek 7 – Brinellova zkouška [4]

Tvrдость podle Brinella HBS, nebo HBW je dána vztahem:

$$HB = 0,102 \frac{2F}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$$

D.... průměr kuličky [mm]

d.... aritmetický průměr vtisku [mm]

F.... zkušební zatížení [N]

h.... hloubka vtisku [mm] $h = \frac{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}{2}$

konstanta.... $\frac{1}{g} = \frac{1}{9,807} = 0,102$ [1]

2.1.1 Zkoušené těleso:

- povrch vzorku musí být hladký a rovný, bez okujené vrstvy a zbaven mazadel
- povrch nesmí být ovlivněn ohřevem nebo tvářením
- tloušťka vzorku musí být nejméně osminásobek hloubky vtisku h, aby na protilehlé straně nebyly patrné stopy od vnikacího tělesa (tvrđost) [4]

2.1.2 Provedení zkoušky:

- obvykle se zkouška provádí při teplotě 10 – 35 °C
- při zkoušce musí být použito zkušební zatížení odpovídající zkoušenému materiálu a velikosti kuličky
- zkoušení zatížení musí být vybráno tak, aby průměr vtisku d byl v rozmezí hodnot od 0,24 D do 0,6 D
- vzorek musí být při zkoušce položen na tuhé podložce, styčné plochy musí být čisté a bez cizích tělísek, je důležité, aby vzorek ležel na podložce tak, aby se při zkoušce nepohnul

- doba od začátku zatěžování do dosažení zkušební síly nesmí být menší než 2 s a delší než 8 s, doba působení zkušební síly je v rozmezí 10 až 15 s, pro některé materiály mohou být použity delší časy [2]

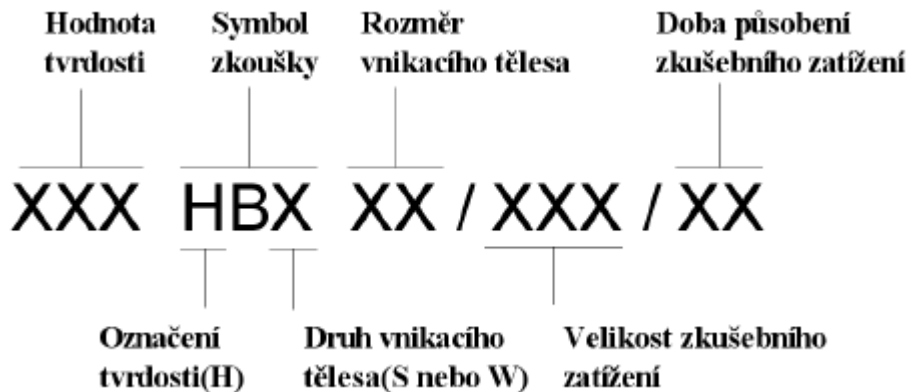
Tabulka 2 – Umístění vtisků při zkoušce tvrdosti podle Brinella [4]

Materiál	Vzdálenost středu vtisku k okraji zkoušeného tělesa	Vzdálenost středů dvou sousedních vtisků
s tvrdostí ≥ 150 HB	nejméně $2,5 \cdot d$	nejméně $4 \cdot d$
s tvrdostí ≤ 150 HB	nejméně $3 \cdot d$	nejméně $6 \cdot d$

Tabulka 3 – Poměr $0,102 \cdot F/D^2$ pro různé konstrukční materiály [4]

Materiál	Tvrdost podle Brinella	$0,102 \cdot F / D^2$
Ocel		30
Litina	< 140	10
	≥ 140	30
Měď a její slitiny	< 35	5
	$35 \div 200$	10
	> 200	30
Lehké kovy a jejich slitiny	< 35	1,25
		2,5
	$35 \div 80$	5
		10
		15
	> 80	10
15		

2.1.3 Označení zkoušky:

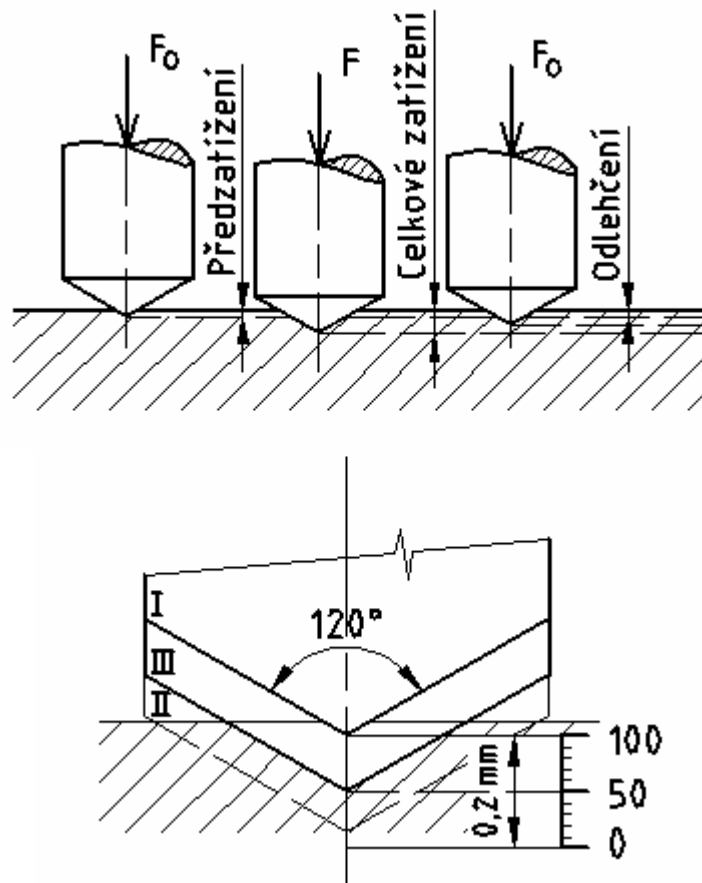


[1]

2.2 Rockwellova zkouška tvrdosti

Autorem této metody je S.P. Rockwell a poprvé byla použita v roce 1922. Na rozdíl od metod měření tvrdosti podle Brinella a Vickerse se tvrdost podle Rockwella vyjadřuje pomocí rozdílu hloubky vtisku pod předběžným a celkovým zatížením. Tato metoda je velmi praktická a rychlá, tvrdost vzorků odečítáme přímo na tvrdoměru, není třeba měřit velikost vtisku, provádět další výpočty nebo vyhledávat hodnoty tvrdosti v tabulkách jako u Brinellovy a Vickersovy metody. Z tohoto důvodu je Rockwellova metoda často používána v provozních podmínkách.

Metoda je vypracována pro sériové kontrolní zkoušky kalených, zušlechťovaných nebo jinak tepelně zpracovaných ocelí. Tato zkouška tvrdosti nevyžaduje upravená povrch, neboť hloubka vtisku neměří tak, že při zatížení 98 N se ustanoví hloubkoměr na nulu, zatíží se hlavní silou. Po odlehčení na hodnotu původních 98 N se odečte hloubka vtisku. Kdyby se odečítalo při plném zatížení, jevila by se tvrdost značně menší nejen o pružné deformace vtisku, ale také o veškeré pružné deformace stojanu stroje, podložky apod. Celková měřitelná hloubka při použití kuželového indentoru je 0,2 mm. Tato hloubka je rozdělena na 100 dílků. Tvrdost materiálu je rovna tvrdosti diamantu v případě, že se hrot po odlehčení na 98 N vrátí do původní, nulové polohy.



Obrázek 8 – Rockwellova zkouška [4]

Nejměkčí kov, který se dá touto metodou zkoušet odpovídá pevnosti v tahu 80 MPa. Pro měkčí materiály je nutno použít namísto diamantového kužele ocelovou kuličku s menším zatížením. [4], [5]

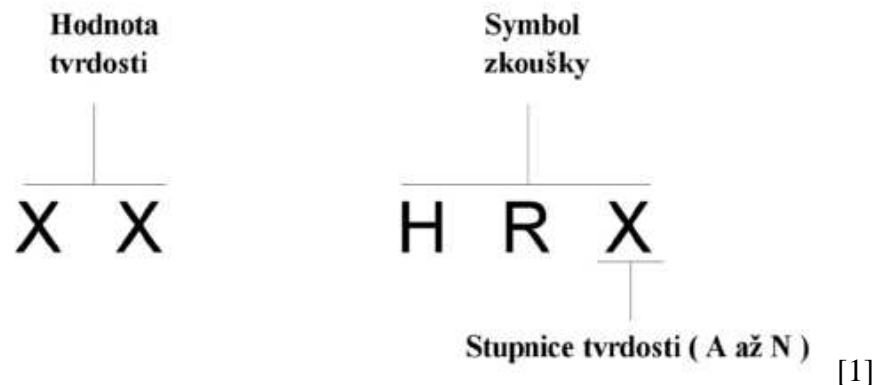
2.2.1 Zkoušené těleso:

- vzorek by měl mít rovný a leštěný povrch, bez okujené vrstvy, povrch musí být také zbaven cizích těles a zejména mazadel (pokud není v normách na výrobky uvedeno jinak)
- tloušťka vzorku musí být nejméně desetkrát větší než je hloubka vtisku pro kuželové vnikací těleso a pětkrát větší pro vnikací těleso s kuličkou [4]

2.2.2 Povedení zkoušky:

- zkouška se provádí obvykle při teplotě 10 – 35 °C
- vzorek musí být při zkoušce položen na tuhé podložce, je důležité, aby vzorek ležel na podložce tak, aby se při zkoušce nepohnul
- vnikací těleso se zatlačuje do povrchu vzorku zatížením směřujícím kolmo k jeho povrchu
- doba náběhu hlavního zatížení je v rozmezí 2-8 s u metod HRA-K, 1-8 s u metod HR_{xx} N a T
- doba působení hlavního zatížení je:
 - a) 1-3 s u materiálů, které nevykazují závislost plastické deformace na čase
 - b) 1-5 s u materiálů, které vykazují omezenou závislost plastické deformace na čase
 - c) 10-15 s u materiálů, které vykazují silnou závislost na plastické deformaci na čase
- vzdálenost mezi středy dvou sousedních vtisků musí být alespoň 4x průměr vtisku, vzdálenost středu vtisku od kraje vzorku musí být minimálně 2,5x průměru vtisku (platí pro metody HRA – K)
- vzdálenost mezi středy dvou sousedních vtisků musí být minimálně 2,5x průměru vtisku (platí pro metody HR_{xx} N a T) [2]

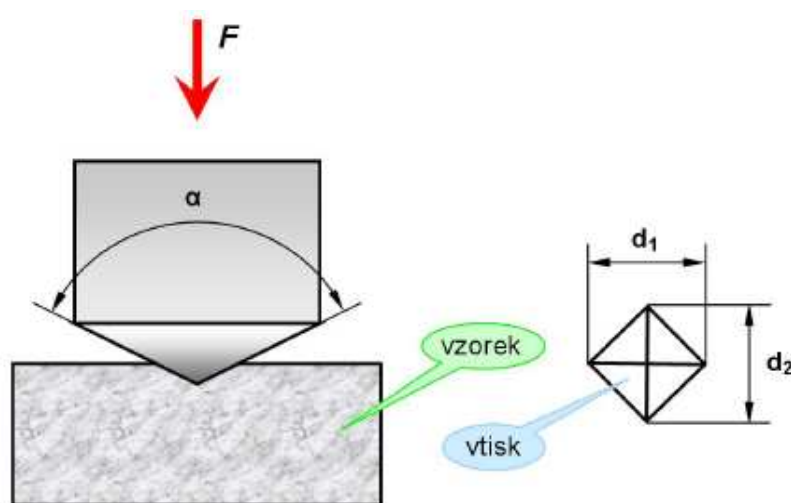
2.2.3 Označení zkoušky:



2.3 Vickersova zkouška tvrdosti

Tato zkouška byla vyvinuta v Anglii a poprvé byla popsána R.L. Smithem a G.E. Sandlandem v roce 1922, pojmenována byla podle prvního tvrdoměru daného typu, který byl konstruován ve firmě Vickers. Je to metoda velmi přesná a citlivá, používaná hlavně v laboratořích, je rozšířena především v Evropě.

Vickersova zkouška je založena na stejném principu jako zkouška Brinellova, liší se pouze vnikacím tělesem, to v tomto případě tvoří diamantový pravidelný čtyřboký jehlan v vrcholovém úhlem 136° , který je do zkušebního tělesa vlačován zkušebním zatížením působícím v kolmém směru stanovenou dobu. Po odlehčení se změří úhlopříčka vtisku. Tvrdost podle Vickerse je vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše povrchu vtisku. [4]



Obrázek 9 – Vickersova zkouška [4]

Vztah pro výpočet tvrdosti podle Vickerse:

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HV... tvrdost podle Vickerse

F... zkušební zatížení v [N]

α ... vrcholový úhel vnikacího tělesa (jehlanu); $\alpha = 136^\circ$

d... úhlopříčka vtisku v [mm]; $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

konstanta... $0,102 = \frac{1}{g} = \frac{1}{9,807}$

2.3.1 Zkoušené těleso:

- tloušťka zkušební tělesa musí být u slitin železa nejméně 1,2d, v jiných případech 1,5d
- povrch tělesa musí být upraven tak, aby dovolil přesné měření rozměrů vtisku
- povrch musí být hladký a rovný, bez okujené vrstvy a odmaštěn [4]

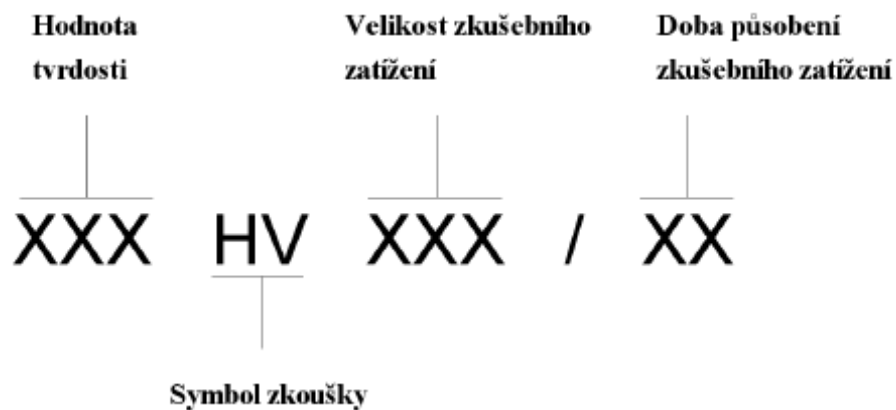
Tabulka 4 – Druhy měření tvrdosti podle Vickerse [1]

Označení	Symbol tvrdosti	Zkušební zatížení F [N]	Zkušební metoda
Zkouška tvrdosti podle Vickerse	HV 5 ÷ HV 100	49,03 ÷ 980,7	ČSN EN ISO 6507/1
Zkouška tvrdosti podle Vickerse při nízkém zatížení	HV 0,2 ÷ < HV 5	1,961 ÷ < 49,07	ČSN EN ISO 6507/2
Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse	< HV 0,2	< 1,961	ČSN EN ISO 6507/3

2.3.2 Provedení zkoušky:

- zkouška se provádí obvykle při teplotě 10-35 °C
- vzorek musí být položen na tuhé podložce, je důležité, aby vzorek ležel na podložce tak, aby se při zkoušce nepohnul
- doba od začátku zatěžování do dosažení zkušební síly nesmí být menší než 2 s a delší než 8 s
- doba působení zkušební síly je v rozmezí 10-15 s, při zkouškách při nízkém zatížení nesmí překročit 10 s
- vzdálenost středu vtisku od kraje vzorku musí být minimálně 2,5x velikosti úhlopříčky (platí pro ocel, litinu, měď a její slitiny) a minimálně 3x velikosti úhlopříčky při zkoušení lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin
- vzdálenost středů dvou sousedních vtisků musí být nejméně 3x velikosti úhlopříčky (platí pro ocel, litinu, měď a její slitiny) a 6x velikosti úhlopříčky při zkoušení lehkých kovů, olova, cínu a jejich slitin. [4]

2.3.3 Označení zkoušky:



[1]

3 ZKOUŠKY MIKROTVRDOTI

Tyto zkoušky se používají na měření tenkých vrstev, kdy po odlehčení zůstává pouze nepatrný vtisk. Měření se mohou provádět podle Vickerse, nebo podle Knoop a to pouze diamantovým indentorem. Zkouška se provádí zatížením, které se nesmí lišit od předepsaného o více než 1% a po stanovenou dobu. Nejpřesnější je přímé zatěžování závažím, nebo cejchovanou pružinkou. Po odlehčení se mikroskopem měří uhlopříčky vtisku, které zůstanou na povrchu. Měření se mohou provádět kolmo k povlaku, nebo v příčném řezu. [5]

3.1.1 Provedení zkoušky pro Vickerse i Knoop:

- stěny vnikacího tělesa musí být bez trhlin, nebo jiných vad
- diamantový hrot se musí pravidelně kontrolovat
- získaná hodnota mikrotvrdoti závisí na použitém zatížení více, než je tomu u měření tvrdosti (při zatížení přes 10 N)
- zkušební zatížení může mít maximální toleranci 1% a zkušební doba musí být rovněž stejná
- pro danou tloušťku povlaku se musí použít co nejvyšší možné zkušební zatížení, aby bylo dosaženo co nejpřesnějších hodnot

Tabulka 5 - všeobecný návod pro výběr zkušebního zařízení [7]

Materiál	Zkušební zatížení (N)	
	N	Podmínky zkoušky
Povlaky o tvrdosti větší než 300 (HV nebo HK)	0,981	HV 0,1 nebo HK 0,1
Tvrde anodické oxidové povlaky na hliníku	0,490	HV 0,05 nebo HK 0,05
Materiály o tvrdosti menší než 300 (HV nebo HK) např. drahé kovy a jejich slitiny a tenké povlaky obecně	0,245	HV 0,025 nebo HK 0,025

- rychlost pohybu vnikacího tělesa musí být taková, aby při jejím snížení nedošlo ke změně naměřené mikrotvrlosti
- u většiny přístrojů rychlost pohybu tělesa nesmí překročit 15 $\mu\text{m/s}$
- zatížení trvá obvykle 10-15 s
- vibrace představují vážný zdroj chyb, vlivy vibrací lze omezit vhodným izolováním přístroje, např. upevněním na vhodnou izolační desku
- pokud je zkoušený povrch drsný, nemusí být možné změřit délku úhlopříčky vtisku, to je jedním z důvodů, proč se mikrotvrlost měří v příčném řezu
- zkušební vzorek musí být upevněn tak, aby se nepřemístil ani nepohnul, zkoumaný vzorek položen na podpěrné desce, nebo upevňovacím zařízením
- při použití vnikacího tělesa podle Vickerse musí být tloušťka tvrdých povlaků nejméně 100 μm (HV 0,025) a tloušťka tvrdých povlaků nejméně 80 μm (HV 0,1)
- vzdálenost vtisků podle Knoopu musí být na tvrdých povlacích 2,5x délky kratší úhlopříčky od podkladu nebo rozhraní, popř. dalšího vtisku a na měkkých povlacích to musí být 3x délky kratší úhlopříčky
- vzdálenost vtisků podle Vickerse musí být nejméně 5x délky měřené úhlopříčky
- zkouší se při teplotě 23 ± 5 °C
- vtisky se musí měřit buď mikrometrickým okulárem, nebo raději okulárovým mikrometrem [7]

3.2 Rozdělení

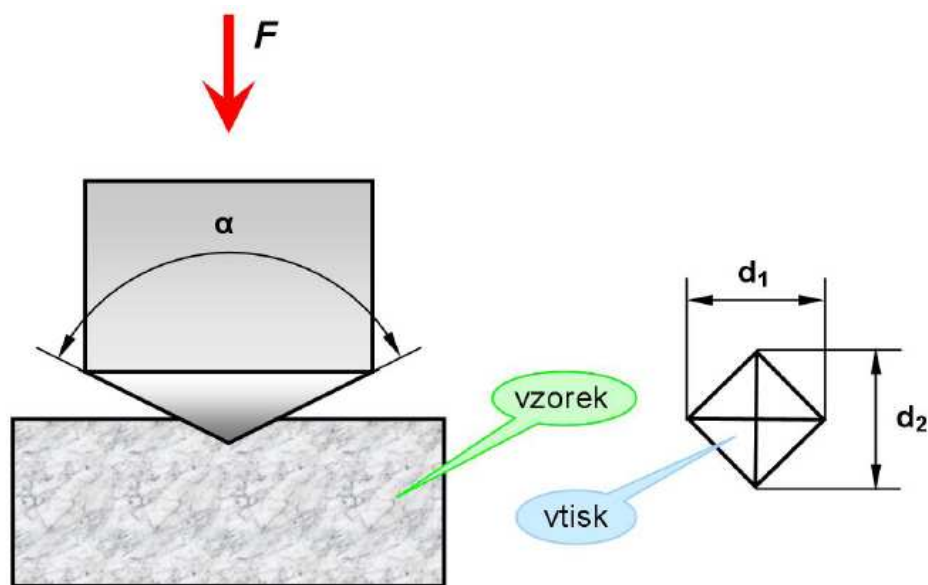
Tabulka 6 – Rozdělení zkoušek mikrotvrlosti

Zkoušky mikrotvrlosti	
Metoda podle Vickerse	Metoda podle Knoopu

3.3 Metoda podle Vickerse

Metoda podle Vickerse spočívá ve vtlačování diamantového indentoru tvaru jehlanu se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem $136 \pm 0,5^\circ$. Tvrdost podle Vickerse je stanovena jako poměr zkušebního zatížení k ploše povrchu vtisku. Měření je méně přesné, méně náročné na přípravu a hodí se na měření tvrdostí menších pravidelných ploch. [7]

3.3.1 Vnikací těleso



Obrázek 10 – Vickersova zkouška [4]

Vrcholový úhel mezi protilehlými stěnami diamantového indentoru musí být $136 \pm 0,5^\circ$. Tento úhel se měří dvoukruhovým goniometrem o přiměřené přesnosti. Poměr mezi délkami úhlopříček d_1 a d_2 a hloubkou vtisku h je přibližně 7:1.

Všechny čtyři stěny jehlanu musí být vzhledem k ose vnikacího tělesa pod stejným úhlem (úhly se mohou lišit nejvýše o $0,5^\circ$) a musí se protínat v jednom bodě, délka společné hrany mezi dvěma protilehlými stěnami nesmí přesáhnout $0,5 \mu\text{m}$. [7]

3.3.2 Vztah pro výpočet tvrdosti podle Vickerse:

$$HV = 0,189 \frac{F}{d^2}$$

F... zátěžná síla [N]

d... průměrná hodnota úhlopříčky [mm]

3.3.3 Zkušební zařízení:

V současnosti se mikrotvrdot měří na zařízení, které se skládá:

- zatěžovacího zařízení s indentorem
- mikroskopu s dvěma objektivy (zvětšení 100x až 400x)
- digitální kamery
- stolu s posuvem ve dvou horizontálních osách
- PC

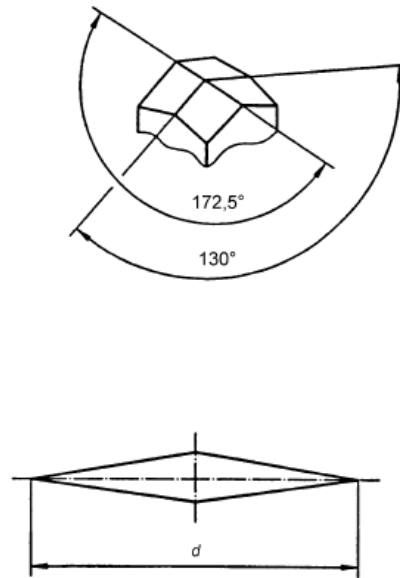
Vyhodnocení mikrotvrdoti provádí přímo počítač. Počítač je schopen přesně řídit i stůl se vzorkem a proto celé měření, včetně rozmístění vtisků může být plně automatizováno.

[7]

3.4 Metoda podle Knoop

Metoda podle Knoop spočívá ve vtláčování kolmého jehlanu s kosočtverečnou podstavou s diamantovou spičkou. Měření se používá na měření tvrdosti malých podlouhlých a tenkých vzorků z velmi tvrdých a křehkých materiálů. Tvrdot podle Knoop je definována jako podíl zatěžovací síly a druhé mocniny delší úhlopříčky vtisku. [7]

3.4.1 Vnikací těleso:



Obrázek 11 – Knoopova zkouška [7]

Vrcholové úhly Knoopova indentoru mezi protilehlými stěnami musí být $(172,5 \pm 0,3)^\circ$ a $(130 \pm 0,3)^\circ$. Tyto úhly se ověří dvoukruhovým goniometrem o přiměřené přesnosti. Všechny čtyři stěny jehlanu musí být vzhledem k ose vnikacího tělesa skloněny pod stejným úhlem (úhly se mohou lišit nejvýše o $0,5^\circ$) a musí se protínat v jednom bodě. Délka společné hrany mezi dvěma protilehlými stěnami nesmí přesáhnout $1,0 \mu\text{m}$. Poměr mezi délkou úhlopříčky a hloubkou vtisku je přibližně 30:1. [7]

3.4.2 Vztah pro výpočet tvrdosti podle Knoop:

$$KHN = \frac{1,4509 \cdot F}{d^2}$$

F.... zkušební zatížení [N]

d.... délka delší úhlopříčky [mm]

KHN.... tvrdost podle Knoop (Knoop hardness number)

PRAKTICKÁ ČÁST

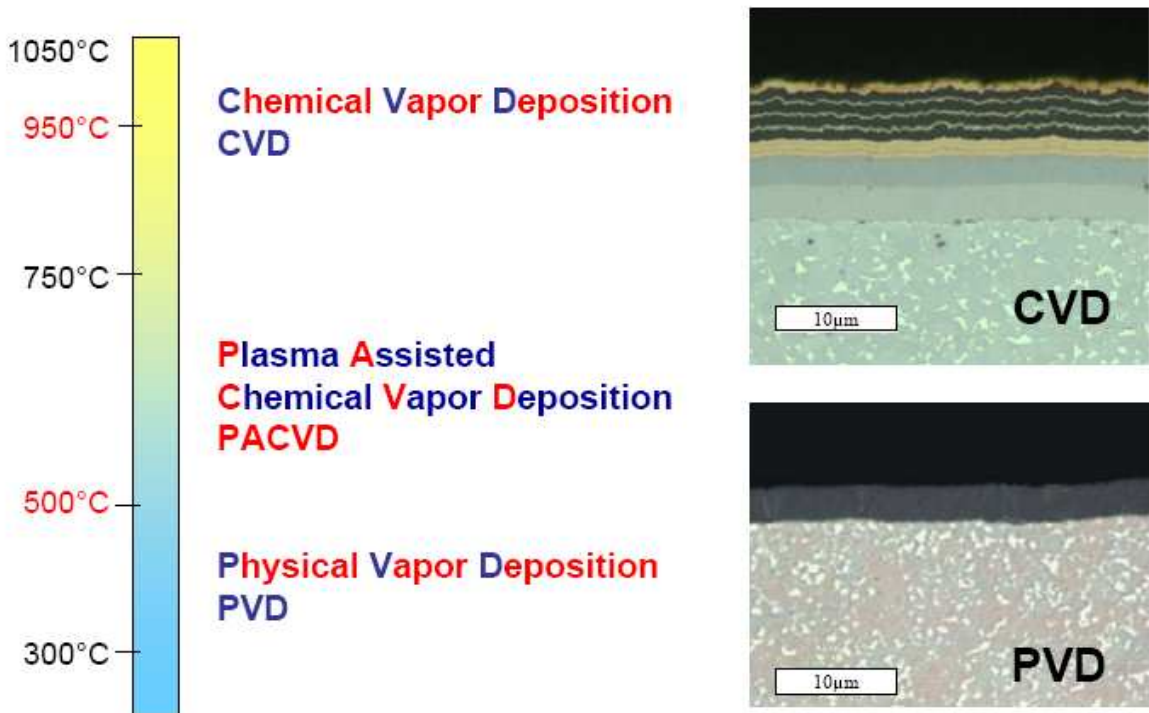
4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

V praktické části jsme měřili mikrotvrdotost na pěti vzorcích, na každém vzorku byl různý povlak (TiN, TiCN, TiCN multi, DLC a NaCO). Měření bylo prováděno v univerzitní laboratoři na mikrotvrdoměru od firmy CSM instruments.

4.1 Povlaky

V současné době se metody nanášení povlaků dělí na dva základní druhy:

- chemická metoda (Chemical Vapour Deposition CVD)
- fyzikální metoda (Physical Vapour Deposition PVD) [12]



Obrázek 12 – teploty při povlakování [12]

4.1.1 CVD Povlaky

Využívá pro nanášení směs chemicky reaktivních plynů (např. CH_4 , C_2H_2 , AlCl_3 , atd.) zahřátou na teplotu 900°C až 1100°C. Při CVD procesu jsou plynné složky aktivované klasicky tepelně (CVD), plazmou, nebo laserem PA CVD, atd. Reakční jsou přiváděny v plynné fázi a vrstva vzniká na povrchu substrátu heterogenní reakcí. Použití CVD tech-

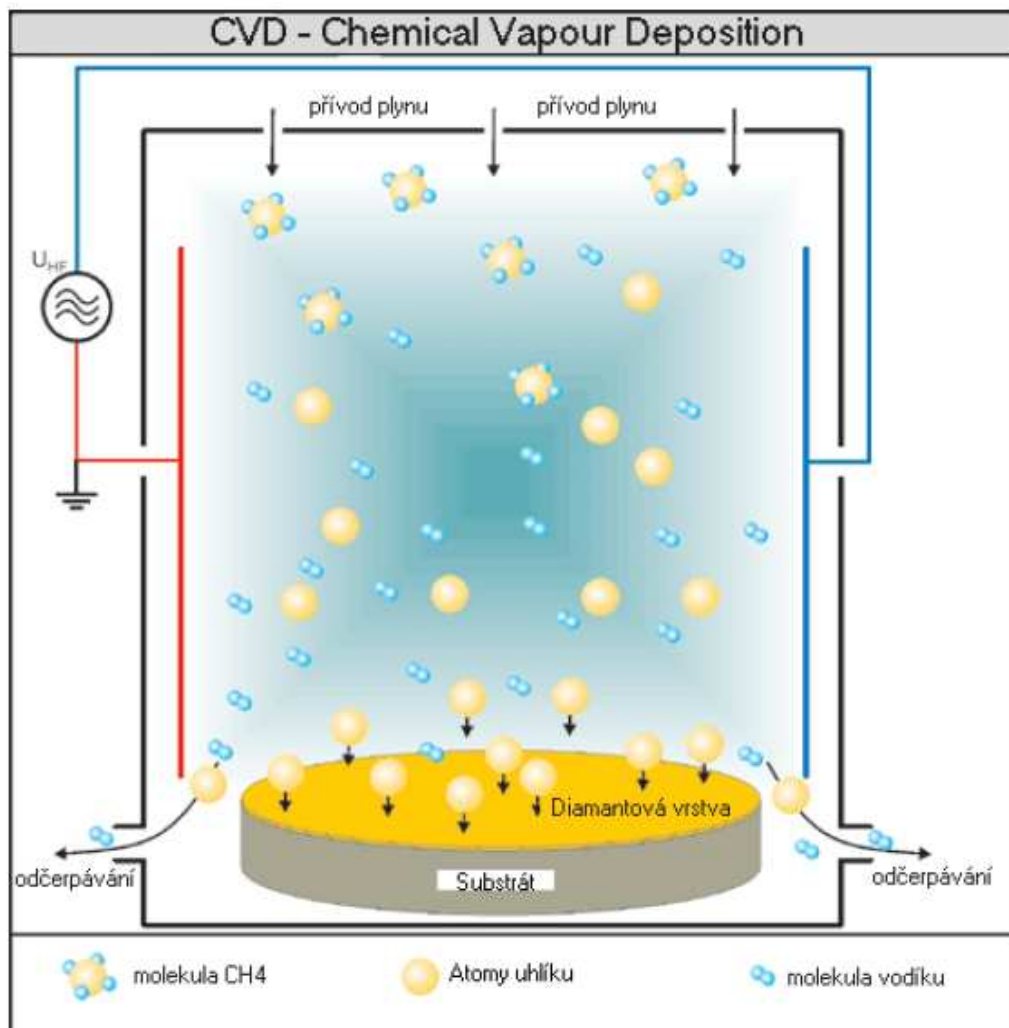
nologií je omezeno vysokou teplotou při nanášení, která negativně ovlivňuje mechanické vlastnosti povlakovaných substrátů. CVD procesy jsou široce využívány díky jejich univerzálnosti a velmi širokému použití. [13]

Výhody CVD procesů:

- vysoká odolnost vůči opotřebení
- tento proces je ekonomicky nejvýhodnější pro tvorbu tlustých vrstev
- možnost povlakovat nepřístupné drážky a dutiny

Nevýhody CVD procesů:

- vysoká teplota nanášení, která ovlivňuje negativně mechanické vlastnosti
- při CVD povlakování vznikají zaoblené hrany, protože se jedná o tlustou vrstvu
- používání ekologicky problematických toxických chloridů kovů

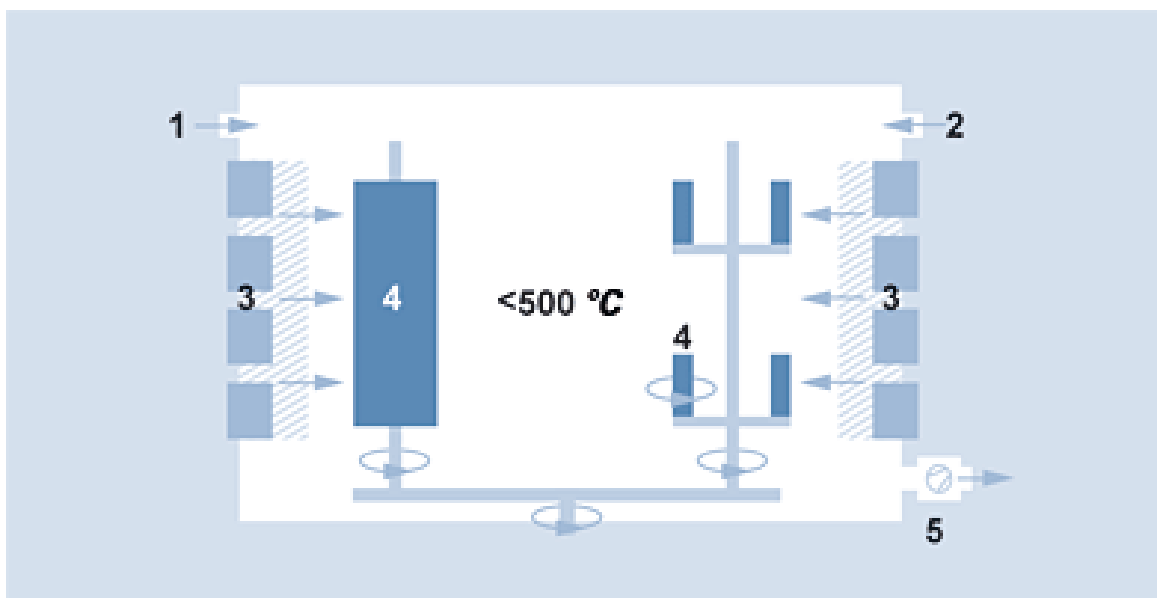


Obrázek 13 – schéma CVD procesu [12]

4.1.2 PVD Povlaky

PVD proces znamená ve zjednodušené formě, nanášení čistých kovů (Ti, Cr, Al, atd.) pomocí tepelného odpařování, nebo naprašování výchozího kovu v rozmezí teplot 150°C až 500°C. V dnešní době jsou nejrozsáhleji využívány dvě principiálně odlišné PVD technologie – magnetronové naprašování a nízkonapětové odpařování. Technologie PVD mohou být použity pro vytváření tenkých vrstev nejen na nástrojích z rychlořezné oceli, součástkách z hliníku a plastů, ale dokonce i na velmi tenkých, pouze několik mikrometrů silných fóliích z PP, PE a dalších materiálů bez jejich tepelné degradace během depozice vrstvy. [13]

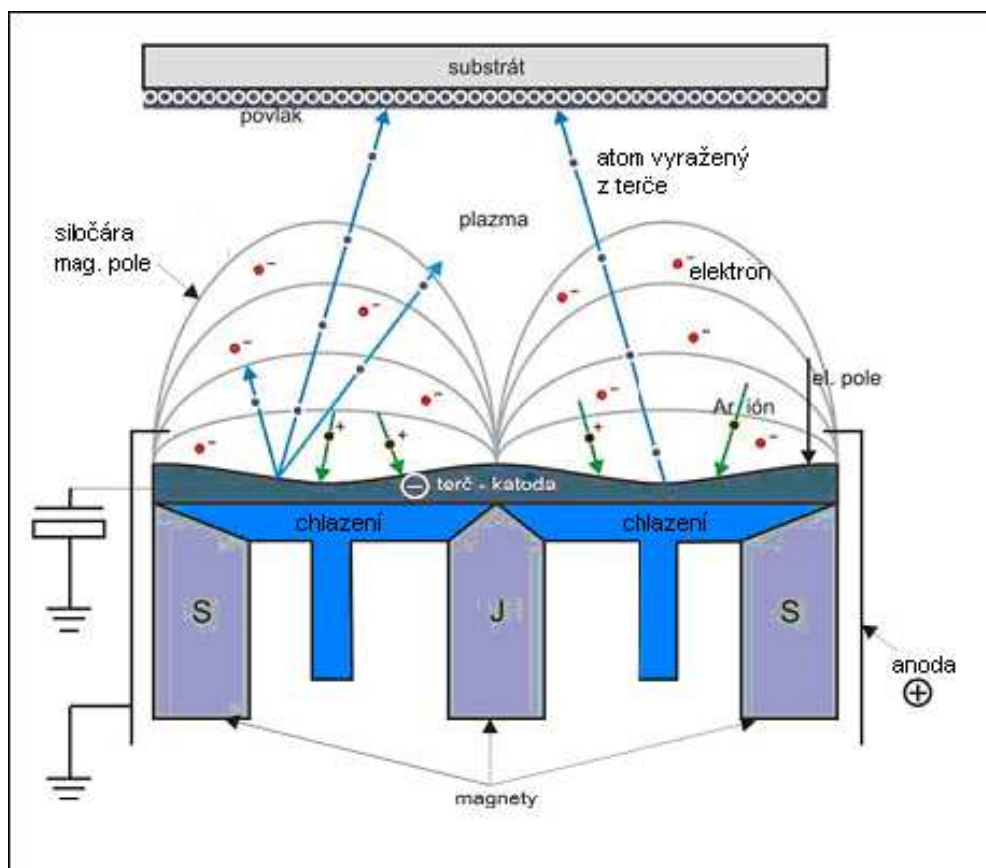
Nízkonapětové odpařování - Materiál je odpařován a zároveň ionizován obloukem z elektrod. Ionizovaný materiál (např. Ti^+ , Ti^{2+} , atd.) je urychlován směrem k nástrojům záporným předpětím, které je na ně přiloženo. Cestou ionizuje ještě atomy plynné atmosféry (např. N_2 , Ar, ..). Ionizované atomy po dosažení povrchu nástrojů vytváří povrchovými reakcemi vlastní deponovanou vrstvu. Oblouk hoří na povrchu katody v místě katodové skvrny o průměru řádově 10 μm a dosahuje teploty okolo 15 000 °C. Za těchto podmínek lze odpařit prakticky každý elektricky vodivý materiál. [14]



Obrázek 14 – PVD nízkonapětové odpařování [15]

1 - argon, 2 - reakční plyn, 3 – zdroje oblouku (nanášený materiál a nosná deska), 4 – nástroje, 5 – vakuové čerpadlo

Magnetronové naprašování - Magnetronové naprašování je zdokonalená technologie klasického naprašování. Před terčem je vytvořeno magnetické pole definovaného tvaru elektromagnetem nebo permanentními magnety. Takové zařízení se nazývá magnetron. Elektronů, které při klasickém naprašování unikají z prostoru před terčem, se v tomto případě v důsledku Lorentzovy síly musí pohybovat po šroubovici podél siločar. Tak se výrazně prodlužuje jejich dráha v blízkosti terče, prodlužuje se i doba jejich setrvání v oblasti výboje a zvyšuje se pravděpodobnost ionizace dalších atomů pracovního plynu. To umožňuje udržet výboj při nižším tlaku (řádově desítky pascalu) i při nižším napětí (řádově stovky voltů). Zejména nižší tlak se pozitivně projevuje ve větší čistotě vytvářených vrstev. Jestliže se spolu s pracovním plynem připoustí do vakuové komory reaktivní příměs, např. kyslík, dusík apod., je možné vytvářet oxidy, nitridy atd. rozprašovaného materiálu. V tom případě jde o reaktivní magnetronové naprašování. [16]



Obrázek 15 – PVD magnetronové naprašování [17]

Výhody PVD procesů

- jedná se o ekologicky nejšetrnější metodu nanášení vrstev, protože nedochází k žádnému uvolňování toxických látek, ani se nepoužívá žádný nebezpečný materiál
- vysoká odolnost vrstev, nízký koeficient tření
- možnost vytvořit velké množství kombinací vrstev
- nízká teplota procesu

Důležitým krokem před samotným povlakováním je příprava substrátů. Pro dosažení správného nanesení povlaku je třeba vyleštit povrch nástroje na drsnost minimálně Ra 0,1.

4.1.3 Standardní metody úprav nástrojů před povlakováním

Odmaštění - odstranění konzervačních a jiných mastných látek z povrchů nástrojů průmyslovými odmašťovacími na bázi ropných derivátů s vlastnostmi odpovídajícími přísným ekologickým normám.

Mokrý čišťení - kombinované metody využívající oplachy, tlakové oplachy, ultrazvuk, elektrochemické metody, vakuové sušení resp. odstředění resp. vyhřátí resp. odpaření těkavých kapalin. Používají se většinou kapalné čisticí prostředky, které se dávkovacím čerpadlem dodávají přímo do mycí lázně. Čištění probíhá v alkalickém prostředí – nejběžnější je čišťení v roztocích obsahujících KOH či NaOH.

Mikropískování - lze odstranit pevně ulpívající nečistoty na povrchu případně i nečistoty uchycené v mírně pórovitém povrchu. To jsou případy nebroušených slinovaných ploch HM materiálů. Jako vhodné medium se používá abrasivo SiC nebo Al₂O₃.

Odjehlení – především pro nástroje z rychlořezné oceli. Používá se kartáčování, nebo ruční odjehlení.

Stripping - stahování starých povlaků u přebroušených nástrojů. Stripping je prováděn chemickou a elektrochemickou cestou a využívá silných oxidačních činidel, popř. účinku elektrického proudu. [13]

4.2 Firma LISS a.s.

Vzorky pro měření byly povlakovány ve firmě LISS a.s. sídlící v Rožnově pod Radhoštěm. LISS a.s. je vlastněna švýcarskou společností LISS AG. Firma nabízí nanášení tvrdých vrstev metodou PVD a PACVD, celkem asi 40 různých kombinací.

Společné výhody povlakovaných materiálů:

- vyšší životnost nástrojů
- zvětšení řezných rychlostí, zvětšení posuvů, zkrácení cyklů
- zlepšení kvality opracování
- vyšší přesnost operací
- minimalizace chlazení (zvláště u vrstev na bázi Al)
- prodloužení intervalů mezi ostřením, případně čištěním nástrojů



Obrázek 16 – povlakovací stroj PLATIT [18]



Obrázek 17 – povlaková komora s trojnásobnou rotací [18]

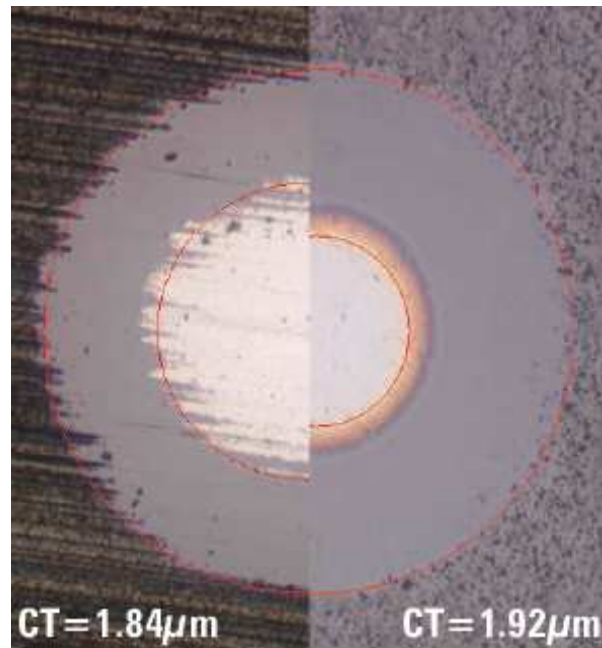


Obrázek 18 – nabízený sortiment [18]

4.2.1 Typy mikrostruktur používané v praxi

Monovrstva

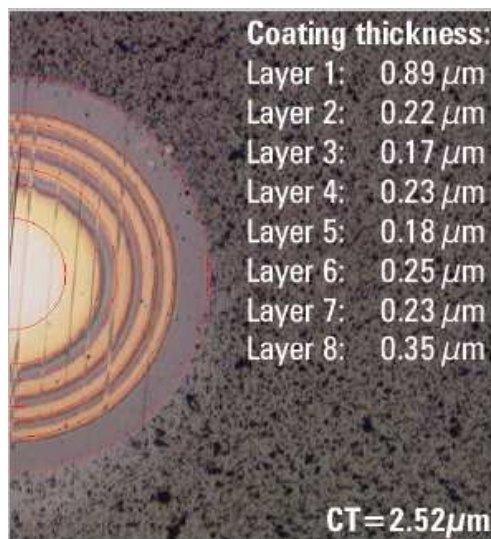
Vrstva, která je výrobně nejrychlejší a také nejekonomičtější [13]



Obrázek 19 – monovrstva [19]

Multivrstvy

Vícevrstvá konstrukce se používá pro vysoce dynamické zatížení [13]



Obrázek 20 – multivrstvy [19]

Gradientní vrstvy

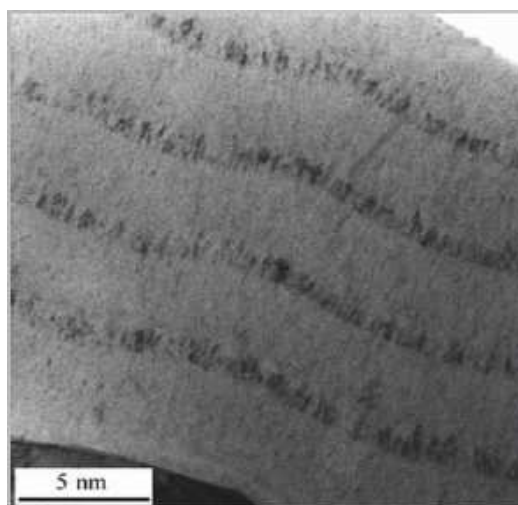
Jsou systémy s průběžně proměnným složením vrstvy TiAlN tak, že k povrchu vrstvy se zvyšuje obsah Al, aby zabezpečil vysokou oxidační odolnost při zachování dostatečné tvrdosti vrstvy. [13]



Obrázek 21 – gradientní vrstva [19]

Nanovrstvy

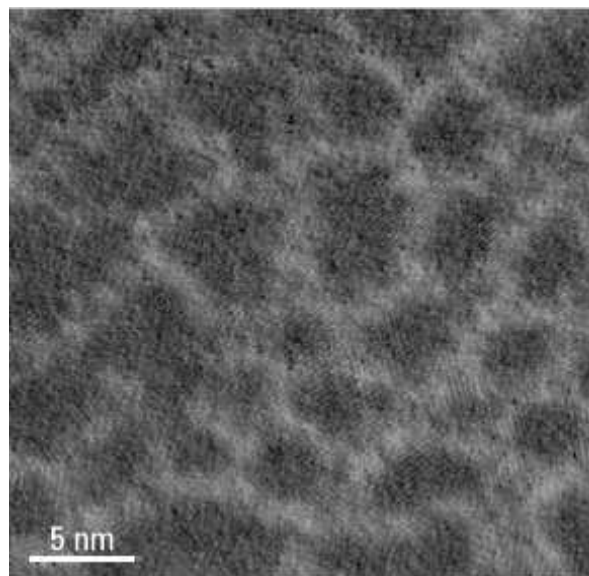
Představují systém multivrstvy s tloušťkou jednotlivých vrstviček pod hranicí 10 nm. Pokud je rozhraní mezi jednotlivými vrstvičkami s rozdílnými fyzikálními vlastnostmi dostatečně ostrá, pak lze najít optimální periodu střídání vrstviček, při které je tvrdost celé vrstvy výrazně zvýšená. [13]



Obrázek 22 – nanovrstvy [19]

Nanokompozitní vrstvy

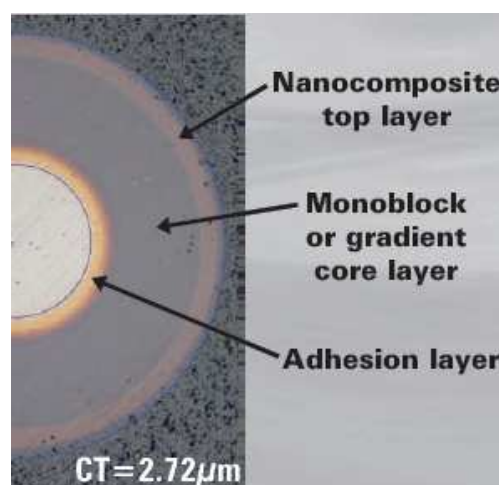
Díky své originální struktuře představují povlaky s velmi vysokou tvrdostí a zároveň velmi vysokou tepelnou stabilitou a odolností vůči oxidaci. Nanokompozitní vrstvy dnes reprezentují novou generaci velmi tvrdých PVD vrstev s typickou charakteristikou jejich struktury – malé krystality o velikosti několika nanometrů jsou uloženy v amorfnej matrici, přičemž obě fáze jsou nemísitelné. [13]



Obrázek 23 – nanokompozitní vrstva [19]

Trojvrstvy

Jsou to tři vrstvy v jedné dávce



Obrázek 24 – trojvrstva [19]

Kluzné vrstvy

Jsou to vrstvy s nižší tvrdostí než běžné otěruvzdorné vrstvy. Jejich hlavním úkolem je vytváření kluzného povrchu. Do této skupiny patří „měkké“ vrstvy, které se aplikují jen v kombinaci s tvrdými vrstvami na bázi TiN, TiAlN či TiCN a vrstvy DLC (diamond like carbon = diamantu podobný uhlík), které vhodně kombinují vynikající kluzné vlastnosti s dobrou tvrdostí. [13]

4.3 Příprava vzorků

4.3.1 Materiál vzorků

Jako materiál vzorků, na které byly nanášeny povlaky byl vybrán typ RADECO, tedy rychlořezná ocel 19 810, nebo podle světové normy 1.3302. Používá se pro velmi namáhané nástroje k přesnému a jemnému obrábění materiálů, hlavně na soustružnické a upichovací nože, frézy a výstružníky.



Obrázek 25 – univerzitní frézka

4.3.2 Úprava vzorků

Vzorky byly nejdříve broušeny v univerzitních dílnách na stolní brusce, poté na Rovinné brusce BPH 20 a nakonec vyleštěny leštícím kotoučem, pomocí leštící pasty. Při kontrole drsnosti se výsledné hodnoty pohybovaly v rozmezí Ra 0,1 až Ra 0,18.

4.4 Typy jednotlivých povlaků na vzorcích

4.4.1 TiN

Univerzální vrstva pro třískové obrábění, tváření, vstřikování. Používá se pro snižování tření na strojních součástech. Dobrá adheze umožňuje depozici při nižších teplotách (200°C). [18]

Tabulka 7 – vlastnosti povlaku TiN [18]

Složení	Barva	Tloušťka μm	Tvrdość (GPa)	Max. teplota použití	Koeficient tření proti oceli
TiN	zlatá	1-7	25	600	0,55



Obrázek 26 – vzorek TiN

4.4.2 TiCN

Vrstva s vysokou tvrdostí a nízkým koeficientem tření. Má nižší teplotní stabilitu. Vhodná pro ražení, střihání, tváření, frézování a řezání závitů. [18]

Tabulka 8 – vlastnosti povlaku TiCN [18]

Složení	Barva	Tloušťka μm	Tvrdost (GPa)	Max. teplota použití	Koeficient tření proti oceli
TiCN	šedá	1-4	37	400	0,2



Obrázek 27 - TiCN

4.4.3 TiCN – multi

Univerzální houževnatá vrstva s nízkým koeficientem tření pro obrábění ocelí s nižší pevností (frézování, řezání závitů, ražení, střihání, tváření a obrážení). Vhodná i pro přerušovaný řez. [18]

Tabulka 9 – vlastnosti povlaku TiCN- multi [18]

Složení	Barva	Tloušťka μm	Tvrdost (GPa)	Max. teplota použití	Koeficient tření proti oceli
TiCN- multi	Bronzově šedá	1-4	33	400	0,2



Obrázek 28 – vzorek TiCN - multi

4.4.4 nACo– (nc-ALiN/Si₃N₄)

Nanokompozitní vysoce odolná vrstva ALiN vsazená do matrice Si₃N₄. Vyznačuje se velmi vysokou tvrdostí, vysokou teplotní odolností, při obrábění za sucha použití vysokých řezných rychlostí, pro obrábění tvrdých a kalených materiálů, velmi vhodná pro stříhání. [18]

Tabulka 10 – vlastnosti povlaku nACo [18]

Složení	Barva	Tloušťka μm	Tvrdost (GPa)	Max. teplota použití	Koeficient tření proti oceli
nACo	Fialově modrá	1-4	45	1200	0,45



Obrázek 29 - vzorek nACo

4.4.5 DLC (diamond like carbon) – povrch strukturou podobný diamantu

DLC je obecný název pro amorfni směs grafitu a uhlíku s vazbou podobnou diamantu. Speciální gradientní vrstva s nízkým koeficientem tření oproti oceli. Používá se jako vrchní vrstva, může být nanášena na jinou vrstvu v jednom procesu. [18]

Tabulka 11 – vlastnosti povlaku DLC [18]

Složení	Barva	Tloušťka μm	Tvrdość (GPa)	Max. teplota použití	Koeficient tře- ní proti oceli
DLC	černá	1	18	400	0,15

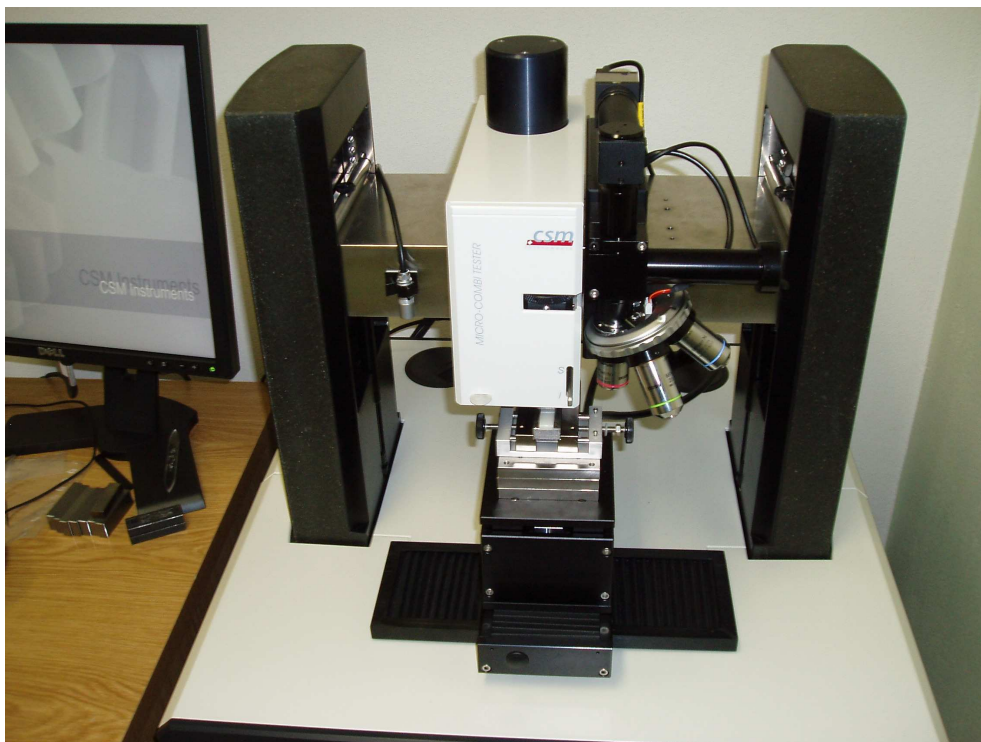


Obrázek 30 – vzorek DLC

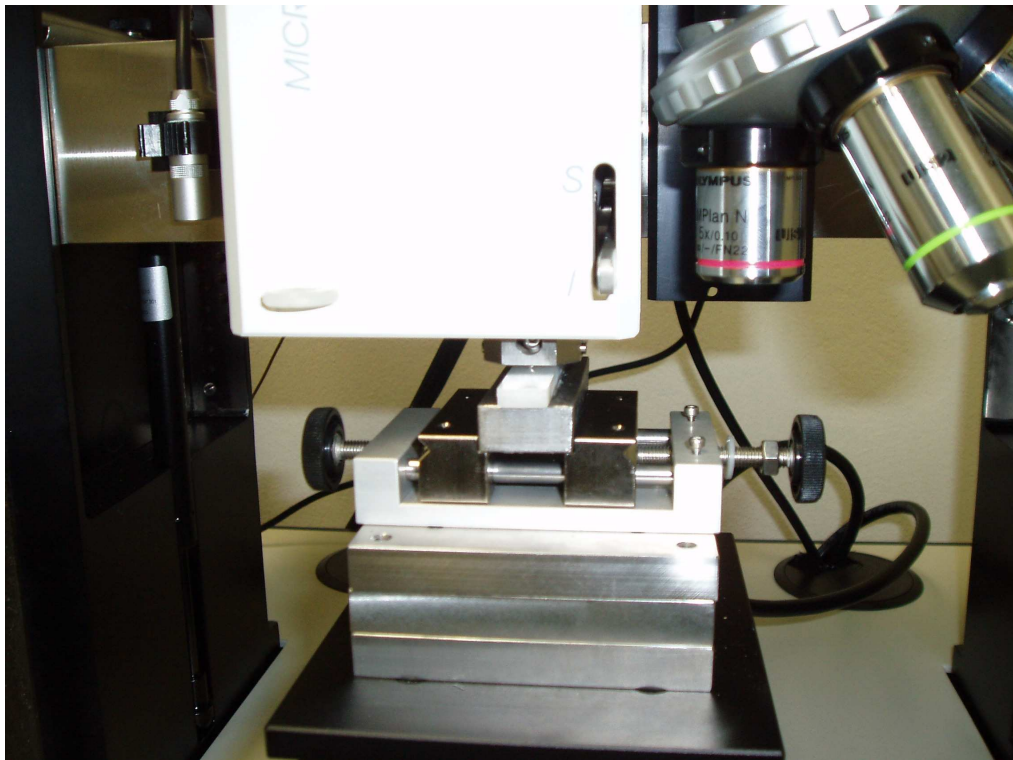
4.5 Metoda měření

4.5.1 Měřicí přístroj

Praktická část byla měřena v univerzitní laboratoři na mikrotvrdoměru od švýcarské firmy CSM instruments.



Obrázek 31 – mikrotvrdoměr



Obrázek 32 – měřící hlava přístroje

Kompletní systém mikrotvrdoměru zahrnuje:

- CSM platforma
- Hlavu mikrotvrdoměru s referenčním systémem
- Vickersův diamantový indentor
- Optický systém s mikroskopem
- Paměťovou kartu
- Automatický posuv v osách x, y, z
- CSM Xpert software
- CSM video software
- Ovládání joystickem
- Počítač na zpracování výsledků

Některé druhy nastavitelného jednoduchého zatížení:

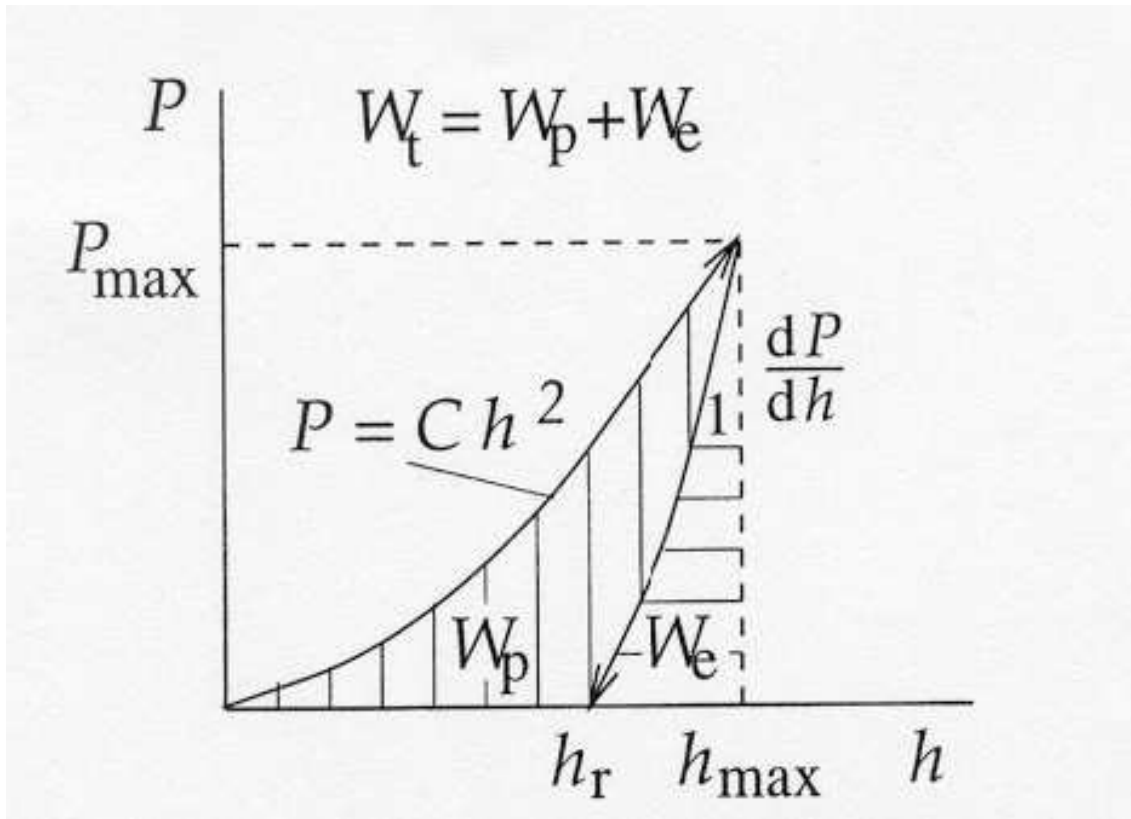
- maximální hloubka, nebo maximální zatížení
- rychlost zatěžování
- prodleva
- rychlost uvolňování
- lineární, nebo kvadratické zatěžování
- počet cyklů při zatěžování

4.5.2 Metoda měření Oliver & Pharr

Vzorky byly na mikrotvrdoměru měřeny dvěma metodami: metodou Oliver & Pharr a Martensovou metodou.

Metoda Oliver & Pharr:

V praxi bylo zjištěno, že zlogaritmované odlehčovací křivky byly přibližně lineární, takže je bylo možné proložit mocninnou závislostí: $P = \alpha (h - h_r)^m$ (α a m jsou pro určitý tvar indentoru konstanty). K výpočtu kontaktní plochy vtisku A_c a následně hodnoty nanotvrdosti byla použita hodnota kontaktní hloubky vtisku h_c , pro kterou byl odvozen vztah: $h_c = h_{max} - S P_{max}$ (ϵ je geometrická konstanta, $S = dP/dh$ je sklon tečny odlehčovací křivky). Byly odvozeny hodnoty geometrických konstant pro válcový, kuželovitý indentor a pro indentor ve tvaru paraboloidu nebo polokoule. Protože tvar indentoru nikdy nemá ideální rozměry, zjišťuje se experimentálně přesná velikost kontaktní plochy A_c pomocí tzv. funkce plochy vtisku $A_c = f(h_c)$. Zvláště při hloubkách průniku nižších než $0,15 \mu\text{m}$ (při velikosti zatížení méně než $0,05 \text{ g}$) tvar špičky indentoru značně ovlivňuje naměřené hodnoty. To platí i o měření s jedním indentorem po větším počtu měření, neboť indentor mění tvar vlivem opotřebení. [20]



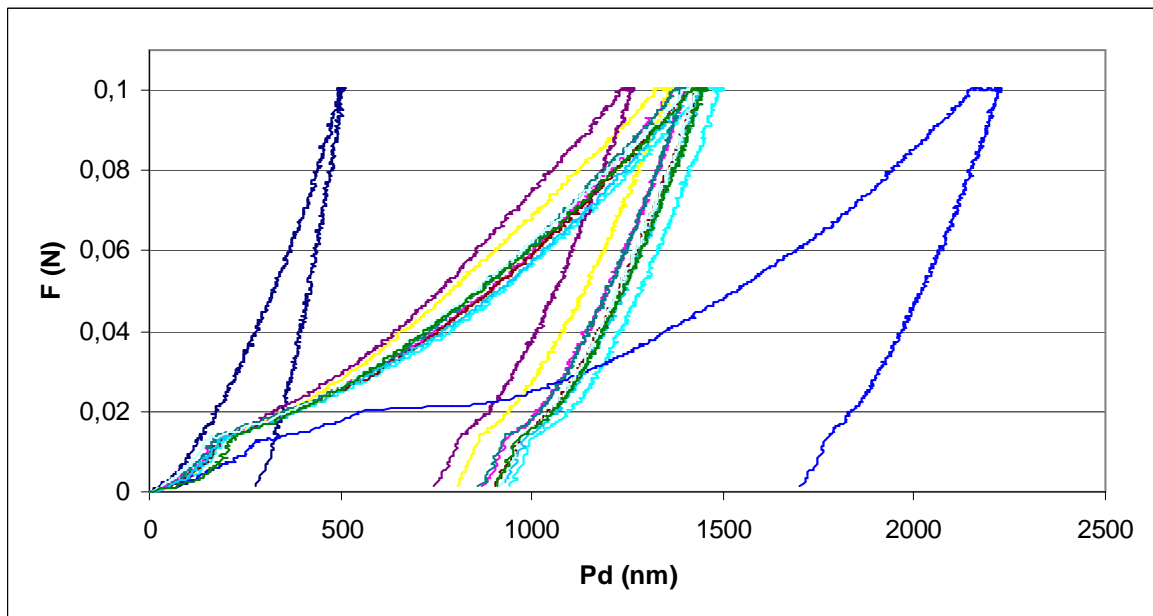
Obrázek 33 - Indentační křivka elasticko-plastického materiálu [20]

4.5.3 Vybrané důležité parametry měření

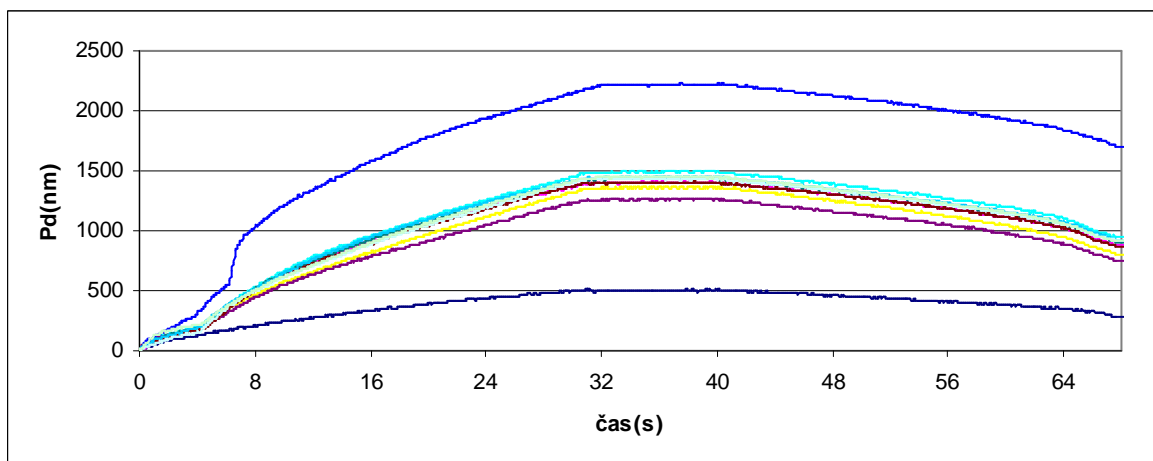
- maximální zatížení 0,5 N
- typ zatěžování: lineární
- rychlost zatěžování: 1 N/min
- prodleva: 10 s
- rychlost odlehčování: 1N/min

4.6 Výsledky měření

4.6.1 Vzorek TiN



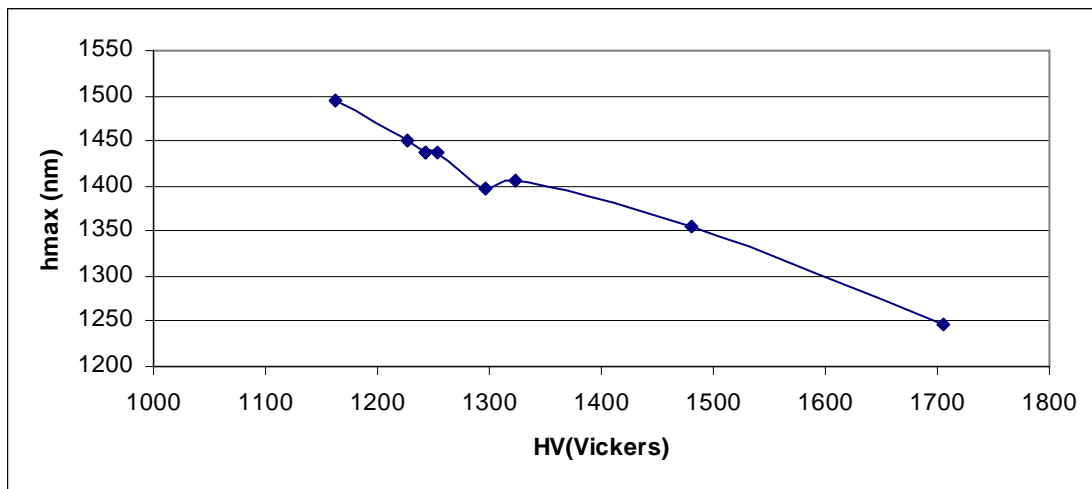
Graf 1 – TiN: závislost hloubky na síle



Graf 2 – TiN: závislost času na hloubce

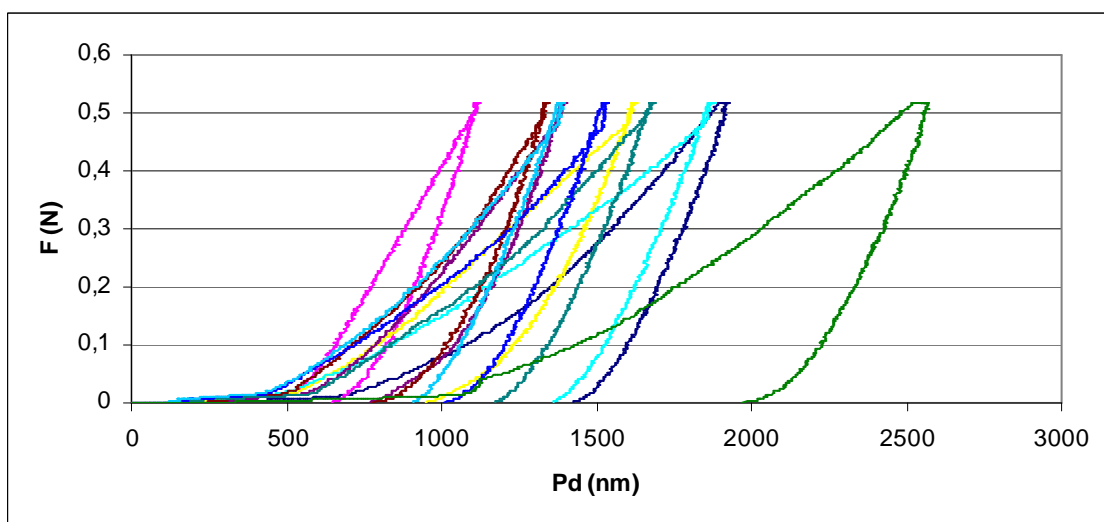
Tabulka 12 – TiN

Č.m.	HV(Vickers)	hmax(nm)
1	480,65	2225,3
2	1162,3	1495,28
3	1226,7	1450,07
4	1242,7	1437,09
5	1243,3	1436,53
6	1254	1437,98
7	1296,5	1398,18
8	1322,6	1406,11
9	1480,6	1355,11
10	1705,8	1247,19
11	2130,1	499,6

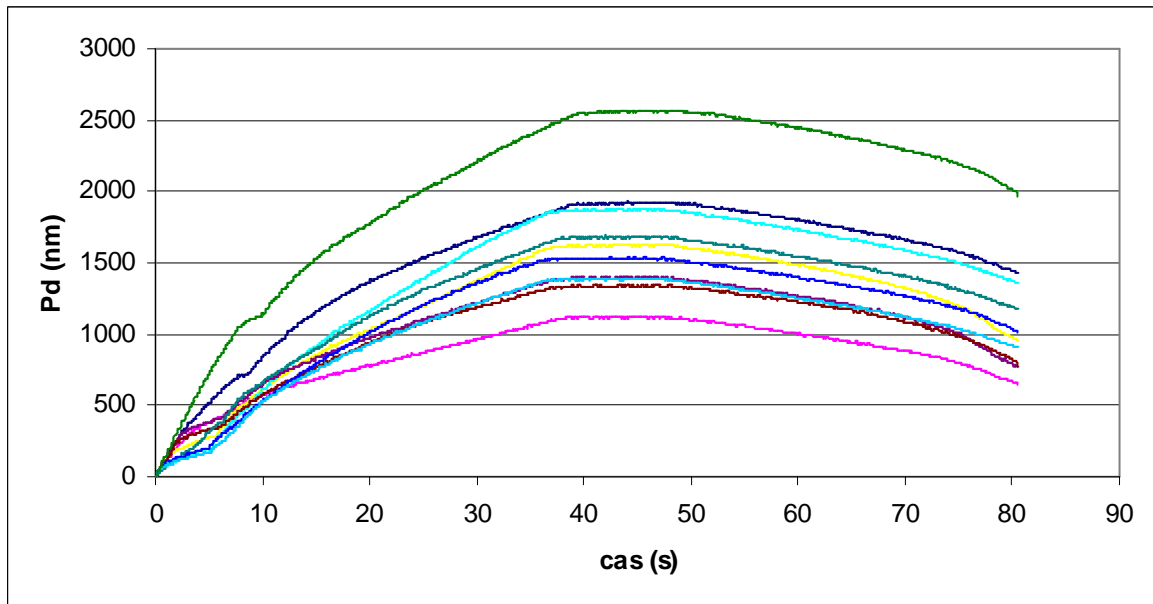


Graf 3 – TiN: závislost tvrdosti na maximální hloubce

4.6.2 TiCN



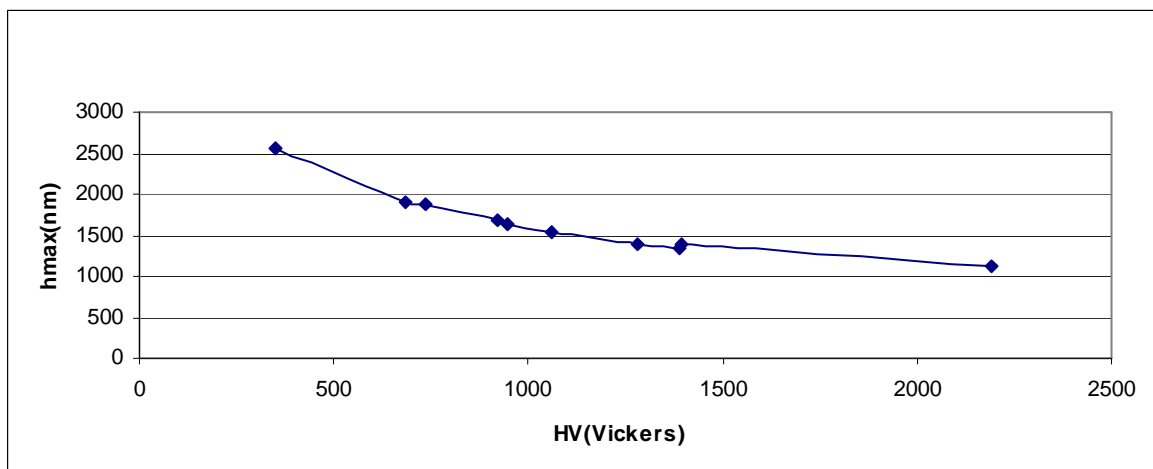
Graf 4 – TiCN: závislost hloubky na síle



Graf 5 – TiCN: závislost času na hloubce

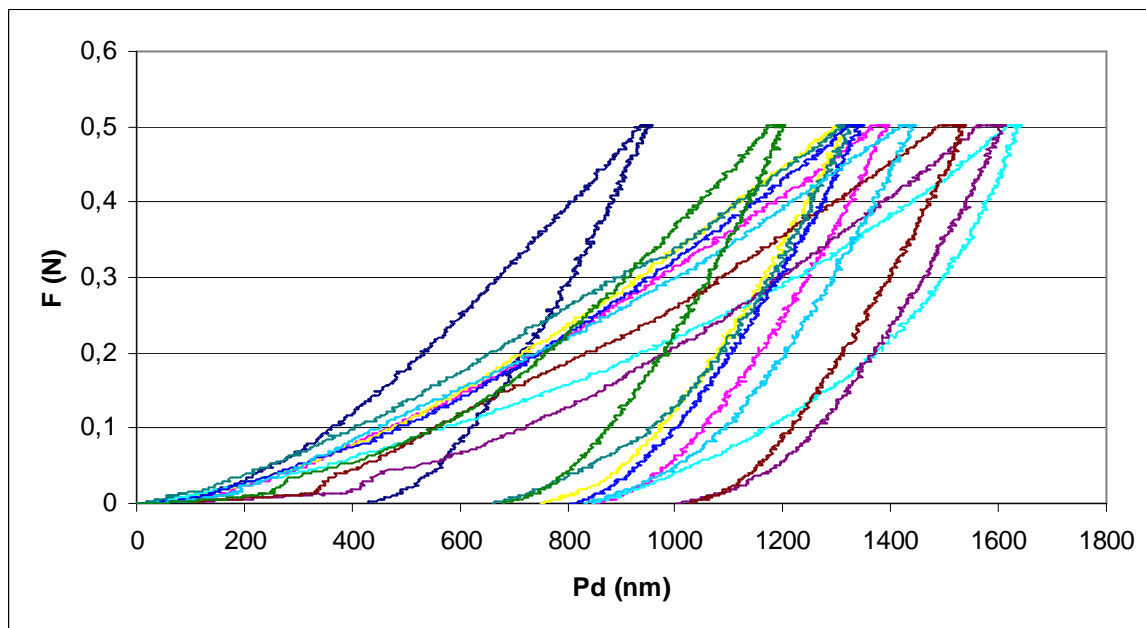
Tabulka 13 - TiCN

č.m.	HV(Vickers)	hmax(nm)
1	352,24	2570,97
2	683,61	1912,4
3	734,56	1869,24
4	920,18	1676,79
5	947,64	1625,61
6	1061,3	1534,13
7	1282,7	1399,71
8	1386,4	1337,66
9	1391,9	1379,97
10	2190,5	1116,63

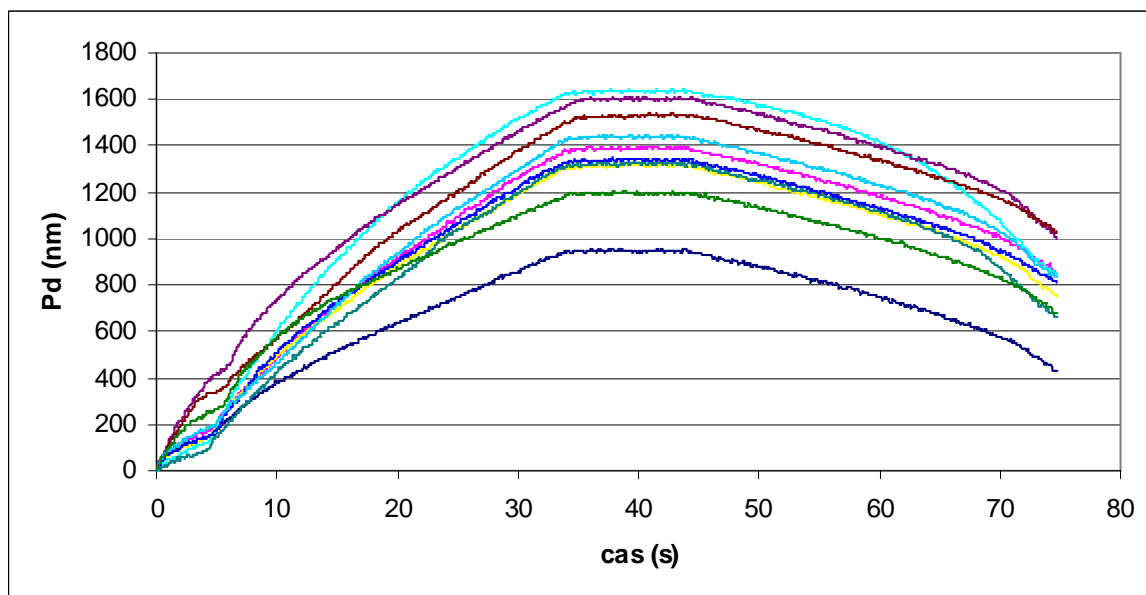


Graf 6 –TiCN: závislost tvrdosti na maximální hloubce

4.6.3 TiCN – multi



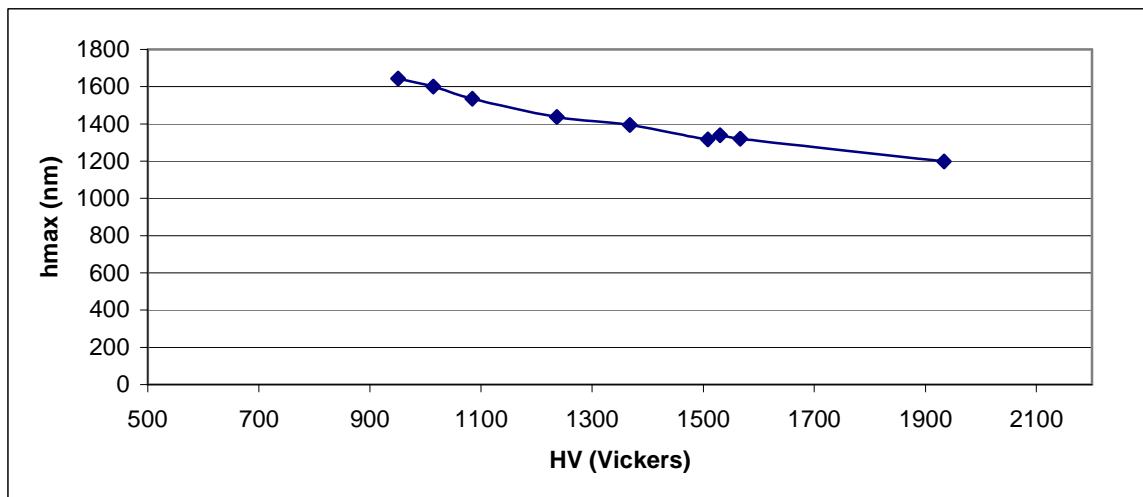
Graf 7 – TiCN – multi: závislost hloubky na síle



Graf 8 – TiCN – multi: závislost času na hloubce

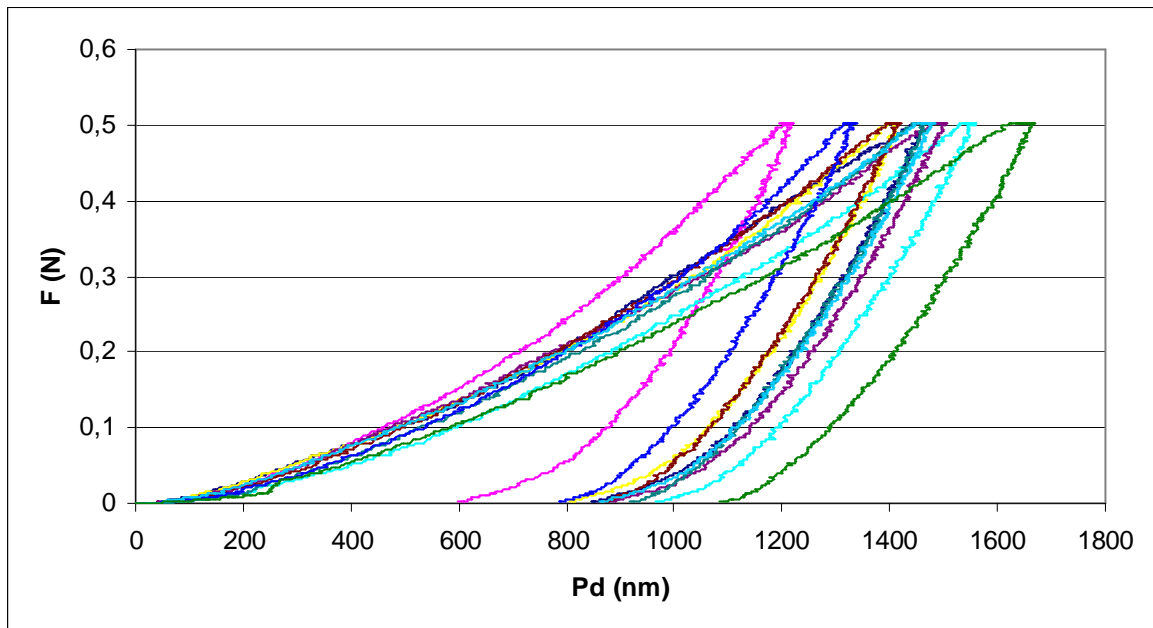
Tabulka 14 – TiCN - multi

č..m.	HV(Vickers)	hmax(nm)
1	950,52	1642,8
2	1013,8	1600,6
3	1084	1535,48
4	1236,8	1437,89
5	1367,6	1393,57
6	1508,1	1317,5
7	1530,5	1339,53
8	1566,7	1319,76
9	1933,8	1197,46
10	3396,4	948,09

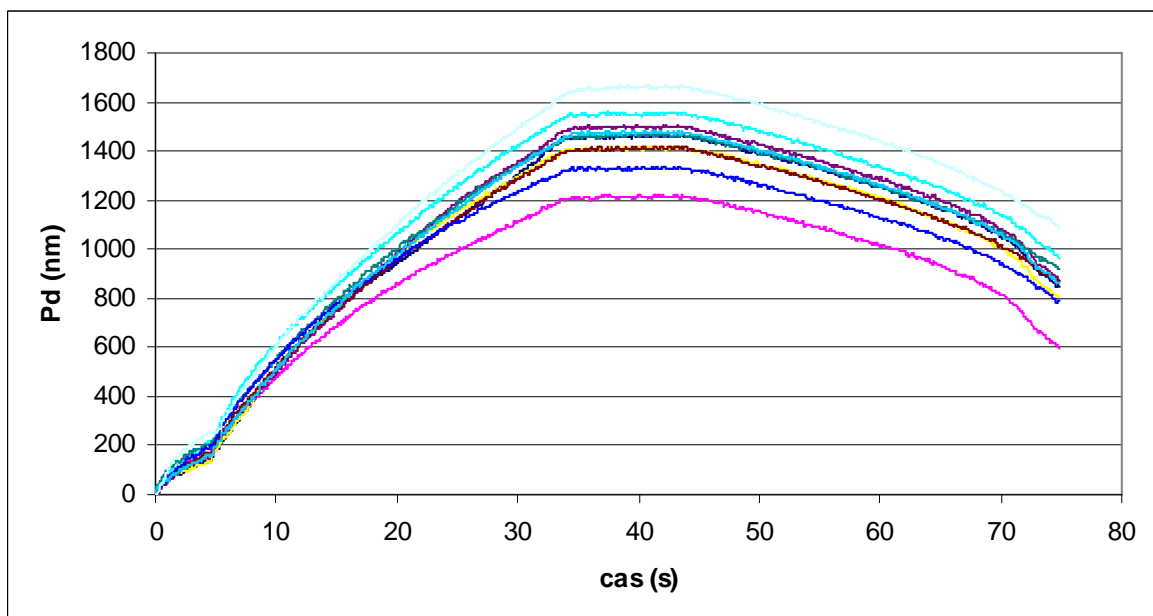


Graf 9 – TiCN – multi: závislost tvrdosti na maximální hloubce

4.6.4 nACo



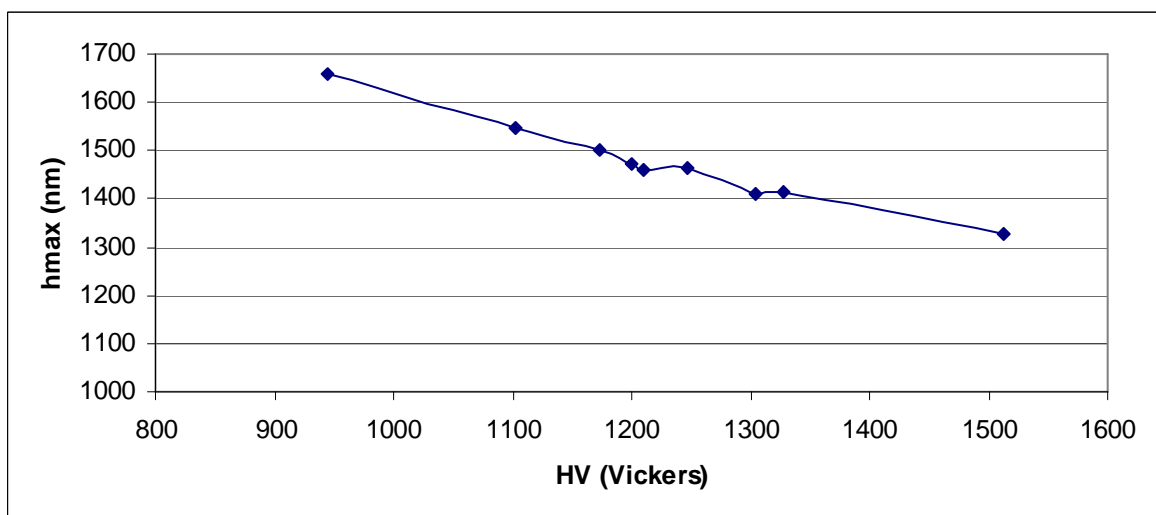
Graf 10 – nACo: závislost hloubky na síle



Graf 11 - nACo: závislost času na hloubce

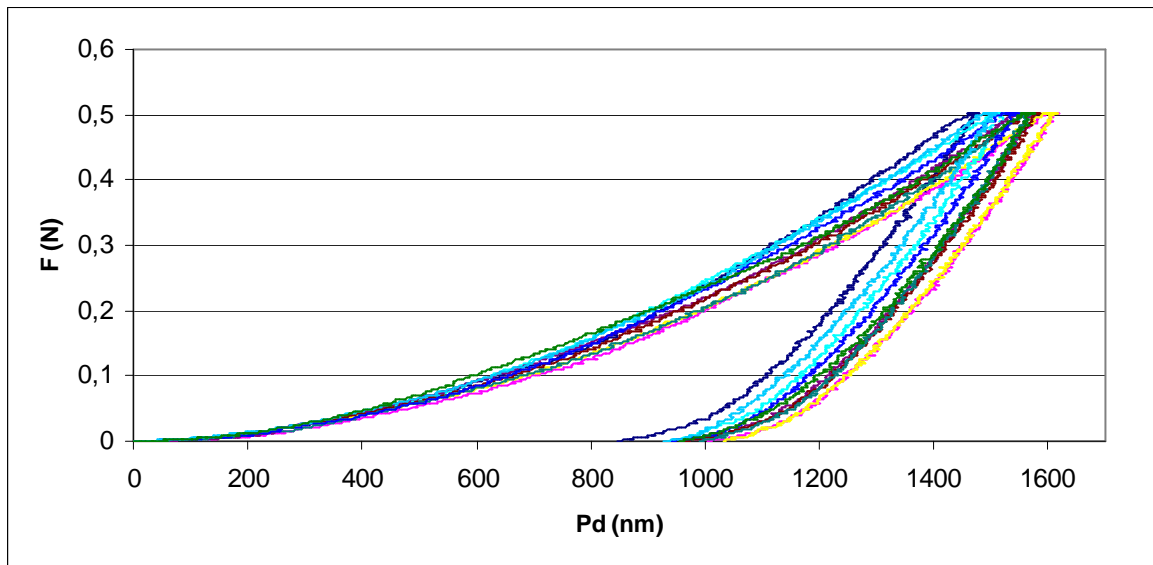
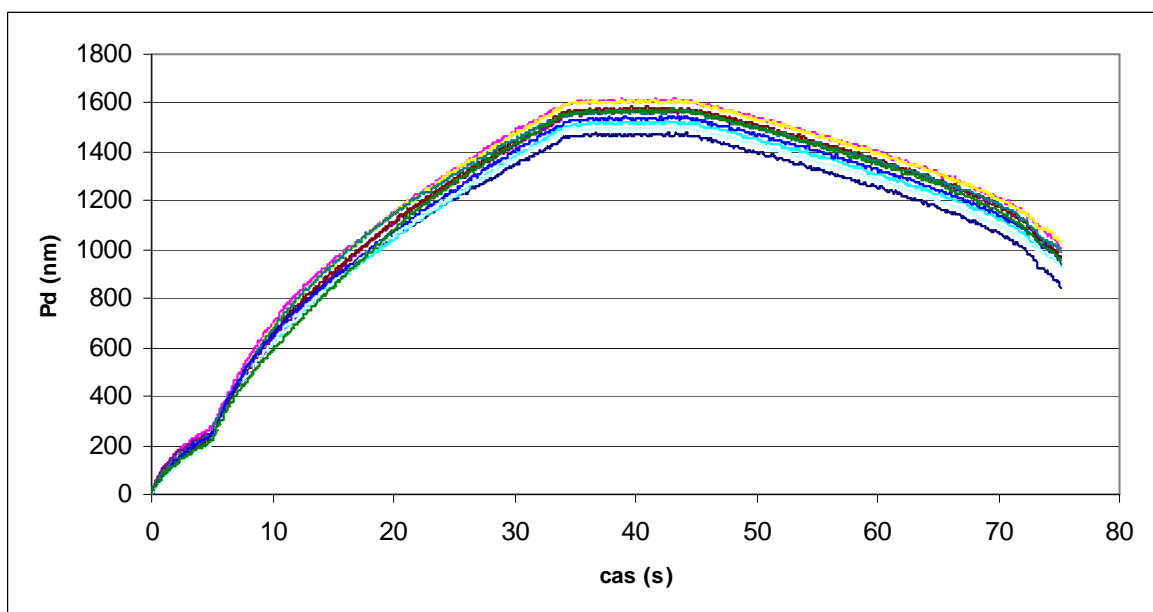
Tabulka 15 - nACo

č.m.	HV(Vickers)	hmax(nm)
1	944,84	1660,29
2	1102	1547,17
3	1173,2	1500,26
4	1200,2	1472,72
5	1209,3	1457,88
6	1247,6	1461,88
7	1304,7	1408,54
8	1327,9	1413,93
9	1512,2	1327,57
10	1815,1	1216,2



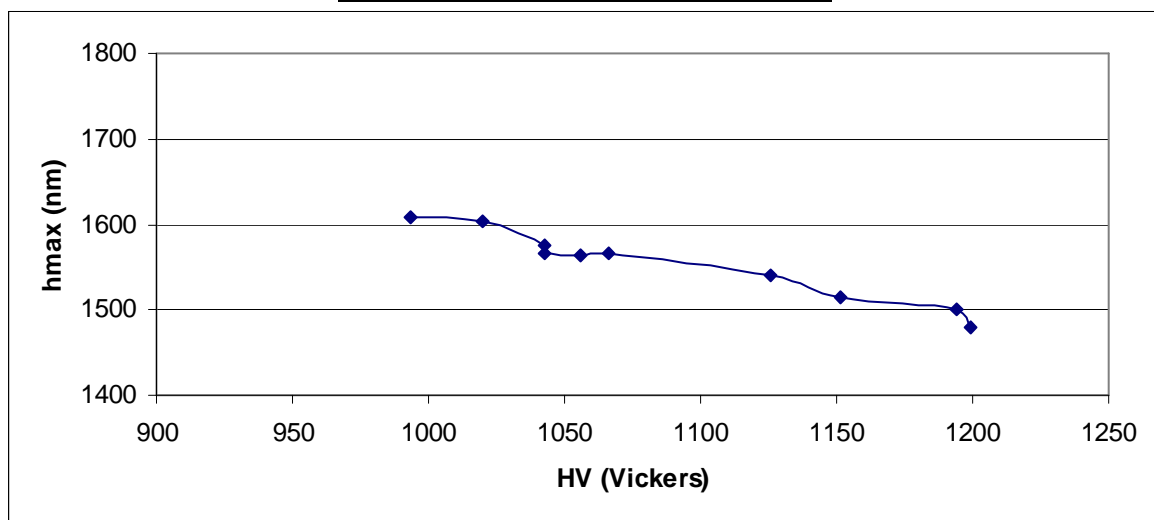
Graf 12 – nACo: závislost tvrdosti na maximální hloubce

4.6.5 DLC

*Graf 13 – DLC: závislost hloubky na síle**Graf 14 – DLC: závislost času na hloubce*

Tabulka 16 - DLC

č.m.	HV(Vickers)	hmax(nm)
1	993,72	1607,2
2	1019,6	1603
3	1042,8	1574,89
4	1042,9	1565,07
5	1055,7	1563,98
6	1066,1	1566,45
7	1125,5	1539,77
8	1151,5	1515,23
9	1194,4	1501,55
10	1199,2	1479,94



Graf 15 – DLC: závislost tvrdosti na maximální hloubce

4.7 Závěr

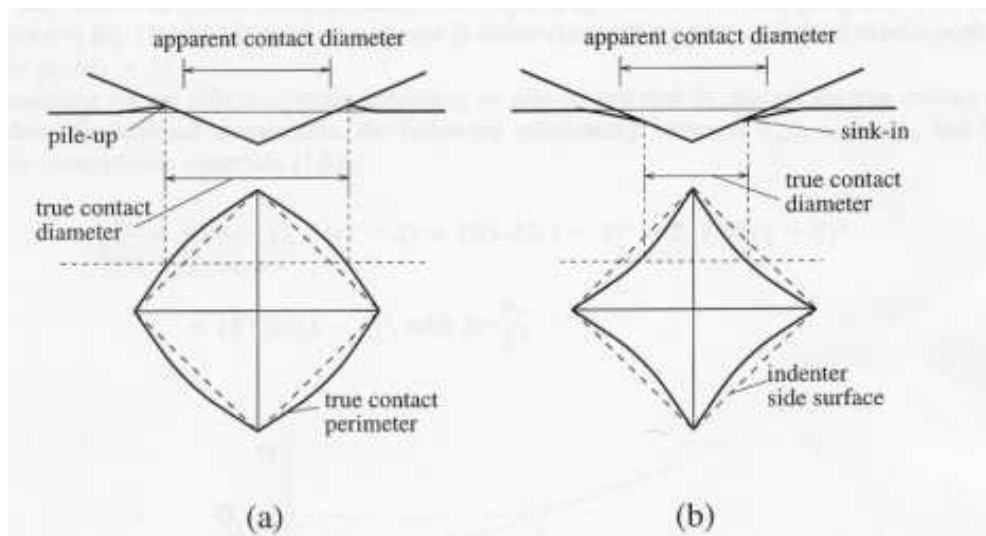
Bakalářská práce byla rozdělena na dvě části praktickou a teoretickou. V praktické části jsem popsal mechanické zkoušky materiálů, následně zkoušky tvrdosti materiálů a nakonec jsem se zabýval měření mikrotvrdosti tenkých vrstev.

V teoretické části jsem měl k dispozici pět vzorků s rychlořezné oceli 19 810. Pro bezproblémové nanášení povlaků bylo nutné opracovat povrch vzorků tak, aby byla dosažena minimální drsnost Ra 0,1. Vzorky jsem opracoval v univerzitních dílnách pomocí broušení a leštění. Povlaky byly nanášeny ve firmě LISS Rožnov, na každý vzorek byl nanášen jiný povlak, a sice TiN, TiCN, TiCN – multi, nACo a DLC. Samotné měření mikrotvrdosti bylo provedeno v univerzitní laboratoři na mikrotvrdoměru a firmy CSM instruments.

Z výsledků měření a jejich grafického znázornění vyplývá, že nedošlo k protlačení celého povlaku, jak jsem se před měřením obával. Indentační síla byla zvolena 0,5N proto, že při menších silách byly výsledky měření velmi nepřesné. Naměřené tvrdosti (Vickers) byly nižší v porovnání s tabulkovými hodnotami a podle naměřených tvrdostí a maximálních dosažených hloubek jsem zjistil, že tvrdost se snižuje s dosaženou maximální hloubkou.

Mezi příčiny dosažené nepřesnosti bych zařadil měřicí přístroj, protože použitý laboratorní mikrotvrdoměr je vhodný spíše pro měření polymerů a pryží. Výsledek měření ovlivňuje velikost vtisku, tedy i velikost zatěžující síly. Mikrotvrdoměr dovoľoval měřit s nejmenší zatěžující silou 0,03 N, ale jak už jsem výše zmínil, nejmenší zatěžující síla, při které byly výsledky dobře rozlišitelné, byla 0,5N.

Při měření metodou Oliver and Pharr se může vyskytovat chyba, která zahrnuje vliv deformace tvaru vtisku. V praxi bylo zjištěno, že pokud parametr $h_r/h_{max} > 0,7$, nastane výrazný vznik valu okolo vtisku a analýza metodou Olivera a Pharra může vykazovat významnou chybu, což byl případ tohoto měření. [20]



Obrázek 34 - Tvar vtisku při a) vzniku valu, b) vtažení okraje okolo vtisku [20]

Pro měření nanášených povlaků není mikrotvrdoměr nejvhodnější, protože jsem dosáhnul ne zcela přesných výsledků měření. Pro měření povlaků by byl ideální nanotvrdoměr, který by dosahoval přesných výsledků při malých zatěžovacích silách i při malých dosažených maximálních hloubkách. V ideálním případě by indenter měl proniknout maximálně do 30% hloubky povlaku.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] HLUCHÝ, M. KOLOUCH, J. *Strojírenská technologie 1 – 1. díl. Nauka o materiálu*. Praha : Scientia, 1996. ISBN 80-7183-150-6.
- [2] METROTEST, s.r.o. Kladno [online]. 1994 [cit. 2010-01-24]. Dostupné z www : <www.metrotest.cz/hardness/zkousky_tvrlosti.pdf>
- [3] SKÁLOVÁ, J., KOVAŘÍK, R., BENEDIKT, V. *Základní zkoušky kovových materiálů*. [s.l.], 2005. ISBN 80-7043-417-1.
- [4] *Vysoké učení technické v Brně*, [online]. [cit. 2010-01-24]. Dostupný z www: <<http://ime.fme.vutbr.cz/>>
- [5] ATEAM, [online]. 2005 [cit. 2010-01-24]. Dostupné z www: <www.ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrlosti.pdf>
- [6] CONVERTER, [online]. 2002 [cit. 2010-01-24]. Dostupné z www: <www.converter.cz>
- [7] ČSN EN ISO 4516 *Kovové a jiné anorganické povlaky – Zkoušky mikrotvrlosti podle Vickerse a podle Knoopu*, Praha, ČNI, 2002
- [8] PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu I*. Brno, Akademické nakladatelství CERM, s.r.o., 2002
- [9] *Přírodovědecká fakulta Masarykovy univerzity v Brně*, [online]. 2009 [cit.2010-01-24].Dostupné z www: <http://sci.muni.cz/chemsekcce/c8870/pdf/Uloha12_mechan_vl.pdf>
- [10] *Vysoká škola chemicko-technologická v Praze*, [online]. 2008 [cit.2010-01-24]. Dostupné z www: <http://vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor/fm_mechanicke_zkouseni/index.htm>
- [11] *Měření tvrdosti Brinell*, [online]. 2008 [cit.2010-01-24]. Dostupný z www: <<http://www.quido.cz/mereni/brinell.htm>>.
- [12] ATEAM, [online]. 2006 [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf>.

- [13] *Jemná mechanika a optika*, [časopis online]. Olomouc: Fyzikální ústav akademie věd České republiky, 2006. [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <http://www.jmo.fzu.cz/JMO_200604.pdf>.
- [14] SHM: *Svět tvrdých a supertvrdých materiálů*, [online]. 2005. [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <<http://www.shm-cz.cz/cs/technicke-informace/pvd-technologie-shm>>.
- [15] *Balzers*, [online]. 2006. [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <<http://www.balzers.co.jp/bcz/cze/01-products-services/03-coating-technology/06-ionplating/indexW3DnavidW261.php>>.
- [16] *Naprašování tenkých vrstev*, [online]. 2003, roč.4, č.07 [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <<http://www.odbornecasopisy.cz>>.
- [17] Ustav materialov a mechaniky strojov SAV, Magnetronove naprašovani, [online]. 2006,[cit.2011-04-28]. Dostupné: <<http://www.umms.sav.sk/data/files/167.jpg>>.
- [18] *LISS a.s.*, [online]. 2008. [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <<http://www.liss.cz>>.
- [19] *PLATIT*, [online]. 2008. [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <<http://www.platit.com>>.
- [20] *Zkoumání materiálů nanoindentační metodou*, [online]. 2002. [cit.2011-04-28]. Dostupný z www: <<http://csnmt.fme.vutbr.cz/nano02/sbornik/138.pdf>>.

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

R_m	Pevnost v tahu
F_{max}	Maximální síla
S_0	Plocha před zatížením
R_e	Pevnost v kluzu
F_k	Síla na mezi kluzu
ε	Poměrné peodloužení
A	Tažnost
Z	Kontrakce
KC	Vrubová houževnatost
HB	Tvrдость podle Brinella
HR	Tvrдость podle Rockwella
HV	Tvrдость podle Vickerse
KHN	Tvrдость podle Knoop
α, m	Konstanty pro určitý tvar indentoru
A_c	Kontaktní plocha vtisku
h	Dosažená hloubka
h_r	Hloubka po odlehčení
S	Sklon odlehčování křivky
h_{max}	Maximální dosažená hloubka

SEZNAM OBRÁZKŮ

<i>Obrázek 1 – Druhy namáhání [1]</i>	13
<i>Obrázek 2 – Zkušební tyčinka [10]</i>	14
<i>Obrázek 3 – Pracovní tahový diagram [10]</i>	14
<i>Obrázek 4 – Tahový diagram pro různé materiály [1]</i>	16
<i>Obrázek 5 – Zkušební tyčinky pro zkoušku rázem [5]</i>	17
<i>Obrázek 7 – Brinellova zkouška [4]</i>	20
<i>Obrázek 8 – Rockwellova zkouška [4]</i>	24
<i>Obrázek 9 – Vickersova zkouška [4]</i>	26
<i>Obrázek 10 – Vickersova zkouška [4]</i>	31
<i>Obrázek 11 – Knoopova zkouška [7]</i>	33
<i>Obrázek 12 – teploty při povlakování [12]</i>	35
<i>Obrázek 13 – schéma CVD procesu [12]</i>	36
<i>Obrázek 14 – PVD nízkonapěťové odpařování [15]</i>	37
<i>Obrázek 15 – PVD magnetronové naprašování [17]</i>	38
<i>Obrázek 16 – povlakovací stroj PLATIT [18]</i>	40
<i>Obrázek 17 – povlaková komora s trojnásobnou rotací [18]</i>	41
<i>Obrázek 18 – nabízený sortiment [18]</i>	41
<i>Obrázek 19 – monovrstva [19]</i>	42
<i>Obrázek 20 – multivrstvy [19]</i>	42
<i>Obrázek 21 – gradientní vrstva [19]</i>	43
<i>Obrázek 22 – nanovrstvy [19]</i>	43
<i>Obrázek 23 – nanokompozitní vrstva [19]</i>	44
<i>Obrázek 24 – trojvrstva [19]</i>	44
<i>Obrázek 25 – univerzitní frézka</i>	45
<i>Obrázek 26 – vzorek TiN</i>	46
<i>Obrázek 27 - TiCN</i>	47
<i>Obrázek 28 – vzorek TiCN - multi</i>	48
<i>Obrázek 29 - vzorek nACo</i>	49
<i>Obrázek 30 – vzorek DLC</i>	50
<i>Obrázek 31 – mikrotvrdoměr</i>	51
<i>Obrázek 32 – měřící hlava přístroje</i>	52

<i>Obrázek 33 - Indentační křivka elasticko-plastického materiálu [20].....</i>	<i>54</i>
<i>Obrázek 34 - Tvar vtisku při a) vzniku valu, b) vtažení okraje okolo vtisku [20].....</i>	<i>64</i>

SEZNAM TABULEK

<i>Tabulka 1 – Rozdělení zkoušek tvrdosti [3]</i>	19
<i>Tabulka 2 – Umístění vtisků při zkoušce tvrdosti podle Brinella [4].....</i>	22
<i>Tabulka 4 – Poměr $0,102 \cdot F/D^2$ pro různé konstrukční materiály [4].....</i>	22
<i>Tabulka 5 – Poměr $0,102 \cdot F/D^2$ pro různé konstrukční materiály [4]</i> Chyba! Záložka není definována.	
<i>Tabulka 7 – Druhy měření tvrdosti podle Vickerse [1]</i>	27
<i>Tabulka 8 - všeobecný návod pro výběr zkušebního zařízení [7]</i>	29
<i>Tabulka 9 – Rozdělení zkoušek mikrotvrdosti.....</i>	30
<i>Tabulka 10 – vlastnosti povlaku TiN [18].....</i>	46
<i>Tabulka 11 – vlastnosti povlaku TiCN [18].....</i>	47
<i>Tabulka 12 – vlastnosti povlaku TiCN- multi [18]</i>	47
<i>Tabulka 13 – vlastnosti povlaku nACo [18]</i>	48
<i>Tabulka 14 – vlastnosti povlaku DLC [18].....</i>	49
<i>Tabulka 15 – TiN</i>	56
<i>Tabulka 16 - TiCN</i>	57
<i>Tabulka 17 – TiCN - multi</i>	59
<i>Tabulka 18 - nACo</i>	61
<i>Tabulka 19 - DLC</i>	63

SEZNAM GRAFŮ

<i>Graf 1 – TiN: závislost hloubky na síle.....</i>	<i>55</i>
<i>Graf 2 – TiN: závislost času na hloubce.....</i>	<i>55</i>
<i>Graf 3 – TiN: závislost tvrdosti na maximální hloubce</i>	<i>56</i>
<i>Graf 4 – TiCN: závislost hloubky na síle</i>	<i>56</i>
<i>Graf 5 – TiCN: závislost času na hloubce</i>	<i>57</i>
<i>Graf 6 –TiCN: závislost tvrdosti na maximální hloubce</i>	<i>57</i>
<i>Graf 7 – TiCN – multi: závislost hloubky na síle.....</i>	<i>58</i>
<i>Graf 8 – TiCN – multi: závislost času na hloubce</i>	<i>58</i>
<i>Graf 9 – TiCN – multi: závislost tvrdosti na maximální hloubce</i>	<i>59</i>
<i>Graf 10 – nACo: závislost hloubky na síle</i>	<i>60</i>
<i>Graf 11 - nACo: závislost času na hloubce</i>	<i>60</i>
<i>Graf 12 – nACo: závislost tvrdosti na maximální hloubce</i>	<i>61</i>
<i>Graf 13 – DLC: závislost hloubky na síle.....</i>	<i>62</i>
<i>Graf 14 – DLC: závislost času na hloubce</i>	<i>62</i>
<i>Graf 15 – DLC: závislost tvrdosti na maximální hloubce</i>	<i>63</i>

SEZNAM PŘÍLOH

PI Hodnoty pro jedno zatěžování vzorku TiN

PŘÍLOHA PI: HODNOTY PRO JEDNO ZATĚŽOVÁNÍ VZORKU TIN

Indentation

+ Standard

Standard

+ Instrument : MHTX S/N: 01-04253

+ Hardware settings

Fn contact : 0.015 N

Approach speed : 9000.001 nm/min

Dz sensor in fine range

Load in fine range

X Position : 67419.75 μm

Y Position : 31779.50 μm

+ Measurement

Acquisition Rate : 10.0 [Hz]

Linear Loading

Max load : 0.50 N

Loading rate : 1.00 N/min

Unloading rate : 1.00 N/min

Pause : 10.0 s

Date : 4/12/2011

Time : 2:10:48 PM

Analysis n # 1

Method : Oliver & Pharr

+ Main results

HIT= 14013 MPa

EIT=248.4 GPa

Er= 220.48 GPa

E*= 272.96 GPa

HV= 1322.6 Vickers

CIT=0.96 %

RIT=-0.12 %

+ Hypothesis

Poisson's ratio(ν)=0.30

+ Additional results

Fmax= 0.50 N

hmax= 1406.11 nm

S= 0.0015 N/nm

hc= 1156.06 nm

hr= 1073.50 nm

hp= 914.12 nm

m= 1.48

Epsilon= 0.75

Ap= 35711678.69 nm_c

Welast= 98844.31 pJ

Wplast= 154070.14 pJ

Wtotal= 252914.45 pJ

nIT= 39.08 %

Analysis n # 2

Method : Martens hardness

+ Main results

CIT=0.96 %

RIT=-0.12 %

HM=8932.1 MPa

+ Hypothesis

+ Additional results

Fmax= 0.50 N
hmax= 1406.11 nm
Ap= 51938640.36 nm_c
Welast= 98844.31 pJ
Wplast= 154070.14 pJ
Wtotal= 252914.45 pJ
nIT= 39.08 %

Measured values

Time (s)	Pd (nm)	Fn (N)
0	0	0
0.075	12.2314	0.0002
0.1499	17.4967	0.0004
0.2249	19.6642	0.0006
0.2998	22.6482	0.0009
0.3748	24.5464	0.0013
0.4498	32.9496	0.0015
0.5247	42.0919	0.0016
0.5997	46.0588	0.0018
0.6746	49.3427	0.0022
0.7496	56.7269	0.0025
0.8246	63.3336	0.0027
0.8995	64.0764	0.0029
0.9745	60.3955	0.0032