

Mjerna sposobnost instrumentirane indentacijske metode za određivanje mehaničkih svojstava materijala

Vlašić, Gea

Master's thesis / Diplomski rad

2024

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:235:896936>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom](#).

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-20**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Gea Vlašić

Zagreb, 2024.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

**MJERNA SPOSOBNOST INSTRUMENTIRANE INDENTACIJSKE
METODE ZA ODREĐIVANJE MEHANIČKIH SVOJSTAVA
MATERIJALA**

Mentor:

Prof. dr. sc. Željko Alar, dipl. ing.

Student:

Gea Vlašić

Zagreb, 2024.

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

Zahvaljujem se profesoru i mentoru, prof. dr. sc. Željku Alaru, dipl. ing. na prilici za izradu ovog rada. Zahvaljujem se asistentu Danielu Pustičkom, mag. ing. na pruženoj pomoći, smjernicama i strpljenju.

Zahvaljujem se ocu i majci koji su mi pružili podršku kroz sve uspjehe i neuspjehe tijekom ovog studija, kao i ostatku obitelji. Posebna hvala mom djedu dr. sc. Elsu Kuljaniću, professor emeritus, koji je iznimno ponosan što sam odabrala njegovu struku.

Zahvaljujem se svojim dragim prijateljima i kolegama, divnim ljudima koji su uljepšali boravak u Zagrebu i pružali mi podršku svo ovo vrijeme.

Gea Vlašić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
Proizvodno inženjerstvo, inženjerstvo materijala, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
mehatronika i robotika, autonomni sustavi i računalna inteligencija

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa: 602 - 04 / 24 - 06 / 1	
Ur.broj: 15 - 24 -	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **Gea Vlašić** JMBAG: 0035217985

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Mjerna sposobnost instrumentirane indentacijske metode za određivanje mehaničkih svojstava materijala**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Measurement capability of the instrumented indentation method for determining mechanical properties of materials**

Opis zadatka:

Instrumentirana indentacijska metoda predstavlja naprednu tehniku za precizno mjerenje mehaničkih svojstava materijala u mikro i nano području. Kroz kontroliranu primjenu sile opterećivanja i praćenje trenutnih deformacija materijala, ova metoda omogućuje određivanje pojedinih mehaničkih svojstava materijala. Njena mjerna sposobnost pruža dublje uvide u mehanička svojstva materijala, što je ključno za razvoj novih materijala i optimiranje postojećih metoda.

U radu je potrebno:

1. proučiti literaturu i opisati povijesni razvoj instrumentirane indentacijske metode
2. opisati primjene instrumentirane indentacijske metode
3. u eksperimentalnom dijelu rada provesti mjerenja određenih mehaničkih svojstava na dva različita materijala kroz usporednu dva instrumentirana indentacijska uređaja
4. analizirati dobivene rezultate i dati određene zaključke.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć

Zadatak zadan:

9. svibnja 2024.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Željko Alar

Datum predaje rada:

11. srpnja 2024.

Predviđeni datumi obrane:

15. – 19. srpnja 2024.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Ivica Garašić

SADRŽAJ

POPIS SLIKA.....	II
POPIS TABLICA.....	III
POPIS OZNAKA.....	IV
SAŽETAK.....	V
SUMMARY.....	VI
1. UVOD.....	1
2. MEHANIČKA SVOJSTVA MATERIJALA	2
2.1. Definicija tvrdoće.....	2
2.2. Definicija statičkog vlačnog ispitivanja	3
2.3. Definicija udarnog rada loma.....	4
2.4. Definicija zamora materijala	6
3. INSTRUMENTIRANA INDENTACIJSKA METODA.....	7
3.1. Razvoj	7
3.2. Nanoindentacija	10
3.3. Indentori	11
3.3.1. Berkovichev indenter.....	11
3.3.2. Vickersov indenter.....	14
3.2. Ispitivanje tankih filmova nanoindentacijom	16
3.3. Ispitivanje materijala malih volumena nanoindentacijom	17
4. INSTRUMENTIRANO ISPITIVANJE UTISKIVANJEM ZA ODREĐIVANJE TVRDOĆE I PARAMETARA MATERIJALA.....	18
4.1. Metoda instrumentiranog ispitivanja utiskivanjem	18
4.2. Provjeravanje i umjeravanje ispitnih uređaja.....	19
4.3. Umjeravanje referentnih pločica.....	21
4.4. Metoda ispitivanja za metalne i nemetalne prevlake	22
5. EKSPERIMENTALAN DIO	23
5.1. Step 100 uređaj i njegove mjerne sposobnosti	23
5.1.1. Indentacijska metoda	26
5.1.2. Scratch test.....	30
5.2. Validacija uređaja	32
5.3. Postupak mjerenja.....	33
5.4. Analiza dobivenih rezultata	39
5.5. Analiza problematike instrumentirane indentacijske metode	41
6. ZAKLJUČAK.....	47
LITERATURA	48

POPIS SLIKA

Slika 1. Metode mjerenja tvrdoće	3
Slika 2. Kidalica [8]	4
Slika 3. Charpy-ev bat [9]	5
Slika 4. Zamor materijala [10]	6
Slika 5. Dijagram odnosa dubine prodiranja i opterećenja [13].....	8
Slika 6. Berkovichev indentor u izometriji [20].....	12
Slika 7. Berkovichev indentor [14]	13
Slika 8. Efekt potonuća i uzdignuća [21]	14
Slika 9. Vickersov indentor [22]	15
Slika 10. Rezna linija na vrhu Vickersovog indentora [23]	16
Slika 11. Step 100 uređaj.....	24
Slika 12. Shematski prikaz kontakta između indentora i uzorka [27].....	25
Slika 13. Krivulja u dijagramu sila-dubina	26
Slika 14. Krivulja sile i dubine u ovisnosti o vremenu	27
Slika 15. Vickersov otisak postignut instrumentiranom indentacijskom metodom.....	27
Slika 16. Otisak koji je probio prevlaku.....	28
Slika 17. Prikaz rezultata CMC mjerenja u dijagramu sila-dubina prodiranja	29
Slika 18. Indentacija naprednim matičnim tipom	29
Slika 19. Scratch test i panoramska slika	30
Slika 20. Scratch test i panoramska slika	30
Slika 21. Rezultati scratch testa s primijenjenom malom silom	31
Slika 22. Prijenosni etaloni za kalibraciju uređaja	32
Slika 23. Certifikat Fused Silica etalona	33
Slika 24. Zwick uređaj	34
Slika 25. Grafički prikaz rezultata srednje vrijednosti tvrdoće	39
Slika 26. Grafički prikaz rezultata standardne devijacije.....	40
Slika 27. Grafički prikaz rezultata proširene mjerne nesigurnosti	41
Slika 28. Prikaz rezultata ispitivanja provedena Step 100 uređajem	42
Slika 29. Dijagram sila - dubina utiskivanja tijekom kalibracije	43
Slika 30. Dijagram sila - dubina utiskivanja za opterećenje HV0,05	44
Slika 31. Novi otisak na starom otisku.....	45
Slika 32. Grafički prikaz rezultata ispitivanja ometanog vibracijama	45

POPIS TABLICA

Tablica 1. Tolerancije za reznu liniju [13]	16
Tablica 2. Tolerancije u odnosu na primijenjen raspon [24].....	20
Tablica 3. Podaci Step 100 uređaja	23
Tablica 4. Uvjeti ispitivanja na Zwick uređaju	34
Tablica 5. Podaci stabilnog Vickersovog tvrdomejra	35
Tablica 7. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,05 - Zwick	36
Tablica 8. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,05 – Step 100	36
Tablica 9. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,5 - Zwick	37
Tablica 10. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,5 - Step 100	37
Tablica 11. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV1 - Zwick	38
Tablica 12. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV1 - Step 100	38

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
a	mm	Duljina rezne linije
α	°	Kut vrha indentora
a		Tolerancija <1% dubine utiskivanja u nano rasponu
d_1	μm	Duljina prve dijagonale
d_2	μm	Duljina druge dijagonale
d_{sr}	μm	Duljina srednje dijagonale
E	N/mm ²	Youngov modul elastičnosti
E^*	N/mm ²	Modul elastičnosti
E_{IT}	N/mm ²	Indentacijski modul
ε	%	Istezanje
F	N	Sila
F_{max}	N	Maksimalna sila
H_{IT}	MPa	Indentacijska tvrdoće
h	nm	Dubina prodiranja
h_p	nm	Konačna dubina prodiranja
h_r	nm	Sjecište tangente rasterećenja s apscisom
h_{max}	nm	Maksimalna dubina prodiranja
k		Proširena mjerna nesigurnost
l	μm	Duljina prodiranja
R_e	MPa	Granica razvlačenja
R_k	MPa	Konačno naprežanje
R_m	MPa	Vlačna čvrstoća
$R_{p0,2}$	MPa	Konvencionalna granica razvlačenja
S		Elastična krutost pri rasterećenju
\mathcal{G}_{prel}	°C	Prijelazna temperatura

SAŽETAK

Osnovni cilj ovog rada bio je prikazati mjernu sposobnost instrumentirane indentacijske metode na Step 100 uređaju u svrhu određivanja mehaničkih svojstava materijala.

Teorijski dio rada daje pregled najčešće ispitivanih mehaničkih svojstava, povijesni razvoj instrumentirane indentacijske metode i njezin princip rada te najčešće korišteni indentori.

U eksperimentalnom dijelu prikazane su mjerne mogućnosti Step 100 uređaja, njegova kalibracija te opis provedenih ispitivanja. Također prikazani su rezultati ispitivanja tvrdoće, popraćeni statističkim vrijednostima. Prikazana je usporedba rezultata provedenih na dva različita uređaja. Provedena je analiza dobivenih rezultata te su dani zaključci. Također su opisane uočene problematike instrumentirane indentacijske metode.

Ključne riječi: instrumentirana indentacijska metoda, kalibracija, tvrdoća, problematika

SUMMARY

The main aim of this study was to demonstrate the measurement capability of the instrumented indentation method using the Step 100 device for the purpose of determining the mechanical properties of materials.

The theoretical part of the study provides an overview of the most tested mechanical properties, the historical development of the instrumented indentation method, its operating principle and the most used indenters.

The experimental part presents the measurement capabilities of the Step 100 device, its calibration and a description of the conducted tests. The results of hardness test, accompanied by statistical values, are also presented. A comparison of the results obtained on two different devices is shown. An analysis of the obtained results was conducted, and conclusions were drawn. The observed issues with the instrumented indentation method are also described.

Key words: instrumented indentation method, calibration, hardness, issues

1. UVOD

U posljednje vrijeme dolazi do povećanog interesa za mehaničku karakterizaciju materijala malih volumena i sustava tankih filmova. Za karakterizaciju takvih elemenata se upotrebljavaju indentacijske metode mjerenjem dubine utiskivanja, pri čemu su indentori sferičnih ili piramidalnih oblika. Mehanička svojstva koja se najčešće određuju ovim putem su vrijednosti tvrdoće materijala i modula elastičnosti [1].

S obzirom da je metodom instrumentirane indentacije postignut značajan napredak, osim prethodno navedenih mehaničkih svojstava tvrdoće i modula elastičnosti, danas su omogućena i mjerenja drugih mehaničkih parametara, uključujući eksponente otvrdnjavanja, parametre puzanja te zaostalih naprezanja. Posebno se ističe nanoindentacija, kao jedna od metoda instrumentirane indentacije. Osim što ju je moguće primijeniti u fizičkim znanostima, nanoindentacija se najčešće primjenjuje za temeljna istraživanja u području znanosti o materijalima. Za istraživanje fenomena na nanoskali kao što su nukleacija i dinamika defekata, mehaničke nestabilnosti ili lokalizacija deformacija, te fazne transformacije, koriste se nove mogućnosti snimanja na mjestu i snimanje izvan mjesta, detekcije akustičke emisije i ispitivanja pri visokim temperaturama [2].

Znanje o statističkim metodama i planiranju pokusa u različitim područjima inženjerstva, kao što su strojarstvo – znanost o proizvodnji, kontrola kvalitete, znanost o materijalima, građevinarstvo, ekonomija, fizika, biologija, sociologija, psihologija i mnoga druga područja, je od velike važnosti. Statistika utječe na čovjekovo razmišljanje, što dovodi do boljeg razumijevanja mnogih procesa i istraživanja u navedenim područjima. Njezina primjena je često neophodna te je očigledno da bez nje bi rezultati bili lošiji i manje pouzdani. Planiranje pokusa je vrlo korisna tehnika kojom se povećava pouzdanost eksperimentalnih rezultata te smanjuju troškovi i potrebno vrijeme. Najbolji rezultati postižu se kada se planiranje pokusa kombinira s odgovarajućom statističkom analizom i dobrim razumijevanjem ispitivanog procesa [3].

Instrumentirana indentacijska metoda nedvojbeno predstavlja veliki napredak u tehnici za mjerenje mehaničkih svojstava materijala u mikro i nano rasponu. Ispitivanja se provode kroz kontroliranu primjenu sile opterećivanja i praćenja trenutnih deformacija ispitivanog materijala. Mjerna sposobnost daje pregled dubljih uvida u mehanička svojstva materijala. Na taj način se bolje prati razvoj novih materijala i optimizaciju već postojećih metoda.

2. MEHANIČKA SVOJSTVA MATERIJALA

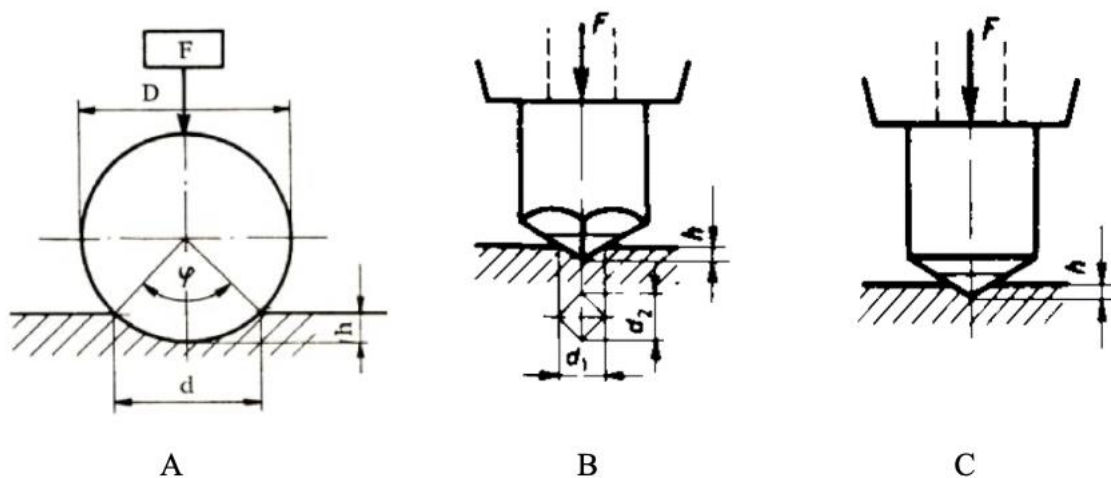
Materijali su čvrste tvari koje se odabiru i upotrebljavaju obzirom na temelju njihovih fizikalnih i kemijskih svojstava. Pogodnim postupcima oblikovanja i obrade moguće je kreirati predmete točno određenih oblika, veličine i uporabne vrijednosti. Glavni pokazatelji uspješnosti proizvoda na tržištu su njegova cijena izrade, trajnost te eksploatacijske karakteristike. Mehanička svojstva materijala od kojih je proizvod načinjen su osnovna grupa svojstava koja se ubrajaju u eksploatacijska svojstva [4].

2.1. Definicija tvrdoće

Tvrdoća predstavlja mehaničko svojstvo materijala i prikazuje reakciju materijala na opterećenje koje se na njega primjenjuje. Drugim riječima, tvrdoća je otpornost koju materijal pokazuje prilikom prodiranja drugog znatno tvrdog tijela. Iako ona nije fizikalno egzaktno definirano mehaničko svojstvo, postupak mjerenja tvrdoće je jedan od najraširenijih postupaka koji se primjenjuje u području ispitivanja mehaničkih svojstava materijala. Primarni razlog k tome leži u jednostavnosti provedbe postupka. Mjerenje tvrdoće ne zahtijeva posebno pripremljene uzorke kao što zahtijeva većina postupaka ispitivanja mehaničkih svojstava, već se mogu vršiti mjerena na poluproizvodima ili čak gotovim proizvodima. To naravno ovisi o primijenjenoj metodi. Nadalje svojstvo tvrdoće je u korelaciji s drugim mehaničkim svojstvima, poput vlačne čvrstoće (R_m), što uvelike olakšava prikupljanje podataka o svojstvima ispitivanog materijala. Također, potrebno je istaknuti brzinu provedbe postupka mjerenja tvrdoće, koja je neupitno brža u odnosu na neka druga ispitivanja mehaničkih svojstava [4].

Razvijeno je više metoda kojima se ispituje tvrdoća, a koju primijeniti ovisi o nizu faktora koje je potrebno uzeti u obzir. Faktori poput vrsta materijala, homogenost mikrostrukture, zahtijevana točnost dobivenih rezultata, veličina i stanja uzorka te broj uzoraka, samo su neki od faktora koji utječu na odabir ispravne metode za ispitivanje tvrdoće. Najpoznatije metode ispitivanja tvrdoće nose ime po tvrtki u kojoj su izumljene, te su to Brinellova, Vickersova i Rockwellova metoda. Time se može utvrditi zadovoljenost zahtijevanih karakteristika komponente što će osigurati kvalitetu iste [5].

U nastavku slijedi prikaz triju najčešće korištenih metoda na slici 1.



Slika 1. Metode mjerenja tvrdoće

Slikom 1. su prikazane tri najpoznatije metode ispitivanja tvrdoće s karakteristikama po kojima se razlikuju:

- A – Brinellova metoda ispitivanja tvrdoće [6]
- B – Vickersova metoda ispitivanja tvrdoće [7]
- C – Rockwellova metoda ispitivanja tvrdoće [7]

2.2. Definicija statičkog vlačnog ispitivanja

Statičko vlačno ispitivanje svrstava se pod skupinu kratkotrajnih opterećenja za koje je potrebno izrezivanje uzoraka iz materijala kojeg se želi ispitati. Uzorak se naziva epruvetom te je točno propisanog oblika i dimenzija. Epruvetu se postavlja na uređaj, zateže, opterećuje vlačno i čeka određeno vrijeme kako bi došlo do loma. Uređaji na kojima se ovakva mjerenja provode nazivaju se kidalice. Hidraulički način pogona je najprikladniji za ovakav tip naprezanja, jer daje mogućnost rasterećenja epruvete u bilo kojem trenutku. Obzirom na to da je svako vlačno opterećenje popraćeno istezanjem, osim vrijednosti sile prati se i produljenje epruvete. Epruveta se produljuje, sve do trenutka kada pukne, tada završava ispitivanje.

Rezultati se mogu prikazati grafički, pomoću dijagrama kidanja koji uključuje silu i produljenje ili dijagram naprezanje-istezanje. Dijagrami su kvalitativno jednaki i oba počinju iz ishodišta koordinatnog sustava. Rezultati koje se dobiva statičnim vlačnim ispitivanjem su granica razvlačenja (R_e), vlačna čvrstoća (R_m), konačno naprezanje (R_k), istezanje (ε), modul elastičnosti (E), konvencionalna granica razvlačenja ($R_{p0,2}$), i drugi [4].

Na slici 2. je prikazan uređaj za statičko vlačno ispitivanje koji se naziva kidalica.

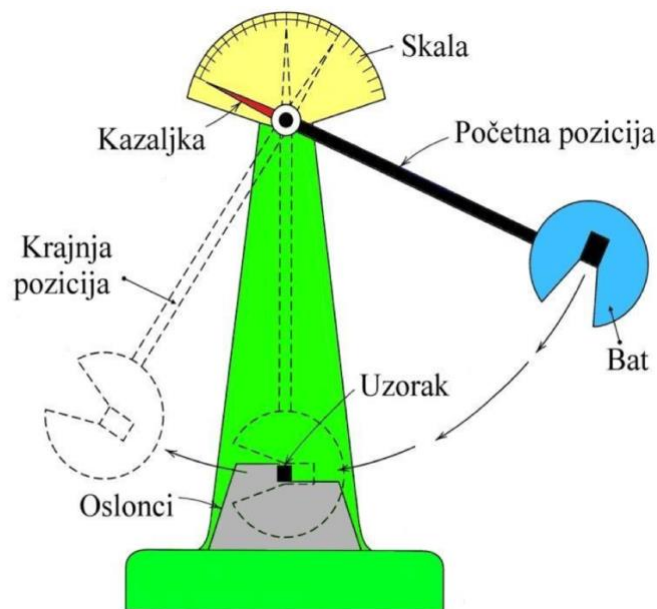


Slika 2. Kidalica [8]

2.3. Definicija udarnog rada loma

Udarni rad loma je ispitivanje prilikom kojeg se utvrđuje ponašanje materijala u trenucima udarnog opterećenja. Cilj je ustanoviti je li materijal krhak ili žilav. Kao i kod statičkog vlačnog ispitivanja, ispitivanja se provode na posebno pripremljenim epruvetama koje se izrezuju iz materijala kojeg se želi ispitati. Na ovim epruvetama se izrezuje utor kako bi se usmjerila pukotina i kako bi epruveta lakše puknula. Ispitivanje se odvija pomoću Charpy-evog bata. Bat

s određenom težinom se podiže na neku visinu obzirom na ravninu gdje se nalazi epruveta. Bat se ispušta iz početnog položaja, dobiva na potencijalnoj energiji koja potom prelazi u kinetičku energiju i udara u epruvetu. Dio kinetičke energije se troši na lomljenje epruvete, dok se s ostatkom energije bat penje uzlaznom putanjom na nižu visinu od početne. Utrošena energija se naziva udarni rad loma, a njegova vrijednost je pokazatelj žilavosti materijala. Materijal je žilaviji što je udarni lom veći te se time bat penje na manju visinu. Opisani proces je prikazan u slikom 3. u nastavku. Često je potrebno obratiti pažnju na temperaturu ispitivanja. Neki materijali se drugačije ponašaju kad se temperatura okoline promijeni, primjerice konstrukcijski čelici. Stoga je bitno provoditi ispitivanja u uvjetima u kojima će se materijal potencijalno nalaziti tijekom eksploatacije. Također, određeni materijali pokazuju visoki udarni rad loma i time su žilavi pri višim temperaturama, a niži udarni rad loma i krhkost pri nižim temperaturama. Prijelazna temperatura (ϑ_{prel}) je ona temperatura koja odvaja područje krhkosti od područja žilavosti. Poželjno je da je prijelazna temperatura materijala što niža kako bi materijali ostali što žilaviji pri takvim temperaturama tijekom eksploatacije. Materijali na koje treba posebno obratiti pozornost su legure metala s BCC kristalnom rešetkom, polimeri i keramike [4].



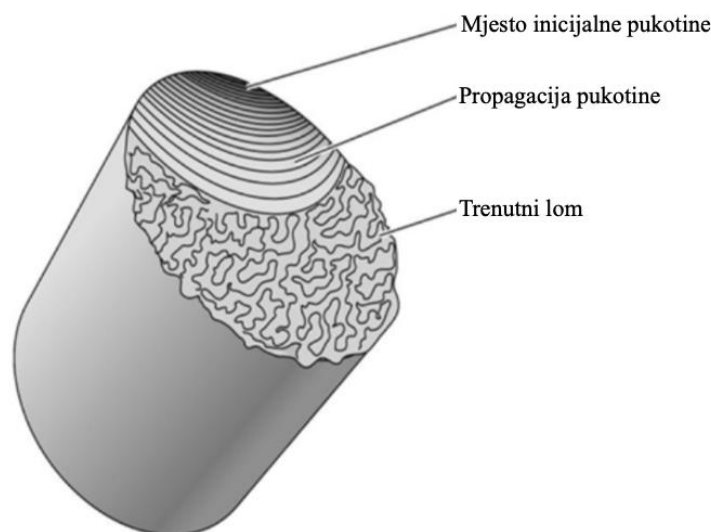
Slika 3. Charpy-ev bat [9]

Na slici 3. je prikazan Charpy-ev bat s označenim dijelovima uređaja i tijekom ispitnog procesa.

2.4. Definicija zamora materijala

Mnogi strojni elementi poput dijelova motora, vozila i slično, su tijekom eksploatacije podložni dinamičkim opterećenjima. Iz tog razloga nije dovoljno provoditi statička i udarna ispitivanja kako bi se utvrdila svojstva materijala od kojeg je načinjena komponenta, već je potrebno ispitati materijale i prilikom dinamičkih opterećenja. Zamor materijala karakterizira pojava inicijalne pukotine i njezina propagacija prilikom dinamičkih opterećenja. Razvijena su mnoga ispitivanja koja oponašaju eksploatacijske uvjete i omogućuju promjenjivo ili dinamičko opterećenje, a uređaju na kojima se vrše takva ispitivanja nazivaju se umaralice ili pulzatori. Prijelomna površina koja nastane zamorom materijala ima karakterističan izgled te se sastoji od područja trajnog loma i područje trenutnog loma. Područje trajnog loma započinje nastankom inicijalne pukotine koja je nastala zbog pojave koncentracije naprezanja u tom dijelu. Koncentracije naprezanja mogu biti tehnološkog podrijetla, konstrukcijskog podrijetla, nastali u eksploataciji ili diskontinuiteti i nesavršenosti u strukturi materijala. Nastala pukotina se postupno širi tijekom dugotrajnog djelovanja dinamičkog naprezanja. U trenutku kada se pukotina toliko propagira da je naprezanje u još nerazorenom dijelu prelazi vrijednost vlačne čvrstoće materijala, nastaje trenutni lom [4].

Slikom 4. je prikazana površina zamora materijala koji uključuje inicijalnu pukotinu i njezinu propagaciju što čini područje trajnog loma, te područje trenutnog loma.



Slika 4. Zamor materijala [10]

3. INSTRUMENTIRANA INDENTACIJSKA METODA

Ispitivanje indentacijom je jednostavna metoda koja se temeljno sastoji od prodiranja indentora s poznatim mehaničkim svojstvima u ispitni uzorak nepoznatih svojstava. S obzirom da se tehnologije i tržište svakodnevno sve više razvijaju, nekonvencionalne metode dolaze do izražaja te sa sobom donose nove mogućnosti koje unaprjeđuju dosadašnje metode. Time se očituju razlike između konvencionalnih i novijih metoda, u koje se ubrajaju instrumentirane indentacijske metode odnosno nanoindentacija. Tijekom provedbe konvencionalnih ispitivanja indentacijom, kontaktno područje se računa izravnim mjerenjem dimenzija otisnutog otiska na površini uzorka nakon rasterećenja, dok se nekonvencionalne metode uglavnom odnose na manje mjerne skale i time zahtijevaju drugačije računanje kontaktne površine. Primjerice nanoindentacijskih metoda, kao i samo značenje riječi „nano“ je 10^{-9} m, otisci koji ostaju na površini uzorka nakon rasterećenja su premali da bi ih se izravno i ekonomično mogli izmjeriti. Stoga se prilikom nanoindentacije područje kontakta ne određuje pomoću otisnutog otiska, već pomoću mjerenja dubine prodiranja indentora u površinu uzorka. Poznata dubina prodiranja zajedno s definiranom geometrijom indentora osiguravaju neizravno mjerenje kontaktnog područja tijekom punog opterećenja. Zato se nanoindentacija poistovjećuje s instrumentiranim indentacijskim metodama [1].

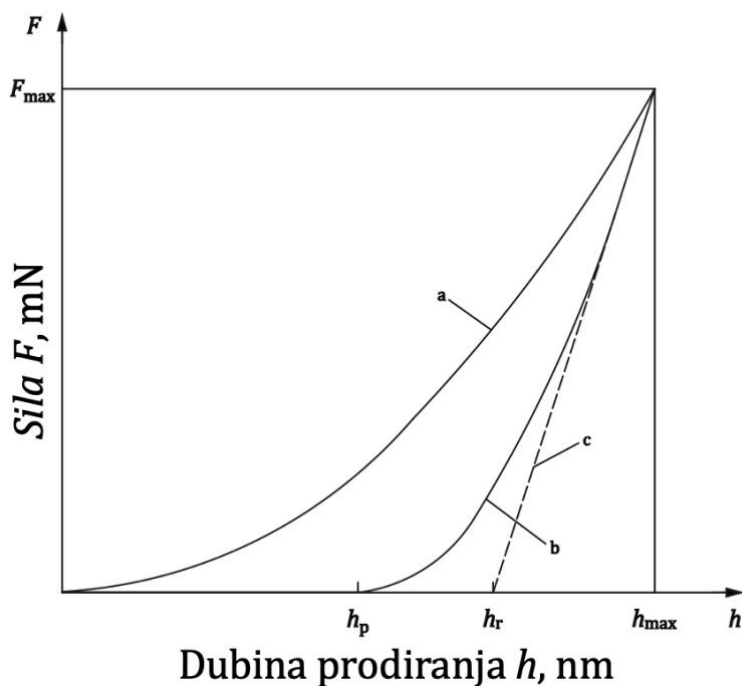
3.1. Razvoj

Povijest instrumentirane indentacije započinje sedamdesetih godina dvadesetog stoljeća kada se ustanovilo da je moguće definirati kontaktnu površinu indentora preko krivulje opterećenja i dubine utiskivanja. Doerner i Nix zaslužni su za prilagođavanje uređaja za utiskivanje i ostvarenju pomaka sile u milinjutnima, a Oliver i Pharr su unaprijedili taj pristup i u svom radu iz 1992. godine dali rješenja aplikativnih problema ove metode [11].

Prvo zabilježeno mjerenje tvrdoće na nanonivou je bilo provedeno pomoću optičkog SEM (skenirajući elektronski mikroskop) uređaja, a za indenter je uzeta oštro zašiljena žica od volframa. Pomoću interferometrijske metode je praćeno pomicanje držača indentora i time utvrđena dubina indentacije. Kvaliteta izlaznih podataka bila je upitna zbog rizika povećane mjerne nesigurnosti. Kako bi se taj problem umanjio, novije verzije uređaja su se sastojale od

elektromagnetskih opruga i senzora koji su omogućili uspostavljanje balansa u mjerenju. To je dovelo da razvoja ekstenzometara koji su bili u potpunosti elektronički umjesto dotadašnjih optičkih [12].

Instrumentirana indentacija je od svog prvobitnog razvitka podvrgnuta brojnim doradama i promjenama zahvaljujući poboljšanjima tehnike i ispitne opreme što je omogućilo bolje razumijevanje mehanike elastično-plastičnog kontakta. Metoda koja je uvedena 1992. godine za mjerenje tvrdoće i modula elastičnosti je široko prihvaćena i primjerena za karakterizaciju mehaničkih svojstava materijala u malim skalama. Te vrijednosti se računaju iz podataka o opterećenju i dubini prodiranja koji se dobivaju tijekom jednog ciklusa opterećenja i rasterećenja. Primarno su se koristili indentori oštih bridova poput stošca ili Berkovichove trostrane piramide. Ciklus opterećenja i rasterećenja, zajedno s parametrima je prikazana na slici 5. [11].



Slika 5. Dijagram odnosa dubine prodiranja i opterećenja [13]

Slika 5. prikazuje dijagram ovisnost dubine prodiranja o primijenjenoj sili. Na apscisi se nalazi dubina prodiranja u odnosu na prvobitnu netaknutu površinu koja se označava sa h , a na ordinati primijenjenu silu F zbog kojeg dolazi do tog pomaka. Krivulja „a“ označava opterećenje, krivulja „b“ rasterećenje, te krivulja „c“ tangentu na krivulju b pri maksimalnoj sili F_{\max} [13].

Pretpostavka je da deformacija koja nastaje tijekom opterećenja je istovremeno elastična i plastična, a tijekom rasterećenja da se oporavljaju samo elastični pomaci. Ta pretpostavka olakšava analizu podataka, te se uglavnom primjenjuju materijali koji posjeduju reverzibilnu plastičnu deformaciju tijekom rasterećenja, iako je simulacijama metodom konačnih elemenata dokazano da je ona obično zanemariva. Važne veličine kojima je bitno odrediti njihovu vrijednost su: maksimalna sila F_{\max} , maksimalna dubina prodiranja h_{\max} , konačna dubina prodiranja h_p te elastična krutost pri rasterećenju $S = dF/dh$. Elastična krutost pri rasterećenju se promatra tijekom početnih faza rasterećenja i definira se kao nagib pravca u gornjem dijelu (tj. tangenta) krivulje rasterećenja, te se također može nazivati i kontaktnom krutosti. Konačna dubina prodiranja h_p , odnosi se na trajnu dubinu prodiranja nakon što se indenter potpuno rastereti [11].

Točka h_r označava sjecište krivulje c (tangente) s apscisom [13].

Tijekom ispitivanja za svaku primijenjenu silu se kontroliraju i bilježe dubine prodiranja indentora. Dobiveni rezultati su niz kvantitativnih podataka koji su u dijagramu na slici 5. prikazani kao točke koje čine krivulje sila-dubina prodiranja. Bitno je istaknuti da ovakvi uređaji nude mogućnosti automatskog ispitivanja u zadanim područjima. To dovodi do mogućnosti provođenja ispitivanja i u noćnim satima što povećava učinkovitost ispitivanja [14].

1997. Nix i Gao su u svom radu razvili model pomoću kojeg su uspostavili povezanost između izmjerene tvrdoće i dubine indentacije. Tu vezu je moguće koristiti za procjenu tvrdoće materijala na beskonačnoj dubini indentacije, što se često naziva intrinzična tvrdoća. Ona se postiže na temelju principa geometrijski nužnih dislokacija (eng. GND – Geometrically necessary dislocation), a nalaze se ispod otiska indentacije te nastaju kao prilagodba plastične deformacije koja je povezana s pomaknutim volumenom [15].

Geometrijski nužne dislokacije (GND) se razlikuju od statistički pohranjenih dislokacija (eng. SSD – Statistically stored dislocation), iz razloga što se statistički pohranjene dislokacije akumuliraju s deformacijom zbog mehanizama očvrstnuća. Međutim, Nix-Gaov model nije prikladan za provođenje plitkih indentacija, te su iz prve obojica zanemarivali te podatke u svojoj analizi i pripisali ih kao odstupanje geometrijskog efekta zbog otupljenja vrha indentora. Bitan pojam kojeg se često zanemaruje je efekt veličine indentacije (eng. ISE – Indentation size effect), a definira ga se kao postupno smanjenje tvrdoće s dubinom tijekom nanoindentacijskih ispitivanja. S povećanjem dubine, efekt gradijenta deformacije postaje zanemariv, a

deformacija je sve više kontrolirana statistički pohranjenim dislokacijama, što smanjuje efekt veličine [16].

3.2. Nanoindentacija

Kao što je prethodno spomenuto, konstantno raste interes za nanoindentacijom. Precizno pozicioniranje i visoka prostorna rezolucija također pridonose njezinoj popularnosti. Njezini sustavi omogućuju snimanje površine uzorka prije provođenja ispitivanja, odabir položaja indentacije s visokom lateralnom točnošću te snimanje nastalog otiska nakon rasterećenja. Testirani volumen materijala lako je skalirati promjenom opterećenja na indentoru, i time metoda postaje korisna za određivanje efekata duljinskih skala, poput debljine filma, veličine zrna u nanostrukturiranim materijalima [17].

Nanotehnologiji se oduvijek predviđao uspon u budućnosti. Omogućila je veliki napredak u različitim granama industrije, od proizvodnji materijala i tankih filmova do minijaturizirane elektronike i dr. U članku iz 2006. godine autora Grbac i Ojurović, navedeno je kako nanotehnologija u potpunosti redefinirati do sad poznati način života, i time potaknuti gospodarsku revoluciju u svim sektorima gospodarstva. Nadalje, nastankom novih materijala i uređaja, nastaju novi proizvodi te nove industrije, što omogućava i nova radna mjesta [18]. Iz tog razloga kada je riječ o ispitivanju mehaničkim svojstvima materijala, Nanoindentacija ima važnu ulogu i u znanstvenim vodama, kao i u industrijskim.

Nanoindentacija je relativno nova metoda koja se u posljednje vrijeme probila kao sve važnija metoda ispitivanja zbog potrebe koja se pojavila za karakteriziranjem tankih prevlaka i uzoraka s malim specifičnim volumenom. Primarno je razvijena kao metoda mjerenja tvrdoće, ali se također pokazala kao izuzetna metoda za ispitivanje elastičnih svojstava materijala. Postupak se sastoji od primjenjivanja vrlo male inicijalne sile na površinu uzorka pomoću nanoindentora. Metoda ima vrlo široku primjenu. Moguće je provoditi ispitivanja na tankim filmovima koji su nastali CVD i PVD postupcima, kao i njihovim varijacijama, najčešće titanovi nitridi i titanovi oksidi. Nadalje, moguće je provoditi ispitivanja polimernih materijala, prionjivosti tankih tvrdih prevlaka te ispitivanja na strukturama bliskim dijamantima poput DCL-a. Nanoindentaciji raste

njezina važnost s mogućnosti ispitivanja biomaterijala, primjerice određivanje mehaničkih svojstava kostiju, zbog primjene vrlo male inicijalne sile tijekom provedbe mjerenja. Time do izražaja dolazi nedestruktivnost metode [12].

3.3. Indentori

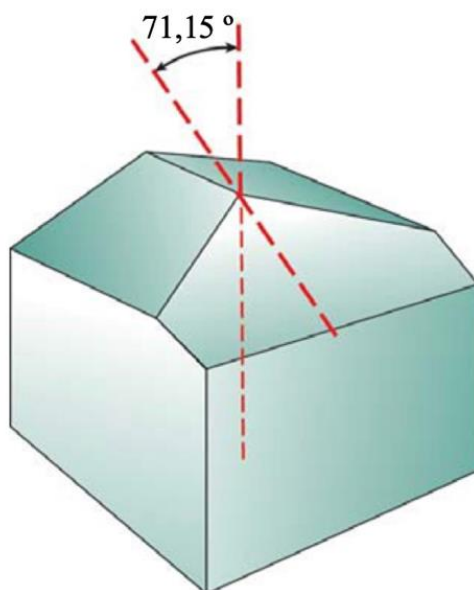
Brojna ispitivanja i usporedbe metoda su dokazale da su Berkovicheva i Vickersova metoda usko povezane jedna s drugom. Ipak, glavna razlika se odnosi na način deformacije na kontaktnoj granici gdje je efekt očvršćivanja plastičnom deformacijom izraženiji kod Vickersove metode, a manje kod Berkovicheve, što se može objasniti činjenicom da Berkovichev indenter ima manje utonuće u materijal na granici kontakta s uzorkom od Vickersovog indentora. Indentacijska ispitivanja su već dugi niz godina standardna metoda za određivanje karakterizacije materijala jer omogućuju prikladnu, nedestruktivnu eksperimentalnu metodu za procjenu osnovnih svojstava malih uzoraka materijala. Jedan od očitih nedostataka metode je problem nehomogene deformacije u indentiranim uzorcima [19]. Potrebno je odabrati prikladan indenter kako bi se svi potencijalni problemi minimizirali. Svaka instrumentirana indentacijska metoda sadrži indenter koji se dovodi u kontakt s površinom uzorka kojeg se želi ispitati i time utvrditi njegove karakteristike. Indentori se razlikuju po vrsti materijala, obliku i dimenzijama.

U nastavku slijede ukratko opisani indentori po Berkovichevoj i Vickersovoj metodi.

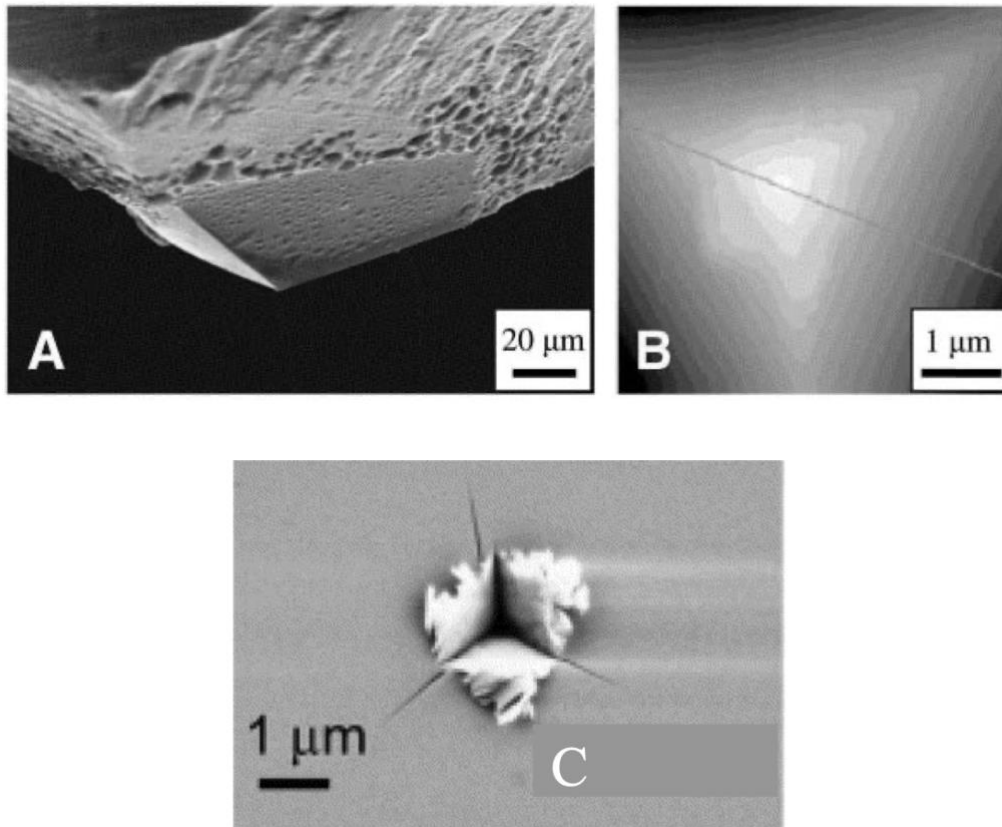
3.3.1. Berkovichev indenter

Berkovichev indenter se najčešće upotrebljava za ispitivanje mehaničkih svojstava materijala na nanorazini pomoću instrumentiranih indentacijskih metoda. Indenter čini trostrana piramida za razliku od Vickersove četverostrane piramide. Smatra ga se idealnim za raznolike materijale te metode ispitivanja, od glomaznih materijala do tankih filmova i polimera, testova grebanjem i trošenja, itd. Njegov definirani kut od $142,3^\circ$ smanjuje utjecaj trenja što rezultira smanjenim trošenjem vrha indentora [20].

U nastavku slijede slike 6. i 7. koje prikazuju Berkovichev indenter u izometriji s označenom polovinom definiranog kuta od $71,15^\circ$ te Berkovichev indenter iz različitih kutova gledišta.



Slika 6. Berkovichev indenter u izometriji [20]

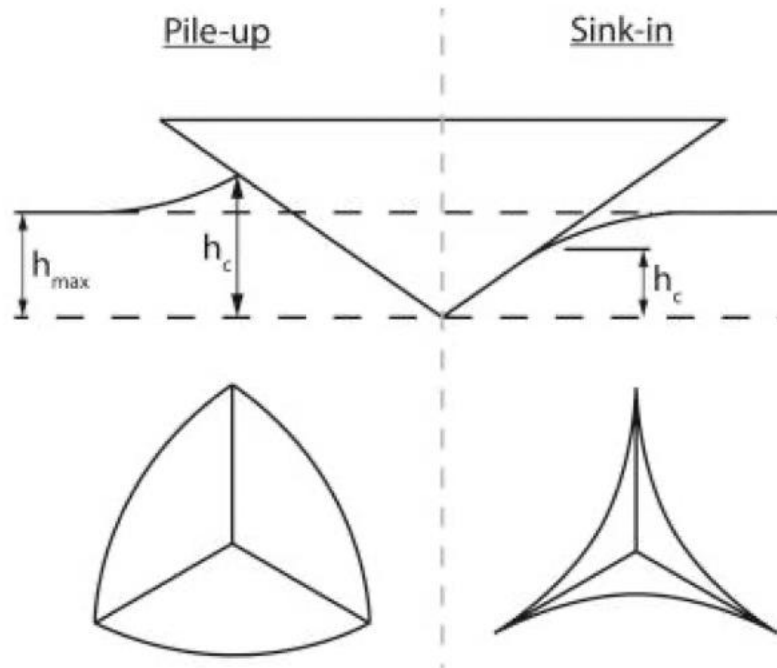


Slika 7. Berkovichev indentor [14]

Slika 7. prikazuje Berkovichev indentor iz različitih kutova gledišta:

- A – dijamantna trostrana Berkovicheva piramida – pogled iz profila
- B – dijamantna trostrana Berkovicheva piramida – pogled od ispod
- C – otisak koji ostaje nakon ispitivanja u uzorku

Jedan od nedostataka primjene Berkovichevog indentora je što elastično-plastična promjena, koja nastaje prilikom ispitivanja, nije jasno prikazana. Moguća je pojava efekata potonuća ili uzdignuća koji se pojavljuju na rubovima otiska. Taj efekt je prikazan na slici 8.



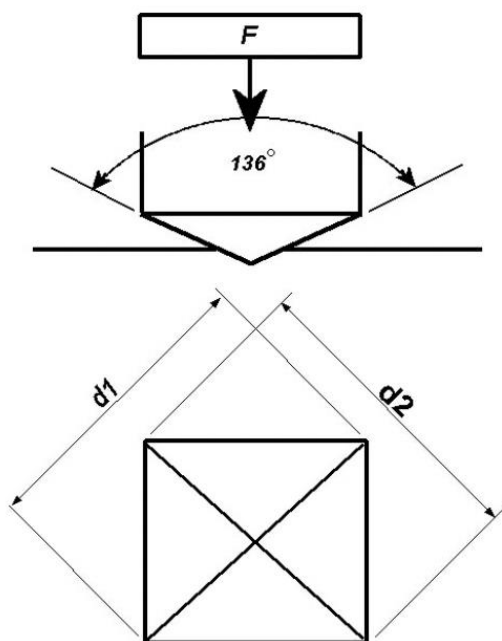
Slika 8. Efekt potonuća i uzdignuća [21]

Na lijevoj strani slike 8. je prikazan efekt uzdignuća tj. „pile – up“ efekt, dok je na desnoj strani prikazan efekt potonuća, odnosno „sink – in“ efekt. Efekt uzdignuća se potencijalno može pojaviti prilikom utiskivanja indentora prevelikom silom u ispitni uzorak. Trokutasti otisak ne može zadržati svoj izvorni oblik, nego poprima eliptični oblik. Ukoliko se indentor utiskuje premalom silom pojavljuje se efekt potonuća. U tom slučaju trokutasti otisak se sužava, kao što je prikazano na desnoj strani slike 8. Efekt uzdignuća je karakterističan za materijale koji su očvrstnuli hladnom deformacijom, a efekt potonuća za materijale male gustoće. Ovaj nedostatak uvelike otežava očitavanje ispravne dubine prodiranja što utječe na pogrešno očitavanje kontaktne površine, a rezultira analizom neispravnih rezultata i donošenja pogrešnih zaključaka [21].

3.3.2. Vickersov indentor

Osim što je Vickersova metoda jedina koja je pogodna za primjenu u znanstveno istraživačkim radovima, njezin indentor je također primjenjiv i za instrumentirane indentacijske metode. Pogodan je za ispitivanje pojedinih kristala u mikrostrukturi i provođenje ispitivanja na tankim materijalima s malim opterećenjem, ali s druge strane je također pogodan za ispitivanje izrazito tvrdih materijala zbog toga što je indentor napravljen od dijamanta [4].

U nastavku slijedi slika 9. na kojoj je prikazan Vickersov indentor.

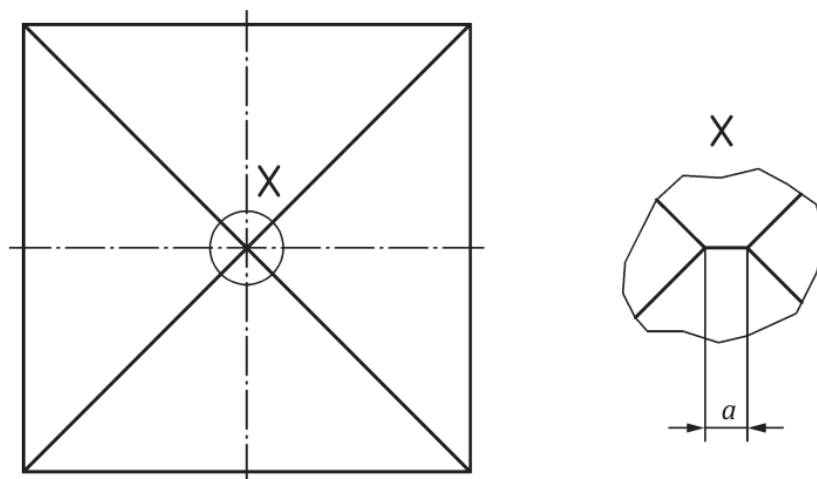


Slika 9. Vickersov indentor [22]

Na slici 9. je prikazan Vickersov indentor iz različitih kutova gledišta, te otisak koji ona stavlja u uzorku, zajedno s dijagonalama d_1 i d_2 . Indentor je izrađen od dijamanta i vrh je pod kutom od 136° . Takav kut omogućuje računanje vrijednosti tvrdoće neovisne o primijenjenoj sili.

Nedostaci Vickersovog indentora mogu se interpretirati iz HRN EN ISO 6507:2-2018 norme. Primarni nedostatak je što se ne može postići savršeno oštar vrh Vickersovog indentora, već je on uvijek popraćen jednom ravnom linijom koja je golom oku nevidljiva. Tu ravnu liniju se naziva reznom linijom te se nalazi između dviju suprotnih površina na indentoru. Ona predstavlja pri kontakt između uzorka i indentora, a zatim se on utiskuje. Duljina rezne linije određuje se izravnim mjerenjem vrha indentora ili mjerenjem otiska vrha prilikom utiskivanja. Problem nastaje kada se primjenjuju male sile utiskivanja [23].

Na slici 10. je prikazan Vickersov indentor s detaljem samog vrha indentora. U detalju „x“ je uočljiva linija spoja te je njezina oznaka a .



Slika 10. Rezna linija na vrhu Vickersovog indentora [23]

Prethodno spomenuti nedostatak je činjenica da se upotrebom manjih sila treba odabrati indenter odgovarajuće veličine s određenom duljinom rezne linije. Što je primijenjena sila manja, potreban je indenter s kraćom reznom linijom što dovodi to otežanog očitavanja rezultata mjerenja.

Maksimalna dopuštena duljina rezne linije između suprotnih površina Vickersovog indentora je prikazana u tablici 1.

Tablica 1. Tolerancije za reznu liniju [13]

Raspon ispitne sile, F N	Maksimalno dopuštena duljina rezne linije, a mm
$0,009807 \leq F < 1,961$	0,0005
$1,961 \leq F < 49,03$	0,001
$F \geq 49,03$	0,002

3.2. Ispitivanje tankih filmova nanoindentacijom

Jedna od čestih primjena nanoindentacije je određivanje mehaničkih svojstava tankih filmova. Nanoindentacija nudi mogućnost provedbe ispitivanja tankih filmova bez njihova uklanjanja s

uzorka, dok druge metode zahtijevaju njihovo uklanjanje. Moguće je mjerenje prostorne raspodjele bočnih i dubinskih dimenzija. Metoda je prigodna za mjerenje raznih vrsta filmova, od ionski implantiranih površina do optičkih prevlaka te polimernih filmova. Također, njome se dobivaju kvalitativne i kvantitativne informacije, primjerice usporedba krivulji opterećenje-dubina prodiranja između podloga s premazom i podloga bez premaza, odnosno uzoraka, često otkrivaju promjene u elastičnom i plastičnom odzivima zbog različite površinske obrade. Prisustvo diskontinuiteta upućuje na pojavu pukotina, delaminacije i plastičnosti u filmu i podlozi. Glavna poteškoća na koju se nailazi je nenamjerno ispitivanje svojstava podloge filma te ju je potrebno izbjeći. To se postiže postavljanjem ograničenja za maksimalnu dubinu prodiranja. Maksimalna dubina prodiranja indentora ne bi smjela prelaziti više od 10% debljine filma [1].

3.3. Ispitivanje materijala malih volumena nanoindentacijom

Ova vrsta ispitivanja je pogodna za slučajeve kada se ukaže potreba za ispitivanjem mehaničkih svojstava pojedinih zrna unutar mikrostrukture materijala, primjerice keramike. Takva ispitivanja se provode u svrhu projektiranja i prilagođavanja makroskopskih svojstava materijala na temelju mikrostrukturnih varijabli [1].

4. INSTRUMENTIRANO ISPITIVANJE UTISKIVANJEM ZA ODREĐIVANJE TVRDOĆE I PARAMETARA MATERIJALA

Kao što je prethodno opisano tvrdoća se može definirati kao otpornost materijala na trajno prodiranje drugog tvrdog materijala, a rezultati se prikupljaju nakon rasterećenja uzorka. ISO 14577:2015 standard osmišljen je s ciljem omogućavanja korisniku da procijeni indentaciju materijala uzimajući u obzir silu i pomak tijekom elastične i plastične deformacije. Instrumentirano ispitivanje utiskivanjem bilježi profil tvrdoće i modul dubine. Budući da se utiskivanjem indentora dobivaju vrijednosti tvrdoće, ona je prva vrijednost koja se određuje. Obzirom na to da je ona u korelaciji s drugim mehaničkim svojstvima i njihove vrijednosti je također moguće odrediti. Njihove vrijednosti je moguće izračunati bez potrebe za optičkim mjerenjem nastale udubine [13].

4.1. Metoda instrumentiranog ispitivanja utiskivanjem

Instrumentirano ispitivanje utiskivanjem određuje tvrdoću i druga svojstva materijala kroz tri područja djelovanja:

- Makro raspon: $2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$;
- Mikro raspon: $2 \text{ N} > F$; $h > 0,2 \text{ }\mu\text{m}$;
- Nano raspon: $h \leq 0,2 \text{ }\mu\text{m}$.

Makro i mikro rasponi su istaknuti kroz primijenjene sile ispitivanja u usporedbi s dubinom utiskivanja. Kod nano raspona potrebna je pažljivo umjeravanje između oblika indentora i uređaja. Razlog k tome je što mehanička deformacija ovisi o stvarnom obliku vrha indentora, a funkcija dodirne površine utječe na izračunate parametre materijala.

Ovom metodom ispitivanja pogodno je provoditi testiranja na metalnim i nemetalnim materijalima, kao i materijalima s metalnim i nemetalnim prevlakama, uz preporuku da su sve specifikacije unutar relevantnih standarda uzete u obzir.

Oblici i materijali koji se mogu koristiti kao indentori ovom metodom su:

- Dijamantna istostrana četverostrana piramida s kutom $\alpha = 68^\circ$ između stranica
- Dijamantna trostrana piramida s kutom od $\alpha = 65,27^\circ$ između stranica
- Kuglica od tvrdog metala
- Dijamantni stožac s zaobljenim vrhom.

Norme koje upućuju na uvjete koji trebaju biti ispunjeni prilikom povodjenja ovakvih ispitivanja, a odnose se na mjerne uređaje, prema ISO 14577 2015. su:

- Ispitni uređaj treba posjedovati mogućnost primjenjivanja predodređenih ispitnih sila ili pomaka unutar zahtijevanog opsega te ispunjavati ISO 14577-2:2015 zahtjeve.
- Ispitni uređaj treba posjedovati mogućnost mjerenja i izvještavanja o primijenjenoj sili, pomaku indentacije i vremenu tijekom ciklusa ispitivanja.
- Ispitni uređaj treba posjedovati mogućnost kompenzacije usklađenosti uređaja za upotrebljavanje odgovarajuće funkcije područja indentora.
- Indentori upotrebljavani za ispitne uređaje mogu biti sačinjeni od različitih oblika, kako je naznačeno u ISO 14577-2:2015 normi.
- Ispitni uređaj treba raditi pri temperaturama u rasponu između 10°C i 35°C , te treba održavati svoje umjeravanje unutar granica naznačenih u ISO 14577-2:2015.

Površina ispitnog uzorka mora biti očišćen od svih nečistoća koji bi mogli nepovoljno utjecati na tijek ispitivanja. Utjecaj zaostalih naprezanja na površini čija je pojava moguća zbog prethodnog hladnog ili toplog oblikovanja treba biti minimiziran, te primijeniti postupak poliranja za one materijale za koje je ono prikladno. Debljina ispitnog uzorka treba biti barem 10 x veća od dubine prodiranja indentora ili 3 x veća od promjera indentora, kako podloga na koju je uzorak postavljen ne bi ometala konačan rezultat [13].

4.2. Provjeravanje i umjeravanje ispitnih uređaja

Pri postavljanju ispitnog uređaja potrebno je obratiti pozornost na određene zahtjeve i uvjete u kojima će uređaj raditi. Uređaj treba biti zaštićen od vibracija, kao i strujanja zraka te temperaturnih fluktuacija kada je riječ o ispitivanja unutar mikro i nano raspona.

Izravna ovjera i umjeravanje se trebaju povoditi pri konstantnoj temperaturi koja se kreće u rasponu od 10°C do 35°C, ali po mogućnosti u rasponu od $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$. Ukoliko se pojavi zahtjev za raspon temperatura rada, izravnu ovjeru i kalibraciju je potrebno provesti na odgovarajućim točkama unutar tog temperaturnog raspona kako bi se odredila valjanost umjeravanja kao funkcija temperature. Također, moguće je odrediti funkciju korekcije umjeravanja ako je potrebno [24].

Takvo umjeravanje uključuju:

- Umjeravanje sile ispitivanja
- Umjeravanja uređaja koji mjeri pomak
- Ovjeru i umjeravanje s usklađenosti od uređaja
- Ovjeru indentora
- Umjeravanje i ovjeru funkcije površine indentora, ako je dubina prodiranja manja od 6 μm
- Verifikaciju ispitnog ciklusa

Uređaj koji mjeri pomak potrebno je kalibrirati na ispitnom uređaju za svaki korišteni raspon pomoću odgovarajuće metode i sustava. Uređaj se treba kalibrirati na minimalno 16 točaka u svakom smjeru, koje su raspoređene po putanji svog kretanja te je postupak potrebno ponoviti tri puta. Metoda laserske interferencije, induktivna metoda, kapacitivna metoda i metoda piezotranslatora su metode koje se preporučuju prilikom mjerenja relativnog pomaka indentora. Razlika između izmjerenog i nominalnog pomaka moraju biti unutar dopuštenih granica tolerancija za svaku izmjerenu točku [24].

Tolerancije su prikazane u sljedećoj tablici 2.

Tablica 2. Tolerancije u odnosu na primijenjen raspon [24]

Primijenjen raspon	Rezolucija uređaja za mjerenje pomaka nm	Tolerancije
Makro	≤ 100	1 % od h
Mikro	≤ 10	1 % od h
Nano	≤ 1	2 nm ^a

Tablica 2. prikazuje primjenjive tolerancije i rezoluciju uređaja koji mjeri pomak u nanometrima za raspone od makro do nano raspona. Parametar „a“ označava liniju za koju se preporuča toleranciju manju od 1% dubine prodiranja, kad je u pitanju nano raspon.

4.3. Umjeravanje referentnih pločica

Prije provedbe ispitivanja potrebno je izraditi referentne pločice koje će se koristiti za sva potrebna ispitivanja. Referentne pločice moraju biti posebno pripremljene od strane proizvođača. Proizvodni proces za koji se proizvođač odluči treba osigurati potrebnu homogenost, uniformnost i stabilnost strukture referentne pločice. Debljina referentnih pločica ne smije biti manja od 16 mm za makro raspon, 5 mm za mikro raspon te 2 mm za nano raspon. Pločice ne smiju biti magnetizirane, odnosno trebaju biti oslobođene od magnetskih sila. Ako su referentne pločice izrađene od čelika, preporuča se da se one demagnetiziraju pri samom kraju proizvodnog procesa. Izrađene pločice potrebno je montirati na ispitni uređaj unutar nagibnih granica koje su definirane ISO 14577-1:2015 standardom [25].

Površina referentnih pločica ne smije sadržavati ogrebotine koje bi mogle remetiti mjerenja indentacije. Ako neke ogrebotine ipak postoje, potrebno je provesti mjerenje indentacije između tih ogrebotina. Za makro raspon, površinska hrapavost R_a , ne smije biti veća od 50 nm, dok za mikro raspon R_a ne smije prelaziti 10 nm. Duljina utiskivanja l , treba iznositi 0,80 mm. Za nano raspon potrebno je uzeti u obzir prostornu valnu grubost i amplitudu. Preporuka je da za nano raspon površinska hrapavost bude manja od 1 nm, zbog praktične uporabe u svrhu umjeravanja. Mjerenjem mikroskopom atomskih sila (eng. AFM), duljina utiskivanja l , treba iznositi 10 μm . Kako bi se izbjeglo dvojbe oko toga je li naknadno uklonjen materijal s referentne pločice, potrebno je pri umjeravanju označiti debljinu pločice do najbližih 10 μm ili na površini pločice napraviti identifikacijsku oznaku [25].

4.4. Metoda ispitivanja za metalne i nemetalne prevlake

Za određivanje plastičnih svojstava prevlaka, preporuča se šiljasti indenter. Što je prevlaka tanja, indenter treba biti oštiji. S druge strane, za određivanje elastičnih svojstava, može se upotrijebiti indenter bilo koje geometrije pod uvjetom da je njegova funkcija površine poznata. Ukoliko su potrebna isključivo elastična svojstva prevlake, preporučljivo je provesti indentaciju u potpuno elastičnom režimu, jer se time izbjegava probleme uslijed loma, nakupljanja i visokih stopa puzanja. Indentor u obliku kugle ili s većim radijusom vrha, omogućiti će potpuno elastične indentacije u širem rasponu sila u odnosu na indenter s manjim radijusom vrha. Preveliki radijus rezultira povećanim mjernim nesigurnostima zbog površinskih učinka, dok premali radijus rezultira premalom maksimalnom silom ili pomakom prije početka plastične deformacije. Optimalan radijus se definira preliminarnim eksperimentima ili modeliranjem [26].

5. EKSPERIMENTALAN DIO

Trenutno raste sve veći interes za instrumentiranim indentacijskim metodama, kao što je prethodno spomenuto. Razlog tome su najčešće jednostavnost postupka i procesa te vrijeme provedeno za ispitivanje, prikupljanje i analizu rezultata.

U okviru ovog rada provedena su ispitivanja u svrhu prikaza mjerne sposobnosti Step 100 uređaja kako bi se dokazale mogućnosti koje pruža.

Želja svakog ispitivača je prikupiti točne i precizne rezultate tijekom ispitivanja. Pri tome je potrebno obratiti pozornost na zahtjeve koji se iz prva čine trivijalnim, no uvelike mogu utjecati na dobivene rezultate. Za maksimalnu točnost rezultata, uzorak se treba postaviti tako da mu je površina uvijek okomita na os indentora. Ako je potrebno može se upotrijebiti poseban držač za uzorak, te kako bi se izbjeglo klizanje uzorka prilikom indentacije ili tijekom pomicanja motoriziranih podloga, potrebno je dobro pričvrstiti uzorak za držač stezanjem ili lijepljenjem. Također, potrebno je očistiti površinu uzorka od prašine, boje, maziva, ulja ili oksida. Treba izbjegavati područja koja već imaju otiske. Indentor također treba biti očišćen i ne istrošen. Uređaj treba biti izoliran od potencijalnih vibracija te temperatura okoline mora biti stabilna tijekom provođenja ispitivanja.

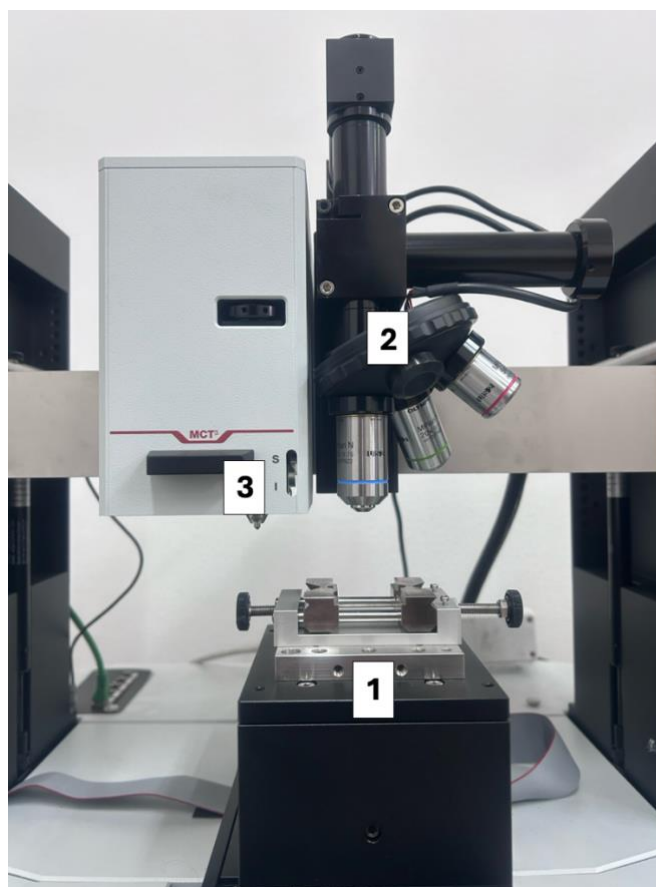
5.1. Step 100 uređaj i njegove mjerne sposobnosti

U okviru ovog rada, provedena indentacijska ispitivanja su vršena na Anton Paar Step 100 uređaju (slika 10.). Ovaj uređaj omogućuje provedbu četiri različitih metoda ispitivanja koje uključuju metodu indentacije, scratch test, Vickersovu metodu ispitivanja tvrdoće i osnovna tribološka svojstva. Ispitivanja su provedena u laboratoriju za ispitivanje mehaničkih svojstava na Fakultetu strojarstva i brodogradnje.

Tablica 3. Podaci Step 100 uređaja

Proizvođač	Anton Paar
Vrsta	Step 100
Maksimalno opterećenje	30 N
Raspon dubine	1000 μm
Brzina opterećivanja	0,1 do 200 mm/min
Mjerna nesigurnost	$\pm 1,2\%$

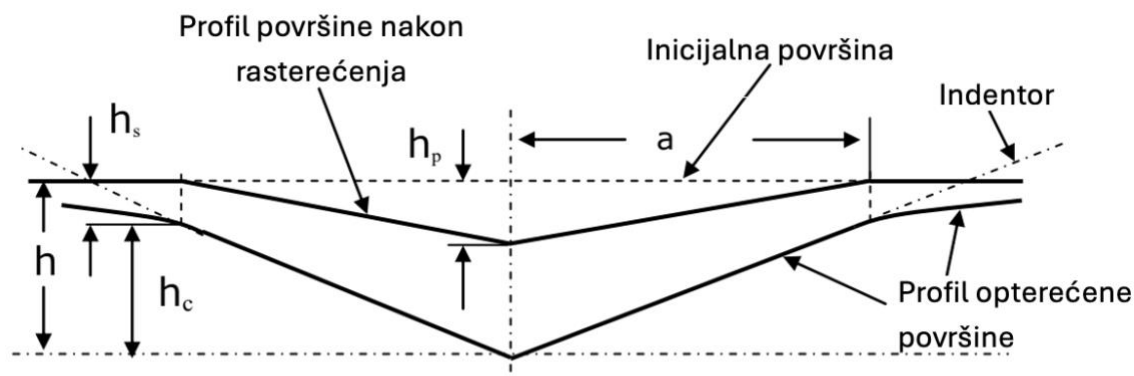
Tablica 3. prikazuje osnovne podatke Step 100 uređaja.



Slika 11. Step 100 uređaj

Slika 11. prikazuje Anton Paar Step 100 uređaj. Na slici je s brojem 1 označeno postolje na koje se postavlja uzorka i stezaljke pomoću kojih se pričvrsti. Mogući su i posebni držači, ako je uzorak takvog oblika ili veličine da se ne može pravilno pričvrstiti, na koje se uzorak zalijepi ili stegne. Postolje je pomično, stoga nakon što se ispitivanje pokrene pomiče uzorak od objektiva do indentora. Brojem 2 su označena tri različita objektiva kojima se snima površina uzorka prije i nakon provedenih mjerenja. Pomoću njih se odredi udaljenost od objektiva do uzorka. Brojem 3 je označen indentora. Moguća je zamjena indentora, no svaka promjena znači nova kalibracija. Nova kalibracija često rezultira gubitkom vremena, stoga je potreban pažljivo složen plan i tijekom ispitivanja kako bi se maksimalno iskoristilo raspoloživih sredstava.

Shematski prikaz kontakta između indentora i uzorka za instrumentiranu indentacijsku metodu je prikazan na slici 12.



Slika 12. Shematski prikaz kontakta između indentora i uzorka [27]

Slika 12. daje uvid u parametre koje se računaju prilikom indentacije. Prikazana je inicijalna površina uzorka koji se ispituje te indentor koji prodire u površinu. Time nastaju dva profila, prvi nastaje tijekom opterećenja, drugi nakon rasterećenja, te su popraćeni parametrima prodiranja. Parametri su:

- h – ukupna dubina prodiranja
- h_c – kontaktne dubine prodiranja indentora s uzorkom pri maksimalnoj sili F_{max}
- h_p – konačna dubina prodiranja
- h_s – razlika ukupne dubine prodiranja i kontaktne dubine prodiranja indentora s uzorkom pri maksimalnoj sili F_{max}

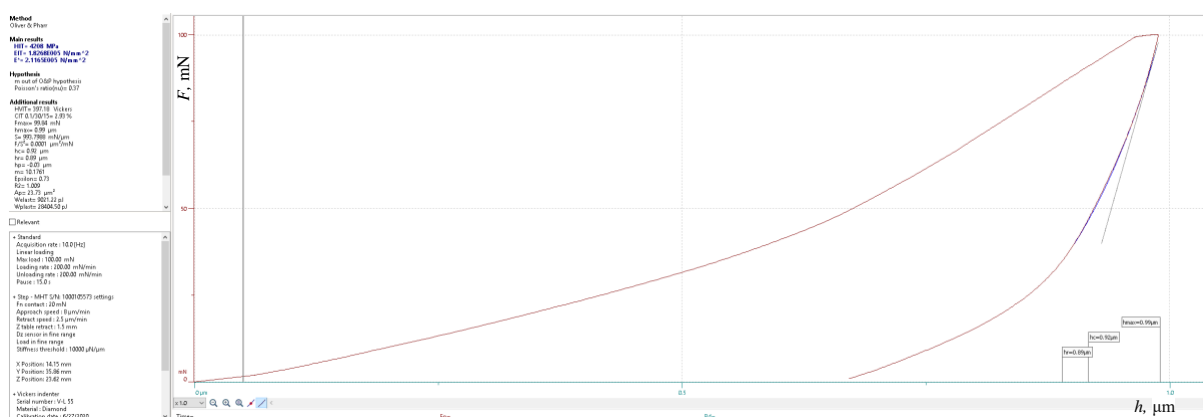
Mogućnosti koje Anton Paar Step 100 uređaj pruža su raznolike.

Ovisno o materijalu koji se ispituje, željenim svojstvima, parametrima ispitivanja i načinu provedbe ispitivanja, moguće je odabrati već unaprijed određene tipove mjerenja unutar programskog softvera. Najjednostavniji tip mjerenja je standardni.

U nastavku slijede prikazani dijagrami nakon provedenih ispitivanja u svrhu objašnjenja mogućnosti koje pruža Step 100 uređaj. Naglasak je stavljen na indentaciju i scratch test.

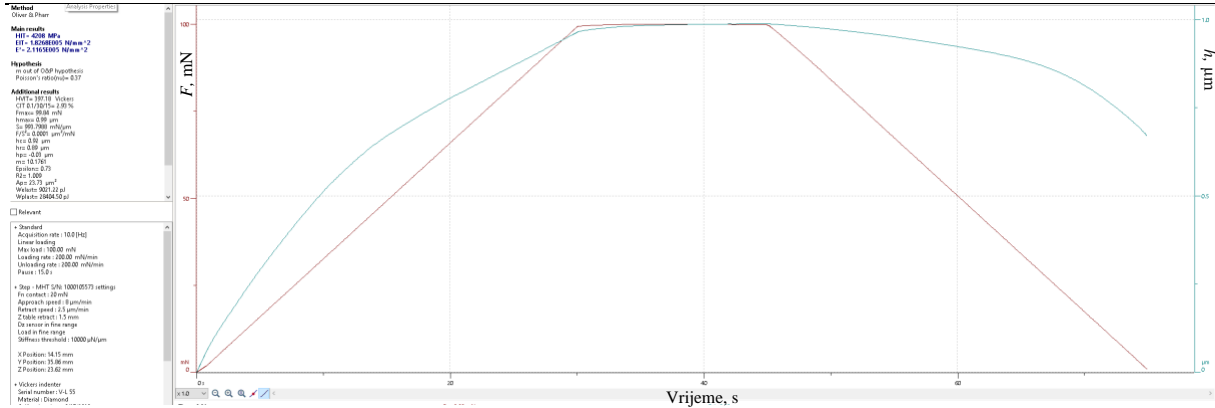
5.1.1. Indentacijska metoda

Slika 13. prikazuje dobivene rezultate ispitivanja koji zajedno prikupljeni formiraju krivulju sila – dubina prodiranja. Moguće je uočiti sličnosti sa slikom 5. koja je prethodno opisana u radu. Dijagram na slici 13. se također sastoji od krivulja opterećenja i rasterećenja. Softver izbacuje vrijednosti indentacijske tvrdoće (H_{IT}), indentacijski modul (E_{IT}) i modul elastičnosti (E^*) kao glavne rezultate ispitivanja, te su oni popraćeni brojnim drugim vrijednostima među kojima se ističu maksimalna sila, maksimalna dubina prodiranja, konačna dubina prodiranja i sjecište tangente krivulja rasterećenja s apscisom.



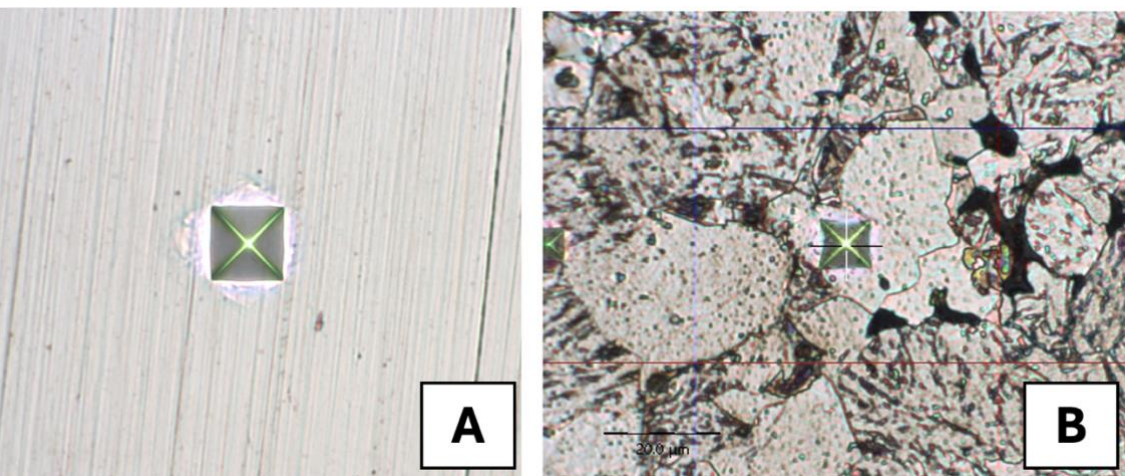
Slika 13. Krivulja u dijagramu sila-dubina

Slika 14. prikazuje dijagram istog mjerenja kao i slika 13., no u obliku sile i dubine prodiranja u ovisnosti o vremenu. Na apscisi dijagrama se nalazi vrijeme u sekundama, dok se na ordinati nalaze vrijednosti sile u mN i dubina prodiranja u μm . Zelena krivulja predstavlja dubinu prodiranja, a crvena silu. Prateći obje krivulje može se uočiti tijekom opterećenja i rasterećenja. Krivulja sile tijekom opterećenja linearno raste, te u trenutku dostizanja maksimalne sile slijedi kratko držanje te sile konstantnom, nakon čega slijedi rasterećenje. Za mekše materijale, preporuča se duže držanje maksimalne sile, dok za tvrđe ono smije biti kraće.



Slika 14. Krivulja sile i dubine u ovisnosti o vremenu

Slika 15. prikazuje visoku rezoluciju Vickersovog otiska.



Slika 15. Vickersov otisak postignut instrumentiranom indentacijskom metodom

Slika 15. prikazuje dva Vickersova otiska na različitim uzorcima.

- A – prikazuje Vickersov otisak nakon provedenog ispitivanja
- B – prikazuje Vickersov otisak na nagriženoj površini nakon ispitivanja

Slika 13. B dokazuje pogodnost instrumentirane indentacijske metode za ispitivanje pojedinih zrna unutar mikrostrukture.

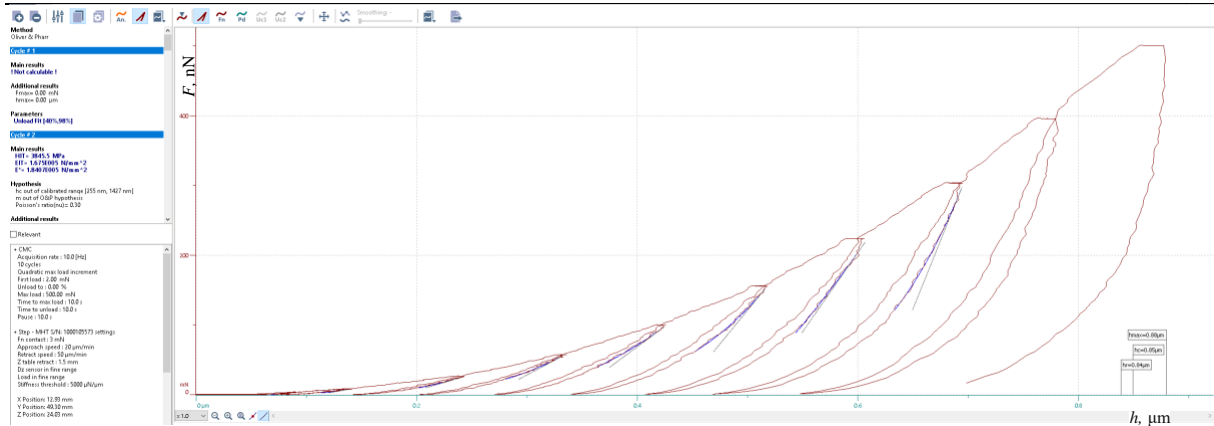
Standardni tip mjerenja moguće je proširiti i na napredni tip mjerenja. Napredni tip mjerenja je poput standardnog samo s proširenim značajkama i mogućnostima mjerenja. U to se ubrajaju prirasti sile koji osim što se mogu biti linearni, također mogu biti i kvadratni. Moguća je opcija prilagodbe brzine mjerenja, definiranje maksimalne dubine indentacije ili maksimalne sile na temelju koji se dobivaju željene vrijednosti ispitivanja.

Nadalje, konstantni i progresivni multicycle te CMC su tipovi mjerenja koji su određeni višestrukim mjerenjima opterećenja i rasterećenja u istoj točki na uzorku. Prikladni su za izvođenje dinamičkog mjerenja tvrdoće. Za progresivni multicycle tip, svakim novim prodiranjem se sila indentacije povećava, a tijekom rasterećenja se malo smanjuje. Sila indentacije se postepeno povećava sve dok se ne postigne maksimalna sila. Slika 16. prikazuje probijenu prevlaku uzorka. Indentor je probio prevlaku i utisnuo se u osnovni materijal. Podlogu uzorka čini X38CrMoV51 koji je prevučen TiN tehnikom PACVD-om.



Slika 16. Otisak koji je probio prevlaku

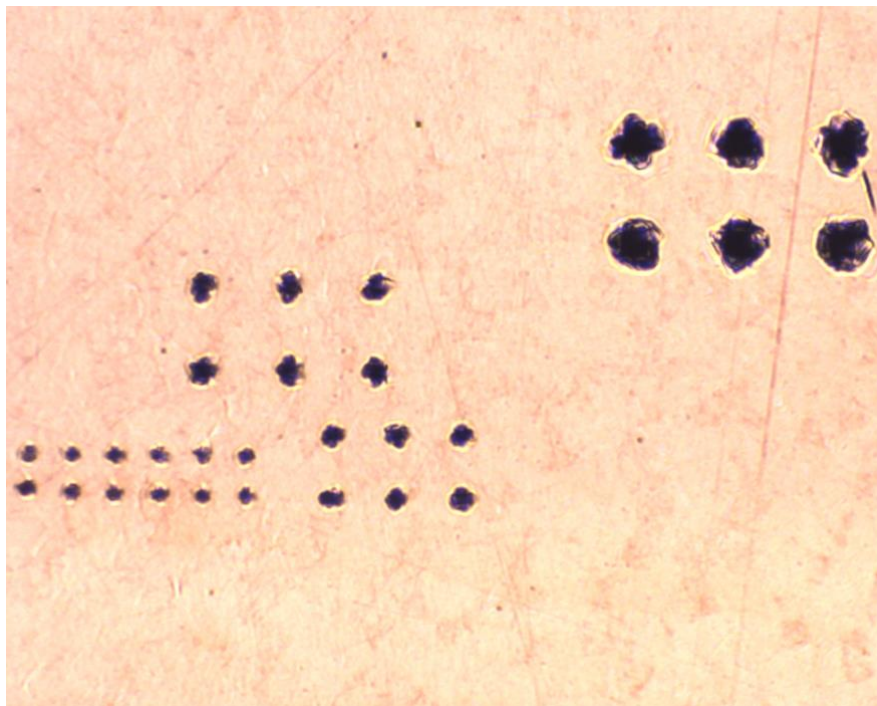
Razlika između CMC tipa mjerenja s prethodna dva spomenuta multicycle tipa je što što prilikom rasterećenja se ispitna sila svaki put smanjuje na 0 mN. Na slici 17. prikazani su rezultati CMC mjerenja u 10 ciklusa. Na apscisi se nalazi dubina prodiranja indentora, a na ordinati primijenjena sila.



Slika 17. Prikaz rezultata CMC mjerenja u dijagramu sila-dubina prodiranja

Posljednji tipovi mjerenja koje je moguće odabrati u programu koji se razlikuju od prethodno navedenih tipova su standardne i napredne matrice. Postupak je u potpunosti automatiziran, a karakterizira ga odabir početne točke te broj otisaka kojih je potrebno napraviti. Puštanjem ispitivanja u pogon program automatski odabire matricu prema kojoj će vršiti mjerenje.

Slika 18. prikazuje otiske nastale naprednim matričnim tipom indentacije u etalonski bakreni uzorak.

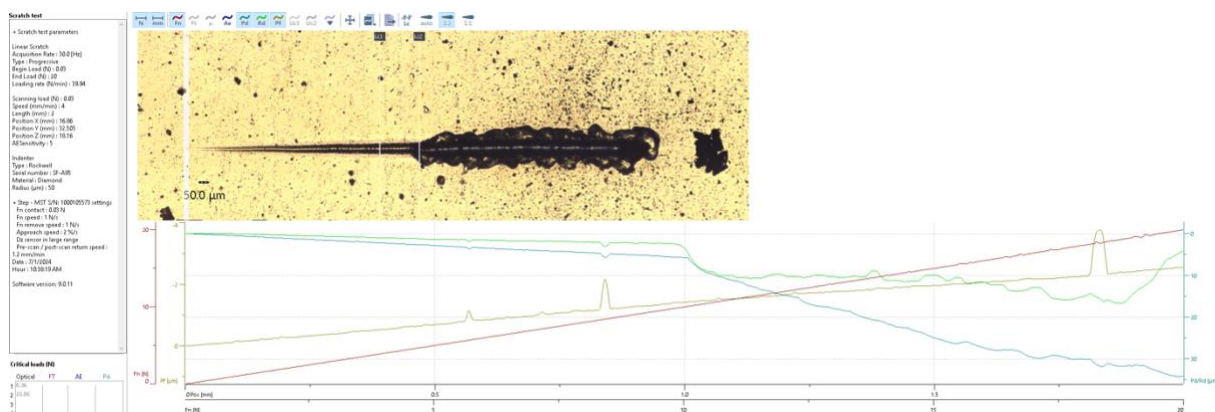


Slika 18. Indentacija naprednim matričnim tipom

5.1.2. Scratch test

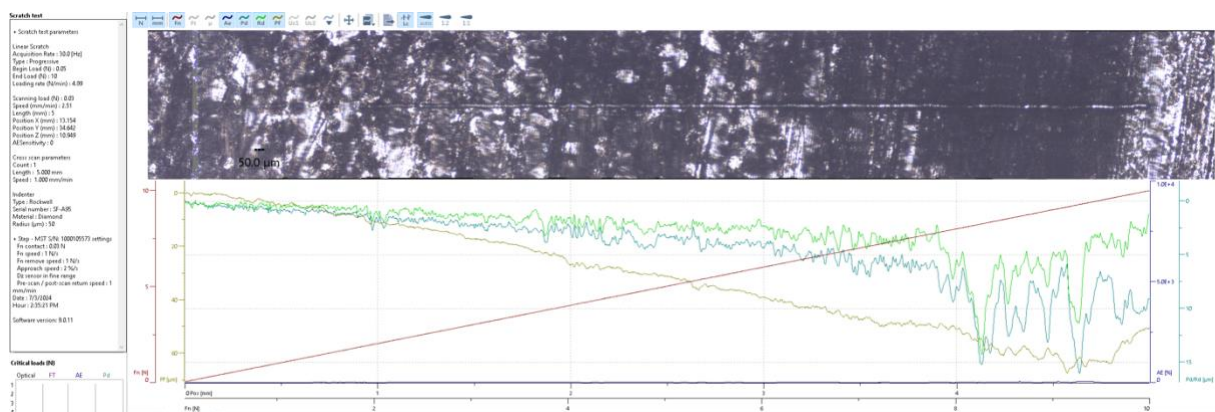
Prilikom definiranja scratch test tipa mjerenja, Anton Paar Step 100 uređaj nudi mogućnosti jednostavnog scratch testa, naprednog scratch testa, mapiranje koje može biti određeno ili nasumično te vizualni scratch slijed.

Tijekom izvođenja scratch testa nastaje panoramska slika. Na njoj se točno može uočiti početak mjerenja i njegovo napredovanje. Slikom 19. je prikazan primjer jednog scratch ispitivanja prilikom kojeg je indenter probio dublje od same prevlake uzorka. Podlogu uzorka čini X38CrMoV51 koji je prevučen TiN tehnikom PACVD-om. Na slici 19. se nalazi uzorak vidi pucanje te prevlake i prodiranje indentora u osnovni materijal.



Slika 19. Scratch test i panoramska slika

Pomoću panoramske slike je moguće promatranje toplinsko-kemijskog procesa na uzorku. Za tu svrhu je odabran borirani čelični uzorak te je prikazan na slici 20.

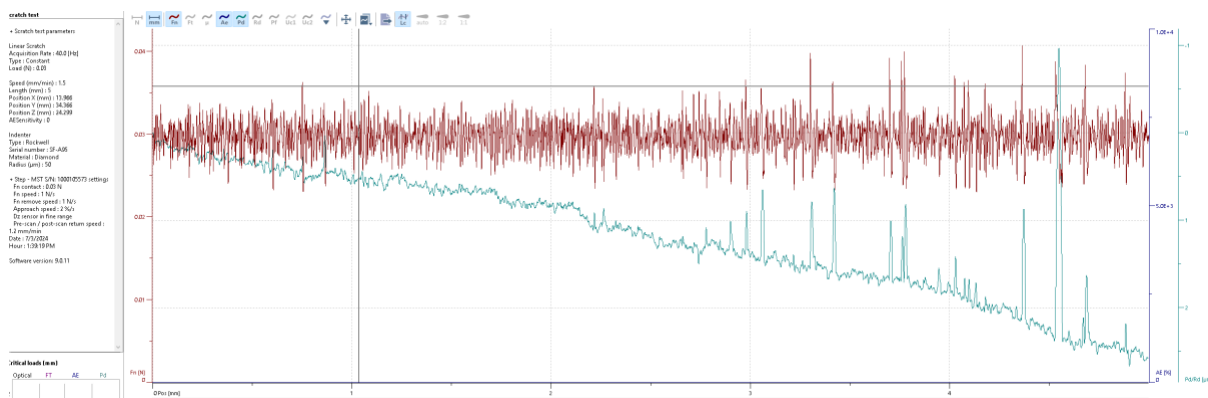


Slika 20. Scratch test i panoramska slika

Slika 20. također daje uvid u mogućnost određivanja prirasta sile ili određivanja maksimalne sile prodiranja, maksimalne dubine prodiranja ili željenu duljinu ogrebotine.

Nadalje, još jedna mogućnost scratch testa je upotreba dobivenih rezultata za profilometriju.

Primjer rezultata koji nalikuju na rezultate profilometrije, prikazani su slikom 21.



Slika 21. Rezultati scratch testa s primijenjenom malom silom

Slika 21. prikazuje rezultate ispitivanja scratch testa s primijenjenom malo, silom ispitivanja od 0,03 N. U ovom primjeru, cilj nije bio prodrti u uzorak materijala, već lagano proći po površini uzorka i utvrditi njegovu hrapavost površine, što inače radi profilometar. Spoznaja ove mogućnosti mogla bi uvelike olakšati provedbu ispitivanja laborantima kao i smanjenje troškova radi posjedovanja više različitih uređaja. No ipak, prije donošenja ikakvih zaključaka, bilo bi potrebno provesti više različitih ispitivanja te usporedbu dobivenih rezultata i mjerne nesigurnosti kako bi se utvrdilo daje li scratch test uistinu zadovoljavajuće rezultate poput profilometra.

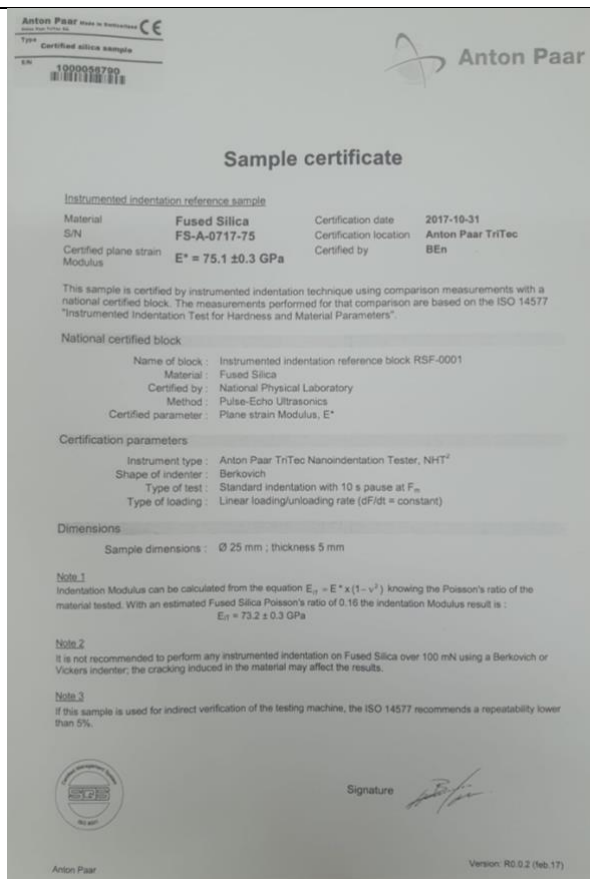
Prethodno spomenuto mapiranje odnosi se na više uzastopnih mjerenja. Ono može biti određeno i neodređeno, te je također automatiziran postupak.

5.2. Validacija uređaja

Prije početka ispitivanja potrebno je napraviti kalibraciju uređaja na kojemu će se provoditi sva mjerenja. Kalibracija je proces koji se provodi na uređaju u svrhu mjerenja točnih rezultata. Odabrana metoda za kalibraciju Step 100 uređaja bila je indirektna metoda. Ona je uključivala prijenosni etalon s poznatim svojstvima pomoću kojeg se provjerila ispravnost uređaja. Kalibracija uređaja je izvršena pomoću fused silica etalona oznake BK-A-1118-23 koji je prikazan na lijevoj strani slike 22., a certifikat etalona se nalazi na slici 23.



Slika 22. Prijenosni etaloni za kalibraciju uređaja



Slika 23. Certifikat Fused Silica etalona

Odabranim etalonom se u 55 mjerenja izvela kalibracija uređaja.

Validacija se provodi u svrhu potvrde ispravnosti uređaja. Kako bi se uređaj smatrao ispravnim za provođenje ispitivanja potrebno je osigurati točnost i pouzdanost rezultata. Validacija se postiže zadovoljavanjem usklađenosti s određenim međunarodnim standardima. Step 100 uređaj validiran pomoću referentne pločice od marging čelika koja je prethodno bila ispitana na referentnom tvrdomjeru.

5.3. Postupak mjerenja

Provedena su ispitivanja na dva različita uređaja u svrhu usporedbe dobivenih rezultata koja će biti razrađena u analizi dobivenih rezultata. Uzorak na kojemu su se vršila ispitivanja je referentna pločica tvrdoće. Površina uzorka je prethodno očišćena od svih nečistoća i ispolirana. Poliranje je od velike važnosti kada se vrše ispitivanja unutar sitnih raspona jer svaka pora može negativno utjecati na rezultate mjerenja i prikazati pogrešne rezultate.

Plan eksperimenta:

- Provesti ispitivanja na Zwick uređaju
- Provesti ispitivanja na Step 100 uređaju
- Prikupiti dobivene rezultate
- Analiza rezultata

Tablica 4. prikazuje uvjete ispitivanja. Uvjeti uključuju mjeriteljske uvjete s brojem mjeritelja, brzinom opterećivanja i vremenom opterećivanja te okolišne uvjete pod koje se ubrajaju temperatura, tlak i vlažnost zraka.

Tablica 4. Uvjeti ispitivanja na Zwick uređaju

Mjeriteljski uvjeti		Okolišni uvjeti	
Mjeritelj	1	Temperatura	22 °C
Brzina opterećivanja	0,1 mm/s	Tlak	1010 hPa
Vrijeme opterećivanja	15 s	Vlaga	29%

Jedna od uređaja na kojemu su provedena ispitivanja je Anton Paar Step 100 uređaj (slika 11.), a drugi uređaj je Zwick koji je prikazan na slici 24.



Slika 24. Zwick uređaj

Podaci o uređaju su prikazani u tablici 5.

Tablica 5. Podaci stabilnog Vickersovog tvrdomejra

Porizvođač		Identec Ldz
Vrsta		ZHV μ -ST
Opis		Micro Vickers HTM
Serijski broj		206030
Godina proizvodnje		2020.
Sila	Dozvoljena greška	$\pm 1\%$
	Maksimalna greška	0,07%
	Maksimalna nesigurnost	0,25%
Optički mjerni sistem (50x, objektiv, n/a)	Maksimalna greška	0,01%
	Nesigurnost	$\pm 1,28\%$
Vrijeme rada	Prilazna brzina indentora	66,7 $\mu\text{m/s}$
	Nesigurnost	0,05 s
	Vrijeme opterećivanja	0,05 s
	Vrijeme držanja opterećenja	10 s

Tablica 6. Uvjeti ispitivanja na Step 100 uređaju

Mjeriteljski uvjeti	
Mjeritelj	1
Brzina opterećivanja	0,1 mm/s
Vrijeme opterećivanja	10 s
Mjerna nesigurnost	$\pm 1,2\%$
Okolišni uvjeti	
Temperatura	27 °C
Tlak	1018 hPa
Vlaga	35%

Tablica 6. prikazuje uvjete ispitivanja na Step 100 uređaj. Uvjeti uključuju mjeriteljske uvijete s brojem mjeritelja, brzinom i vremenom opterećivanja, mjernom nesigurnosti te okolišne uvijete pod koje se ubrajaju tlak, temperatura i vlaga.

Provedena su 3 seta mjerenja za tvrdoće HV0,05, HV0,5 i HV1 po 10 ponavljanja. U nastavku slijede tablice s dobivenim rezultatima. Dobiveni rezultati sastoje se od dviju izmjerenih dijagonala i njihove srednje vrijednosti, na temelju kojih se računaju srednje vrijednosti tvrdoća, standardna devijacija te proširena mjerna nesigurnost.

Proširena mjerna nesigurnost mjerenja izračunata je pomoću faktora pokrivanja $k = 2$, što znači da upada u 95% točnosti.

Tablica 6. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,05 - Zwick

Broj mjerenja	Zwick			
	$d_1, \mu\text{m}$	$d_2, \mu\text{m}$	$d_{sr}, \mu\text{m}$	HV0,05
1	12,4	12,6	12,5	583
2	12,4	12,7	12,6	579
3	12,7	12,7	12,7	563
4	12,6	12,5	12,6	578
5	12,6	12,6	12,6	573
6	12,6	12,5	12,6	579
7	12,7	12,5	12,6	573
8	12,7	12,7	12,7	573
9	12,6	12,4	12,5	583
10	12,7	12,6	12,7	571
srednja vrijednost	12,600	12,580	12,590	575,500
standardna dev	0,115	0,103	0,074	6,133
Proširena mjerna nesigurnost				8,4

Tablica 5. prikazuje vrijednosti izmjerene HV0,05 na Zwick uređaju.

Tablica 7. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,05 – Step 100

Broj mjerenja	Step 100			
	$d_1, \mu\text{m}$	$d_2, \mu\text{m}$	$d_{sr}, \mu\text{m}$	HV0,05
1	12,688	12,819	12,754	581,288
2	12,805	12,819	12,812	575,997
3	12,993	13,023	13,008	558,772
4	12,993	13,023	13,008	558,772
5	12,993	13,023	13,008	558,772
6	12,933	13,023	12,978	558,772
7	13,109	13,226	13,168	545,282
8	12,644	13,226	12,935	565,065
9	12,993	12,996	12,995	559,934
10	12,993	12,996	12,995	559,934
Srednja vrijednost	12,914	13,017	12,966	562,259
Standardna devijacija	0,151	0,136	0,114	10,035
Proširena mjerna nesigurnost				11,13

Tablica 6. prikazuje vrijednosti izmjerene HV0,05 na Step 100 uređaju.

Tablica 8. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,5 - Zwick

Broj mjerenja	Zwick			
	$d_1, \mu\text{m}$	$d_2, \mu\text{m}$	$d_{sr}, \mu\text{m}$	HV0,5
1	28,5	28,6	28,5	561
2	28,4	28,8	28,6	571
3	29,2	28,9	29,0	555
4	28,3	28,4	28,3	571
5	28,1	28,4	28,2	567
6	28,7	28,7	28,7	585
7	29,1	29,0	29,0	580
8	29,0	28,8	28,9	565
9	27,7	28,0	27,8	567
10	27,9	27,8	27,8	570
Srednja vrijednost	28,472	28,510	28,491	569,200
Standardna devijacija	0,522	0,385	0,444	8,626
Proširena mjerna nesigurnost				9,68

Tablica 7. prikazuje vrijednosti izmjerene HV0,5 na Zwick uređaju.

Tablica 9. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV0,5 - Step 100

Broj mjerenja	Step 100			
	$d_1, \mu\text{m}$	$d_2, \mu\text{m}$	$d_{sr}, \mu\text{m}$	HV0,5
1	39,566	40,269	39,918	539,362
2	40,032	40,269	40,151	586,507
3	40,381	40,264	40,323	581,504
4	39,561	40,264	39,913	593,502
5	39,448	40,264	39,856	595,199
6	39,796	40,616	40,206	584,882
7	40,734	40,616	40,675	571,472
8	40,269	39,796	40,033	589,965
9	40,269	40,498	40,384	579,754
10	40,032	39,797	39,915	593,461
Srednja vrijednost	40,009	40,265	40,265	586,961
Standardna devijacija	0,416	0,287	0,287	7,667
Proširena mjerna nesigurnost				8,66

Tablica 8. prikazuje vrijednosti izmjerene HV0,5 na Step 100 indentacijskom uređaju.

Tablica 10. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV1 - Zwick

Broj mjerenja	Zwick			
	$d_1, \mu\text{m}$	$d_2, \mu\text{m}$	$d_{sr}, \mu\text{m}$	HV1
1	57,1	57,2	57,15	569
2	57,5	58,2	57,85	555
3	57,7	57	57,35	564
4	56,7	56,9	56,8	574
5	56,7	57,2	56,95	572
6	57,3	57,2	57,25	566
7	58	57,9	57,95	552
8	57,6	57,2	57,4	563
9	56	56,7	56,35	584
10	55,6	55,5	55,55	592
Srednja vrijednost	57,020	57,100	57,060	569,100
Standardna devijacija	0,770	0,720	0,709	12,215
Proširena mjerna nesigurnost				13,31

Tablica 9. prikazuje vrijednosti izmjerene HV1 na Zwick indentacijskom uređaju.

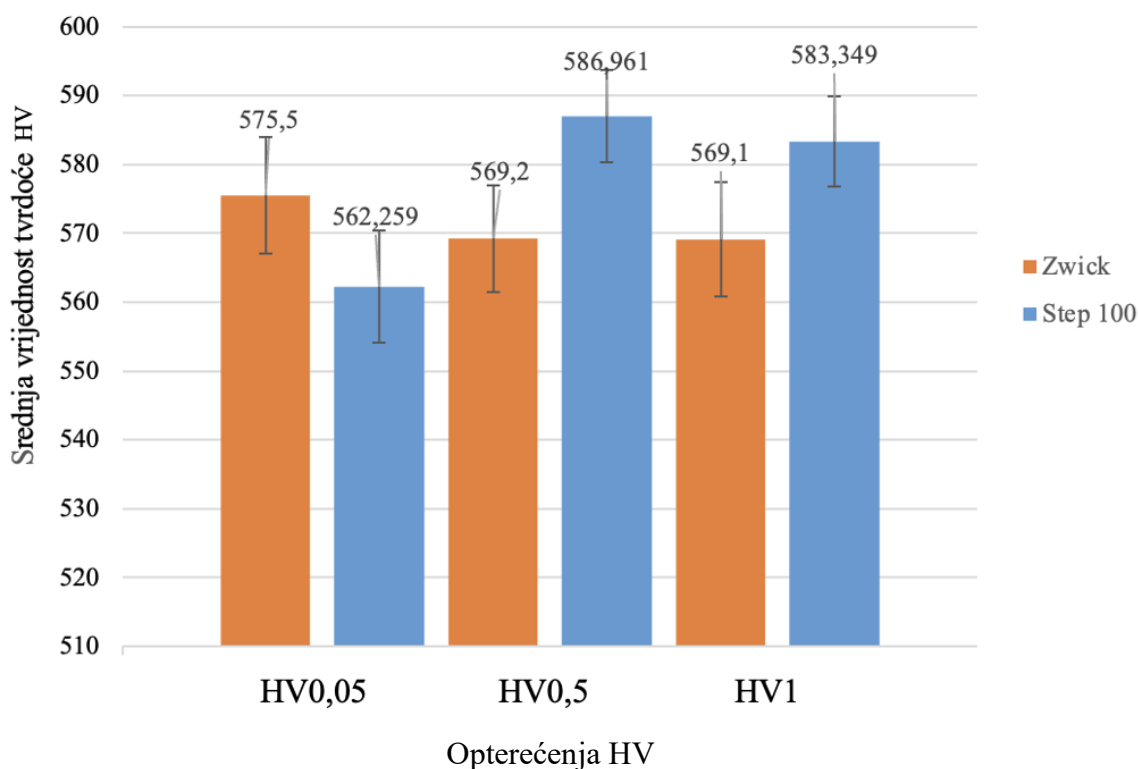
Tablica 11. Izmjerene vrijednosti uzorka za HV1 - Step 100

Broj mjerenja	Step 100			
	$d_1, \mu\text{m}$	$d_2, \mu\text{m}$	$d_{sr}, \mu\text{m}$	HV1
1	56,654	57,004	56,829	585,507
2	56,300	56,182	56,241	597,820
3	57,126	56,654	56,890	584,255
4	56,535	56,654	56,595	590,366
5	56,182	56,652	56,417	594,093
6	57,472	57,120	57,296	575,998
7	57,941	57,821	57,881	564,424
8	57,471	56,651	57,061	580,769
9	57,126	56,654	56,890	584,255
10	57,472	57,120	57,296	575,998
Srednja vrijednost	57,028	56,851	56,940	583,349
Standardna devijacija	0,584	0,441	0,478	9,737
Proširena mjerna nesigurnost				11,55

Tablica 10. prikazuje vrijednosti izmjerene HV1 na Step 100 indentacijskom uređaju.

5.4 Analiza dobivenih rezultata

U nastavku slijedi analiza dobivenih rezultata. Pomoću statističkih metoda su određene srednja vrijednost dijagonala i tvrdoće te vrijednosti njihovih standardnih devijacija. Rezultati su raspoređeni po uređaju na kojemu su izmjereni. Provedeno ispitivanje na Step 100 i Zwick uređajima, dali su rezultate srednje vrijednosti tvrdoće. S namjenom prikaza usporedbe vrijednosti rezultata izmjerenih Zwickovim i Step 100, istaknute su srednje vrijednosti tvrdoća za sva provedena mjerenja. Vrijednosti su prikazane grafički na slici 25.

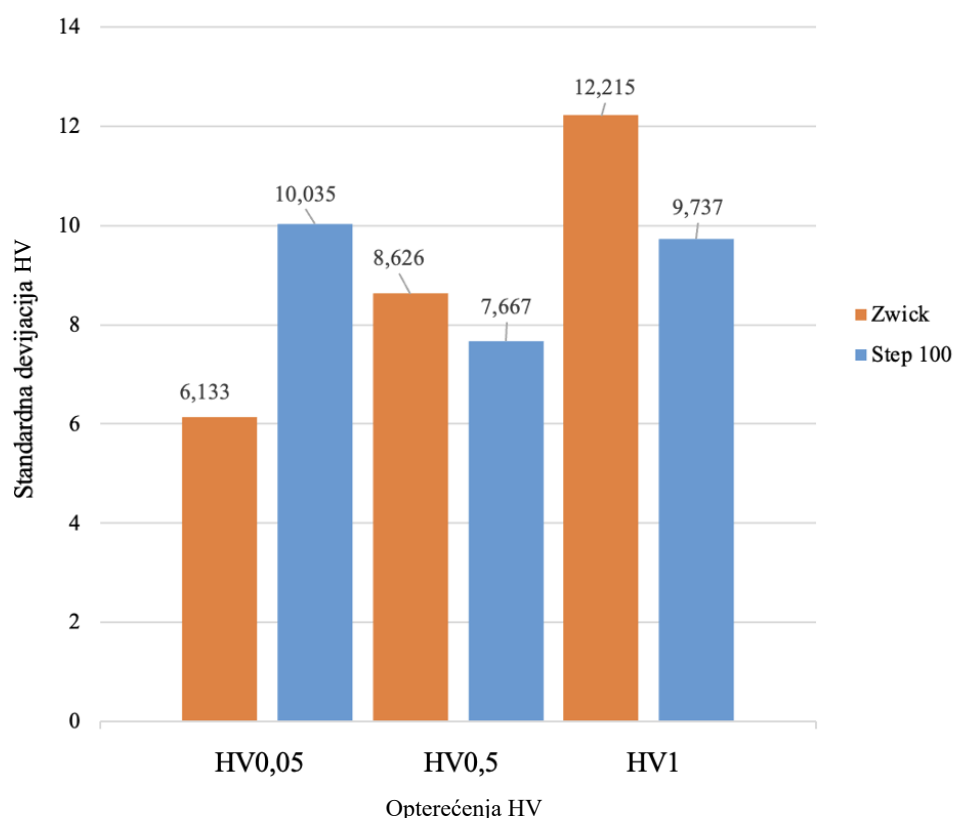


Slika 25. Grafički prikaz rezultata srednje vrijednosti tvrdoće

Graf na slici 25. prikazuje srednju vrijednost tvrdoće izmjerene za različita opterećenja. Narančaste kolone predstavljaju rezultate ispitivanja provedena na Zwick uređaju, dok plave

kolone predstavljaju rezultate ispitivanja provedena na Step 100 uređaju. Unutar grafa su prikazane srednje vrijednosti svakog mjerenja. Prve dvije kolone s lijeva pripadaju primijenjenom opterećenju HV0,05, druge dvije kolone pripadaju opterećenju HV0,5 te posljednje dvije kolone opterećenju HV1. Moguće je uočiti razliku tvrdoće s obzirom na primijenjeno opterećenje. Pri najnižem opterećenju, razlika između izmjerenih srednjih vrijednosti je najmanja. Pri preostala dva opterećenja razlika je veća, a najveća je pri opterećenju HV0,5. Također je vidljivo dobivenih rezultata da referentni etalon tvrdoće izmjeren Zwick uređajem daje ujednačenije rezultate za različita opterećenja u odnosu na Step 100 uređaj.

Osim vrijednosti tvrdoće, analizirani su rezultati standardnih devijacija za pojedino mjerenje. Slika 26. grafički prikazuje rezultate standardne devijacija za mjerenja provedena na Zwick i Step 100 uređajima pri različitim opterećenjima.

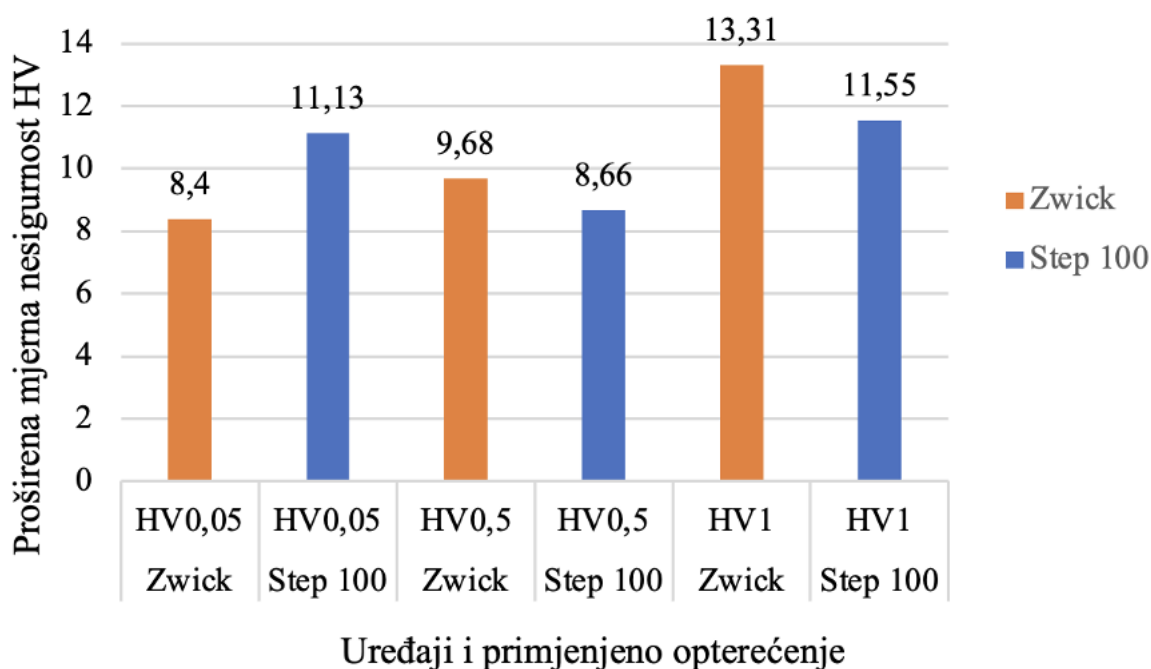


Slika 26. Grafički prikaz rezultata standardne devijacije

Iz grafa na slici 26. može se uočiti da je najmanja standardna devijacija postignuta na Zwickovom uređaju pri najmanjem opterećenju. Najveća standardna devijacija postignuta

također Zwickovim uređajem, ali pri najvećem opterećenju. Što je standardna devijacija niža to je niže i rasipanje rezultata, stoga je se uvijek teži što manjoj standardnoj devijaciji.

Slika 27. prikazuje grafički prikaz rezultata proširene mjerne nesigurnosti. Narančaste kolone predstavljaju ispitivanja provedena na Zwick uređaju, a plave kolone ispitivanja na Step 100 uređaju.



Slika 27. Grafički prikaz rezultata proširene mjerne nesigurnosti

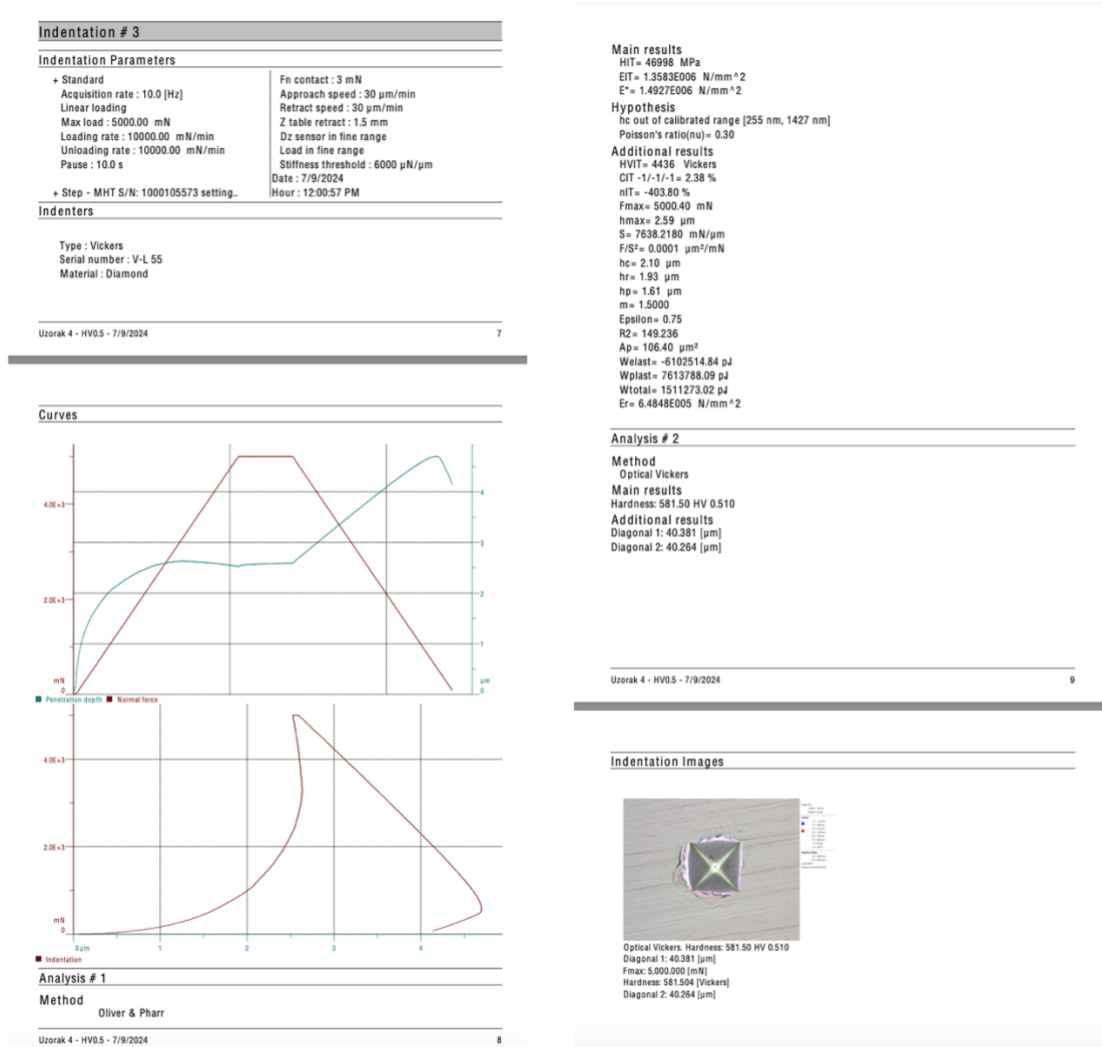
Iz grafa na slici 27. vidljivo je razlika između rezultata proširene mjerne nesigurnosti veća za ispitivanja provedena Zwickovim uređajem pri različitim opterećenjima, nego razlika rezultata dobivena Step 100 uređajem za različita opterećenja. Najmanja i najveća vrijednost cjelokupnog ispitivanja proširene mjerne nesigurnosti su postignute Zwickovim uređajem. Najmanja razlika vrijednosti proširene mjerne nesigurnosti između dva uređaja su primjenom opterećenja HV0,5, dok je najveća razlika vrijednosti za opterećenje HV0,05.

5.5. Analiza problematike instrumentirane indentacijske metode

Instrumentirana indentacijska metoda je nedvojbeno revolucionarna tehnologija koja ne samo da je pojednostavila i ubrzala provođenje ispitivanja, već je obuhvatila tri najčešće veličinske skale (makro, mikro i nano skale) u jednu i time postavila nove standarde u znanosti i industriji.

Iako ona ima brojne prednosti u odnosu na druge metode za određivanje mehaničkih svojstava, ipak nosi sa sobom i određeni broj problematike koju je potrebno unaprijediti.

Na slici 28. su prikazani rezultati nakon mjerenja tvrdoće na indentacijskom Step 100 uređaju.



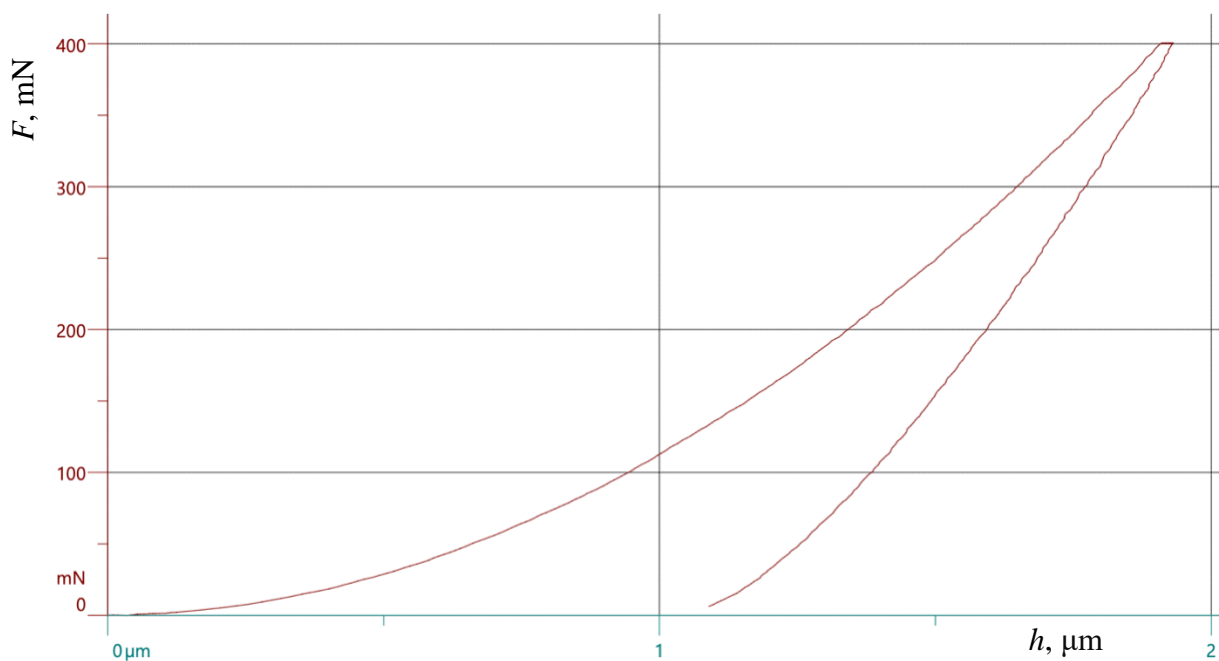
Slika 28. Prikaz rezultata ispitivanja provedena Step 100 uređajem

Slika 28. detaljno prikazuje:

- parametre indentacije i njihove vrijednosti
- vrstu, serijski broj i materijal indentora
- grafički prikazane rezultate ispitivanja krivuljama sila i dubina utiskivanja tijekom vremena te krivlju sile – dubine utiskivanja
- numerički prikazane rezultate ispitivanja
- fotografiju otiska

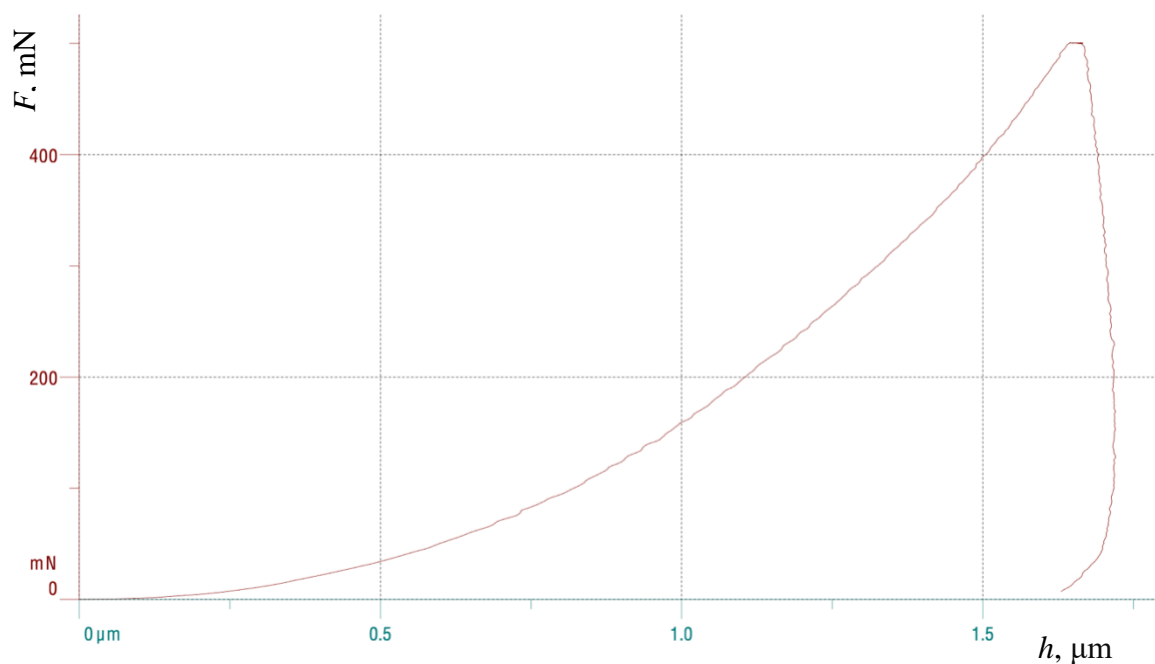
Tijekom provođenja ispitivanja indentacijskom metodom potrebno je obratiti pozornost na brzinu opterećenja, odnosno rasterećenja. Brzinu opterećenja potrebno je prilagoditi materijalu koji se ispituje. Ako je materijal viskoelastičnih svojstava, brzine opterećenja trebaju biti sporije, kako ne bi došlo do elastičnog povrata materijala. Za takve materijale između opterećenja i rasterećenja potrebno je duže vrijeme držati indentor u materijalu uzorka kako bi ostavio ispravan otisak, dok za tvrde materijale je dovoljna jedna sekunda za ostavljanje otiska.

Slike 29. i 30. prikazuju grafove sila-dubina utiskivanja pri različitim mjerenjima.



Slika 29. Dijagram sila - dubina utiskivanja tijekom kalibracije

Obje slike prikazuju krivulje opterećenja i rasterećenja. Jednom kad se postigne maksimalna sila, potrebo ju je neko vrijeme držati konstantnom kako bi se izbjegao elastični povrat materijala.

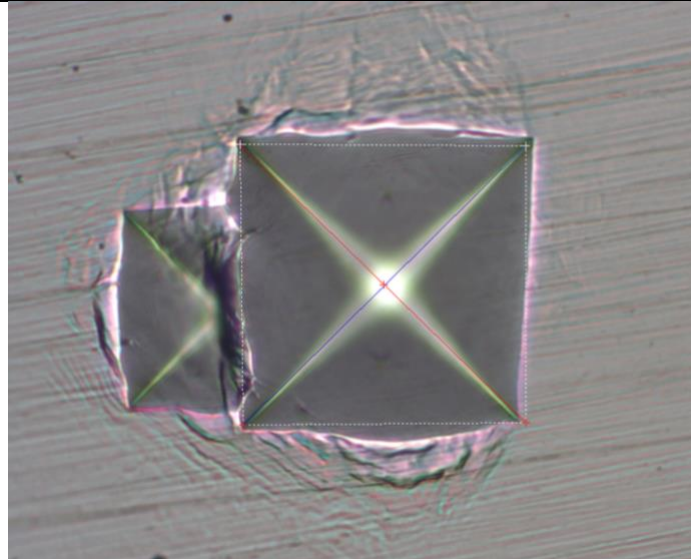


Slika 30. Dijagram sila - dubina utiskivanja za opterećenje HV0,05

Profil površine uzorka također uzrokuje probleme pri ispitivanjima instrumentiranom indentacijskom metodom. S obzirom da je uključeno stvaranje vrlo malih otisaka, svaka hrapavost ili nepravilnost na samoj površini može rezultirati netočnim očitanjima dubine otiska. Pore također utječu na rezultate mjerenje te je iz tog razloga iznimno važno temeljito poliranje površine uzorka prije početka ispitivanja kako bi se taj nedostatak sveo na minimum.

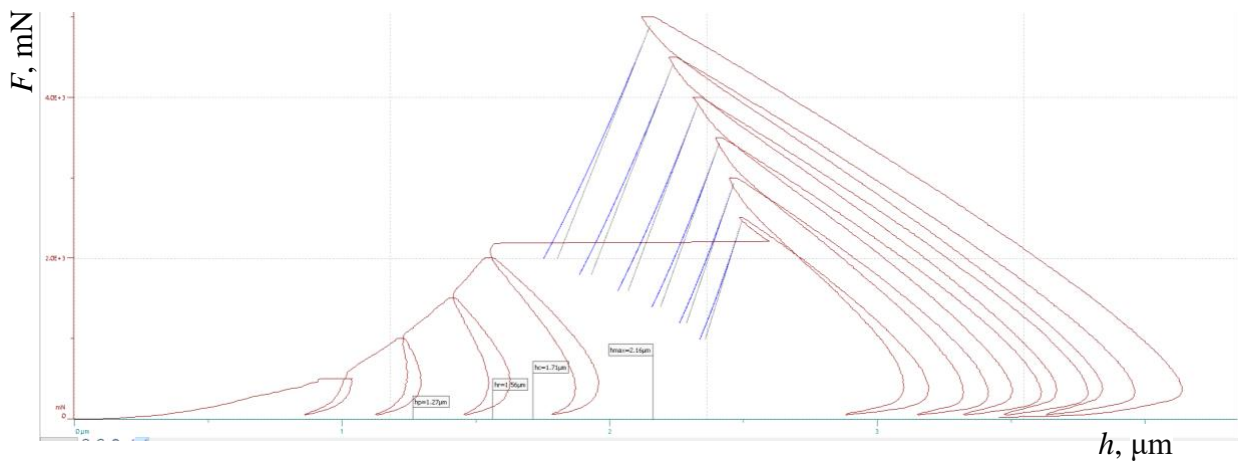
Instrumentirana indentacijska metoda omogućuje automatsko mjerenje površine. Problem nastaje kada se žele provesti mjerenja na površini koje je već prije bila mjerena. S obzirom da ispitivač ne bira svaku poziciju mjerenja, već uređaj automatski isprogramira mjesto utiskivanja, indenter nerijetko pogodi u dio površine s ranije utisnutim otiskom.

Na slici 31. je prikazan primjer Vickersovog otiska koji se utisnuo preko otiska od nekog prethodnog ispitivanja.



Slika 31. Novi otisak na starom otisku

Veliku problematiku predstavljaju i vibracije. Moguća je pojava tzv. „drifta“ uslijed mjerenja kada vibracije ometaju ispitivanje i time poremete rezultate. Stoga se preporuča provođenje ispitivanja u kontroliranim uvjetima koji izoliraju svaku vibraciju i po mogućnosti održavaju što konstantniju radnu temperaturu. Na slici 32. su grafički prikazani rezultati ispitivanja koja su bila ometana vibracijama.



Slika 32. Grafički prikaz rezultata ispitivanja ometanog vibracijama

Scratch testom je pri vrlo malim silama moguće odrediti profil površine poput profilometrom. No problem predstavlja činjenica što indentacijska metoda primarno nije predviđena za mjerenje profila površine i time uređaj nema adekvatnu ni opremu niti softver kojim bi se takvi rezultati mogli pravilo očitavati. Nadalje, problematiku predstavljaju i moguće nadogradnje za

indentacijski uređaj koje nerijetko imaju cijenu kao i sam uređaj. Primjerice, instrumentirani indentacijski uređaj moguće je koristiti za ispitivanje triboloških svojstava, konkretno koeficijenta trenja, ali je za to potreba dodatna oprema koja uključuje posebne senzore i stalak. Instrumentirana indentacijska metoda ima vrlo kompleksan uređaj za koji nije dovoljna jedan edukacija, već su potrebni kontinuirani rad i edukacije kako bi se iskoristio puni potencijal uređaja.

6. ZAKLJUČAK

Cilj ovog rada bio je prikazati mogućnosti ispitivanja i karakterizacije materijala te mjernu sposobnost instrumentirane indentacijske metode na Step 100 uređaju kroz usporedbu mjerenja tvrdoće s referentnim etalomom Zwick ZHV μ . Ova usporedba je rađena pomoću referentnih etalonskih pločica tvrdoće. Iz analize rezultata je vidljivo da su rezultati mjerenja na referentnom etalonskom tvrdomjeru ujednačeniji od rezultata na Step 100 uređaju.

Iako su ova odstupanja na Step 100 uređaju nešto povećana ona su i dalje u granicama dozvoljenih odstupanja mjerenja tvrdoće sukladno normi HRN ISO 6507-2:2018.

Ova odstupanja nisu iznenađujuća s obzirom na mjeriteljske uvjete u prostoru smještaja ovog uređaja. Iz ovog možemo zaključiti da uz odgovarajuće mjeriteljske uvjete uređaj Step 100 može sa velikom mjernom sposobnošću dati kvalitetne rezultate mjerenja klasične tvrdoće.

Uređaj Step 100 u pogledu karakterizacije materijala i mehaničkih svojstava daje velike mogućnosti. To su scratch test, mjerenje indentacijske tvrdoće, profilometrija, modul elastičnosti, mjerenje debljive prevlaka i koeficijent trenja. Ovdje treba posebno napomenuti i mogućnost automatskog mapiranja ispitnih površina indentacijskim ispitivanjem što radi uštedu vremena i podiže kvalitetu mjerenje te olakšava analizu rezultata mjerenja na ispitnim površinama.

Kako već prethodno navedeno, uređaj Step 100 je jako osjetljiv na za mjeriteljske uvjete, kao što su temperatura, vibracije, vlaga, i slično. Stoga je preporučljivo da se uređaj postavlja na antivibracijske temelje, izoliran od utjecaja okolnih prostora te strogo kontrolirana temperatura i vlaga. Indentacijski uređaju zahtijevaju redovito održavanje i praćenje stanja indentora. Trošenje indentora je pojačano kada se provode ispitivanja na tvrdim materijalima, a posebno na jako tvrdim prevlakama. Iz tog razloga se zahtijeva često provjeravanje stanja vrha i površina indentora te sukladno tome mijenjanje indentora ili u nekim slučajevima vršiti dodatne kalibracije te promjenu pojedinih ispitnih parametara.

Iz ovog je vidljivo da su instrumentirani indentacijski uređaji kompleksni te iskustvo mjeritelja igra veliku ulogu u provođenju ispitivanja, prikupljanju i analize rezultata. Dobro poznavanje uređaja i iskustvo utječu na određivanje parametara koji će dati ispravne rezultate željenog ispitivanja.

Iz svega navedenog može se zaključiti da su danas a posebno u budućnosti, instrumentirani indentacijski uređaji neophodni u području karakterizacije materijala.

LITERATURA

- [1] Anthony C. Fischer-Cripps, Nanoindentation. in Mechanical Engineering Series. Springer.
- [2] Christopher A. Schuh, "Nanoindentation studies of materials," vol. 9, 2006.
- [3] Elso Kuljanić, "Mathematics of Statistics and Design of Experiments in Engineering," in Scientific Publications, Rijeka, 2019.
- [4] Ivušić, Vinko, Franz, Mladen, Španiček, Đurđica, and Ćurković, Lidija, Materijali 1. in Drugo izmjenjeno izdanje. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2014.
- [5] "Struers - Ensuring Certainty," Struers. [Online]. Available: [https://www.struers.com/en/Knowledge/Hardness-testing#\(Accessed: 30.04.2024.\)](https://www.struers.com/en/Knowledge/Hardness-testing#(Accessed: 30.04.2024.))
- [6] Marina Pein, "Ispitivanje tvrdoće inženjerskih materijala," Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Fakultet elektrotehnike, računarstva i informacijskih tehnologija Osijek, Osijek, 2023.
- [7] Milena Ristić, "Vježba 1 - Odreživanje tvrdoće dinamičkim dejstvom sile," beleške. [Online]. Available: <https://beleske.com/vezba-1-ispitivanje-tvrdoce/> (Accessed: 14.06.2024.)
- [8] Sveučilište u Zagrebu, "Kidalica," Tekstilno-tehnološki falultet. [Online]. Available: <https://www.ttf.unizg.hr/kidalica/317> (Accessed: 07.05.2024.)
- [9] Lovro Bilić, "Priprema i karakterizacija Charpyjevih ispitnih uzoraka s V-zarezom za indirektnu provjeru uređaja," Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2018.
- [10] Darko Bajić, "Zamor materijala, Smithov dijagram," Podgorica.
- [11] W. C. Oliver and G. M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, 19 vols. Materials research society, 2004.
- [12] Tihomir Polanović and Željko Alar, "Zbornik radova MATRIB 2016," in Mogućnosti i primjena nanoindentacije, Vela Luka: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, 2016.
- [13] European Standard, "Metalni materijali - Instrumentirano ispitivanje utiskivanjem za određivanje čvrstoće i parametara materijala - 1.dio: Metoda ispitivanja (ISO 14577-1:2015; EN ISO 14577-1:2015)." 2015.
- [14] Suzana Jakovljević, "Utjecaj dvostrukog prevlačenja na mehanička i tribološka svojstva keramičkih prevlaka," Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2007.
- [15] William D. Nix and Huajian Gao, "Indentation Size Effects in Crystalline Materials : A Law for Strain Gradient Plasticity." Pergamon, 1997.
- [16] Harita Seekala, Lavakumar Bathini, Nitin P. Wasekar, Hariharan Krishnaswamy, and P. Sudharshan Phani, "A unified approach to quantify the material and geometrical effects in indentation size effect," J. Mater. Res., 2023.
- [17] Albano Cavaleiro and Jeff Th. M. De Hosson, Nanostructured Coatings. Springer, 2006.
- [18] Ivica Grbac and Renata Ojurović, "Primjena nanotehnologije u industriji baziranim na sektoru šumarstva." 2006. Accessed: Jul. 05, 2024. [Online]. Available: <https://hrcak.srce.hr/file/49555>
- [19] P. L. Larsson and A. E. Giannakopoulos, "Analysis of Berkovich Indentation." Pergamon, 1995.
- [20] KLA INSTRUMENTS, "How to Select a Nano Indenter® Tip." Accessed: Jun. 10, 2024. [Online]. Available: https://www.kla-instruments.cn/wp-content/uploads/KLA_AppNote_Nanoindenter_Tips.pdf

- [21] M. Hardiman, T.J. Vaughan, and C.T. McCarthy, "The effects of pile-up viscoelasticity and hydrostatic stress on polymer matrix nanoindentation." Elsevier, 2016. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0142941816301805> (Accessed:10.06.2024.)
- [22] Topomatika d.o.o., "Smjernice za ispitivanje tvrdoće." [Online]. Available: <https://www.ispitivanje.com/smjernice-za-ispitivanje-tvrdoce/> (Accessed: 11.06.2024.)
- [23] European Standard, "Metalni materijali - Ispitivanje tvrdoće prema Vickersu - 2.dio: Metoda ispitivanja (ISP 6507-2:2018; EN ISO 6507-2:2018)." 2018.
- [24] European Standard, "Metalni materijali - Instrumentirano ispitivanje utiskivanjem za određivanje tvrdoće i parametre materijala - 2. dio: Provjeravanje i umjeravanje ispitnih uređaja (ISO 14577-2:2015; EN ISO 14577-2:2015)." 2015.
- [25] European Standard, "Metalni materijali - Instrumentirano ispitivanje utiskivanjem za određivanje tvrdoće i parametara materijala - 3. dio: Umjeravanje referentnih pločica (ISO 14577-3:2015; EN ISO 14577-3:2015)." 2015.
- [26] European Standard, "Metalni materijali - Instrumentirano ispitivanje utiskivanjem za određivanje tvrdoće i parametara materijala - 4. dio: Metoda ispitivanja za metalne i nemetalne prevlake (ISO 14577-4:2016; EN ISO 14577-4:2016)." 2016.
- [27] Anton Paar, "Software Reference Guide - Indentation." Anton Paar TriTec SA, 2019.