Određivanje kontaktne površine indentora za instrumentiranu metodu mjerenja tvrdoće

Čujić, Iva

Master's thesis / Diplomski rad

2018

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:798868

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb







SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Iva Čujić

Zagreb, 2018.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentori:

Dr. sc. Željko Alar, izv.prof.

Student:

Iva Čujić

Zagreb, 2018.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentoru dr.sc. Željku Alaru, izv.prof. na korisnim savjetima, pomoći tijekom izrade diplomskog rada i prenesenom znanju tijekom studija u ulozi redovnog profesora.

Zahvaljujem se asistentu Matiji Sakomanu, mag.ing.mech. na neiscrpnoj pomoći u izradi diplomskog rada, posebice eksperimentalnog dijela, prijedlozima, savjetima i podršci.

Zahvaljujem se laborantima Laboratorija za mehanička ispitivanja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu na pomoći i savjetima kod eksperimentalnog dijela rada.

Zahvaljujem se gospodinu Jerku Prliću iz tvrtke Anton Paar na pozivu za sudjelovanje na konferenciji gdje je bila održana radionica i predavanje vezano uz Anton Paar-ove uređaje, te na savjetima i smjernicama.

Na kraju bih se zahvalila svojoj obitelji i prijateljima na podršci, strpljenju i razumijevanju kad god je bilo potrebno, posebno u trenucima kad sam mislila da ne mogu dalje. Oni su me uvjerili da mogu.

Iva Čujić

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE
Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	Prilog:
Klasa:	
Ur. broj:	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **IVA ČUJIĆ** Mat. br.: 0035186026

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Određivanje kontaktne površine indentora za instrumentiranu metodu mjerenja tvrdoće**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Verification of the indenter area function for instrumented indentation method**

Opis zadatka:

Instrumentirana metoda utiskivanja relativno je nova metoda za određivanje mehaničkih svojstava materijala, a temelji se na kontinuiranom praćenju opterećenja prilikom utiskivanja i dubine indentacije otiska. Jedan od izvora nesigurnosti mjerenja je definiranje koeficijanata vezanih uz kontaktnu površinu indentora koji se koriste u proračunu vrijednosti tvrdoće.
U radu je potrebno napraviti sljedeće:
1. opisati instrumentiranu metodu mjerenja tvrdoće i njenu primjenu
2. opisati problematiku određivanja kontaktne površine Berkovich indentora te njezin utjecaj na rezultate ispitivanja
3. opisati postupak umjeravanja instrumentiranog tvrdomjera
4. eksperimentalno provesti određivanje kontaktne površine Berkovich indentora i umjeravanje instrumentiranog tvrdomjera
5. analizirati dobivene rezultate i dati zaključke.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan: 27. rujna 2018.

Rok predaje rada: 29. studenog 2018.

Predviđeni datum obrane: 05. prosinca 2018. 06. prosinca 2018. 07. prosinca 2018.

Zadatak zadao: prof. dr. sc. Željko Alar

Predsjednica Povjerenstva: prof. dr. sc. Biserka Runje

SADRŽAJ

SADRŽAJ I
POPIS SLIKA II
POPIS TABLICA III
POPIS OZNAKA IV
SAŽETAK VI
SUMMARY VII
1. UVOD 1
1.1. Sljedivost mjerenja tvrdoće 2
2. METODE ODREĐIVANJA TVRDOĆE MATERIJALA 3
2.1. Statističke veličine povezane s mjerenjem tvrdoće 4
2.1.1. Točnost 4
2.1.2. Ponovljivost 4
2.1.3. Obnovljivost 5
2.2. Konvencionalni postupci određivanja tvrdoće 6
2.2.1. Brinellova metoda 7
2.2.2. Vickersova metoda 9
2.2.3. Rockwellova metoda 13
2.2.4. Knoopova metoda 15
2.3. Moderni postupci mjerenja tvrdoće 18
2.3.1. Instrumentirana metoda mjerenja tvrdoće 18
3. Indirektna provjera tvrdomjera 24
3.1. Klasični postupak indirektne provjere 24
3.2. Moderni postupak indirektne provjere 25
3.3. Umjeravanje uređaja za mjerenje tvrdoće instrumentiranom metodom indentacije 27
3.3.1. Usklađenost stroja 30
3.3.2. Projicirana površina nastala utiskivanjem indentora (A_p) 31
4. Eksperimentalni dio 33
4.1. Koraci provođenja eksperimentalnog dijela rada 34
4.2. Rezultati mjerenja 39
4.3. Analiza rezultata 48
5. Zaključak 51
LITERATURA 52

POPIS SLIKA

Slika 1. Ponovljivost rezultata [5] 4
Slika 2. Obnovljivost rezultata [6] 5
Slika 3. Ispitivanje Brinellovom metodom [8] 7
Slika 4. Prikaz indentora (1) i presjek otiska (2) [9] 10
Slika 5. Otisak pri mjerenju Vickersovom metodom [10] 10
Slika 6. Ispitivanje tvrdoće Rockwellovom metodom s indentorom u obliku stošca [9] 14
Slika 7. Ispitivanje tvrdoće Rockwellovom metodom indentorom u obliku kuglice [9] 14
Slika 8. Prikaz indentora romboidnog oblika koji se koristi za ispitivanje tvrdoće Knoopovom metodom [12] 16
Slika 9. Prikaz otiska koji ostavlja indentor kod Knoopove metode 16
Slika 10. SHIMADZU Dynamics Ultra-micro Hardness Tester [14] 19
Slika 11. Plastično i elastično područje na grafu nanoindentacije 20
Slika 12. Berkovich indentor; prikaz kuta između centralne linije i stranica piramide koji iznosi 65,27° [20] 21
Slika 13. Shematski prikaz otisaka i presjeka više vrsta indentora [21] 22
Slika 14. Prikaz otiska Berkovich indentora 23
Slika 15. Primjeri referentnih pločica tvrdoće [1,17] 24
Slika 16. Certifikat referentnog uzorka 25
Slika 17. DUH uređaj za ispitivanje nanoindentacije 33
Slika 18. Referentna pločica tvrdoće; fused silica 34
Slika 19. Prikaz postavki uređaja; konstante indentora 35
Slika 20. Prikaz parametara ispitivanja 37
Slika 21. Indentor i pripremljeni uzorak 38
Slika 22. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 100 mN 39
Slika 23. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 50 mN 40
Slika 24. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 10 mN 41
Slika 25. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 5 mN 42
Slika 26. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 2 mN 43
Slika 27. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 1 mN 44
Slika 28. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 0,5 mN 45
Slika 29. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 0,2 mN 46
Slika 30. Dijagram ovisnosti dubine indentacije h_{max} o maksimalnoj sili F_{max} 48
Slika 31. Dijagram ovisnosti površine indentacije A_p o maksimalnoj sili F_{max} 49

POPIS TABLICA

Tablica 1 Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [11] 12
Tablica 2 Parametri ispitivanja 36
Tablica 3 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 100 mN 39
Tablica 4 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 50 mN 40
Tablica 5 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 10 mN 41
Tablica 6 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 5 mN 42
Tablica 7 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 2 mN 43
Tablica 8 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 1 mN 44
Tablica 9 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 0,5 mN 45
Tablica 10 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 0,2 mN 46
Tablica 11 Izračunate vrijednosti nakon provedenog umjeravanja 47

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
A_p	μm^2	Projicirana površina nastala utiskivanjem indentora u uzorak
C	-	Konstanta za izračun korekcije porjicirane površine
C_{it}	%	Puzanje uslijed indentacije
D	mm	Promjer kuglice
d_B	mm	Promjer otiska kod Brinella
d_K	mm	Izmjerena veličina dulje dijagonale otiska indentora
d_v	mm	Srednja vrijednost izmjerene dijagonale otiska
E_i	N/mm^2	Modul elastičnosti indentora
E_{it}	N/mm^2	Modul elastičnosti indentacije
E_r	N/mm^2	Reducirani modul elastičnosti
F	N	Sila
F_0	N	Predopterećenje
F_1	N	Početko opterećenje
F_{max}	N	Maksimalna sila ispitivanja
g_n	m/s^2	Ubrzanje Zemljine sile teže
h	mm	Dubina prodiranja indentora
h_B	mm	Dubina utiskivanja kuglice
h_{max}	mm	Maksimalna dubina indentacije
h_p	mm	Trajna dubina indentacije nakon što je uklonjena sila ispitivanja
h_r	mm	Točka presijecanja tangente na krivulju ispitivanja s osi dubine indentiranja
H_{it}	N/mm^2	Tvrdoća indentacije
HB	-	Tvrdoća po Brinellu
HBW	N/mm^2	Tvrdoća po Brinellu
HK	-	Tvrdoća po Knoopu
HM	N/mm^2	Tvrdoća po Martensu
HM_s	N/mm^2	Tvrdoća po Martensu određena iz nagiba krivulje
HRB	-	Tvrdoća po Rockwellu (indentor kuglica)
HRC	-	Tvrdoća po Rockwellu (indentor stožac)
HV	-	Tvrdoća po Vickersu
*HV**	-	Vrijednost tvrdoće po Vickersu preračunatom iz H_{it}
h_0	mm	Dubina otiska pri maksimalnom opterećenju
h_2	mm	Dubina otiska nakon rasterećenja
m	-	Nagib krivulje
S	-	Nagib prilikom rasterećenja

V	-	Poissonov koeficijent ispitnog uzorka
V_i	-	Poissonov koeficijent za indentor
X	N/mm^2	Stupanj opterećenja
η_{it}	%	Udio elastičnog rada indentacije

SAŽETAK

U ovom radu je opisana je instrumentirana metoda indentacije; relativno nova metoda za ispitivanje tvrdoće i određivanje mehaničkih svojstava materijala. Metoda se temelji na kontinuiranom praćenju opterećenja prilikom utiskivanja i dubine indentacije otiska.

Budući da instrumentirana metoda određuje modul elastičnosti tijekom mjerenja, kontaktna površina je od velikog značaja za određivanje tog svojstva. Određivanje funkcije kontaktne površine je određeno uporabom referentnog materijala. Prikazuje se usporedba između ove moderne metode i klasičnih metoda; Brinell, Vickers, Rockwell i Knoop, kao i prednosti korištenja instrumentirane nanoindentacije. Opisan je problem u proizvodnji oštrog vrha indentora za nanoispitivanja.

Na temelju provedenih mjerenja izračunava projicirana površina Berkovich indentora i doneseni su zaključci.

Ključne riječi: nanoindentacija, umjeravanje, tvrdoća, Berkovich

SUMMARY

In this paper the instrumented indentation method, a relatively new method for hardness testing and determination of mechanical properties is decsribed. The method is based on the continuus monitoring of forde displacement curve during indentation.

As the instrumented method has a determination of an Elasticity modulus, during measurement, the exact contact area is of a crucial significanse to determening that properie. Determening of the indented area function is cescribed, using a certified reference material. A comparisson between this modern method, and clasical Brinell, Vickers, Rockwell, and Knoop methods is given, as well as the advantages of using an instrumented indentation test. A problematic regarding producing a indentor with a sharp tip, with the emphasis on a Berkovich indentor is given.

Based on the conducted measurements, area function of a used Berkovich indented is calculated, and conclusions have been made.

Key words: nanoindentation, calibration, hardness, Berkovich

1. UVOD

Osnovna svrha mjerenja tvrdoće jest ispitivanje prikladnosti materijala za određenu primjenu ili ispitivanje određenog postupka obrade kojem je materijal podvrgnut. Mjerenje tvrdoće je, općenito, jedna od najjednostavnijih metoda ispitivanja svojstva nekog materijala, zato je toliko razvijena i upotrebljavana.

Važnost mjerenja tvrdoće je veza između tvrdoće materijala i ostalih mehaničkih svojstava (granica razvlačenja, vlačna čvrstoća, otpornost na trošenje, žilavost, istezljivost i dr.) [1]

Među najpoznatijim metodama za mjerenje tvrdoće su Brinellova metoda, Vickersova metoda, Rockwellova metoda i Knoopova metoda. Navedene, konvencionalne, metode polako zamjenjuju instrumentirane metode mjerenja tvrdoće.

Instrumentirana metoda utiskivanja je relativno novi oblik mehaničkog ispitivanja koji značajno proširuje mogućnosti karakterizacije materijala. Razvijena je tijekom posljednja dva desetljeća te se temelji na mjerenju opterećenja prilikom utiskivanja i dubine očitavanja otiska. Poznata je po kontinuiranom praćenju dijagrama sila – dubina i utiskivanju s niskim vrijednostima opterećenja koje odabire sam mjeritelj putem računala. Sile pod kojima se uzorci ispituju mogu biti čak 1 mN.

1.1. Sljedivost mjerenja tvrdoće

Uloga sljedivosti mjerenja tvrdoće jest osiguranje da će vrijednosti tvrdoće određene na tvrdomjeru primjenom određene mjerne metode biti približno jednake, odnosno unutar propisanih vrijednosti odstupanja. Sredstva metode osiguranja sljedivosti mogu se kategorizirati u tri skupine. [1,2]

1. Mjerne skale – opis mjerne metode, odgovarajuće tolerancije veličina koje su uključene i ograničavajući uvjet okoline
2. Uređaj za mjerenje tvrdoće – mjerni istrumenti podvrgnuti cijelom nizu provjera sukladno primijenjenoj metodi i nacionalnim pravnim propisima kako bi se u konačnici osigurala pouzdanost u mjerni rezultat.
3. Prijenosni etalon – razlikuju se primarne etalonske pločice za tvrdoću; umjeravane primarnim etalonima i etaloni koji se koriste kada je zahtijevana najveća točnost, npr. umjeravanje referentnih etalona tvrdoće i referentnih pločica za tvrdoću; namijenjenih pretežno verificiranju i umjeravanju industrijskih ispitnih tvrdomjera.

2. METODE ODREĐIVANJA TVRDOĆE MATERIJALA

Tvrdoća je mehaničko svojstvo koje predstavlja otpornost materijala prema prodiranju drugog, znatno tvrđeg, tijela u njegovu strukturu, odnosno površinu.

Tvrdoća je svojstvo čvrstih tvari, dok tekućine i plinovi nemaju svojstvo tvrdoće. Također se može reći da je tvrdoća svojstvo materijala da se bez pojave deformacija suprotstavi prodiranju drugog tijela, no ona se sa strojarskog aspekta može odnositi i na otpornosti savijanju, prodiranju, abraziji ili zarezivanju. [3]

Tvrdoća se općenito može definirati po makro, mikro ili nano skali, ovisno o primijenjenoj sili.

Makrotvrdoća predstavlja ispitivanje gdje je sila opterećivanja jednaka ili veća od 49,03 N. Ova metoda se najčešće primjenjuje i to posebice za kontrolu kakvoće raznih postupaka površinske obrade. Ispitivanje može biti statičko i dinamičko, na malim uzorcima. Statičke metode imaju prednost jer se lakše provode.

Mikrotvrdoća - svrha ispitivanja tvrdoće mikro utiskivanjem je precizno proračunavanje promjena tvrdoća, namjernih ili slučajnih, u ispitivanom materijalu. Kod ispitivanja mikrotvrdoće, sila opterećivanja ne prelazi 1,96 N, a za ispitivanje se koriste Vickersova ili Knoopova metoda ispitivanja. Sam postupak je vrlo sličan standardnom Vickersovom ili Knoopovom postupku ispitivanja tvrdoće. Razlika je u tome što se radi na mikroskopskoj razini uz uređaje veće preciznosti i povećanja.

Nanotvrdoća - mogu se ispitivati uzorci debljine od 100 nm i tanki filmovi debljine < 5 nm. Sila opterećivanja je vrlo mala i kreće se oko 100 μN. Postupkom nanindentacije se, također, mogu odrediti svojstva kao što su tvrdoća, Youngov modul elastičnosti i mnoga druga svojstva za gotovo svaki materijal – mekan, tvrd, krhak ili duktilan. Nanoindentacija se provodi uz pomoć elektronskog mikroskopa pomoću kojeg se locira ispitivano područje, te se mjere otisci nakon utiskivanja. [4]

2.1. Statističke veličine povezane s mjerenjem tvrdoće

Uređaji za mjerenje tvrdoće u principu su vrlo osjetljivi, posebice kada je riječ o tvrdomjerima koji rade s malim opterećenjima (kod njih se mora posebno obratiti pozornost kod obrade, tj pripreme površine prije ispitivanja). Veličina ispitne sile mora se točno prenijeti na indentor koji mora dati kvalitetan otisak kako bi rezultat mjerenja bio vjerodostojniji. Kod mjerenja tvrdoće potrebno je obratiti pozornost na tri čimbenika; točnost, ponovljivost i obnovljivost.

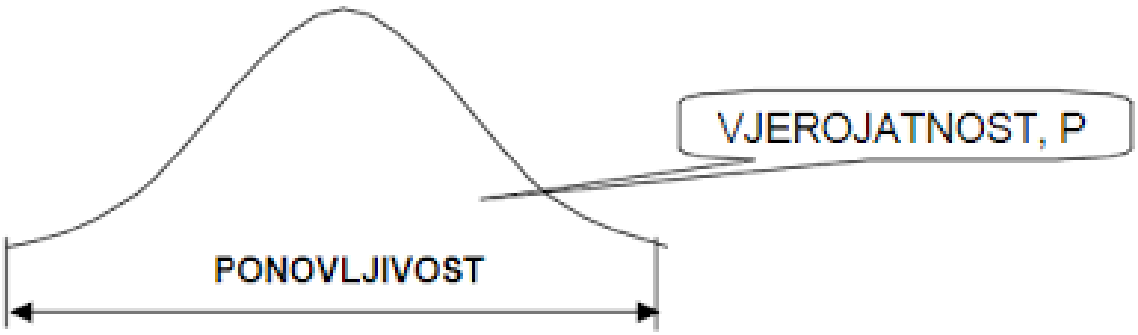
2.1.1. Točnost

Točnost je mogućnost instrumenta da precizno očita tvrdoću standardnog etalona (odnosno da uređaj bude umjeren) i da to svojstvo može prenijeti na drugi ispitni uzorak.

2.1.2. Ponovljivost

Ponovljivost predstavlja usko slaganje između rezultata uzastopnih mjerenja tvrdoće izvedenih u istim uvjetima koji podrazumijevaju. Na slici 1. je grafički prikazana ponovljivost:

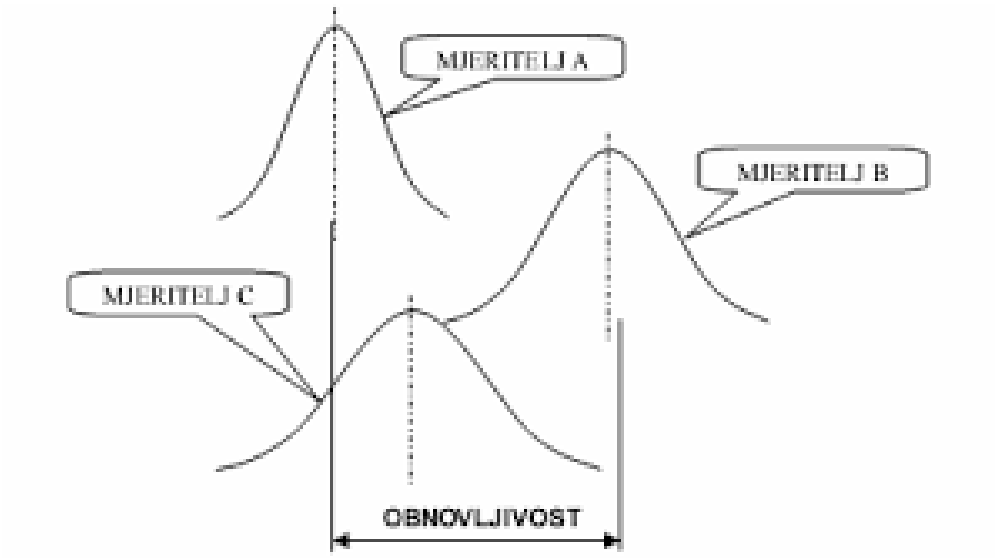
- Isti mjerni postupak
- Istog mjeritelja
- Isto mjerilo upotrebljavano u istim uvjetima
- Isto mjerno mjesto
- Ponavljanje u kratkom vremenu



Slika 1. Ponovljivost rezultata [5]

2.1.3. Obnovljivost

Obnovljivost opisuje rasipanje rezultata mjerenja dobiveno od strane većeg broja mjeritelja pri višestrukom mjerenju na istom uzorku uz korištenje istog ili različitog mjernog instrumenta. Obnovljivost rezultata je prikazana grafički na slici 2.



Slika 2. Obnovljivost rezultata [6]

2.2. Konvencionalni postupci određivanja tvrdoće

Određivanje tvrdoće se provodi u dva koraka:

1. Utiskivanje indentora u ispitni uzorak pod propisanim uvjetima
2. Mjerenje karakterističnih dimenzija otiska (srednja vrijednost promjera, srednja vrijednost dijagonale ili dubina otiska)

Kod većine metoda, osnovni princip je mjerenje veličine ili dubine otiska što je rezultat utiskivanja indentora u materijal pod određenim opterećenjem, tj silom. Te metode su pogodne za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala kod kojih je moguća trajna (plastična) deformacija.

Indentor (penetrator ili utiskivač) nije uvijek istog oblika, to ovisi o metodi ispitivanja. Može biti kuglica, stožac ili piramida. Izrađeni su od tvrdih materijala kao što je; tvrdi metal, kaljeni čelik ili dijamant). Kod materijala koji imaju vrlo malu ili nikakvu mogućnost plastične deformacije (polimeri) razvili su se postupci mjerenja tvrdoće gdje se elastična deformacija materijala mjeri u trenutku djelovanja sile.

Većina, danas, korištenih metoda mjerenja tvrdoće koristi princip mjerenja veličine otiska ili dubine i prodiranja indentora, pa je i mjerenje tvrdoće direktno povezano s mjerenjem dviju fizikalnih veličina, a to su duljina i sila.

Razvojem tehnologije, samim time i uređaja za ispitivanje, ostvaren je velik napredak na području ispitivanja tvrdoće posebice kod korištenja ultra mikro tvrdomjera i nanotvrdomjera. Samo jednim mjerenjem, navedeni uređaji daju veliki broj vrijednosti, odnosno svojstava ispitnog uzorka.

Na području mjerenja tvrdoće koristi se veliki broj različitih metoda i pripadajuće opreme, a izbor odgovarajuće metode najčešće se provodi prema vrsti materijala. Mjerenje tvrdoće je valjano ako su dobiveni rezultati na različitim mjestima kompatibilni u okviru određenog intervala mjerne nesigurnosti. S obzirom na materijale, metode za ispitivanje tvrdoće mogu se svrstati u dvije skupine:

- Metode za ispitivanje tvrdoće metalnih materijala
- Metode za ispitivanje tvrdoće elastomera i ostalih polimera

Ispitivanje tvrdoće metalnih materijala dijeli se u dvije kategorije;

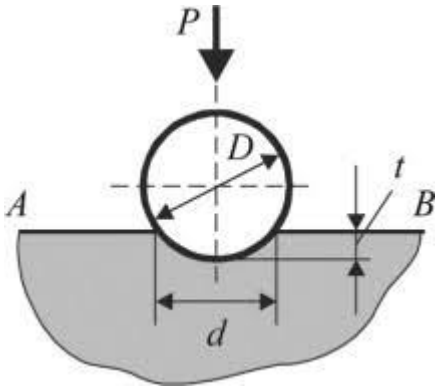
- Direktne metode
- Indirektne metode

Pod direktnu metodu za ispitivanje tvrdoće materijala spada statičko ispitivanje tvrdoće što podrazumijeva ispitivanje pod silom i ispitivanje nakon rasterećenja sile koje je najzastupljenije. Ispitivanje nakon rasterećenja sile se dijeli na ispitivanja koja se baziraju na; omjeru između sile i površine otiska (Brinell i Vickers), dubinu prodiranja indentora (Rockwell, HBT (modificirana Brinell-ova metoda) i Shore) i omjer između sile i projicirane površine otiska (Knoop). Manje zastupljeno, dinamičko ispitivanje, se provodi mjerenjem energije i na osnovu rezultata određuje tvrdoća ispitanog materijala.

Danas najčešće primjenjivane metode za mjerenje tvrdoće metalnih materijala su; Brinell, Rockwell, Knoop i Vickers. Osnova tih metoda je u statičkom djelovanju sile opterećivanja.

2.2.1. Brinellova metoda

Za nastanak metode zaslužan je švedski inženjer Johan August Brinell (1849. – 1925.). Ispitivanje tvrdoće po Brinellu opisano je sukladno normi HRN EN ISO 6506-1:2014. Tvrdoća po Brinellu (oznake HB) je omjer primijenjene sile i površine otiska. Kod ove metode tijelo koje se utiskuje u ispitni materijal je kuglica od tvrdog metala standardnih promjera 10 mm, 5 mm, 2,5 mm i 1 mm. Uređaj za mjerenje tvrdoće po Brinellu ostvaruje sile utiskivanja od 9,807 N, pa do 29,42 kN ovisno o ispitivanom materijalu i promjeru kuglice koja se koristi. Prilikom izvedbe samog mjerenja, indentor (kuglica) se utiskuje u ispitni uzorak pod djelovanjem određenog opterećenja. Opterećenje se obično primjenjuje u trajanju od 10 do 15 sekundi za slučaj ispitivanja čeličnih materijala ili materijala na osnovi željeza, a za ostale mekše materijale opterećenje mora biti barem 30 sekundi. Ispitivanje Brinell metodom prikazana na slici 3. [7]



Slika 3. Ispitivanje Brinellovom metodom [8]

Tvrdoća po Brinellu dobiva se iz omjera primijenjene sile i površine otiska;

$$HB = (F \text{ x } 0{,}102)/S \tag{1}$$

gdje su

F, N – sila

S, mm^2 – površina otiska nakon utiskivanja kuglice

$$S = \pi D h_b, \text{ mm}^2 \tag{2}$$

gdje su:

D, mm – promjer kuglice

h_B, mm – dubina utiskivanja kuglice

Dubinu utiskivanja možemo dobiti na temelju promjera kuglice i otiska, pa vrijedi sljedeće;

$$h_B = \frac{D - \sqrt{D^2 - {d_B}^2}}{2}, \text{mm} \tag{3}$$

gdje je:

d_B, mm – dubina prodiranja kuglice

Obzirom da se ovom metodom ne mjeri dubina prodiranja kuglice nego promjer otiska d_B, dobiva se sljedeći izraz za tvrdoću po Brinellu:

$$HBW = \frac{0{,}204\ F}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - {d_B}^2}\right)}, \text{ N/mm}^2 \tag{4}$$

Promjer otiska tipično iznosi 2 mm – 6 mm. Kako otisak često nije oblika idealnog kruga potrebno je izmjeriti dva međusobno okomita promjera (d_{B1} i d_{B2}) iz kojih se računa aritmetička sredina promjera d_B. Mjerenje je ispravno ukoliko se promjer osnovice otiska

kreće u rasponu od 0,24D do 0,6D. Ukoliko je promjer otiska d_B < 0,24D znači da je primijenjena sila premala, odnosno ukoliko je d_B > 0,6D sila utiskivanja je prevelika. Zbog toga je uveden stupanj opterećenja X koji određuje silu utiskivanja F ovisno o promjeru kuglice i vrsti materijala, a time i veličinu otiska. Stupanj opterećenja definiran je izrazom;

$$X = 0,\ 102\ (F/D^2),\ \mathrm{N/mm^2} \tag{5}$$

Ova metoda se koristi za meke i srednje tvrde materijale. Za tvrdoće do 450 HB koristi se kuglica od kaljenog čelika, a za tvrdoće do 650 HB se koristi kuglica od tvrdog metala [9].
Prednosti Brinellove metode:

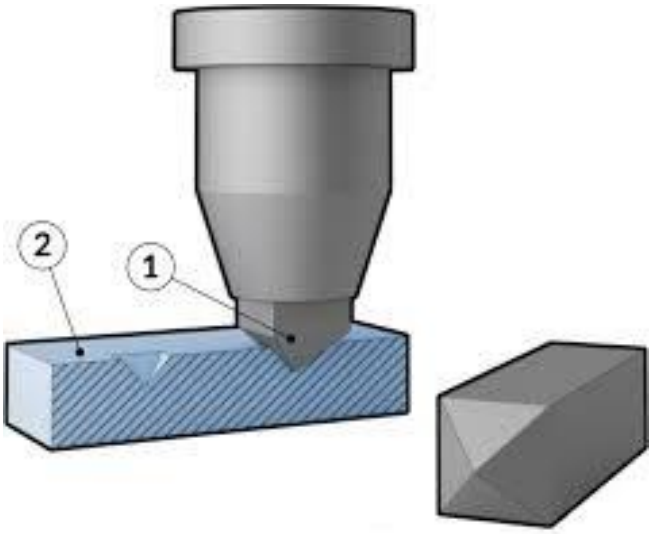
- Lako mjerenje veličine otiska, dovoljno je mjerno povećalo
- Metoda je selektivna – široko mjerno podruje od 0 do 650 jedinica
- Jednostavna priprema površine – dovoljno je grubo brušenje

Nedostaci Brinellove metode:

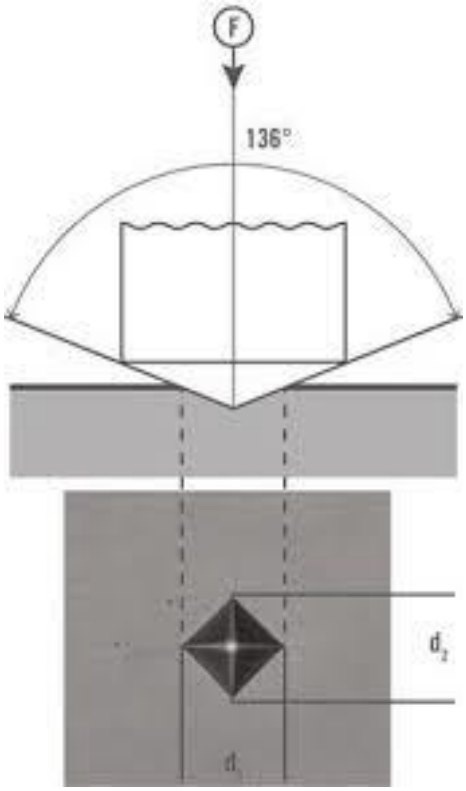
- Ne mogu se mjeriti visoke tvrdoće
- Tvrdoća je ovisna o opterećenju, pa treba odabrati odgovarajuću silu utiskivanja
- Otisak je relativno velik, pa funkcionalno ili estetski oštećuje izgled površine (ukoliko se tvrdoća mjeri na proizvodu, a ne na uzorku) [9]

2.2.2. Vickersova metoda

Kod Vickersove metode uklonjena su dva osnovna nedostatka Brinellove metode, a to su: ograničenost područja mjerenja i ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja. Ova metoda je slična Brinellovoj metodi. Razlika je u tome što je indentor četverostrana istostranična piramida s vršnim kutom od 136° izrađenim od dijamanta. Vršni kut istostranične četverostrane piramide u praksi nikad nije uistinu 'vrh' jer je obradom vrlo teško, gotovo nemoguće to dobiti, ali se teži da bude što vjerodostonije teorijskom obliku. Metoda se primjenjuje za tvrde i meke materijale. Ispitivanje tvrdoće po Vickersu opisano je sukladno normi HRN EN ISO 6507-1:2018
Na slici 4. je prikazan je indentor (1) i otisak u presjeku (2), a otisak pri mjerenju Vickersom metodom prikazan je na slici 5.



Slika 4. Prikaz indentora (1) i presjek otiska (2) [9]



Slika 5. Otisak pri mjerenju Vickersovom metodom [10]

Vickersova tvrdoća je bezdimenzijska veličina, a uz iznos tvrdoće navodi se i primijenjena sila utiskivanja; npr. 500 HV10 što znači da izmjerena tvrdoća iznosi 500 HV i da je dobivena utiskivanjem indentora silom od 10•9,81 N u trajanju od 10 sekundi do 15 sekundi. Ukoliko je trajanje utiskivanja produljeno, navodi se također u oznaci (npr. 20 HV1/30 što znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 20 HV, sila utiskivanja 1×9,81 N a trajanje utiskivanja 30 sekundi.

Minimalna debljina uzorka mora biti 1,5 d_v (d_v – srednja vrijednost izmjerene dijagonale otiska). Prilikom mjerenja razmak između otisaka mora biti veći od 2,5 d_v kako bi se izbjeglo mjerenje u već očvrsnutom području. Ovo pravilo vrijedi za čelike i Cu-legure, dok u slučaju lakih metala i, olovnih i kositrenih legura otisci moraju biti razmaknuti na udaljenost od minimalno 3 d_v. Vrijeme utiskivanja indentora iznosi 10 do 15 sekundi (osim ako nije posebno naznačeno), dok brzina spuštanja indentora za mjerenje mikrotvrdoće ne smije biti veća od 0,2 mm/s. Mjerenje se provodi pri temperaturi od 10 °C do 35 °C, dok optimalni uvjeti ispitivanja zahtijevaju temperaturu od 23±5 °C. Za vrijeme mjerenja ne smije biti nikakvih vibracija jer bi one mogle utjecati na rezultate mjerenja.

Po definiciji, tvrdoća po Vickersu izračunava se izrazom:

$$HV = \text{konstanta} \bullet (\text{ispitna sila/površina otiska}) \tag{6}$$

gdje konstanta predstavlja recipročnu vrijednost ubrzanja zemljine sile teže:

$$\text{konstanta} = 1/g_n = 1/9{,}80665 \approx 0{,}102 \tag{7}$$

pa Vickersovu tvrdoću opisuje sljedeća jednadžba:

$$HV = (0{,}102 \bullet F) / S \tag{8}$$

gdje je:

F, N – sila utiskivanja

S, mm^2 – površina otiska nakon rasterećenja

Površina otiska izražava se pomoću dijagonale baze otiska (kvadrata), pa tako matematički izraz za izračun vrijednosti Vickersove tvrdoće poprima sljedeći oblik:

$$HV = 0{,}102\ \frac{2\ F\ \sin(\frac{136°}{2})}{{d_v}^2} \approx 0{,}1891\ \frac{F}{{d_v}^2} \tag{9}$$

gdje je:

F, N – sila indentacije

d_v, mm – srednja vrijednost dvije izmjerene dijagonale otiska

Uobičajene vrijednosti sile kod Vickersove metode iznose 49,03 N do 980,7 N. No kod Vickersove metode koriste se i niža opterećenja. Ukoliko primijenjena sila utiskivanja iznosi od 1,961 N do 49,03 N radi se o semi-mikrotvrdoći ili mezo-tvrdoći. Mjerenje semi-mikrotvrdoće provodi se prvenstveno pri ispitivanju tvrdoće tankih uzoraka te tankih slojeva. Za mjerenje mikrotvrdoće rabe se još niža opterećenja 0,09807 N ≤ F ≥ 1,961 N i time je omogućeno mjerenje tvdoće pojedinih faza (npr. kristalnih zrna u mikrostrukturi materijala)
U Tablici 1. Prikazane su sile opterećenja za Vickersovu metodu uz napomenu da se kod konvencionalne tvrdoće smiju primjenjivati ispitne sile veće od 980,7 N, dok su ispitne sile za mikrotvrdoću preporučljive. [11]

Tablica 1 Vrijednosti sila opterećivanja za Vickersovu metodu [11]

Konvencionalna tvrdoća		**Semi-mikrotvrdoća**		**Mikrotvrdoća**	
Oznaka	Ispitna sila *F*,N	Oznaka	Ispitna sila *F,* N	Oznaka	Ispitna sila *F*, N
HV 5	49,03	HV 0.2	0,961	HV 0,01	0,09807
HV 10	98,07	HV 0.3	2,942	HV 0,015	0,1471
HV 20	196,07	HV 0,5	4,903	HV 0,02	0,1961
HV 30	294,2	HV 1	9,807	HV 0,025	0,2452
HV 50	490,3	HV 2	19,61	HV 0,05	0,4903
HV 100	980,7	HV 3	29,42	HV 0,1	0,9807

Prednosti Vickersove metode:

- Jedina skala koja pokriva kompletni raspon tvrdoće
- Široki raspon primijenjenih sila kako bi se zadovoljilo svaki područje primjene
- Spada u skupinu nerazornih ispitivanja (uzorak se može koristiti nakon ispitivanja)

- Neovisnost tvrdoće o primijenjenoj sili utiskivanja

Nedostaci Vickersove metode:

- Glavni nedostatak je potreba za mjernim mikroskopom u svrhu mjerenja veličine otiska
- Relativno spora metoda mjerenja
- Složenija priprema ispitne površine. Površinu nije dovoljno grubo i fino brusiti, već mora biti i polirana

2.2.3. Rockwellova metoda

Za razliku od Brinellove i Vickersove metode, kod Rockwellove metode se ne mjeri veličina otiska nego dubina prodiranja indentora. Zato se kod Rockwella vrijednost tvrdoće očitava na mjernoj skali tvrdomjera nakon rasterećenja. Ispitivanje tvrdoće po Rockwellu opisano je sukladno normi HRN EN ISO 6508-1:2016

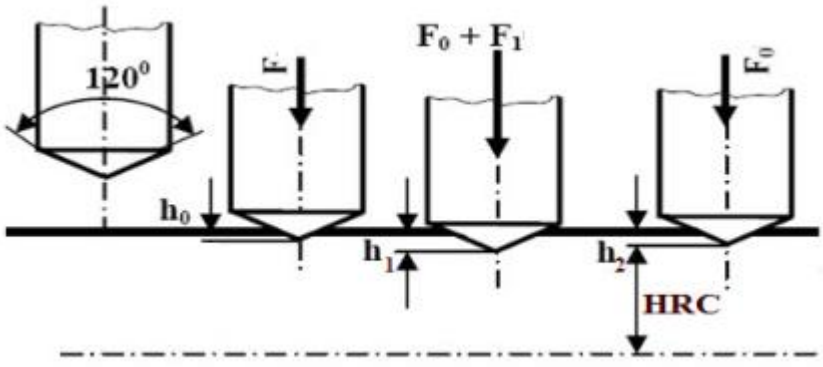
Specifično za Rockwellovu metodu je to što postoje dva indentora:

- Kuglica
- Stožac

Koja se vrsta indentora koristi može se razaznati iz oznake za tvrdoću; ako je u pitanju *HRC* onda je primijenjen stožac kao indentor (zbog zadnjeg slova C koji je početno slovo engleske riječi 'cone' što znači stožac), dok oznaka *HRB* znači da je primijenjena kuglica kao indentor (zbog zadnjeg slova B koji je početno slovo engleske riječi 'ball' što znači kuglica). Osim spomenutih Rockwellovih metoda *HRB* i *HRC*, postoji još cijeli niz drugih ljestvica Rockwellove tvrdoće. Princip mjerenja je uvijek jednak, samo je razlika u indentoru, veličini predopterećenja i glavnog opterećenja.

Sam postupak se sastoji od više koraka; za početak se indentor opterećuje predopterećenjem F_0 čime se dobije i početna točka za mjerenje prodiranja indentora. Nakon toga zadaje se početno opterećenje F_1 i potom rasterećenje do vrijednosti predopterećenja kada dolazi do povrata indentora uslijed elastičnosti materijala. Dubina na kojoj se nalazi indentor nakon elastičnog povrata definira vrijednost tvrdoće materijala.

Na slici 6. prikazana je indentacija pri ispitivanju tvrdoće Rockwellovom metodom s indentorom u obliku stošca.



Slika 6. Ispitivanje tvrdoće Rockwellovom metodom s indentorom u obliku stošca [9]

Tvrdoća po *HRC* metodi određuje se po izrazu

$$HRC = 100 - h/0{,}002 \tag{10}$$

gdje je:

h, mm – dubina prodiranja indentora

$$h = h_2 - h_0, \text{ mm} \tag{11}$$

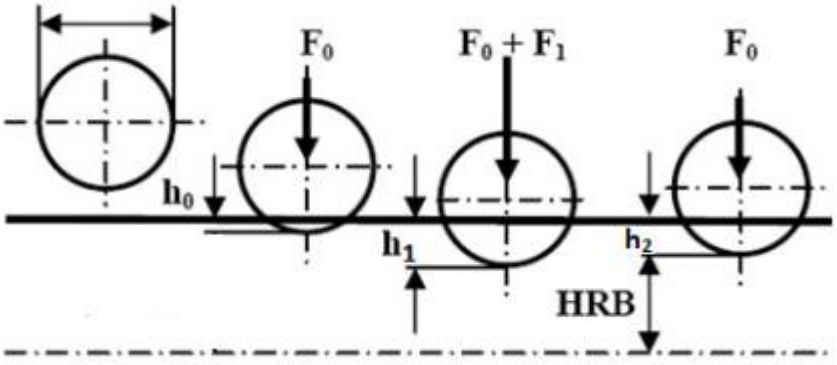
gdje je:

h_2, mm – dubina otiska nakon rasterećenja

h_0, mm – dubina otiska pri maksimalnom opterećenju

Mjerno područje *HRC* metode je od 20 HRC do 70 HRC.

Na slici 7. prikazana je indentacija pri ispitivanju tvrdoće Rockwellovom metodom s indentorom u obliku kuglice.



Slika 7. Ispitivanje tvrdoće Rockwellovom metodom indentorom u obliku kuglice [9]

Za ispitivanje tvrdoće uporabom kuglice kao indentora koristi se ista metoda za izračun tvrdoće, s malim izmjenama u formuli:

$$HRB = 130 - h/0{,}002 \quad (12)$$

gdje je:

h, mm – dubina prodiranja indentora

$$h = h_2 - h_0, \text{ mm} \quad (13)$$

gdje je:

h_2, mm – dubina otiska nakon rasterećenja

h_0, mm – dubina otiska pri maksimalnom opterećenju

Mjerno područje za HRB metodu je od 35 HRB do 100 HRB.

Rockwellova HRB metoda se koristi za meke i srednje tvrde materijale (npr. aluminij, meki čelik, Cu-legure i sl.), dok se HRC metoda koristi za tvrde materijale (npr. toplinski obrađeni čelici).

Prednosti Rockwellove metode:

- Mjerenje je brzo, tvrdoća se direktno očitava na skali tvrdomjera
- Nije potrebna detaljna priprema površine, dovoljno je grubo brušenje i odmašćivanje

Nedostaci Rockwellove metode:

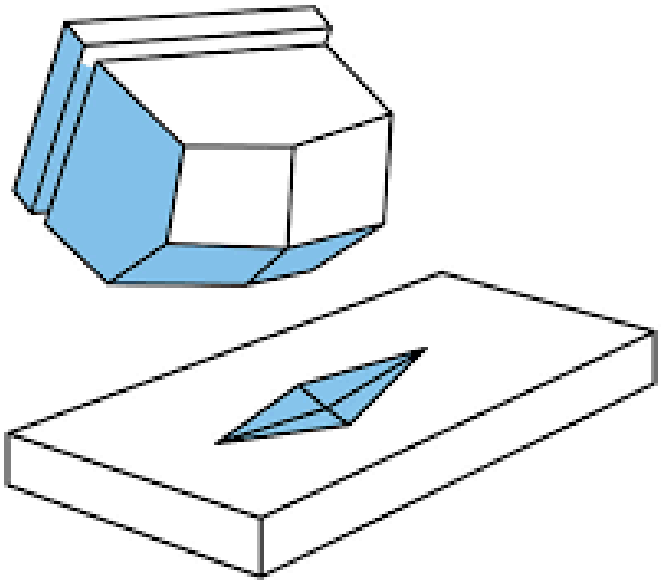
- Slaba selektivnost metode. Teoretsko mjerno područje Rockwell HRC metode kreće se od 0 do 100 HRC, ali u praksi koristi se samo onaj dio područja od 20 HRC do 70 HRC. Zato se ova metoda koristi samo u pogonima i to isključivo na toplinski obrađenim čelicima.
- Nepreciznost - ± 2 HRC

2.2.4. Knoopova metoda

Knoopova metoda je vrlo slična Vickersovoj metodi ispitivanja tvrdoće materijala, ali je razlika u obliku indentora koji je romboidnog oblika, tj otisak koji daje indentor je u obliku romba s kutevima između nasuprotnih ploha koje iznose 172,5°, odnosno 130° u odnosu na uzdužnu os indentora. Indentor je, također, kao i kod Vickersove metode izrađen od

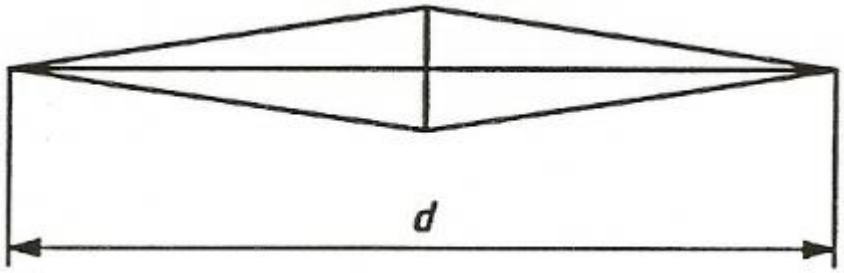
dijamanta. Ispitivanje tvrdoće po Knoopu opisano je sukladno normi HRN EN ISO 4545-1:2018.

Na slici 8. je prikazan oblik indentora koji se koristi pri ispitivanju tvrdoće Knoopovom metodom.



Slika 8. Prikaz indentora romboidnog oblika koji se koristi za ispitivanje tvrdoće Knoopovom metodom [12]

Kod Knoopove metode mjeri se samo jedna dijagonala otiska (dulja dijagonala; za razliku od Vickersove metode gdje se mjeri aritmetička sredina dviju dijagonala) na način da se prvotno indentor opterećuje silom *F* na površinu ispitnog uzorka, nakon 10 do 15 sekundi, koliko traje utiskivanje, uzorak se rasterećuje i indentor se podiže, tj odvaja od uzorka. Na ispitnom uzorku ostaje romboidni otisak kao što je prikazano na slici 9.



Slika 9. Prikaz otiska koji ostavlja indentor kod Knoopove metode

Prilikom očitanja veličine otiska potrebna je velika preciznost jer se radi o malim silama utiskivanja, pa time i malim otiscima. Zbog malih opterećenja, mjerenje je potrebno provesti na što manje vibracija jer one mogu štetno utjecati na rezultat mjerenja. Ispitivanje treba provesti na sobnoj temperaturi (23 ± 5 °C). Udaljenost između rubova dva susjedna otiska postrance smještena mora biti najmanje 2,5 puta duljina kraće dijagonale. Za otiske koji su orijentirani tako da leže u smjeru dulje dijagonale minimalna udaljenost treba odgovarati barem jednom duljini dulje dijagonale.

Tvrdoća po Knoopu se računa po izrazu:

$$HK = 0{,}102 \text{ x } (F/cd_K^2) \tag{14}$$

gdje su:

F, N – primijenjena sila utiskivanja

d_K, mm – izmjerena veličina dulje dijagonale otiska indentora

c – konstanta indentora

Konstanta indentora povezuje projiciranu površinu otiska s kvadratom duljine duže dijagonale. Konstanta indentora je funkcija geometrije piramide. Bilo bi idealno da je konstanta indentora 0,07028. Izračunava se na sljedeći način:

$$c = \frac{\tan\frac{\beta}{2}}{2\tan\frac{\alpha}{2}} \tag{15}$$

Nakon uvrštavanja konstante c u formulu, može se dobiti pojednostavljeni oblik formule za izračun tvrdoće po Knoopu:

$$HK = 1{,}451\ F/d_K^2 \tag{16}$$

Zbog male dubine utiskivanja, potrebno je dobro pripremiti površinu uzorka. Preporučljivo je da površina uzorka bude obrađena klasičnim poliranjem ili elektroničkim poliranjem.

2.3. Moderni postupci mjerenja tvrdoće

2.3.1. Instrumentirana metoda mjerenja tvrdoće

Instrumentirana metoda utiskivanja je relativno novi oblik mehaničkog ispitivanja koji značajno proširuje mogućnosti karakterizacije materijala. Razvijena je tijekom posljednja dva desetljeća Široke su mogućnosti odabira opterećenja, kao što je, na primjer, 1 mN. Analizom krivulja opterećivanja i rasterećivanja mogu se donijeti zaključci o svojstvima površinskog sloja uzorka koji se ispituje. Prednosti nanoindentacije su mnogobrojne. Podaci o opterećenju i rasterećenju sadrže mnogo informacija iz kojih se mogu odrediti brojna svojstva. Instrumentirana metoda utiskivanja se upotrebljava i za procjenu lomne žilavosti pomoću optičkog mjerenja duljine pukotina koje su nastale na uglovima otisaka tvrdoće uporabom posebnih oštrih indentora [13]. Metoda nanoindentacije se provodi instrumentima izrazito visoke rezolucije koji kontinuirano prate opterećenje i pomak indentora te se na taj način dobivaju podaci o tvrdoći H i modulu elastičnosti E.

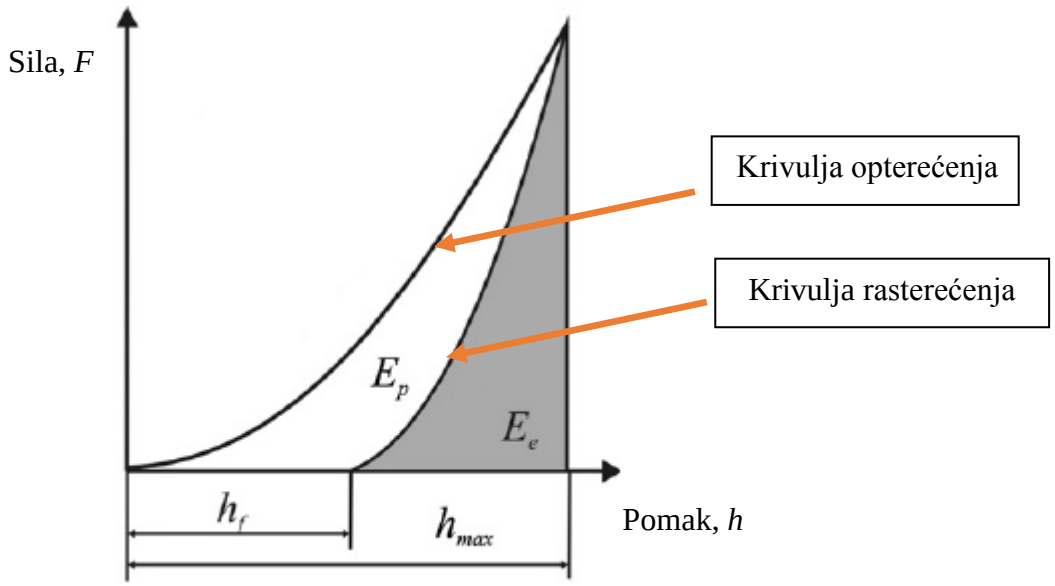
U slučaju da se ispituje uzorak koji je prevučen prevlakom, da bi se provelo ispitivanje tvrdoće, prvo je potrebno provesti potrebne mjere predostrožnosti u vidu pripreme ispitivanog predmeta, a to se prvenstveno odnosi na to da debljina prevlake mora bili barem 10 puta veća od dubine utiskivanja indentora jer se time mogu ukloniti utjecaju osnovnog materijala na prevlaku tj. na izmjerenu tvrdoću. Osnovni materijal utječe na izmjerenu tvrdoću i ostala mehanička svojstva. Primjenom veće sile, odnosno dubljim prodiranjem indentora, osnovni materijal sve više utječe na vrijednosti određene instrumentiranom metodom utiskivanja. Uzorak se najčešće priprema na način da se izvede poprečni presjek uzorka i prevlake te se tako s većom sigurnošću može utvrditi tvrdoća prevlake. Općenito vrijedi; što je manja sila utiskivanja, veća je potreba za detaljnom pripremom površine prije ispitivanja.

Primjer uređaja za mjerenje tvrdoće instrumentiranom metodom je Dynamics Ultra-micro Hardness Tester, koji je ujedno i uređaj koji je korišten u eksperimentalnom dijelu ovog rada. Model je DUH-211/211S. Proizvođač je Shimadzu, Japan. Uređaj je prikazan na slici 10.



Slika 10. SHIMADZU Dynamics Ultra-micro Hardness Tester [14]

Za ispitivanje tvrdoće i ostvarivanje karakteristične krivulje korištena je opcija opterećivanje – rasterećivanje pri čemu se kontinuirano prati sila do zadane vrijednosti koja ovisi o materijalu koji se ispituje, te dubina utiskivanja paralelno sa silom. Također prije početka samog ispitivanja, za svaki materijal potrebno je podesiti parametre u programu na računalu koji koristimo za mjerenje tvrdoće, tj. koji je povezan s uređajem. Kao i kod većine metoda za ispitivanje tvrdoće, posebice onih kod kojih se upotrjebljuje mala sila, potrebno je adekvatno pripremiti površinu; ispolirati i prije samog mjerenja prebrisati alkoholom kako bi se uklonila i najmanja nečistoća zbog koje bi, eventualno, došlo do velikih oscilacija u izmjerenim vrijednostima. Na slici 11. prikazano je elastično i plastično područje na grafu sila-dubina.



Slika 11. Plastično i elastično područje na grafu nanoindentacije

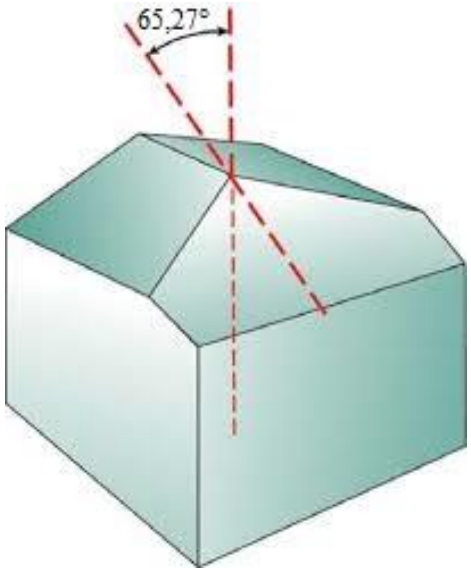
Obzirom da se jednim mjerenjem dobije niz rezultata koji se kasnije mogu koristiti u raznim izračunima, kao mana ispitivanja ovim uređajem se može navesti brzina, odnosno spor način mjerenja što podrazumijeva da jedno ispitivanje traje u prosjeku jednu minutu (ovisno o zadanoj maksimalnoj sili) i ručno pomicanje uzorka za novo ispitivanje.

Ispitivanje se provodi utiskivanjem indentora trostrane Berkovich piramide poznatog oblika i geometrije u materijal koji se ispituje, te se mjeri ovisnost sile i dubine utiskivanja. Podaci se najčešće dobivaju iz punog ciklusa opterećenja, odnosno iz jednog utiskivanja indentora u materijal, tj. opterećenja i rasterećenja.

Važno je napomenuti da se vrh Berkovich indentora troši s vremenom. Nakon mnogobrojnih mjerenja više vrh nije savršeno oštar što daje za posljedicu neprecizne rezultate mjerenja, kako tvrdoće, tako i dubine indentacije i dr. Često postavljeno pitanje je zašto se ne koristi Vickersov, također dijamantni, indentor. Problem kod Vickersovog indentora je vrh četverostrane piramide koji je jako tešto dobiti obradom.

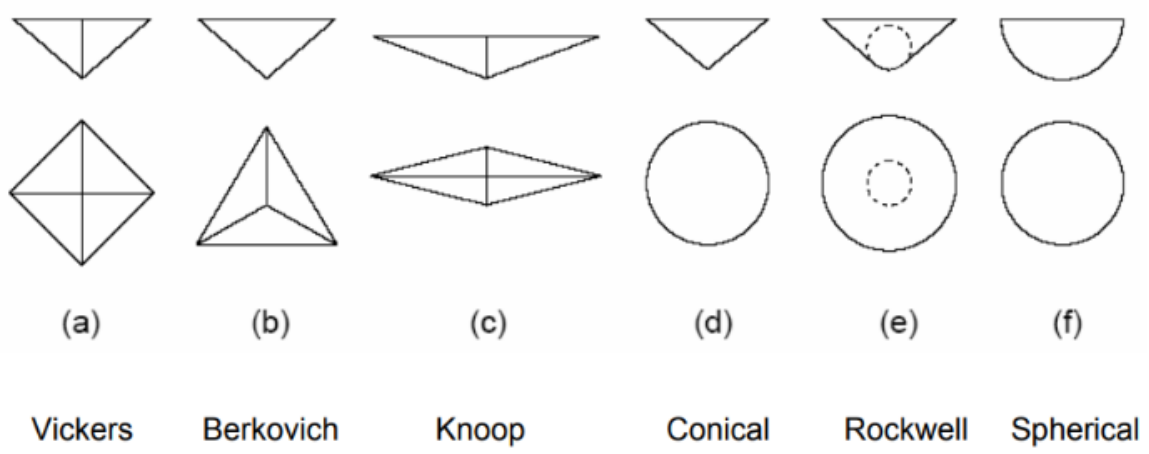
Berkovich indentor je oblika trostrane piramide s kutom od 115° (Berkovich indentor može imat i kut od 100°) što je velik kut koji smanjuje utjecaj trenja. Izvorni oblik BErkovich indentora izumio je ruski znanstvenik E. S. Berkovich 1950. godine. Berkovich indentor se najčešće koristi u metodama za ispitivanje nanotvrdoće materijala. Njegova

geometrija temelji se na kutu od 65,27° između centralne linije i stranica piramide. Na slici 12. prikazan je Berkovich indentor



Slika 12. Berkovich indentor; prikaz kuta između centralne linije i stranica piramide koji iznosi 65,27° [20]

Ovaj tip indentora je pogodan za nanoindentacijska mjerenja iz razloga što tri stranice piramide omogućuju puno oštriji vrh nego četverostrana Vickersova piramida, pa je stoga pogodniji za nanoindentaciju. Pogodan je za ispitivanje, općenito, tvrdoće, svojstava tankih prevlaka, polimera, ispitivanje svojstava 'grebanjem' (eng. *scratch test).* Također, trostrana piramida omogućuje puno bolju i precizniju kontrolu procesa nanoispitivanja. Berkovich indentor je idealan za većinu ispitivanja nanoindentacijom, ne oštećuje se lako i lako se proizvodi. Na slici 13. su prikazani otisci i poprečni presjeci raznih indentora.



Slika 13. Shematski prikaz otisaka i presjeka više vrsta indentora [21]

Svi indentori imaju jednaku težinu i jednako su dugi, pa je lako zamijeniti indetor.

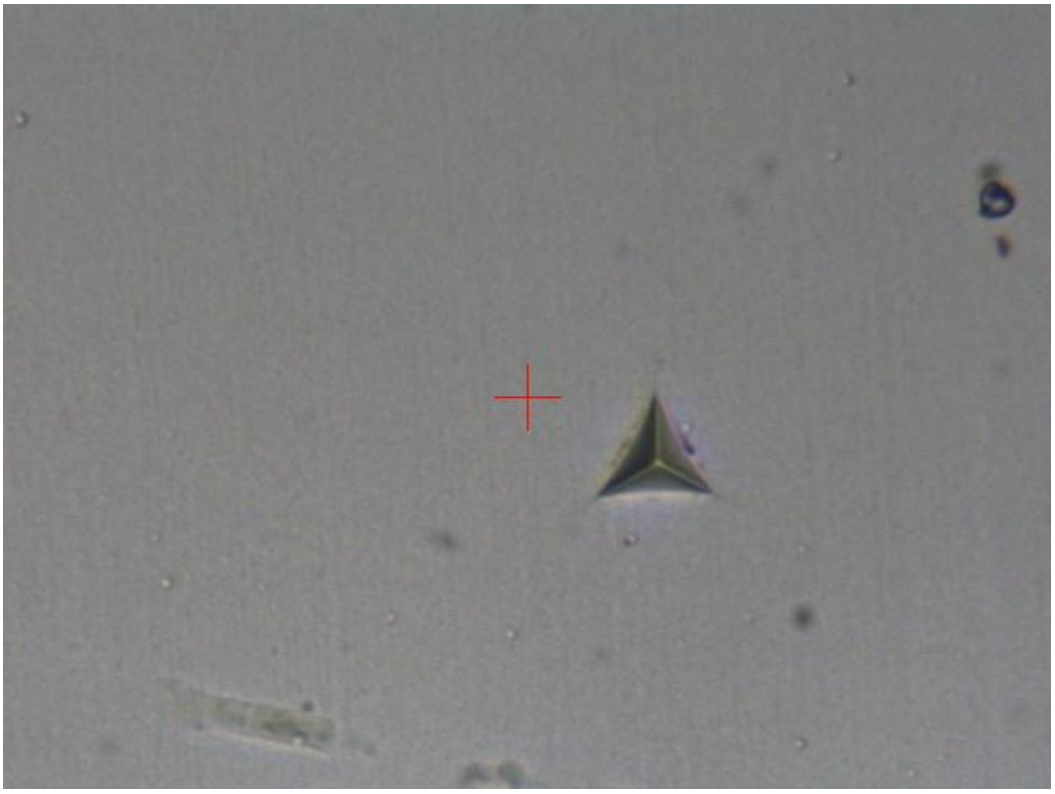
Prednosti Berkovich indentora:

- Pogodan za mjerenje vrlo tankih filmova, prevlaka i polimera
- Oštar
- Dobro definiran tip geometrije

Nedostaci Berkovich indentora:

- Elastično – plastična promjena nije jasno definirana

Na slici 14. prikazan je otisak BErkovich indentora.



Slika 14. Prikaz otiska Berkovich indentora

Instrumentirana metoda ispitivanja tvrdoće se najčešće koristi za ispitivanje prevlaka i za ispitivanje pojedinih elemenata u mikrostrukturi materijala. Kod ispitivanja prevlaka vrlo je bitno da otisak bude mali, odnosno relativno plitak da osnovni materijal ne utječe na rezultate ispitivanja prevlake. Ukoliko se upotrijebi prevelika sila, kod tankih prevlaka, osnovni materijal ima utjecaj na rezultat. U većini slučajeva prevlake služe kako bi materijal bio otporan na trošenje, tj prevlake uglavnom imaju veću tvrdoću nego sam osnovni materijal. Ukoliko se primjeni velika sila, tj. velika dubina pri ispitivanju, osnovni materijal će utjecati na izmjerenu tvrdoći, te će uređaj pokazati manju tvrdoću prevlake nego što ona zapravo je. [15]

3. Indirektna provjera tvrdomjera

3.1. Klasični postupak indirektne provjere

Referentni materijal je materijal koji se koristi u svrhe umjeravanja instrumenata, vrjednovanje mjernih metoda i/ili pridruživanje vrijednosti svojstvu materijala. Drugi naziv za referentne materijale tvrdoće jest referentne pločice tvrdoće. Referentni materijal, po definiciji, mora biti homogene strukture. [1]

Referentne pločice moraju zadovoljiti tri osnovna svojstva [16]:

- Jednolikost tvrdoće (ujednačenost)
- Postojanost tvrdoće tijekom vremena (stabilnost)
- Pouzdanost referentnih vrijednosti

Na slici 15. prikazano je više vrsta referentnih pločica tvrdoće koje se razlikuju po dimenzijama, materijalu i obliku. Upotrebljuju se ovisno o skali (mjernoj metodi).



Slika 15. Primjeri referentnih pločica tvrdoće [1,17]

Od tri osnovna svojstva referentnih pločica, najvažnije je jednolikost tvrdoće po cijeloj ispitnoj površini. Prilikom umjeravanja, na referentnoj pločici mora se izmjeriti najmanje pet vrijednosti tvrdoće u pet točaka pločice. Tih pet točaka biti će reprezentativno za cijelu ispitnu površinu ukoliko je ispitna pločica proizvedena ispravno. Jednolikost tvrdoće, najvećim dijelom, ovisi o kvaliteti materijala, načinu dobivanja, kao i o naknadnoj toplinskoj i površinskoj obradi. Materijal, način dobivanja i toplinska obrada moraju biti pomno odabrani kako bi se postigla homogena mikrostruktura.

3.2. Moderni postupak indirektne provjere

U ovom radu, kao referentni materijal korišten je **silicijev dioksid** (*eng. fused silica)* čiji je certifikat sa svim svojstvima prikazan na slici 16.



Anton Paar Made in Switzerland CE
Type Certified silica sample
S/N 1000056790

Anton Paar

Sample certificate

Instrumented indentation reference sample

Material	**Fused Silica**	Certification date	**2017-10-31**
S/N	**FS-A-0717-75**	Certification location	**Anton Paar TriTec**
Certified plane strain Modulus	**E* = 75.1 ±0.3 GPa**	Certified by	**BEn**

This sample is certified by instrumented indentation technique using comparison measurements with a national certified block. The measurements performed for that comparison are based on the ISO 14577 "Instrumented Indentation Test for Hardness and Material Parameters".

National certified block

Name of block :	Instrumented indentation reference block RSF-0001
Material :	Fused Silica
Certified by :	National Physical Laboratory
Method :	Pulse-Echo Ultrasonics
Certified parameter :	Plane strain Modulus, E*

Certification parameters

Instrument type :	Anton Paar TriTec Nanoindentation Tester, NHT^2
Shape of indenter :	Berkovich
Type of test :	Standard indentation with 10 s pause at F_m
Type of loading :	Linear loading/unloading rate (dF/dt = constant)

Dimensions

Sample dimensions :	Ø 25 mm ; thickness 5 mm

Note 1
Indentation Modulus can be calculated from the equation $E_{IT} = E^* \times (1 - \nu^2)$ knowing the Poisson's ratio of the material tested. With an estimated Fused Silica Poisson's ratio of 0.16 the indentation Modulus result is :
E_{IT} = 73.2 ± 0.3 GPa

Note 2
It is not recommended to perform any instrumented indentation on Fused Silica over 100 mN using a Berkovich or Vickers indenter; the cracking induced in the material may affect the results.

Note 3
If this sample is used for indirect verification of the testing machine, the ISO 14577 recommends a repeatability lower than 5%.

Signature

Anton Paar

Version: R0.0.2 (feb.17)

Slika 16. Certifikat referentnog uzorka

Klasični referentni materijali koji se koriste u konvencionalnim metodama nisu pogodne za nanoispitivanja, pa se zato koristi silicijev dioksid. Silicijev dioksid ima homogenu strukturu, tj ujednačenost svojstava.

Svojstva silicijevog dioksida [18]:

- Visoka kemijska čistoća
- Visoka temperatura na kojoj materijal gubi svojstva krutosti
- Velika otpornost na toplinski udar
- Visoka otpornost zračenju
- Poliranjem se može postići kvalitetna površina

Primjena silicijevog dioksida [19]:

- Kućište svjetiljki gdje je potrebna otpornost na visoke temperature
- Leće i ogledala u uređajima koji su izloženi visokim temperaturama
- Komponentne mikrovalnih pećnica
- Zrakoplovni radarski prozori

3.3. Umjeravanje uređaja za mjerenje tvrdoće instrumentiranom metodom indentacije

Prije samog izračuna vrijednosti potrebnih za umjeravanje uređaja, potrebno je provesti ispitivanja na uređaju. Tijekom ispitivanja, uređaj preko monitora tablično prikazuje rezultate mjerenja. Podaci koje uređaj preko računala tablično prikazuje su:

- F_{max} - maksimalna sila ispitivanja
- h_{max} – maksimalna dubina indentacije
- h_p - trajna dubina indentacije nakon što je uklonjena sila ispitivanja
- h_r – točka presijecanja tangente na krivulju ispitivanja s osi dubine indentiranja
- HM – tvrdoća po Martensu
- HM_s – tvrdoća po Martensu određena iz nagiba krivulje
- H_{it} – tvrdoća indentacije
- E_{it} – modul elastičnosti indentacije
- C_{it} – puzanje uslijed indentacije
- η_{it} - udio elastičnog rada indentacije
- HV* - vrijednost tvrdoće po Vickersu prepračunatom iz H_{it}

Primjernom instrumentirane metode ispitivanja, određena su mehanička svojstva navedena i detaljnije opisana dalje u tekstu.

Tvrdoća po Martensu (HM)

Određena je na temelju vrijednosti dobivenih krivuljom sila/dubina prodiranja pri maksimalnoj sili ispitivanja. Tvrdoća uključuje plastičnu i elastičnu deformaciju, a vrijednost tvrdoće izračunata je pomoću formule:

$$HM = = \frac{F}{26{,}43 \times h^2} \tag{17}$$

gdje je:

h – dubina prodiranja indentora,

F – sila pri kojoj se ispituje

Tvrdoća određena iz nagiba krivulje grafa sila-dubina (HM_s)

$$HM_s = \frac{1}{26{,}43 \times m^2} \tag{18}$$

gdje je:

m – nagib krivulje

Tvrdoća indentacije (H_{it})

H_{it} je mjera otpora na trajnu deformaciju, a određena je matematičkim izrazom:

$$H_{it} = \frac{F_{max}}{A_p} \tag{19}$$

gdje je:

A_p – projicirana površina nastala utiskivanjem indentora u ispitni uzorak za Berkovich (trokutasti) indentor (115°) vrijedi:

$$A_p = 23{,}96 \cdot h_c^2 \tag{20}$$

gdje je:

h_c - je dubina prodiranja indentora u ispitni uzorak

$$h_c = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_r) \tag{21}$$

gdje je:

ε ovisi o geometriji indentora, za Berkovich indentor $\varepsilon = ¾$;

h_r se određuje iz grafa sila-dubina, točka iz koje se određuje h_r je sjecište tangente na krivulju rasterećenja i apscisu tj. dubinu prodiranja

F_{max} – maksimalna sila

Modul indentacije (E_{it})

Određen je iz nagiba tangente za izračun H_{it}-a na temelju matematičkog izraza:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - V^2}{E_{it}} + \frac{1 - V_i^2}{E_i} \tag{22}$$

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2 \times E_r \times A_p^{0,5}}{\pi^2} \quad (23)$$

za trokutasti indentor (115°)

$$A_p = 23,96 \text{ x } h_c^2 \quad (24)$$

$$h_c = h_{max} - 0,75(h_{max} - h_r) \quad (25)$$

gdje je:

E_r - reducirani modul elastičnosti

E_i - modul elastičnosti indentora ($1,14 \cdot 10^6$ N/mm^2)

V_i - Poissonov koeficijent za indentor (0.07)

V - Poissonov koeficijent ispitnog uzorka

S - nagib prilikom rasterećenja

A_p – površina otiska

Puzanje (C_{it})

Vrijednost puzanja materijala je relativna promjena dubine prodiranja i određuje se na temelju matematičkog izraza:

$$C_{it} = \frac{h_{2-h_1}}{h_1} \quad (\%) \quad (26)$$

gdje je:

h_1 – dubina indentacije u vremenu pri maksimalnoj sili

h_2 – dubina indentacije u vremenu pri maksimalnoj sili sa određenim vremenskim odmakom

Određivanje plastičnog i elastičnog dijela utiskivanja (η_{it})

Ukupan mehanički rad se samo djelomično odnosi na plastičnu deformaciju. Nakon uklanjanja indentora, odnosno sile utiskivanja, jedan dio materijala se vraća u prvobitni položaj koji opisuje elastičnu deformaciju. Elastični i plastični rad su prikazani kao dva različita područja što se može vidjeti na Slici 11.

Omjer elastičnog i ukupnog rada određen je matematičkim izrazom:

$$\eta_{it} = \frac{W_{\text{elast}}}{W_{\text{total}}} \tag{27}$$

$$W_{total} = W_{elast} + W_{plast} \tag{28}$$

Tvrdoća po Vickersu (HV*)

Tvrdoća po Vickersu određena je u odnosu na H_{it} primjenom matematičkog izraza:

$$\text{HV} * = 0{,}0924 \times H_{it} \tag{29}$$

3.3.1. Usklađenost stroja

Primijenjena ispitna sila ne djeluje samo na površinu ispitnog uzorka nego također djeluje i na dijelove stroja koji su elastično deformirani. Ta elastična deformacija utječe na izmjerenu dubinu prodiranja indentora. Obično je dodatna dubina udubljenja proporcionalna primijenjenoj sili, pa se ta činjenica mora uzeti u obzir jer izravno djeluje na ostale vrijednosti.

Pomoću sljedećih formula ispravno se mjeri sukladnost stroja:

$$S = 2E_r\sqrt{\frac{Ap}{\pi}} \tag{30}$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - V_s^2}{E_s} + \frac{1 - V_i^2}{E_i} \tag{31}$$

gdje je:

E_{r} – reducirani modul elastičnosti

E_{i} – modul elastičnosti indentora ($1{,}14 \bullet 10^6$ N/mm^2)

Vi – Poissonov koeficijent za indentor (0,07)

E_{it} – modul indentacije

V – Poissonov koeficijent uzorka

S - nagib prilikom rasterećenja

A_{p} – površina otiska

$$C = \frac{1}{S} = C_{sample} + C_f \tag{32}$$

$$C = \frac{1}{2E_r}\sqrt{\frac{\pi}{A_p}} + C_f \tag{33}$$

gdje se za Berkovich indentor računa $A_p = 23{,}96h_c$

$$C = \frac{0{,}181}{E_r}\frac{1}{h_c} + C_f \tag{34}$$

gdje je:

h_c – dubina prodiranja indentora u ispitni uzorak

3.3.2. Projicirana površina nastala utiskivanjem indentora (A_p)

Izračun parametara opisanih u *HM*, H_{it} i E_{it} temelji se na kontaktnom području indentora, ali se mjeri samo dubina prodiranja indentora. Velike razlike mogu se naći pri uspoređivanju stvarne projicirane površine nastale utiskivanjem indentora i izračunate površine uz pretpostavku da je geometrija indentora idealna što najviše dolazi do izražaja pri malim dubinama indentacije. Te razlike su posljedica okretanja vrha indentora. Za slučaj Vickers piramide, tj vrha Vickers indentora, odstupanje od idealnog vrha se pripisuju uobičajenim tolerancijama proizvodnje. Potrebno je utvrditi stvarnu projiciranu površinu i koristiti ga za točnije izračunavanje parametara materijala. Teorijski, projicirana površina isnosi 0,908 [19]

Formula za izračun projicirane površine (A_p i A_S):

$$A_p(h_c) = 23{,}96{h_c}^2 + C_1h_c + C_2{h_c}^{\frac{1}{2}} + C_3{h_c}^{\frac{1}{4}} + C_4{h_c}^{\frac{1}{8}} + C_5{h_c}^{\frac{1}{16}} + C_6{h_c}^{\frac{1}{32}} + C_7{h_c}^{\frac{1}{64}} + C_8{h_c}^{\frac{1}{128}} \tag{35}$$

$$A_s = CA_p \tag{36}$$

izlučivanjem konstante *C* dobije se formula;

$$C = \frac{A_s}{A_p} \tag{37}$$

*kod Berkovich indentora, konstanta C iznosi 1,103

4. Eksperimentalni dio

Analizom krivulja opterećenja i rasterećenja dobivenih instrumentiranom metodom utiskivanja, moguće je izračunati brojna svojstva ispitivanog uzorka. Za ispitivanje je korišten dinamički ultra-mikro tvrdomjer DUH-211, proizvođač: Shimatzu, Japan. Za indentor primijenjen je trokutasti indentor s vrhom kuta od 115°, poznatijim pod nazivom Berkovich indentor. Ispitivanja su provedena primjenom različitih sila; 8 ciklusa mjerenja s maksimalnim silama od F_{max}=100 mN, F_{max}=50 mN, F_{max}=10 mN, F_{max}=5 mN, F_{max}=2 mN, F_{max}=1 mN, F_{max}=0,5 mN, F_{max}=0,02 mN na uzorku Fused silica, proizvođača Anton Paar. U svakom ciklusu provedena u po 5 mjerenja. Primjenom instrumentirane metode utiskivanja određena su mehanička svojstva navedena dalje u tekstu. Ispitivanja su provedena u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Ispitivanja su provedena u skladu s normom EN ISO 14577-1:2015. Na slici 17. je prikazan DUH uređaj za ispitivanje nanoindentacije u Laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.



Slika 17. DUH uređaj za ispitivanje nanoindentacije

4.1. Koraci provođenja eksperimentalnog dijela rada

1. Priprema referentnog uzorka za mjerenje.

Prije svega bilo je potrebno pripremiti uzorak za ispitivanje (silicijev dioksid), očistiti i odmastiti, kako bi provedeno ispitivanje dalo što vjerodosotojnije reultate. Ukoliko se na uzorku nalaze nepoželjne nečistoće, lako može doći do velikih oscilacija u rezultatima ispitivanja. Na slici 18. prikazana je referentna pločica tvrdoće.



Slika 18. Referentna pločica tvrdoće; fused silica

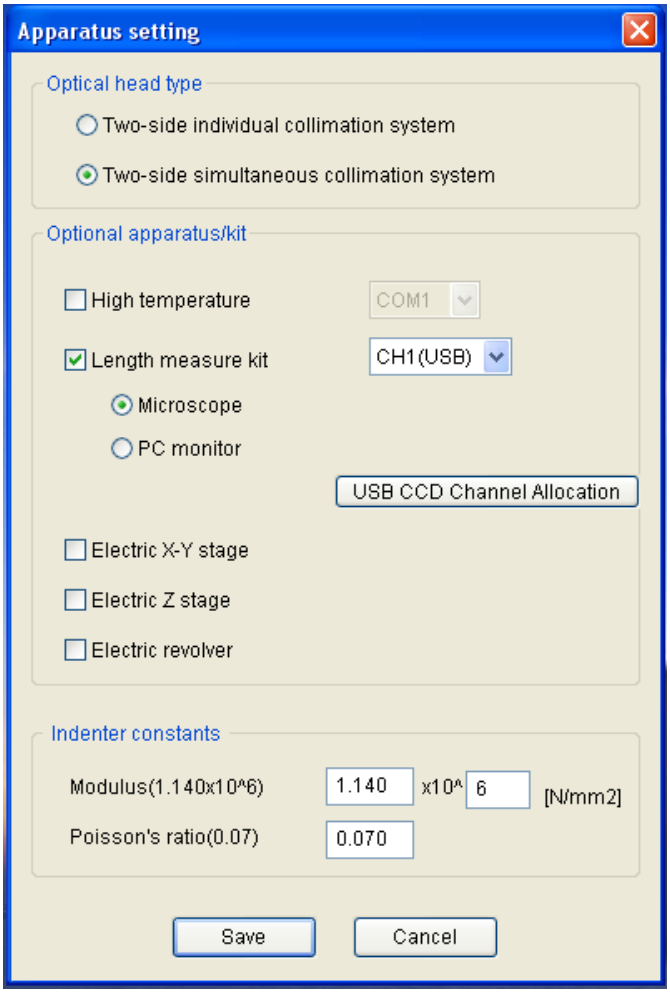
2. Priprema uređaja za mjerenje

Uređaj za nanoindentaciju (DUH) je spojen na računalo, pa je samo ispitivanje pojednostavljeno u smislu kontrole podataka i zadavanja naredbi uređaju. Uređaj ima kameru koja pod povećanjem snima uzorak i mjesto gdje će se provesti mjerenje. Okretanjem 'kotačića' na uređaju, kamera se pomiče što je vidljivo na monitoru računala, pa se ručno može odrediti gdje će biti otisak indentora, tj koji dio uzorka želimo ispitati. Općenito, zna se dogoditi da je na istom uzorku provedeno puno mjerenja, pa je poželjno izbjeći otiske indentora koji su u uzorku.

Kamerom se može upravljati lijevo-desno, te gore-dolje, pa je jednostavno odabrati područje ispitivanja na uzorku.

3. **Unošenje parametara indentora i uzorka u računalo**

Na računalu je moguće podesiti parametre ispitivanja, u ovom slučaju je potrebno unijeti Poissonov koeficijent uzorka (fused silica) koji iznosi 0,16 (slika 19). Osim što se trebaju podesiti parametri uzorka na kojem se mjerenje vrši, potrebno je unijeti (ako se prvi put koristi određeni indentor) ili provjeriti parametre indentora. Na slici 19., pod *Indenter constants* su svojstva indentora gdje je prikazan modul elastičnosti ($1{,}14 \times 10^6$ N/mm^2) i Poissonov koeficijent koji iznosi 0,07. Što je manja vrijednost Poissonovog koeficijenta, to je veća krutost materijala indentora; što je posebice bitno za indentor.



Slika 19. Prikaz postavki uređaja; konstante indentora

4. Unošenje parametara ispitivanja

Za korekciju A_p (umjeravanje uređaja) potrebno je ispitati uzorak u osam ciklusa po pet puta. Svaki ciklus pod drugim opterećenjem, tj. maksimalnom silom $F_{max.}$ (100 mN, 50 mN, 10 mN, 5 mN, 2 mN, 1 mN, 0,5 mN i 0,2 mN).

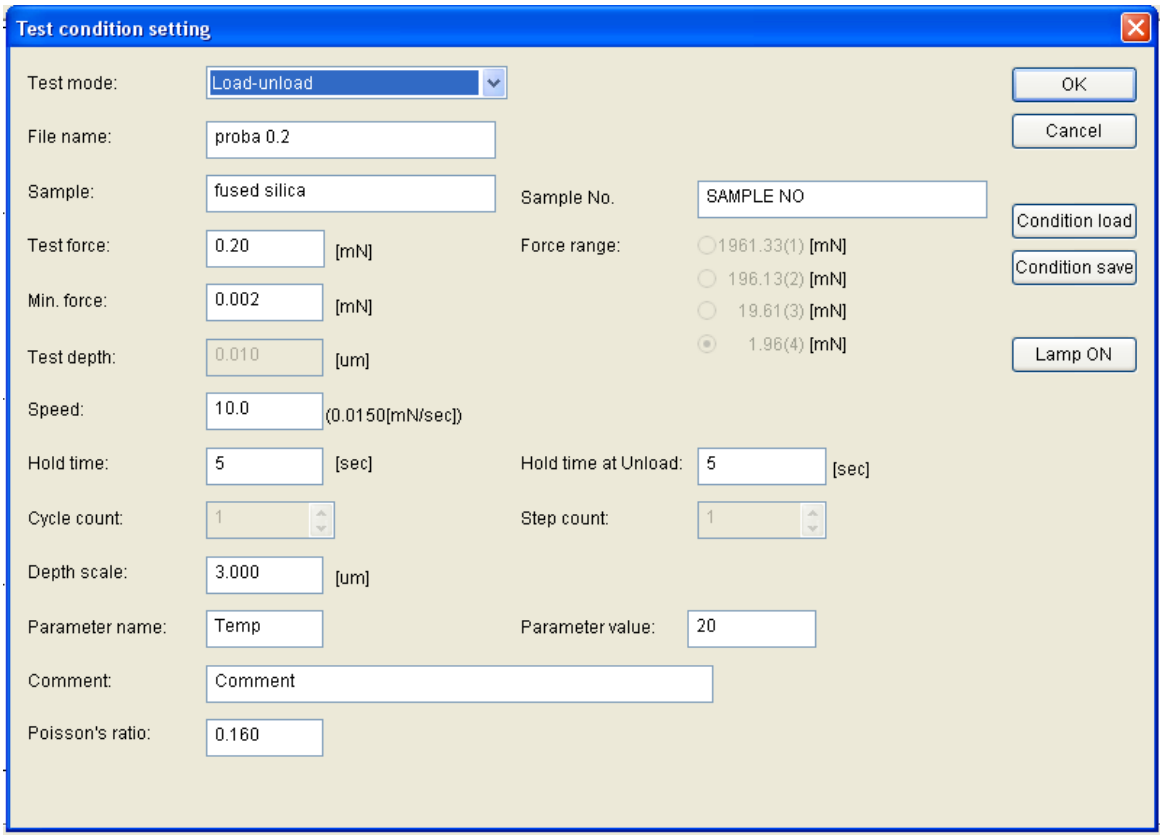
Prije svakog ciklusa od 5 mjerenja u uređaj se, također preko računala, unose podaci; sila ispitivanja, brzina uranjanja i vrijeme držanja. U tablici su navedeni podaci, tj. parametri za svaki ciklus

U tablici 2 su navedeni parametri ispitivanja

Tablica 2 Parametri ispitivanja

Sila ispitivanja, mN	Brzina uranjanja	Vrijeme držanja
0,2	10	5
0,5	5	5
1	2	5
2	10	5
5	5	5
10	1	5
50	1	5
100	1	5

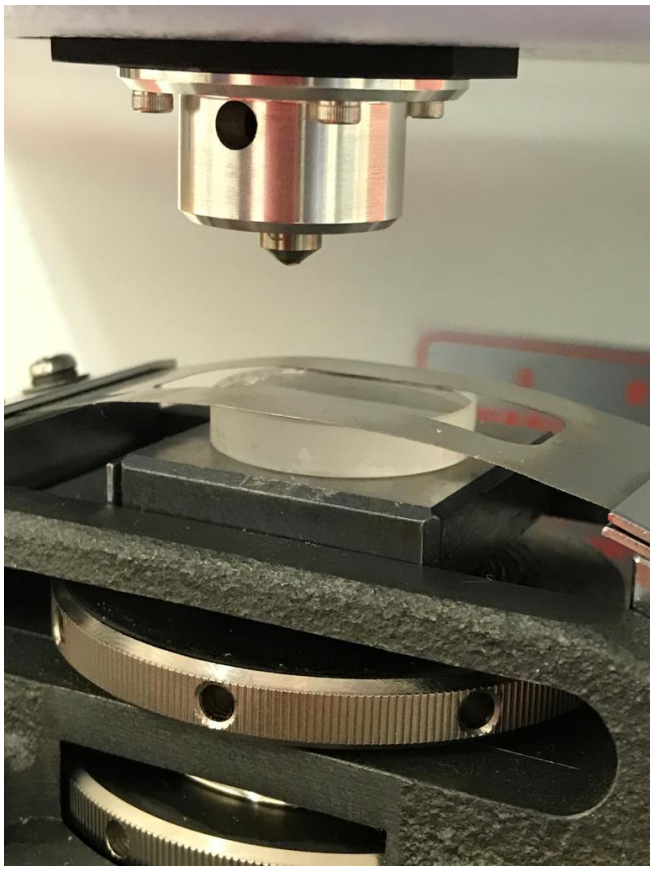
Iz tablice 2, prije svakog ciklusa potrebno je unijeti podatke iz tablice u uređaj prema priručniku za rukovanje uređajem. Na slici 20. prikazan je prozor gdje se podaci unose.



Slika 20. Prikaz parametara ispitivanja

5. Mjerenje tvrdoće

Na slici 21. prikazan je izbliza uređaj, tj. indentor i fused silica kao uzorak.



Slika 21. Indentor i pripremljeni uzorak

6. Analiza podataka

Nakon provedenih ispitivanje potrebno je analizirati tablično dobivene podatke. Uz tablicu s mehaničkim svojstvima, može se iščitati i graf za pojedini ciklus.

7. Izračun korekcije projicirane površine Berkovich indentora A_p

Nakon analize i proračuna (po poglavlju 3.2.1.) dobiju se podaci za daljnji proračun. Potrebno je naći koeficijente C_1 – C_8 za svih 8 ciklusa ispitivanja, te ih unijeti u formulu i dobiti A_p – korekciju projicirane površine (formula 35).

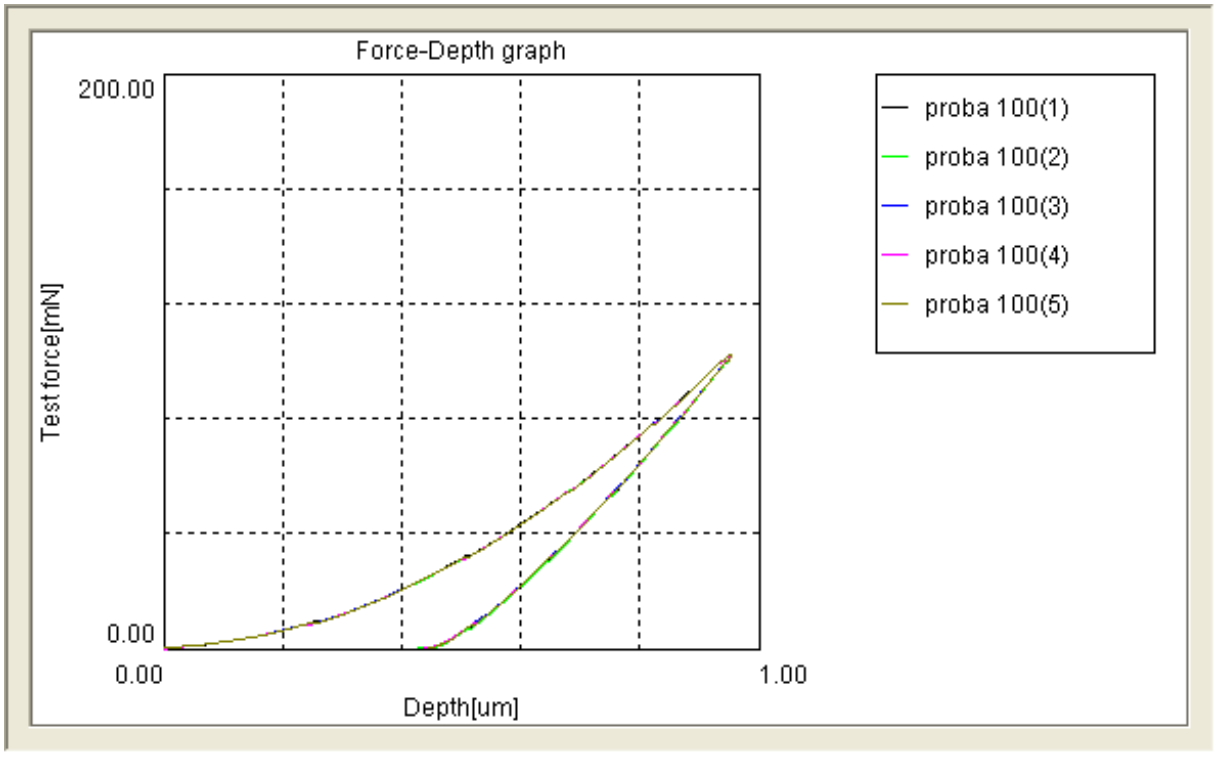
4.2. Rezultati mjerenja

Rezultati mjerenja primjenom sile od 100 mN prikazani su u tablici 3

Tablica 3 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 100 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	*HMs*, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	102,01	0,955	0,4493	0,5434	4231,988	3897,92	10193,245	7,19E+04	1,38	65,173	941,856
2	101,96	0,9552	0,4478	0,5436	4228,681	3908,242	10182,592	7,18E+04	1,38	65,338	940,871
3	101,4	0,9515	0,4444	0,5406	4237,857	3932,198	10226,724	7,19E+04	1	65,501	944,949
4	101,36	0,9516	0,443	0,54	4235,484	3917,555	10235,265	7,18E+04	1,021	65,475	945,738
5	102,03	0,9549	0,4447	0,5411	4233,417	3906,262	10250,063	7,17E+04	1,314	65,901	947,106
Aritmetička sredina	**101,75**	**0,9536**	**0,4458**	**0,5417**	**4233,485**	**3912,436**	**10217,578**	**7,18E+04**	**1,219**	**65,478**	**944,104**
Std.Dev.	0,339	0,002	0,003	0,002	3,48	13,068	28,583	90,727	0,192	0,27	2,641

Dijagram dila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 22.



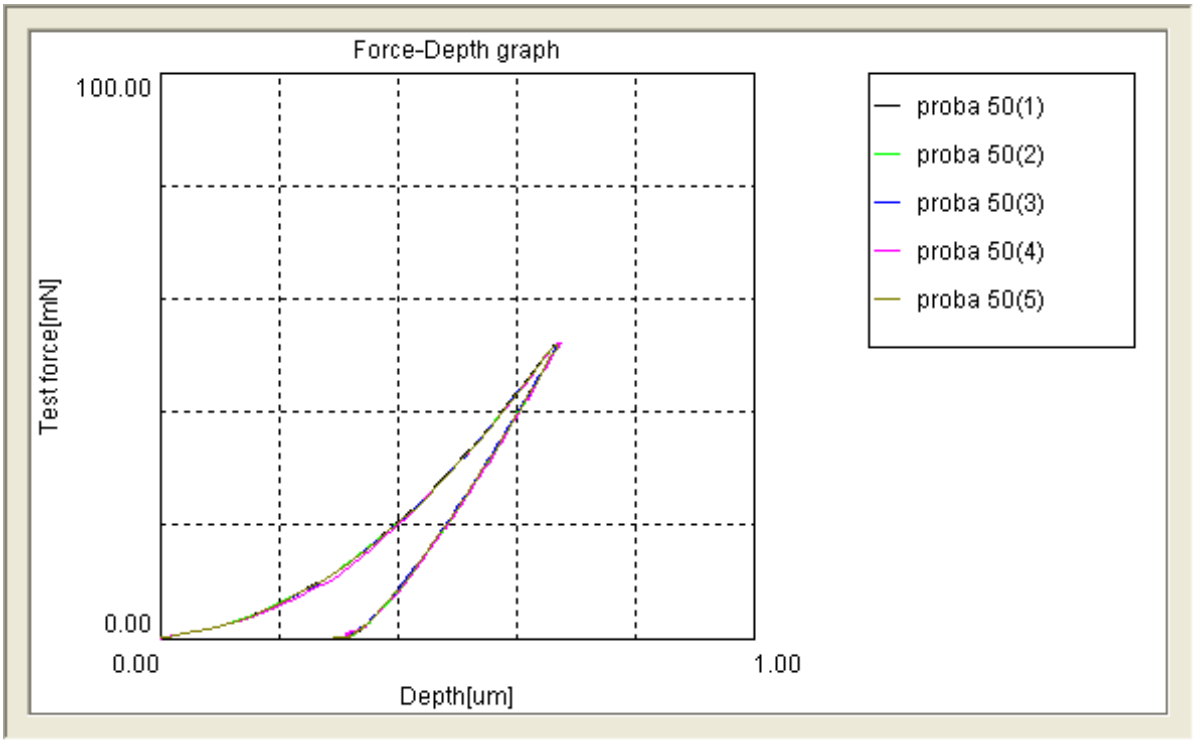
Slika 22. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 100 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 50 mN prikazani su u tablici 4

Tablica 4 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 50 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_s, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	51,63	0,6694	0,3155	0,3788	4359,154	3928,815	10573,523	7,39E+04	2,423	64,056	976,994
2	51,53	0,6694	0,3154	0,3798	4350,094	3962,372	10517,52	7,39E+04	2,31	64,118	971,819
3	51,46	0,6678	0,3142	0,3771	4366,584	3950,069	10618,813	7,38E+04	2,097	64,856	981,178
4	52,27	0,6752	0,3194	0,3832	4338,346	3962,703	10484,408	7,37E+04	2,369	65,322	968,759
5	51,63	0,6699	0,3143	0,3792	4352,576	4003,405	10551,406	7,38E+04	2,335	64,637	974,95
Aritmetička sredina	**51,7**	**0,6704**	**0,3158**	**0,3796**	**4353,351**	**3961,473**	**10549,134**	**7,38E+04**	**2,307**	**64,598**	**974,74**
Std.Dev.	0,326	0,003	0,002	0,002	10,549	27,19	51,585	72,327	0,125	0,528	4,766

Dijagram sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 23.



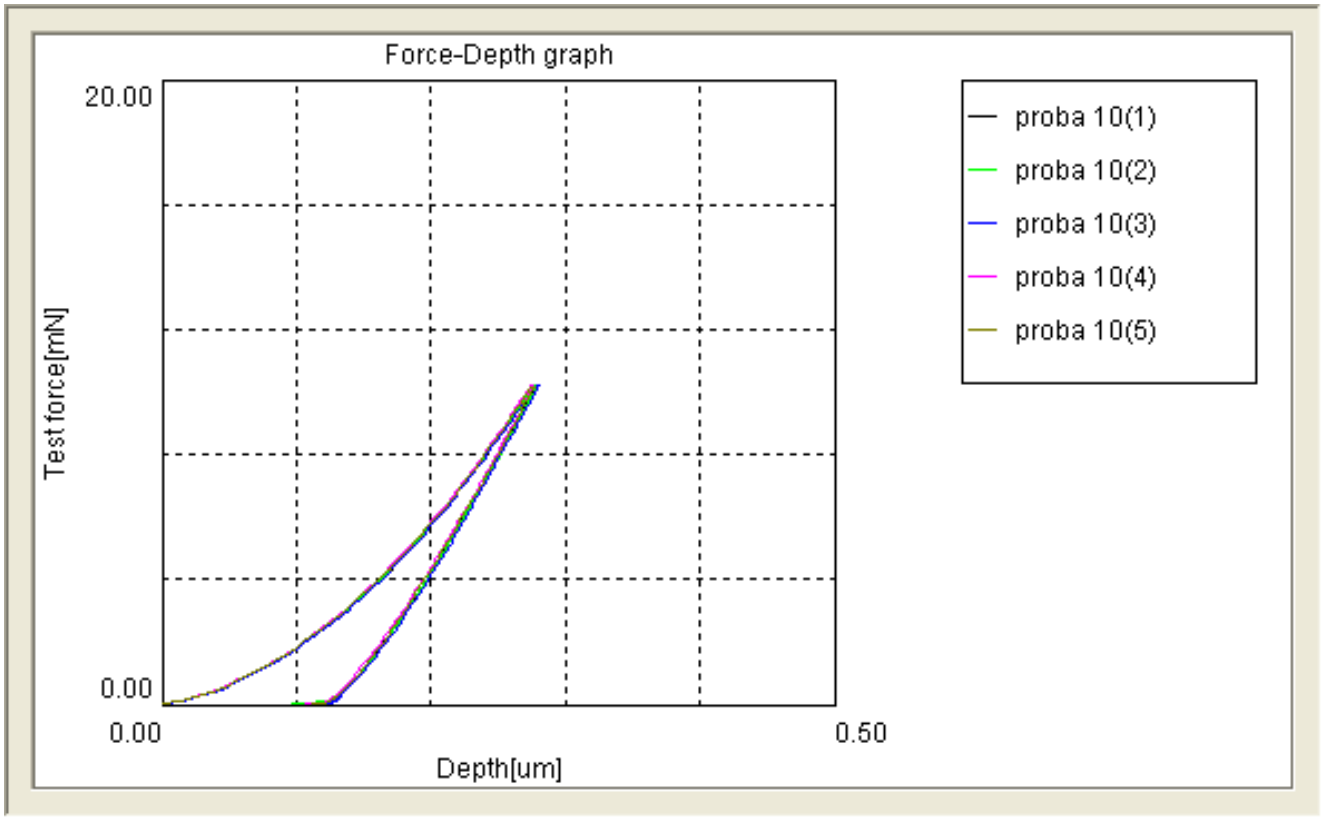
Slika 23. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 50 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 10 mN prikazani su u tablici 5.

Tablica 5 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 10 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_s, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	10,19	0,2783	0,1199	0,1518	4979,848	4183,747	12645,838	8,32E+04	1,534	66,555	1168,475
2	10,18	0,279	0,1161	0,1502	4947,983	4148,217	12772,771	8,20E+04	1,82	66,585	1180,204
3	10,19	0,2798	0,1198	0,1482	4924,967	4213,429	12963,29	8,06E+04	1,491	66,36	1197,808
4	10,18	0,2762	0,1151	0,1477	5049,852	4162,01	13133,588	8,34E+04	1,426	67,16	1213,543
5	10,17	0,2766	0,1133	0,1506	5029,608	4179,385	12797,627	8,40E+04	1,444	66,592	1182,501
Aritmetička sredina	**10,18**	**0,278**	**0,1168**	**0,1497**	**4986,452**	**4177,357**	**12862,623**	**8,27E+04**	**1,543**	**66,65**	**1188,506**
Std.Dev.	0,009	0,002	0,003	0,002	52,882	24,652	188,977	1346,154	0,161	0,3	17,461

Dijagram sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 24.



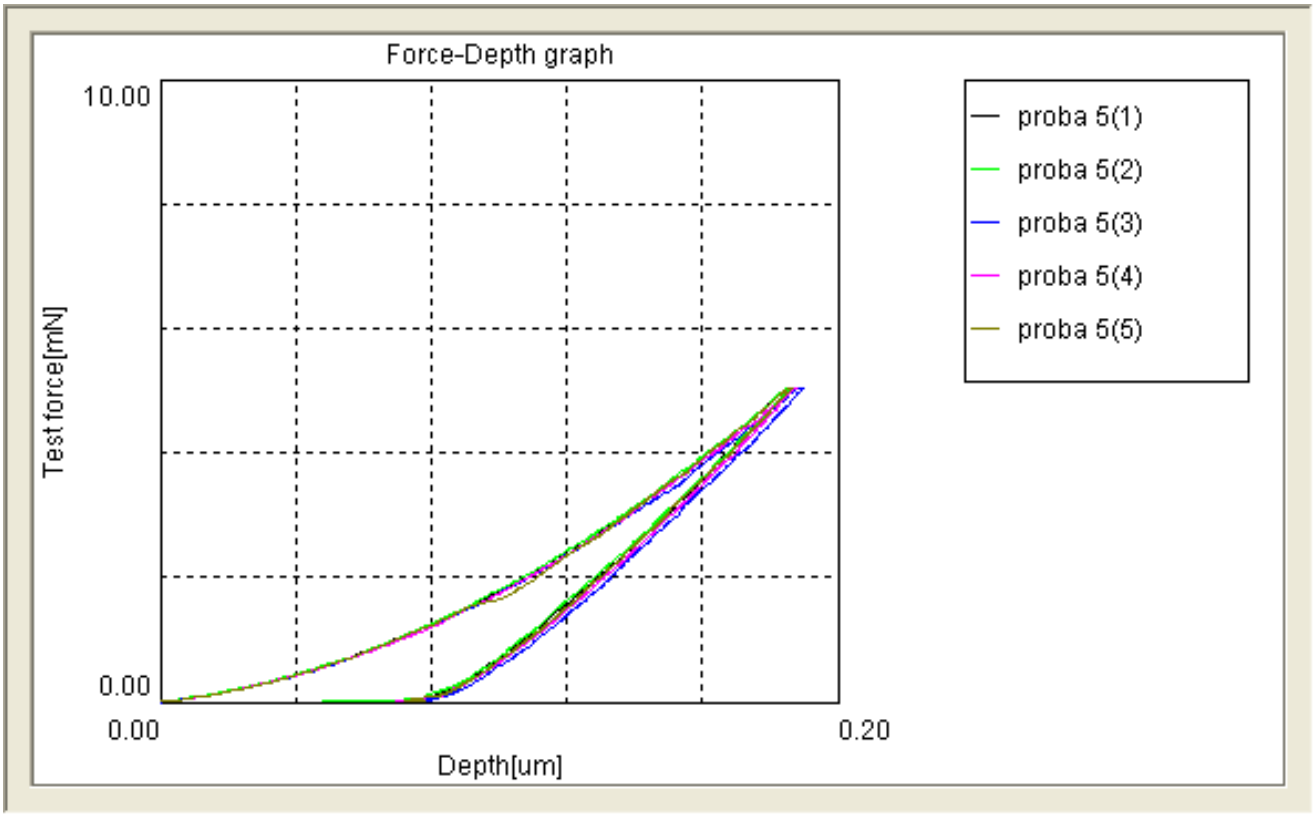
Slika 24. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 10 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 5 mN prikazani su u Tablici 6.

Tablica 6 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 5 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_S, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	5,04	0,186	0,0724	0,0951	5510,989	4289,491	15138,556	8,92E+04	0,855	68,219	1398,802
2	5,04	0,1861	0,0662	0,0951	5509,507	4310,583	15144,024	8,94E+04	0,875	68,825	1399,308
3	5,04	0,1897	0,0787	0,099	5299,972	4081,021	14220,467	8,63E+04	1,217	66,994	1313,971
4	5,03	0,187	0,0768	0,0997	5445,954	4214,776	14217,322	9,01E+04	0,292	67,938	1313,681
5	5,03	0,1862	0,0734	0,0964	5487,227	4549,712	14858,892	8,96E+04	0,731	68,94	1372,962
Aritmetička sredina	**5,04**	**0,187**	**0,0735**	**0,0971**	**5450,729**	**4289,117**	**14715,853**	**8,89E+04**	**0,794**	**68,183**	**1359,745**
Std.Dev.	0,005	0,002	0,005	0,002	88,273	171,173	468,084	1498,005	0,334	0,784	43,251

Dijagrami sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 25.



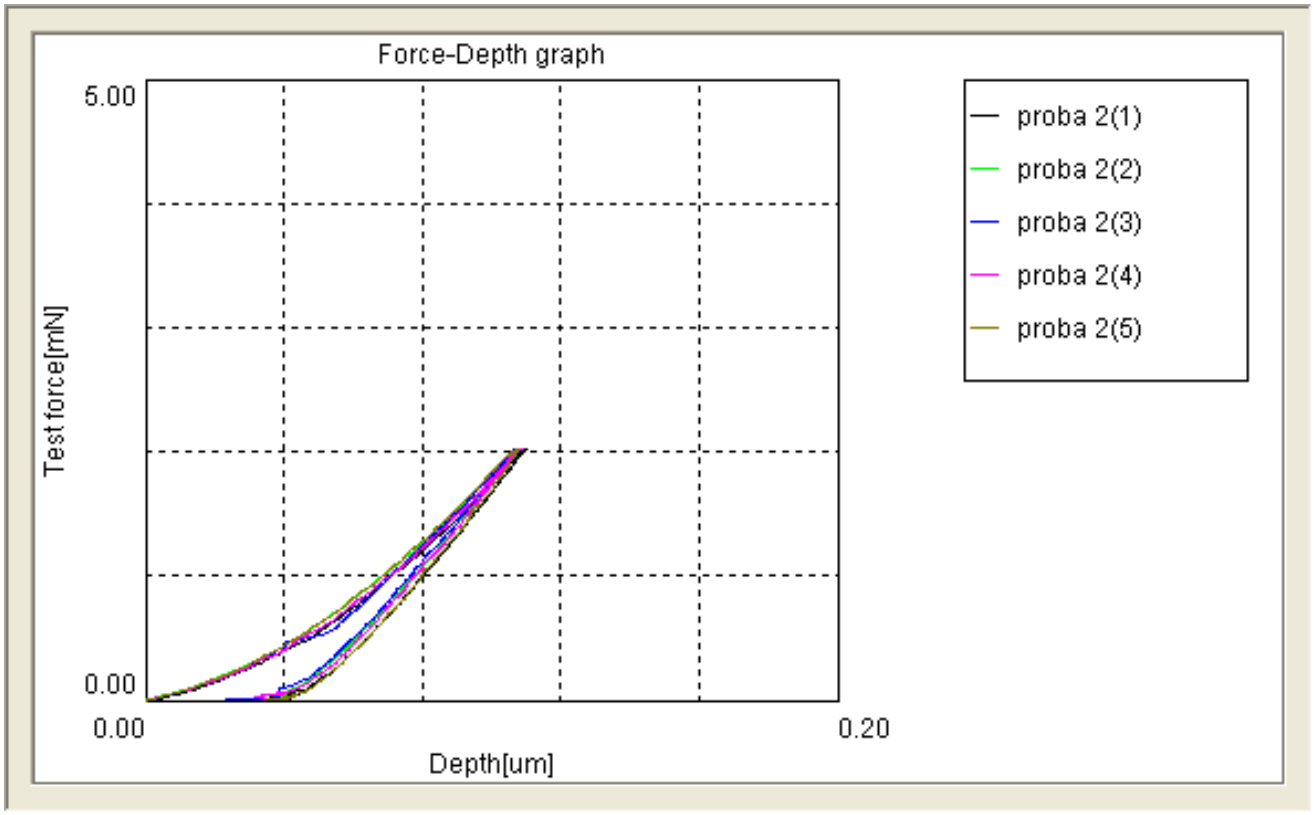
Slika 25. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 5 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 2 mN prikazani su u Tablici 7.

Tablica 7 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 2 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_s, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	2,02	0,1096	0,0407	0,053	6350,371	4674,283	18656,33	1,02E+05	1,084	72,333	1723,845
2	2,02	0,1076	0,0366	0,0502	6598,012	4633,394	20220,977	1,06E+05	1,423	72,584	1868,418
3	2,02	0,1066	0,0375	0,0472	6716,453	5214,418	21881,361	1,05E+05	0,46	77,399	2021,838
4	2,02	0,1079	0,0394	0,0509	6548,563	4843,836	19843,18	1,05E+05	0,584	73,789	1833,51
5	2,02	0,1078	0,04	0,0553	6582,102	4667,055	18044,875	1,08E+05	1,113	66,75	1667,346
Aritmetička sredina	**2,02**	**0,1079**	**0,0389**	**0,0513**	**6559,1**	**4806,597**	**19729,344**	**1,05E+05**	**0,933**	**72,571**	**1822,991**
Std.Dev.	0,003	0,001	0,002	0,003	132,742	242,22	1489,516	2077,495	0,4	3,832	137,631

Dijagrami sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 26.



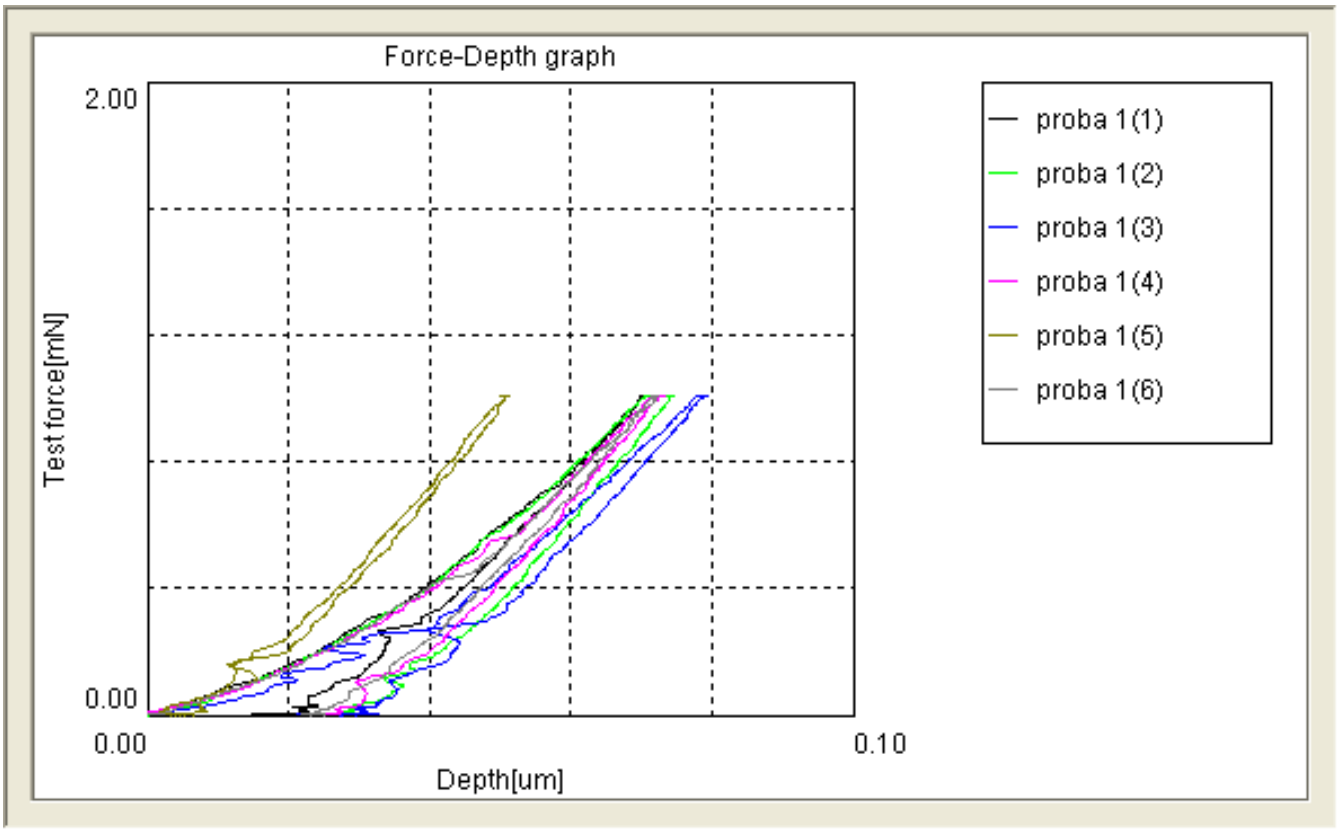
Slika 26. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 2 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 1 mN prikazani su u Tablici 8.

Tablica 8 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 1 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_S, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	1,01	0,0707	0,0193	0,0302	7642,387	4706,523	25910,172	1,21E+05	0,522	80,043	2394,1
2	1,01	0,0742	0,029	0,0375	6940,151	5091,965	19341,588	1,14E+05	5,182	62,194	1787,163
3	1,01	0,0792	0,0303	0,0388	6090,224	5589,201	17617,078	9,85E+04	2,026	75,064	1627,818
4	1,01	0,0727	0,025	0,0349	7224,072	5942,136	21403,842	1,18E+05	1,35	70,191	1977,715
5	1,01	0,0509	0,0049	0,016	14710,264	9066,952	68996,961	2,49E+05	0,741	90,363	6375,319
6	1,01	0,0721	0,0233	0,0352	7337,137	6454,708	21313,822	1,22E+05	0,083	75,462	1969,397
Aritmetička sredina	**1,01**	**0,07**	**0,022**	**0,0321**	**8324,039**	**6141,915**	**29097,244**	**1,37E+05**	**1,651**	**75,553**	**2688,585**
Std.Dev.	0,001	0,01	0,009	0,008	3172,932	1559,604	19742,756	55516,266	1,858	9,455	1824,231

Dijagrami sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 27.



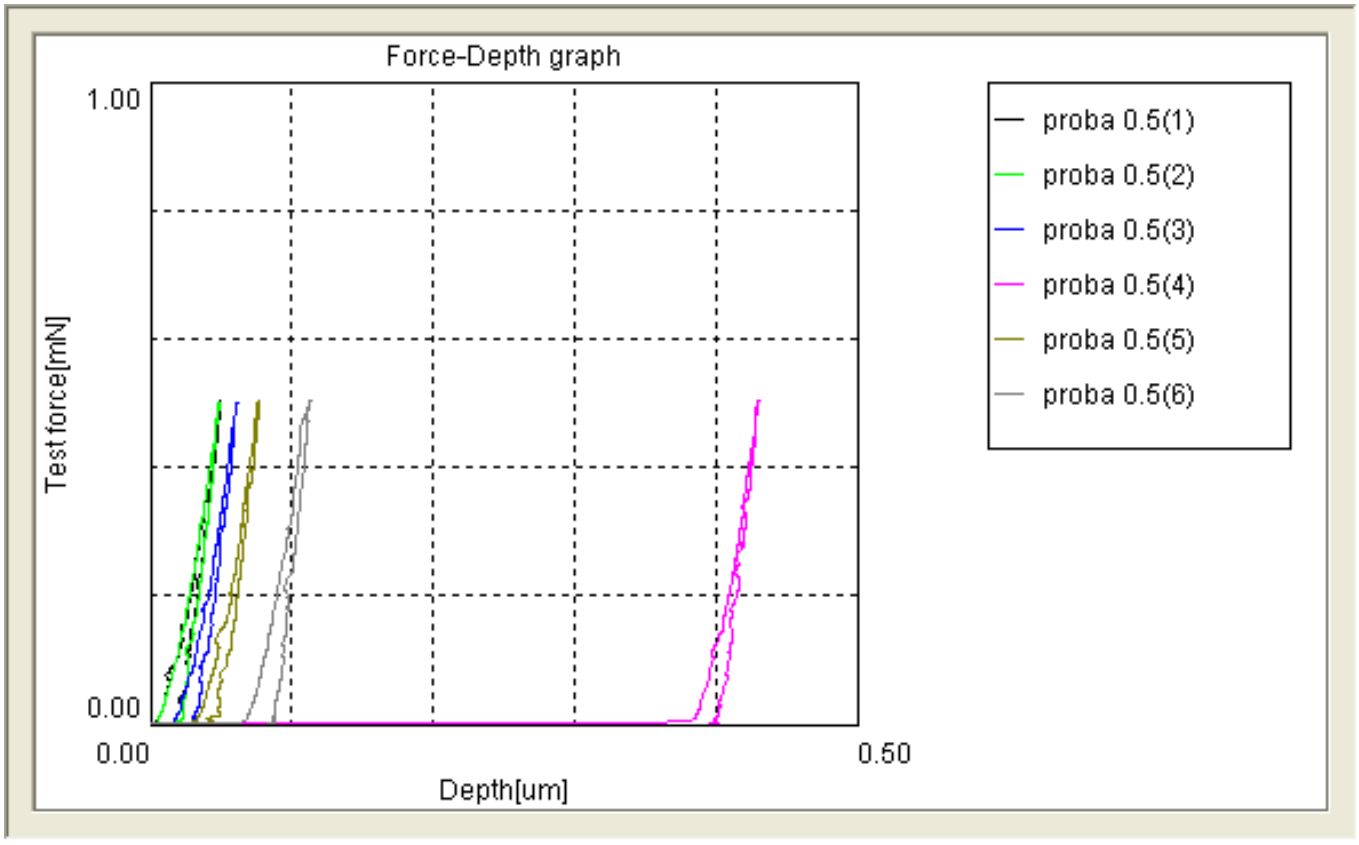
Slika 27. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 1 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 0,5 mN prikazani su u Tablici 9.

Tablica 9 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 0,5 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_s, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	0,5	0,0496	0,0197	0,0237	7720,836	4360,756	22994,373	1,23E+05	1,568	72,187	2124,68
2	0,5	0,0495	0,0199	0,0266	7738,733	5581,737	20012,768	1,38E+05	2,21	70,471	1849,18
3	0,5	0,0609	0,0315	0,04	5117,347	6551,93	10221,358	1,02E+05	0,235	71,367	944,453
4	0,5	0,43	0,3966	0,4084	102,899	6667,888	122,535	1,02E+04	0,073	67,619	11,322
5	0,5	0,0767	0,0442	0,0499	3225,674	7193,628	6542,496	5,87E+04	0,78	73,022	604,527
6	0,5	0,1125	0,0842	0,0922	1503,341	7082,268	2219,42	4,60E+04	0,61	58,557	205,074
Aritmetička sredina	**0,5**	**0,1299**	**0,0993**	**0,1068**	**4234,805**	**6239,701**	**10352,158**	**7,97E+04**	**0,912**	**68,871**	**956,539**
Std.Dev.	0,001	0,149	0,148	0,15	3186,242	1082,966	9364,51	49414,953	0,823	5,384	865,281

Dijagrami sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 28.



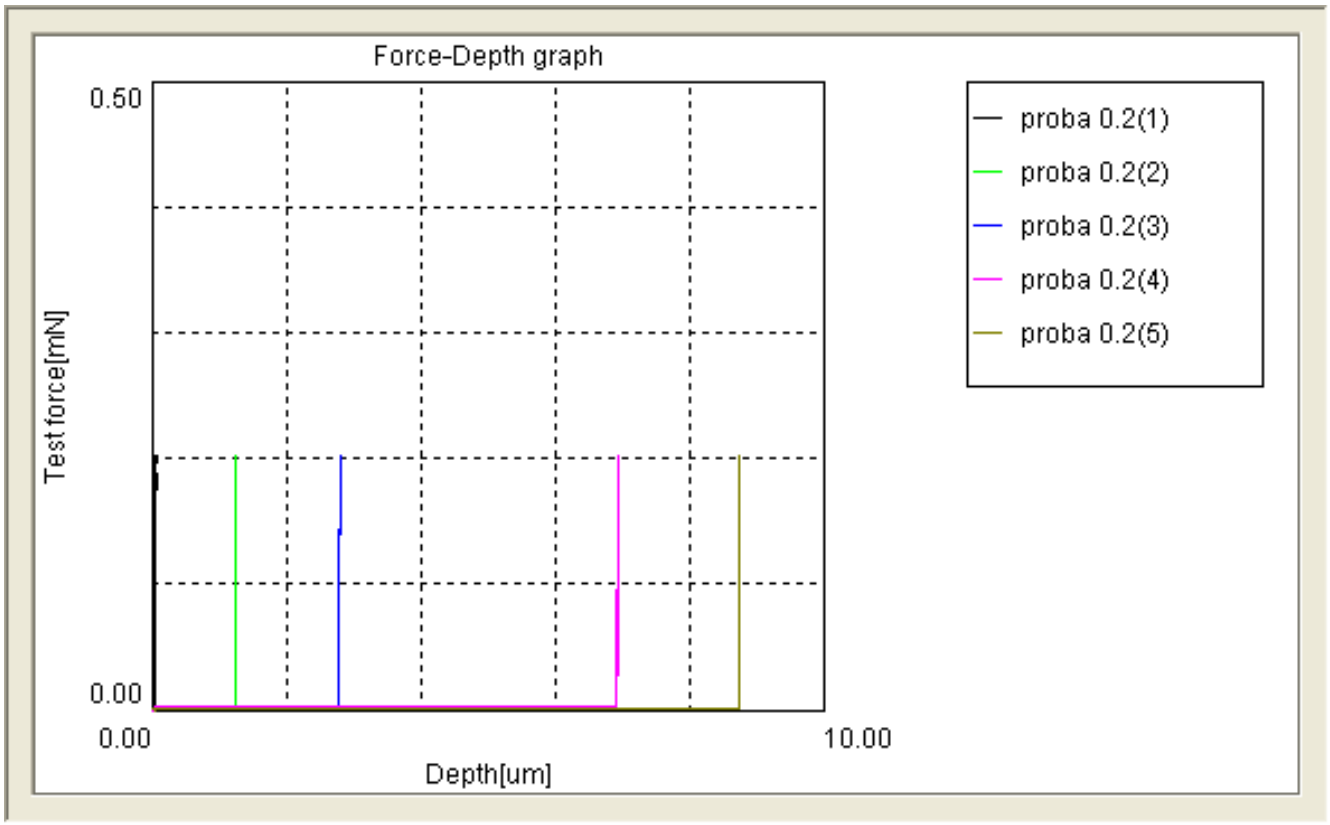
Slika 28. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 0,5 mN

Rezultati mjerenja primjenom sile od 0,02 mN prikazani su u Tablici 10.

Tablica 10 Rezultati ispitivanja pri opterećenju od 0,2 mN

	F_{max}, mN	h_{max}, µm	h_f, µm	h_r, µm	*HMT*115, N/mm^2	HM_s, N/mm^2	H_{it}, N/mm^2	E_{it}, N/mm^2	C_{it}, %	η_{it}, %	*HV**
1	0,2	0,067	0,052	0,0575	1700,147	13404,088	2346,383	6,34E+04	5,701	100,49	216,806
2	0,2	1,2632	1,2482	1,2523	4,78	9074,617	5,341	2,57E+03	0,01	45,923	0,494
3	0,2	2,8053	2,7855	2,7901	0,971	8851,188	1,079	8,34E+02	0,005	45,418	0,1
4	0,2	6,9453	6,9304	6,9282	0,158	8625,653	0,174	2,96E+02	0,033	6,349	0,016
5	0,2	8,7662	8,7497	8,7406	0,099	7072,006	0,11	1,55E+02	0,03	36,556	0,01
Aritmetička sredina	**0,2**	**3,9694**	**3,9532**	**3,9537**	**341,231**	**9405,511**	**470,618**	**1,35E+04**	**1,156**	**46,947**	**43,485**
Std.Dev.	0	3,734	3,734	3,728	759,66	2369,536	1048,587	27942,363	2,541	34,009	96,889

Dijagrami sila-dubina ispitivanja prikazani su grafički na slici 29.



Slika 29. Grafički prikaz mjerenja pri opterećenju od 0,2 mN

Sukladno teorijski opisanom izračunu, dobiveni su rezultati među kojima i $C_1 - C_{8,}$ te $h_{c1} - h_{c2}$ potrebno za daljnji izračun.

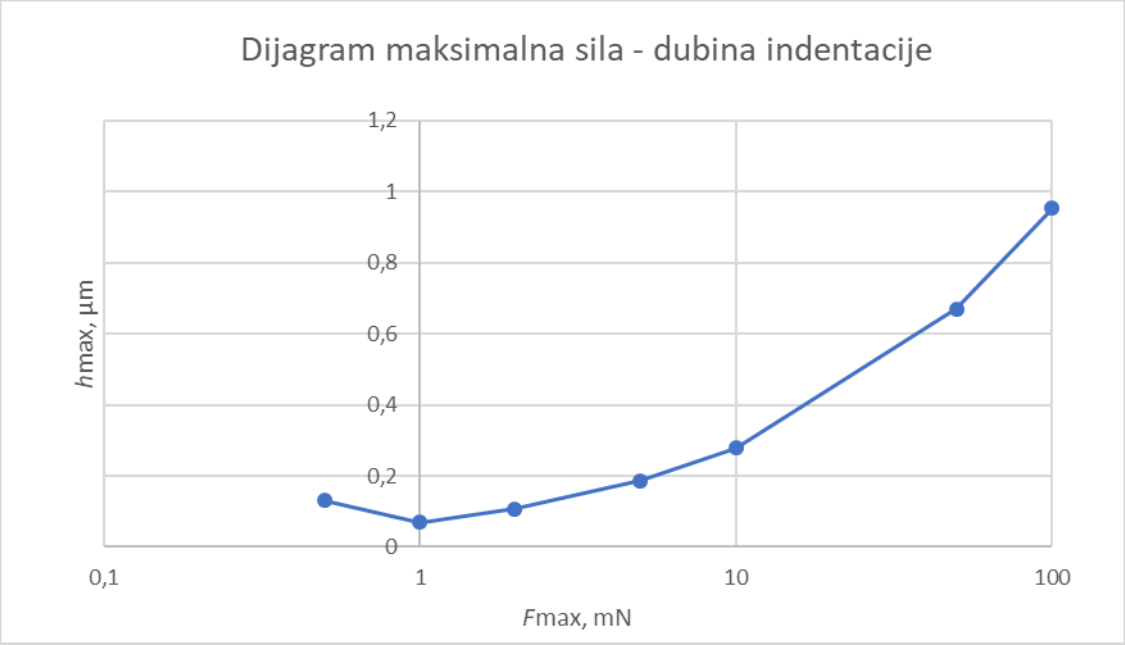
Tablica 11 Izračunate vrijednosti nakon provedenog umjeravanja

Fmax	Hit	Ap	Vs	Vi	Ei	Eit	Er	S	C	hmax	hr	hc
0,02	470,618	4,25E-05	0,16	0,07	1140000	1,35E+04	13639,031	100,35278	0,0099648	3,9694	3,9537	3,95841
0,5	10352,16	4,83E-05	0,16	0,07	1140000	7,97E+04	76316,389	598,62182	0,0016705	0,1299	0,1068	0,11373
1	29097,24	3,44E-05	0,16	0,07	1140000	1,37E+05	125148,63	828,06676	0,0012076	0,07	0,0321	0,04347
2	19729,34	0,000101	0,16	0,07	1140000	1,05E+05	98494,077	1119,2677	0,0008934	0,1079	0,0513	0,06828
5	14715,85	0,00034	0,16	0,07	1140000	8,89E+04	84514,48	1758,2822	0,0005687	0,187	0,0971	0,12407
10	12862,62	0,000777	0,16	0,07	1140000	8,27E+04	78974,167	2485,338	0,0004024	0,278	0,1497	0,18819
50	10549,13	0,00474	0,16	0,07	1140000	7,38E+04	71042,169	5520,2413	0,0001812	0,6704	0,3796	0,46684
100	10217,58	0,009787	0,16	0,07	1140000	7,18E+04	69260,436	7733,505	0,0001293	0,9536	0,5417	0,66527

4.3. Analiza rezultata

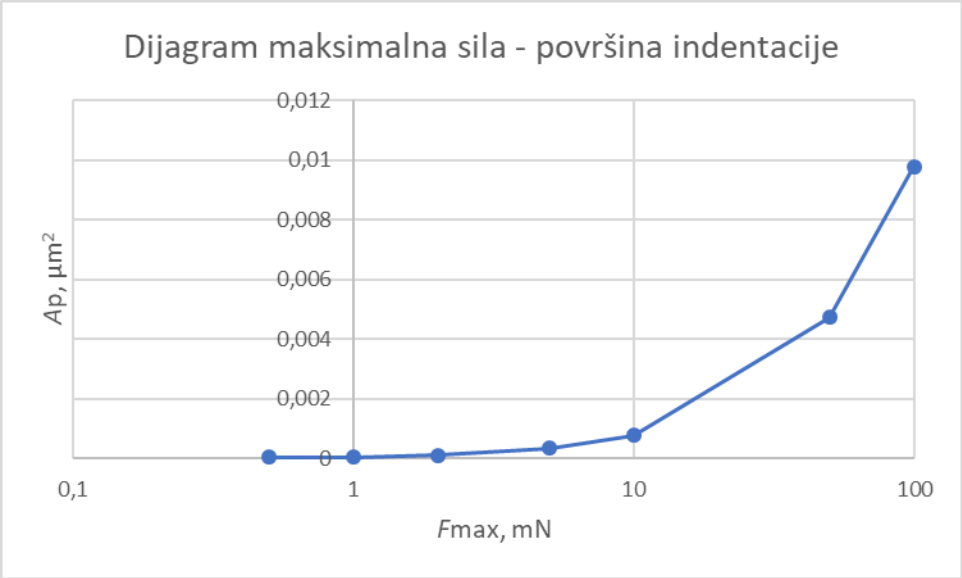
Ispitivanjem tvrdoće dobivene su i druge vrijednosti koje su, za sve cikluse, unesene u tablicu 18. Vrijednosti su u tablicu upisane na način da je za svaki ciklus izračunata aritmetička sredina svake vrijednosti i unesena u tablicu. Iz tablice se jasno mogu iščitati razlike u rezultatima, što je i očekivano s obzirom na različite maksimalne sile koje su od 0,2 mN do 100 mN. Proučavajući tablicu, može se zaključiti da rezultati ispitivanja silom od 0,2 mN značajno odskaču od očekivanih. Razlog tome je hrapavost površine koja smeta uređaju u provođenju mjerenja pri tako malim silama. Tijekom mjerenja je indentor vjerojatno prvo dotaknuo vrh hrapave površine, pa je zato krivi rezultat dubine indentacije. To je dokaz da uređaj ne može dati točne rezultate mjerenja za primijenjenu silu, pa je iz tog razloga iz tog razloga izbacujemo iz daljnjeg proračuna i analize.

Za veće vrijednosti maksimalnih sila; veće su dubine prodiranja indentora, kao što se može vidjeti na slici 30.



Slika 30. Dijagram ovisnosti dubine indentacije h_{max} o maksimalnoj sili F_{max}

Maksimalna dubina indentacije i površina indentacije su usko povezane, pa su i grafovi F_{max} - h_{max} i F_{max} - A_p sličnog izgleda. Drugim riječima, povečanjem maksimalne sile, raste površina indentacije, slika 31.



Slika 31. Dijagram ovisnosti površine indentacije A_p o maksimalnoj sili F_{max}

Iz slike 30 se da uočiti kako rezultati mjerenja primijenjenom maksimalnom silom od 0,5 mN također nisu vjerodostojni. Nije moguće da je uporabom manje sile dobivena veća dubina indentacije, kao što je slučaj bio kod mjerenja silom od 0,2 mN. Stoga se odbacuje i mjerenje silom od 0,5 mN.

Nadalje, potrebno je koeficijente *C* (za mjerenja gdje su primijenjene maksimalne sile od 1 mN do 100 mN) unijeti u sljedeću formulu kako bi se dobila korekcijska vrijednost pojicirane površine otiska A_p

$$A_p\,(h_c) = 23{,}96{h_c}^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{\frac{1}{2}} + C_3 h_c^{\frac{1}{4}} + C_4 h_c^{\frac{1}{8}} + C_5 h_c^{\frac{1}{16}} + C_6 h_c^{\frac{1}{32}} + C_7 h_c^{\frac{1}{64}} + C_8 h_c^{\frac{1}{128}}$$

Nakon uvrštavanja vrijednosti u gore navedenu formulu dobije se sljedeće:

$$A_p = 1{,}37101\ \mu m^2$$

Dobivena projicirana površina otiska približno je jednaka teorijskoj. Razlog odstupanja može biti istrošenost vrha indentora zbog već ranijeg korištenja u svrhe mjerenja. Drugim riječima; dijamantni Berkovich indentor u teoriji ima oštar vrh, no uporabom uređaja, odnosno indentora, vrh indentora se zaobli što dovodi do veće projicirane površine. Zaobljen vrh Berkovich indentora ne utječe samo na projiciranu površinu nego i na ostale rezultate mjerenja kao štu je dubina indentacije, samim time i tvrdoća materijala koja se računa iz povšina i dubina prodiranja.

5. Zaključak

Nakon provedenih ispitivanja i analize rezultata dobiveni su sljedeći zaključci:

- Za umjeravani Berkovich indentor dobivena je projicirana površina A_p= 1,37101 μm^2, koa se razlikuje od teorijske koja je A_p= 0,908 μm^2, što je najvažniji zaključak ovog rada. Razlog tome je zaobljenost vrha indentora što dovodi do većih projiciranih površina. Drugim riječima; dijamantni Berkovich indentor u teoriji ima oštar vrh, no uporabom uređaja, odnosno indentora, vrh indentora se zaobli što dovodi do veće projicirane površine.
- Zbog nepodudaranja teorijske i dobivene vrijednosti projicirane površine, može se zaključiti da je nužno periodično umjeravanje indentora kako analiza rezulata bila što bolja
- Točna kontaktna površina igrati će ključnu ulogu u kasnijem određivanju mehaničkih svojstava, u prvom redu modula elastičnosti koji se direktno iz toga proračunava.
- Za mjerenja gdje je maksimalna sila bila ≥ 2 mN, u grafovima se jasno vide područja plastične, odnosno elastične deformacije dok kod maksimalnih sila < 2 mN to nije slučaj. Veliki utjecaj na ispitivanja pri malim maksimalnim silama je zaobljenost vrha indentora koja je i vidljiva u grafovima (slika 28, slika 29) gdje je vidljivo da do plastične deformacije uopće nije ni došlo, a elastična deformacija je vrlo mala ili zanemariva.
- Za mjerenja gdje je maksimalna sila bila ≥ 2 mN, osim što se jasno mogu iščitati rezultati mjerenja, ponovljivost rezultata je vrlo dobra što predstavlja slaganje između rezultata uzastopnih mjerenja tvrdoće izvedenih u istim uvjetima.

LITERATURA

[1] Tamara Aleksandrov Fabijanić, doktorski rad na temu *Razvoj referentnih pločica tvrdoće po Vickersu postupkom metalurgije praha*, Fakultet strojarsttva i brodogradnje, Zagreb, 2014.

[2] http://repozitorij.fsb.hr/648/1/01_07_2009_diplomski_rad_Kamerla.pdf

[3] Inženjerski priručnik: Prvi svezak – Materijali, Školska knjiga, Zagreb, 1998, str. 289-292

[4] Davor Ivaniš; Završni rad pod nazivom *Određivanje tvrdoće materijala po Vickersu*

[5] http://repozitorij.fsb.hr/1874/1/02_07_2012_Diplomski_rad-Budimlic_Mateo.pdf *primjenom različitih opterećenja*; Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, 2009.

[6] http://repozitorij.fsb.hr/786/1/12_11_2009_DIPLOMSKI_RAD_Vjeran_Zivkovic.pdf

[7] Franz M.: Mehanička svojstva materijala, FSB, Zagreb, 1998.

[8] https://www.sciencedirect.com/topics/chemistry/brinell-hardness

[9] http://brod.sfsb.hr/~ikladar/Materijali%20I/Ispitivanje%20tvrdoce.pdf

[10] https://www.emcotest.com/en/the-world-of-hardness-testing/hardness-know-how/theory-of-hardness-testing/vickers-52/vickers-test-procedure-185/

[11] Državni zavod za mjeriteljstvo: Metalni materijali, Ispitivanje tvrdoće prema Vickersu, provjeravanje ispitnih uređaja, Narodne novine, Zagreb, 1999.

[12] https://www.qualitymag.com/gdpr-policy?url=https%3A%2F%2Fwww.qualitymag.com%2Farticles%2F93264-how-to-deal-with-the-difficulties-of-microhardness-testing

[13]] J,L. Hay, MTS Systems Corporation; G.M. Pharr, The University of Tennessee and Oak Ridge National Laboratory, Instrumented Indentation Testing, pp. 232-243.

[14]https://www.ssi.shimadzu.com/sites/ssi.shimadzu.com/files/Products/literature/testing/C227-E024B.pdf

[15] https://www.manufacturingguide.com/en/vickers-testing

[16] Takashi Yamomoto: Role and Use of Standard Hardness Blocks, Journal of Material Testing Research Assoc., 54,2p.131, 2009.

[17] http://www.buehler.ca/testblock1.htm

[18]https://www.heraeus.com/en/hqs/fused_silica_quartz_knowledge_base/properties/properties.aspx

[19] Do Kyung Kim, Nanoindentation Lecture 1 Basic Principle, Department of Materials Science and Engineering KAIST

[20] https://www.toyo.co.jp/files/user/img/product/microscopy/pdf/5990-4907EN.pdf

[21] Tihomir Polanović; diplomski rad na temu *Određivanje mehaničkih svojstava tankih tvrdih prevlaka;* Fakultet strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, Zagreb, 2016.