Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Společná laboratoř optiky

Diplomová práce

Studium praskání skel při indentační zkoušce

Autor	Vladimír Chudý
Vedoucí práce	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Studijní obor	Aplikovaná fyzika
Forma studia	Prezenční
Rok obhajoby	2018

Autor	Vladimír Chudý
Název práce	Studium praskání skel při indentační zkoušce
Typ práce	Magisterská
Pracoviště	Společná laboratoř optiky
Vedoucí práce	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Rok obhajoby práce	2018
Počet stran	71
Počet příloh	0
Jazyk	Český
Abstrakt	Práce je zaměřena na studium lomové houževnatosti jedenácti měřených vzorků skla za použití mikroindentačních přístrojů. Měření probíhá pomocí hrotů Vickers a Berkovich, hrotem Vickers je získána i tvrdost materiálů. Kromě samotné lomové houževnatosti je zjišťován i vliv různých fyzikálních a mechanických vlastností materiálů na tyto hodnoty. Vyhodnocení probíhá pro čtyři různé modely, které jsou následně porovnávány mezi sebou.
Klíčová slova	Nanoindentace, Mikroindentace, Praskání, Lomová houževnatost, Sklo, Hrot Vickers, Hrot Berkovich, Tvrdost, Youngův modul pružnosti

Author	Vladimír Chudý
Title	Indentation induced cracking in glass
Type of thesis	Masters
Department	Joint Laboratory of Optics
Supervisor	Mgr. Radim Čtvrtlík, Ph.D.
Year of presentation	2018
Number of pages	71
Number of appendices	0
Language	Czech
Abstract	This work is focused on the study of fracture toughness of eleven measured glass samples by micro indenters. Measurements are made with the Vickers and the Berkovich indenter, data from Vickers residual imprints are then used for evaluation of hardness of materials. Apart from fracture toughness, the influence of different physical and mechanical properties on its values is explored. Evaluation is performed for four different models, which are between themselves subsequently compared.
Keywords	Nanoindentation, Microindentation, Cracking, Fracture Toughness, Glass, Vickers Indenter, Berkovich Indenter, Hardness, Young's Modulus

Prohlašuji, že jsem předloženou magisterskou práci vypracoval samostatně pod vedením Mgr. Radima Čtvrtlíka, Ph.D., a že jsem použil zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použité literatury.

V Olomouci dne …………. ………………………

podpis

Chtěl bych poděkovat Mgr. Radimu Čtvrtlíkovi, Ph.D. jakožto svému vedoucímu, za poskytnuté podklady, rady a mnohačetné konzultace při vypracovávání mé diplomové práce, ale i za korekci nesrovnalostí a případné výklady problematiky, která je řešena níže. Dále bych chtěl poděkovat své nejbližší rodině za trpělivost a podporu při vypracovávání tohoto textu. Tato práce vznikla za podpory Interního grantu Univerzity Palackého IGA_PrF_2018_009.

Obsah

Úvod

Počínaje výrobou seker v době kamenné, posloužil instinkt a rozvíjející se zkušenosti se silou různých materiálů (stejně jako vzhled, cena, dostupnost a dokonce duchovní vlastnosti) jako základ pro návrh stále složitějších nástrojů a zařízení. Průmyslová revoluce 19. století vedla návrháře k masivnímu využití železa a oceli, namísto křehčích a méně odolných materiálů. Na rozdíl od nich se ocel projevila pevnější v tahu. Inženýrské konstrukce se tedy staly odolnější a méně náchylné na nepříznivé vlivy okolí.[1]

Po staletí je ale lidem známo, že se materiály mohou časem, vnějšími vlivy a používáním opotřebovat, nebo dokonce zničit. Nejčastěji dochází k lomu, který, ač se vyskytuje u jediného dílu, může ohrozit celou konstrukci. Lom materiálu má vždy počátek v jedné jediné vadě, která se postupným zatěžováním rozšiřuje a mění v prasklinu. Nakupení a rozšiřování prasklin vede dříve nebo později k poškození, které může mít katastrofální následky. Může se jednat o ohýbání tyče, která se časem zlomí, osu automobilu, nebo o křídlo letadla, které může způsobit vážnou nehodu.[2]

V minulosti se materiály začaly dělit na křehké, tedy ty, které praskají, lámou se, nebo se tříští jednodušeji, a pevné (houževnaté), které vydrží vyšší mechanické namáhání a jsou obecně odolnější.

Většina takového dělení byla pouze výsledkem předešlých zkušeností a pozorování. Nebyla tedy kvantifikována žádná fyzikální veličina, charakterizující skupinu, do které by daný materiál spadal.

V roce 1920 se A. A. Griffith z Royal Aircraft Establishment (RAE) začal zajímat o efekt škrábanců a úprav povrchu na pevnost strojových součástí, které jsou podrobeny střídavému zatěžování. Jednou z teorií, která byla navrhnuta Inglisem, bylo, že zvýšení napětí na vrcholu praskliny nebo trhliny (část, kde se materiál dělí na dvě části) závisí pouze na geometrickém tvaru praskliny a ne na její absolutní velikosti. To se ovšem ukázalo být v rozporu s dobře známým faktem, že větší praskliny se šíří jednodušeji než ty menší.[1]

Další důležitý mezník v problematice hodnocení lomového chování materiálů pochází od George R. Irwina, který se během druhé světové války začal zajímat o lom ocelového pancéřování při průrazu střel. Výsledky jeho experimentální práce vedly v roce 1957 k teoretické formulaci lomu[1].

Základním makroskopickým testováním mechanických vlastností materiálů je zkouška tahem, kdy je materiál upnut mezi čelisti a roztahován za použití předem definované síly a rychlosti, a zkouška tlakem, kdy je na určitou část testovaného materiálu aplikována tlaková síla, kterou je vzorek stlačován. Tím lze definovat sílu a napětí, při nichž materiál dojde do tzv. meze pevnosti, kdy se vytvořené praskliny začínají nekontrolovatelně rozšiřovat, a dochází k selhání testovaného vzorku.

Na problematiku lze ale pohlížet i v menším měřítku, a to v rozměrech mikrometrů a nanometrů. Tento typ testu se provádí především na křehkých materiálech pomocí indentační zkoušky. Jednou z hlavních vlastností indentační praskliny je, že je stabilní s rostoucím zatížením.[1] Mezi křehké materiály se řadí především skla. Sklo je v dnešní době jedním z nejvyužívanějších konstrukčních materiálů. Při jeho výběru se ale musí brát zřetel na určitá kritéria, tedy materiálové vlastnosti. Ty lze definovat indentačním testováním. Jedním z hlavních kritérií je odolnost skla proti mechanickému poškození, které může být důsledkem manipulace nebo vlivů prostředí. V obou případech dochází k poškození, které může mít negativní vliv na další konstrukční prvky, v horším případě může ohrožovat lidské životy. Jednou z důležitých vlastností je právě lomová houževnatost. Měření lomové houževnatosti může být doprovázeno měřením akustické emise, tedy zvukových vzruchů, které jsou důsledkem praskání v materiálu. Tímto lze začlenit časovou osu, a díky znalosti průběhu indentace je možné říci, kdy materiál praskl.

Cílem této práce je tedy vyhodnotit lomovou houževnatost pro vzorky skel a najít případnou souvislost s jejich materiálovými vlastnostmi. Vtisky do vzorků byly provedeny pomocí metalografického světelného mikroskopu Carl Zeiss Neophot 2 s Hanemannovou hlavou a implementovaným Vickersovým hrotem, a přístroje NanoTest s mikroindentorovým kyvadlem a Berkovichovým hrotem. K měření praskání materiálů, tedy délky prasklin, byl využit konfokální laserový skenovací mikroskop Olympus LEXT OLS 3100 a software Gwyddion.

1. Mechanika lineárního elastického lomu

V letech předcházejících II. světovou válku konstruktéři obvykle předpokládali, že maximální napětí uvnitř struktury, vypočítané za použití rovnic odvozených pro ohyb nosníku, je vyjádřeno jako určité procento meze pevnosti materiálu. Tahová síla pro různé materiály mohla být vhodně měřena v laboratoři a výsledky byly zpřístupněny ve volně dostupných citovaných knihách. Bohužel, strukturní návrh na takovém základě končil mnohdy selháním. Důvodem byl vliv rohů a děr. Ač zvyšoval napětí, inženýry nebyl brán v potaz. Tato selhání vedla k vývoji oboru lomové mechaniky, který se pokouší charakterizovat materiálovou odolnost vůči lomu – „houževnatost“[1].

1.1. Koncentrace napětí a kritérium energetické rovnováhy

Postup skrz kvantitativní definici houževnatosti začal Inglisovou prací v roce 1913. Ten ukázal, že lokální napětí v okolí rohu nebo otvoru ve stlačené rovině mohou být několikrát vyšší než průměrné působící napětí. Přítomnost ostrých rohů, vrubů, nebo prasklin způsobuje koncentraci působícího napětí v těchto bodech. Inglis pomocí teorie elasticity ukázal, že stupeň zvětšení napětí na okraji díry ve stlačené ploše závisel na poloměru křivosti otvoru.

Čím menší je poloměr křivosti, tím větší je koncentrace napětí. Inglis došel k závěru, že „činitel koncentrace napětí“, κ, je pro eliptický otvor roven

$$\kappa = 1 + 2\sqrt{\frac{c}{\rho}}, \tag{1}$$

kde c je poloměr otvoru a ρ je poloměr křivosti vrcholu otvoru[1].

Pro velmi úzký eliptický otvor může být faktor koncentrace napětí o mnoho větší, než jedna. Pro kruhový otvor dává rovnice (1) $\kappa = 3$. Jak vyplývá z rovnice, faktor koncentrace napětí nezávisí na absolutní velikosti nebo délce otvoru, ale pouze na poměru velikosti a poloměru křivosti.

Griffith navrhl, že redukce v deformační energii, zapříčiněná formováním praskliny, musí být rovna nebo větší než zvýšení povrchové energie způsobené novými povrchy prasklin.

Existují dvě podmínky, nutné pro růst praskliny[1]:

I. Vazby na vrcholu praskliny musí dosahovat kritické hodnoty, tedy bodu selhání. Napětí na vrcholu praskliny je funkcí činitele koncentrace napětí, který závisí na poměru jejího poloměru křivosti k délce.
II. Pro rozšíření praskliny musí být velikost uvolněné deformační energie větší nebo rovna povrchové energii dvou nových povrchů praskliny.

Druhá podmínka může být vyjádřena matematicky jako

$$\frac{dU_s}{dc} \geq \frac{dU_\gamma}{dc}, \tag{2}$$

kde U_s je deformační energie, U_γ je povrchová energie a dc je přírůstek délky praskliny. Tato rovnice říká, že pro rozšíření praskliny musí být rychlost uvolnění deformační energie na jednotku rozšíření praskliny při nejmenším rovna rychlosti požadované povrchovou energií.

Griffith použil Inglisovy kalkulace napěťového pole pro velmi úzké eliptické praskliny, aby mohl znázornit, že deformační energie, uvolněná vytvořením oboustranné praskliny délky $2c$ v nekonečné desce jednotkové šířky pod rovnoměrně aplikovaným napětím σ_a, je

$$U_s = \frac{\pi \sigma_a^2 c^2}{E}, \tag{3}$$

kde jednotkou je joule na metr šířky.

Celková povrchová energie pro dva povrchy jednotkové šířky a délky 2c je

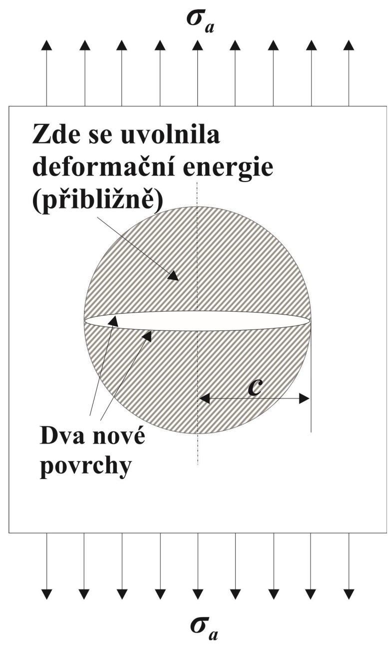
$$U_\gamma = 4\gamma c. \tag{4}$$

V rovnici (4) je zahrnut faktor 4, protože se zde vyskytují dva povrchy prasklin o délce $2c$. γ je povrchová energie lomové plochy. Ta je obvykle větší než volná povrchová energie, jelikož proces lámání zahrnuje atomy umístěné v malé vzdálenosti uvnitř pevné látky, daleko od povrchu. Povrchová energie lomu může navíc zahrnout energii rozptylujících mechanismů, jako je mikro-praskání, fázové přeměny a plastická deformace.

Kritickou podmínku pro růst praskliny můžeme vyjádřit jako

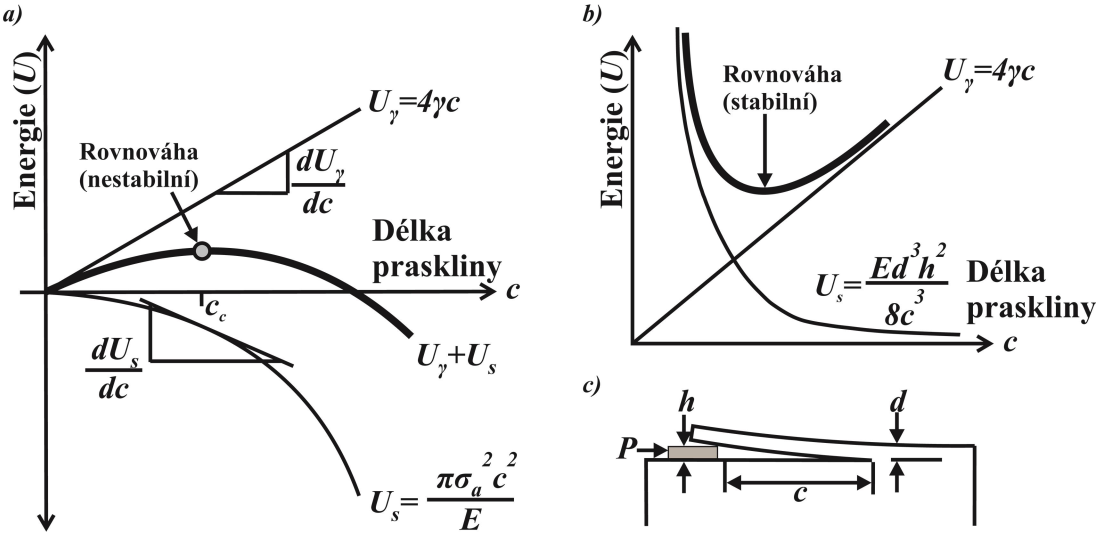
$$\frac{\pi\sigma_a^2 c}{E} \geq 2\gamma. \tag{5}$$

Levá strana rovnice (5) je rychlost uvolnění deformační energie pro vrchol praskliny, a působí na oboustrannou prasklinu v nekonečném solidu, zatíženém stejnoměrně aplikovaným tahovým napětím. Rovnice (5) ukazuje, že rychlost uvolnění deformační energie pro přírůstek délky praskliny je lineární funkcí délky praskliny. Potřebná rychlost poměru povrchové energie a přírůstku délky praskliny je tedy konstantní. Rovnice (5) je Griffithovo kritérium energetické rovnováhy pro růst praskliny, a vztahy mezi povrchovou energií, deformační energií a délkou praskliny jsou znázorněny na obrázku 1.1.2. Termín „rychlost uvolnění mechanické energie“ může být vhodnější než „rychlost uvolnění deformační energie“, druhý termín je ovšem běžněji užívaný.



Obrázek 1.1.1 Geometrie přímé oboustranné praskliny jednotkové šířky o celkové délce $2c$ pod rovnoměrně aplikovaným napětím σ_a. Koncentrace napětí existuje na vrcholu praskliny. Deformační energie je uvolněna přes přibližně kruhovou plochu a poloměru c. Růst praskliny vytváří nové povrchy (převzato z [1]).

Prasklina se nebude rozšiřovat, dokud se rychlost uvolnění deformační energie nebude rovnat požadavku povrchové energie. Za tímto bodem bude k dispozici více energie z uvolněné deformační energie, který je vyžadována nově vytvořenými povrchy prasklin, což vede k nestabilnímu růstu prasklin a lomu vzorku.



Obrázek 1.1.2 Energie versus délka praskliny ukazuje uvolnění deformační energie a povrchovou energii potřebnou se zvětšující se délkou praskliny pro rovnoměrně aplikované napětí, jak je ukázáno na obrázku 1.1.1. Praskliny o délce menší než c_c se nerozšíří samovolně; a) maximum v celkové energii praskliny udává nestabilní podmínky rovnováhy, b) minimum celkové energie praskliny udává stabilní podmínku rovnováhy, c) příklad stabilní rovnováhy (Obreimoffův experiment); (převzato z [1]).

Na obrázku 1.1.2a je znázorněna nestabilní podmínka rovnováhy. Tato nestabilita je dána druhou derivací rovnice (3). Pro $d^2U_s/d_c^2 < 0$ je podmínka rovnováhy nestabilní. Podmínka rovnováhy je stabilní pro $d^2U_s/d_c^2 > 0$, což lze vidět na obrázku 1.1.2b. V tomto případě se růst praskliny objevuje při podmínce rovnováhy, ale prasklina se rozšiřuje do materiálu při stejné rychlosti jako klín na obrázku 1.1.2c.

Kritérium energetické rovnováhy naznačuje, zda je růst praskliny možný. Zda se ale vůbec objeví, závisí na stavu napětí na vrcholu praskliny. Prasklina se nebude rozšiřovat, dokud jsou vazby na vrcholu praskliny zatížené na jejich tahovou sílu, i kdyby byla v materiálu uložena dostatečná deformační energie k umožnění růstu praskliny. Například, pokud je vrchol praskliny tupý nebo zakulacený, nemůže se prasklina rozšiřovat kvůli nedostatečné koncentraci napětí. Kritérium energetické rovnováhy je nezbytná, ale nedostačující podmínka pro lom. Lom nastává pouze tehdy, když je napětí na vrcholu praskliny dostačující k narušení přítomných vazeb.

V praxi se napěťovým singularitám, které vznikají vinou „nekonečně ostrého" vrcholu praskliny, předchází plastickou deformací materiálu. I přesto, že by mohlo být dosaženo nekonečně ostrého vrcholu praskliny, se prasklina nebude rozvíjet, ledaže by byla přítomna potřebná energie.

Pro dané napětí existuje minimální délka praskliny, která se sama nerozšiřuje a je tedy „bezpečná". Prasklina se nebude rozvíjet, jestliže je její délka menší než kritická délka praskliny, která, pro dané rovnoměrné napětí, je rovna

$$c_c = \frac{2\gamma E}{\pi \sigma_a^2}. \tag{6}$$

1.2. Faktor intenzity napětí

George R. Irwin ukázal, že napěťové pole $\sigma(r, \theta)$ v blízkosti nekonečně ostrého vrcholu praskliny může být matematicky popsáno rovnicí

$$\sigma_{yy} = \frac{K_1}{\sqrt{2\pi r}} \cos\frac{\theta}{2}\left(1 - \sin\frac{\theta}{2}\sin\frac{3\theta}{2}\right). \tag{7}$$

První výraz na pravé straně rovnice (7) popisuje velikost napětí, zatímco vztahy zahrnující θ popisují jeho rozdělení. K_1 je definováno jako

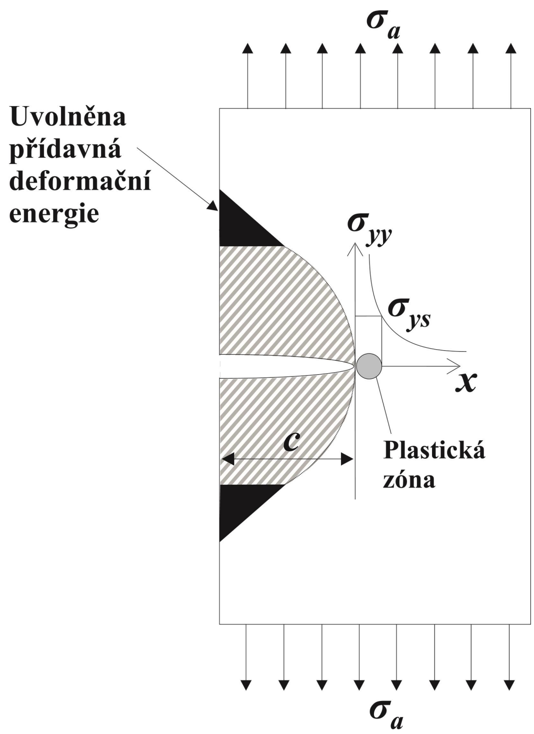
$$K_1 = \sigma_a Y \sqrt{\pi c}. \tag{8}$$

V této rovnici je σ_a aplikované napětí, Y je geometrický faktor, a c je polovina délky praskliny. K_1 je označováno jako „faktor intenzity napětí".

Pro konkrétní systém praskliny jsou π a Y konstanty, a faktor intenzity napětí říká, že velikost napětí na pozici (r, θ) závisí pouze na aplikovaném vnějším napětí a odmocnině délky praskliny.

Faktor intenzity napětí K_1, který zahrnuje aplikované napětí i délku praskliny, je kombinované „měřítko", které charakterizuje velikost napětí na souřadnicích (r, θ) kolem vrcholu praskliny. Tvar distribuce napětí okolo vrcholu praskliny je totožný pro praskliny všech délek.

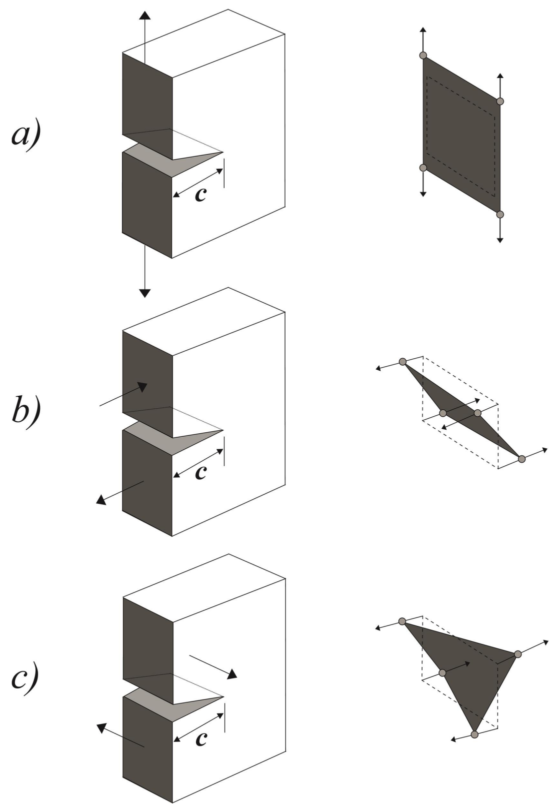
Rovnice (8) říká, že pro všechny velikosti prasklin jsou napětí na vrcholu praskliny nekonečná. K_1 tedy poskytuje numerickou „hodnotu“, která kvantifikuje velikost efektu napěťové singularity (teoreticky nekonečné napětí) u vrcholu praskliny, a její kritická hodnota charakterizuje lomovou pevnost různých materiálů.



Obrázek 1.2.1 Polo-nekonečná deska pod rovnoměrně aplikovaným napětím s jednostrannou povrchovou prasklinou o polovině délky c. Tmavě vystínovaná oblast indikuje dodatečné uvolnění deformační energie vzhledem k přítomnosti povrchu v porovnání s plně rozvinutou prasklinou v nekonečném solidu (převzato z [1]).

Index 1 v K_1 je spojen s tahovým zatížením, jak je znázorněno na obrázku 1.2.2, kde je naznačeno také to, že faktor intenzity napětí existuje i pro jiné druhy zatěžování. V této práci se ovšem uvažuje pouze zatěžování typu 1 - nejobecnější typ, který vede ke křehkému selhání.

Důležitou vlastností faktorů intenzity napětí je, že jsou pro stejný typ zatěžovaní aditivní – pro komplikovaný systém zatížení může být K_1 odvozeno z příspěvků faktorů intenzity napětí stanovených pro každé napětí uvažované individuálně.



Obrázek 1.2.2 Tři módy lomu: a) Mód I, b) Mód II, a c) Mód III. Typ I je nejobvyklejší. Obrázky napravo naznačují posunutí atomů na rovině kolmé k prasklině blízko jejího vrcholu (převzato z [1]).

1.3. Odolnost proti praskání

Předpoklad, že se všechna deformační energie přemění na povrchovou energii nových povrchů prasklin, není splněn v rámci houževnatých pevných látek, kde existují i jiné mechanismy rozptylující energii. Například v krystalických pevných látkách je značná část energie spotřebována na pohyb dislokací v krystalové mřížce, což se může stát při aplikacích napětí, která jsou značně pod mezí pevnosti materiálu. Pohyb dislokací v houževnatém materiálu je indikátorem kluzu, plastické deformace, nebo plastického tečení.

Irwin a Orowan modifikovali Griffithovu rovnici, aby vzali v úvahu nevratné energetické mechanismy, spojované s plastickou zónou jednoduchým zahrnutím tohoto výrazu do originální Griffithovy rovnice, tedy

$$\frac{dU_s}{dc} = \frac{dU_\gamma}{dc} + \frac{dU_p}{dc}. \tag{9}$$

Pravá strana rovnice je dána symbolem R a je nazývána jako odpor proti šíření trhliny. V bodě, kde se potkává Griffithovo kritérium, indikuje odolnost proti šíření trhliny minimální energii potřebnou pro rozšíření praskliny v $\mathrm{J/m^2}$ (tj. $\mathrm{J/m}$ pro jednotkovou šířku praskliny). Tato energie je nazývána jako „lomová práce“ (jednotky $\mathrm{J/m^2}$), a je měřítkem houževnatosti.

Houževnaté materiály mohou na rozdíl od křehkých materiálů absorbovat energii v plastické zóně, lze ji tedy nazvat „plastickou deformační energií“, která již není dostupná pro vytvoření povrchu (praskliny). V porovnání s houževnatými mohou křehké materiály pouze rozptýlit uchovanou elastickou deformační energii vytvořením povrchové plochy. Práci lomu je obtížné určit experimentálně.

Ne všechny pevné látky se ovšem chovají stejně: při nízkých hodnotách H/E má odsunutý materiál sklony vytvářet pile-up okolo hrotu (např. jemné kovy); v solidech s relativně otevřenými síťovými strukturami má materiál místo toho sklony ke zhušťování (např. „anomální“ křemičitanová skla).[3] V těchto případech může být tvar prasklin, tak jako jejich velikost, značně ovlivněn. Je důležité také zajistit, aby byla samotná geometrie hrotu invariantní k reprodukování deformační odezvy od materiálu k materiálu.

1.4. K_{IC}, kritická hodnota faktoru intenzity napětí K_I

Jestliže každá ze dvou prasklin ve dvou různých vzorcích je zatížena tak, že K_1 je v každém vzorku stejná, pak je velikost napětí v blízkosti obou prasklin totožná. Pokud se následně aplikovaná napětí zvýší do takové míry, aby byla hodnota K_1 stejná v každém vzorku, tak ve výsledku bude kritériu energetické rovnováhy vyhověno a prasklina se bude v obou vzorcích rozšiřovat. Napětí na vrcholu praskliny jsou totožná i přes to, že jsou neznámá (teoreticky jsou nekonečná pro dokonale elastický materiál, ale v praxi jsou limitována neelastickými deformacemi). Hodnota K_1 v bodě rozšiřování praskliny je nazývána jako kritická hodnota K_{1C}.

K_{1C} tedy definuje počátek rozšiřování praskliny. Ne nutně indikuje lom vzorku - toto závisí na stabilitě praskliny. Je obvykle považována za materiálovou vlastnost a může být použita k charakterizování houževnatosti. Její vyhodnocení nezávisí na přesné znalosti událostí uvnitř plastické zóny. Shodné a reprodukovatelné hodnoty K_{1C} mohou být získány, pouze pokud jsou vzorky testovány při rovinné deformaci. U rovinné deformace závisí hodnota K_{1C} pro lom na tloušťce desky. A proto je K_{1C} často nazýváno jako „lomová houževnatost rovinné deformace". Její jednotkou je MPa $m^{\frac{1}{2}}$. Malé hodnoty K_{1C} znamenají, že pro dané napětí může materiál odolat pouze malé délce praskliny, než dojde k jejímu rozšíření.

Pro faktor intenzity napětí $K_1 < K_{1C}$ může být stále možný růst praskliny v závislosti na prostředí. Růst praskliny pod těmito podmínkami je nazýván „podkritickým růstem praskliny" nebo „statickou únavou" a po nějakém čase od aplikace počátečního zatížení může nakonec vézt k lomu.

Podmínka $K_1 = K_{1C}$ neodpovídá nutně lomu nebo selhání vzorku. K_{1C} popisuje pouze počátek rozšiřování praskliny. Zdali je tato podmínka stabilní nebo nestabilní, závisí na systému praskliny. Katastrofální lom se objeví, když je podmínka rovnováhy nestabilní. Pro praskliny v křehkých materiálech, iniciované vlivem kontaktních napětí, může být prasklina zpočátku nestabilní a poté se stabilizovat díky ostře se snižujícímu napěťovému poli.

Kritickou hodnotu lomové houževnatosti v módu I (obrázek 1.2.2), K_{1C}, je možné získat z experimentálních dat klasických tahových, tlakových a torzních testů, jmenovitě můžeme uvézt například tříbodový ohyb, čtyřbodový ohyb, nebo testování na trhacím stroji.[4]

Na konec podkapitoly můžeme uvézt, že makroskopické lineárně-elastické lomové mechaniky (LEFM), vyvinuté Griffithem a Irwinem, přinesly na světlo důležitý vztah mezi hnací silou praskliny G a faktorem intenzity napětí K_1 jako

$$G = \frac{K_1^2}{E} \tag{10}$$

1.5. Zpožděný lom v křehkých solidech a statická únava

V závislosti na podmínkách prostředí mohou křehké solidy projevovat časově zpožděné selhání, u kterého se lom může objevit až za nějaký čas po aplikování zatížení. Časově zpožděné selhání tohoto typu se obvykle objevuje zapříčiněním růstu dříve existujících trhlin na kritickou velikost, danou Griffithovým kritériem energetické rovnováhy. Podkritický růst praskliny je velmi důležitý při vyhodnocování bezpečné úrovně provozního napětí pro křehké materiály ve strukturních využitích.

V praxi mohou být vzorky testovány na jejich schopnost vydržet navrhované napětí pro specifikovanou pracovní délku života aplikováním vyššího „prokazatelného" napětí.

Pevnost skla je velice různorodá, zkušenosti ukazují, že tato vlastnost závisí na:

I. Rychlosti zatěžování. Sklo je silnější, pokud je zatížení aplikováno rychle nebo krátkodobě.
II. Stupni abraze povrchu. Významnější studium tohoto efektu započalo Inglisem v roce 1913[5], následně byl studován i Griffithem v roce 1920[6].
III. Vlhkosti prostředí. Orowan[7] v roce 1944 ukázal, že povrchová energie slídy (a proto i její lomová houževnatost) byla tři a půl krát větší ve vakuu, než na vzduchu, který obsahoval významné množství vodní páry. Od té doby mnoho výzkumných pracovníků[8-10] demonstrovalo, že přítomnost vody ve spojení s aplikovaným napětím sklo výrazně oslabuje.
IV. Teplotě. Kropschot a Mikesell[11] v roce 1957, a ostatní výzkumní pracovníci[12-14] ukázali, že síla skla se zvyšuje při nízkých teplotách a že časově závislý lom je bezvýznamný při kryogenních teplotách.

Existence post-indentačního růstu praskliny vyvolala otázky o použití minerálního oleje nebo jiných ochranných látek, a platnosti výpočtů lomové houževnatosti, pokud velikost praskliny není měřena ihned po indentaci. Mezi publikovanými výzkumy existuje velká variace v časové periodě mezi indentací a měřením velikosti praskliny. Tyto periody mohou nabývat hodnot od jednotek minut, až po 24 hodin a více.[15]

2. Elasticko-plastické indentační napěťové pole

Indentační napěťové pole by mohlo být analyticky získáno superpozicí napěťových polí pro řady bodových zatížení uspořádaných tak, aby poskytly požadované rozdělení kontaktního tlaku pro uvažovaný typ hrotu.

U křehkých materiálů se plastická deformace objevuje nejčastěji se zašpičatělými hroty, jako například Vickersovou diamantovou čtyřstěnnou pyramidou. U houževnatých materiálů může být plasticita snadno vyvolána pomocí „tupého“ hrotu, jako je sféra nebo válcovitý razník. Indentační zkoušky jsou využívány běžně v měření tvrdosti materiálů, ale Vickersovy, Berkovichovy a Knoopovy diamantové hroty mohou být použity ke zkoumání ostatních mechanických vlastností tuhých látek, jako je pevnost vzorku, lomová houževnatost, a vnitřní zbytková napětí. Analýza napěťových polí spojená s elasticko-plastickým kontaktem je zkomplikována přítomností plastické deformace ve vzorku materiálu. Plasticky deformovaný materiál modifikuje elastická napěťová pole, a v křehkých materiálech se vznik a růst prasklin často objevuje uvnitř vzorku u zatěžování i odlehčování hrotu.

Následovat může křehký lom, který je typický pro keramické materiály. U těch je plastická deformace silně omezena různými rychlostmi deformace a teplotami. V amorfních keramikách se problém zjednodušuje díky minimu dislokací a silným kovalentním a meziatomovým iontovým vazbám. Kovové materiály a polymery projevují křehký lom pouze při podmínkách extrémně vysokých deformačních rychlostí, velmi nízkých teplot, nebo extrémní koncentraci nečistot na hranicích zrn. V případě silné koroze se může křehký lom objevit při velmi malých rychlostech zatěžování, nebo dokonce při konstantním zatěžování (tzv. korozní praskání). Typickým mikromechanismem křehkého lomu je tzv. odštěpení, kde jsou atomy postupně separovány odtrháváním podél lomové roviny za vysoké rychlosti (porovnatelné s rychlostí zvuku). [16]

Z historického hlediska je prokázáno, že křehký lom je jeden z nejfrekventovanějších a nejnebezpečnějších selhání, která se v inženýrství objevují. Kromě obecně známé křehkosti keramik a skel mohou také kovové materiály vykazovat vnitřní křehké vlastnosti závisející na teplotě. Existuje kritická teplota, tzv. teplota houževnato-křehkého přechodu (DBTT – Ductile-Brittle Transition Temperature), pod kterou je materiál křehký, přičemž nad ní zůstává houževnatý. Nesprávné použití materiálu pod touto teplotou může vézt ke katastrofickým následkům, jako například potopení lodě RMS Titanic. Materiál Titanicu, ačkoliv se v dané době jednalo o ocel nejvyšší jakosti, byl charakterizován hrubými zrny a vysokou úrovní inkluzí, kdy DBTT byla vyšší než 32°C. Není tedy divu, že tato loď byla katastroficky zničena křehkým lomem po nárazu do ledovce při okolní teplotě vody -2°C. [17]

Nicméně, křehkost je často indukována jinými efekty, jako třeba chybné zpracování materiálu, nebo segregace škodlivých nečistot na hranicích zrn. [18]

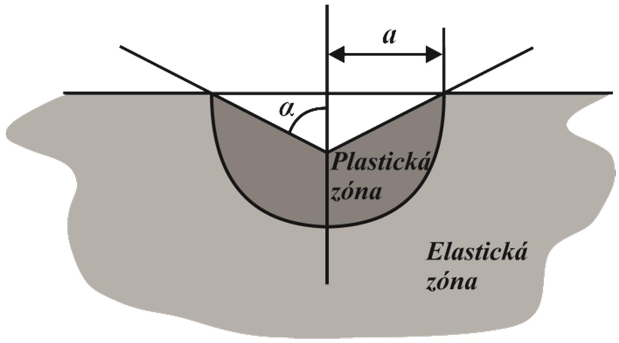
2.1. Indentační napěťové pole

V praxi je vtisk, vytvořený pomocí Vickersova hrotu tvaru pyramidy, zpočátku elastický, zapříčiněný konečným poloměrem vrcholu hrotu, ale velmi rychle vyvolává plasticitu ve vzorku materiálu s rostoucím zatížením. Odstranění zatížení obecně ústí ve zbytkový otisk v povrchu vzorku. Elastické napěťové pole je podobné tomu popisovanému pro kónický hrot[19], přestože čtyřstranná povaha indentoru tvaru pyramidy znamená, že zatížení již není osově symetrické. Modifikace elastického napěťového pole jsou zodpovědné za praskání uvnitř vzorku při zatěžování i odlehčování hrotu.

Teoretická analýza elasticko-plastického napěťového pole, spojená s hrotem tvaru pyramidy, je složitá, pokud ne nemožná, v závislosti na složitosti povahy plastické deformace uvnitř materiálu vzorku. Protože jsou plastické deformace v těchto typech indentací o dost větší, než kterékoliv z elastických deformací, je vzorek obvykle považován za tuhý, plastický materiál.

Marsh[20] srovnal plastickou deformaci ve vzorku pod indentorem s tou, která se objevuje při radiálním rozšíření sférické dutiny, vystavené vnitřnímu tlaku. Toto bylo již dříve analyzováno Hillem[21]. Za obecně přijaté analytické zpracování plastické deformace pod indentorem se považuje Johnsonovo[22], který nahradil rozšíření dutiny nestlačitelným hemisférickým jádrem materiálu, vystavenému vnitřnímu tlaku. Často je toto zpracování označováno jako „model rozšiřující se dutiny“. Další analytické modely elasticko-plastického napěťového pole byly navrženy Chiangem, Marshallem, a Evansem[23,24], ale také Yoffem[25]. Tyto analýzy stavěly na modelu rozšiřující se dutiny a obecně zahrnují vliv volného povrchu vzorku.

Analytické modely, zmíněné výše, se vyrovnávají s osově-symetrickým zatěžováním nekonečného poloprostoru se zašpičatělým hrotem. Nejdostupnější je Yoffeho model[25], který dává distribuci napětí vně hemisférické plastické zóny o poloměru a, rovnajícímu se poloměru kontaktního kruhu, jak je ukázáno na obrázku 2.1.1.



Obrázek 2.1.1 Geometrie plastické zóny pro osově symetrický konický hrot o poloúhlu α. Předpokládá se, že plastická zóna dosáhne povrchu při $r = a$ (převzato z [2]).

2.2. Indentační lom

Lom v křehkých materiálech, zatížených pyramidálním indentorem, se objevuje u zatěžování i odlehčování. Při zatěžování jsou tahová napětí indukována v materiálu vzorku se zvětšujícím se poloměrem plastické zóny. Při odlehčování vznikají přídavná napětí tím, jak se elasticky namožený materiál vně plastické zóny snaží vrátit zpět do originálního tvaru. Tomu je ale zabráněno permanentní deformací, spojenou s plastickou zónou. Přesto charakter praskání závisí na podmínkách zkoušky, a velké variace v počtu a umístění prasklin, formujících se ve vzorku, se objevují pouze s malými variacemi tvaru hrotu, rychlosti zatěžování, a prostředí.

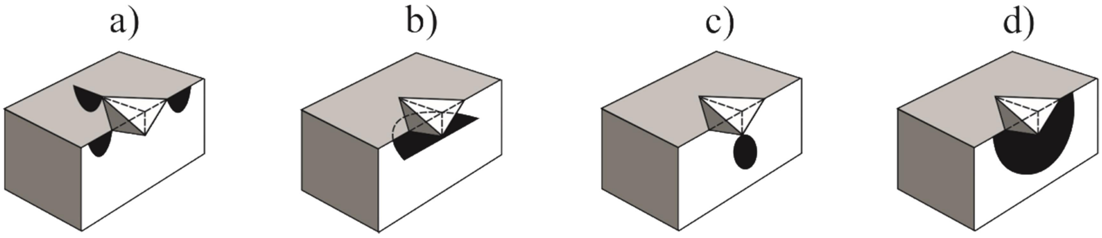
Chápání konkrétního systému prasklin může být dosaženo zvážením tří aspektů jeho chování: I. morfologie; II. bodu zahájení v kontaktním kruhu (sekvence zatěžování – odlehčování); a III. velikosti jako funkce kontaktního zatížení. Z tohoto úhlu pohledu jsou praskliny při elastických kontaktech dobře pochopeny.[26]

Obecně existují tři typy prasklin, znázorněné na obrázku 2.2.1:

I. Radiální praskliny[1] jsou „vertikální“ praskliny typu „half-penny“[27], které se objevují na povrchu vzorku vně plastické zóny a v rozích zbytkového vtisku na indentační straně. Tyto radiální praskliny jsou utvářeny obvodovým napětím σ_ϕ $(\theta = \frac{\pi}{2})$ a rozšiřují se dolů do vzorku, obvykle jsou ale dosti mělké.

II. Laterální praskliny jsou „horizontální“ praskliny, které se objevují pod povrchem, a jsou symetrické s osou zatěžování. Jsou produkovány tahovým napětím σ_r $(\theta = 0)$, často se rozšiřují po povrchu a ústí v povrchový prsten, který může vézt k odštěpování povrchu vzorku.

III. Mediánní praskliny jsou „vertikální“ kruhové praskliny tvaru centu, které se formují pod povrchem podél osy symetrie a mají směr zarovnaný s rohy zbytkového vtisku. V závislosti na podmínkách zatěžování se mohou mediánní praskliny rozšiřovat nahoru a spojit se s povrchovými radiálními prasklinami. Tím vytvoří dvě „half-penny“ praskliny, které protínají povrch, jak je ukázáno na obrázku 2.2.1d. Vznikají příčinou činnosti vnějšího napětí σ_θ $(\theta = 0)$.



Obrázek 2.2.1 Systémy prasklin pro Vickersův hrot: a) radiální praskliny, b) laterální praskliny, c) mediánní praskliny, d) „half-penny“ praskliny (převzato z [1]).

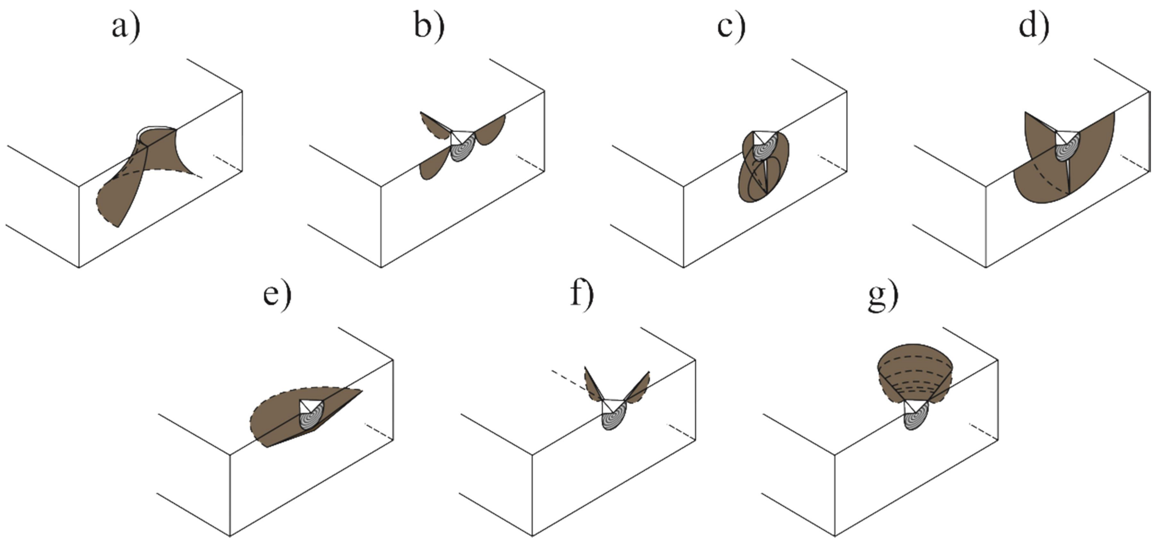
Přesná posloupnost počátku těchto tří typů prasklin je citlivá na experimentální podmínky. Nicméně je obecně pozorováno, že v sodno-vápeném skle, zatíženém

[1] Mělké radiální praskliny jsou někdy odkazovány na Palmqvistovy praskliny podle S. Palmqvista, který je pozoroval a popsal ve vzorku WC-Co v roce 1957

Vickersovým indentorem, se jako první iniciují mediánní praskliny. Pokud je zatížení odstraněno, elasticky deformovaný materiál, obklopující mediánní praskliny, nemůže obnovit svůj dřívější tvar příčinou přítomnosti permanentně deformovaného plastického materiálu (který zanechá reziduální vtisk v povrchu vzorku). Zbytková tahová napětí v normálovém směru pak vytváří „horizontální“ laterální prasklinu, která se může nebo nemusí stáčet vzhůru a protínat povrch vzorku. Při opakovaném zatížení se laterální praskliny uzavírají a mediánní znovu otevírají. Pro malé hodnoty zatížení hrotu se radiální praskliny formují také při odlehčování (v jiných materiálech se mohou radiální praskliny formovat při zatěžování). Pro větší zatížení se při odlehčování mediánní praskliny rozšiřují vně a nahoru, a mohou se spojit s radiálními prasklinami za vytvoření systému „half-penny“ prasklin, které jsou poté nazývány jako „mediánní-radiální“ (případně „radiální-mediánní“) praskliny. Ve skle jsou praskliny, pozorované v rozích zbytkového vtisku na povrchu vzorku, obvykle plně vyvinuté mediánně-radiální praskliny. Nicméně, v jiných křehkých materiálech (s vyššími hodnotami E/Y) jsou radiální praskliny obvykle docela odlišné od mediánních prasklin a vytváří se při zatěžování. Rohy pyramidálního indentoru hrají důležitou roli, jelikož mediánní i radiální praskliny se sami zarovnávají s rohy indentace.

Dle R. F. Cooka a G. M. Pharra[26] existuje pět majoritních typů prasklin, ilustrovaných v ideální formě na obrázku 2.2.2. Konické praskliny, vytvářené typicky elastickým zatěžováním sférického hrotu nebo rovinného razníku, se rozšiřují pryč z povrchu při charakteristickém úhlu od zatěžovací osy, po nukleaci prstencové praskliny na obvodu kontaktu (obrázek 2.2.2a). Zatěžování ostrými indentory, nebo nadměrné zatěžování tupými indentory vede ke generování reziduálního plastického vtisku v povrchu, tedy tvorbě elasticko-plastického kontaktu. V těchto případech mohou být radiální praskliny generovány paralelně vůči zatěžovací ose. Mohou tedy pocházet z okraje plastického kontaktního vtisku (obvykle na rohu indentace), a setrvávat blízko k povrchu (obrázek 2.2.2b). Mediánní praskliny se také propagují paralelně vůči ose zatěžování, a mohou být generovány pod plastickou deformační zónou v elasticko-plastickém kontaktu ve formě plných kruhů, nebo kruhových segmentů, zkrácených o hranici deformační zóny nebo materiálový povrch (obrázek 2.2.2c). Fraktografie povrchů indentačního lomu mnohdy nasvědčuje tomu, že konečná morfologie praskliny je tedy „half-penny“

(obrázek 2.2.2d), ačkoliv je často nejasné, zda tento typ praskliny byl vytvarován mediánním růstem směrem k povrchu, radiální propagací směrem dolů, nebo zda se sloučily dvě sady prasklin. Laterální praskliny jsou také generovány pod deformační zónou, jdou paralelně nebo téměř paralelně s povrchem, a mají podobu kruhu (obrázek 2.2.2e). Dvě důležité variace těchto hlavních typů jsou znázorněny na obrázku 2.2.2. Sekundární radiální praskliny pochází z okraje kontaktního vtisku (obvykle přiléhajícímu k, raději než u, indentačnímu rohu), a rozšiřují se do obklopujícího materiálu, svírajícímu úhel s osou zatěžování, setrvávajíc velmi blízko k povrchu (obrázek 2.2.2f). Mělké laterální praskliny jsou generovány na okraji kontaktního vtisku a rozšiřují se do materiálu téměř paralelně s povrchem, mnohdy omezeny radiálními nebo sekundárními radiálními prasklinami (obrázek 2.2.2g).



Obrázek 2.2.2 Systémy praskliny podle R. F. Cooka a G. M. Pharra: a) konická, b) radiální, c) mediánní, d) „half-penny", e) laterální, f) sekundární radiální, g) mělká laterální (převzato z [32]).

Yoffeho model[25] popisuje evoluci napětí při zatěžování i odlehčování ve vztazích materiálu a E/Y, a ukazuje se, že bere v úvahu podobu radiálního a laterálního praskání pro zatěžovací a odlehčovací sekvence pro širokou škálu testových materiálů. Právě radiální a laterální praskliny mají zvláštní význam, jelikož jejich blízkost k povrchu má podstatný vliv na lomovou pevnost vzorku. Studováním lomových mechanik těchto typů prasklin se usiluje o měření lomové houževnatosti, založené na délce radiálních povrchových prasklin.

2.3. Lomová houževnatost

Myšlenka, že velikost indentačních prasklin by mohla být použita ke kvantifikaci houževnatosti, byla vyslovena Palmqvistem a ukázána na empirických podkladech dříve, než byly vytvořeny některé z analytických metod lomových mechanik.[27,28] Palmqvist pracoval s kovovými karbidy a použil Vickersovu diamantovou pyramidu k produkci struktur prasklin. Byl schopen zavézt některé z nejvýznamnějších proměnných v procesu lomu, včetně tvrdosti.

První pokus o použití indentačních metod pro určení parametrů lomu ve více křehkých materiálech byl uskutečněn za použití Hertzovy konické geometrie praskliny, vytvořené sférickými indentory.[29-32] Nicméně, přední strana rozšiřujícího se kónusu leží kompletně pod indentačním povrchem, čímž omezuje přímá pozorování v transparentních materiálech. To je zjevný nedostatek v systémech prasklin, spojených s Vickersem a ostatními ostrými hroty, které jsou primárně odpovědné za obnovu zájmu v Palmqvistovu teorii. Příslušné praskliny, v tomto případě utvářející se na mediánních rovinách, obsahují osu zatěžování a osy symetrie vtisku kontaktní tvrdosti[33,34]; charakteristické radiální stopy na povrchu vzorku poskytují záznam růstu praskliny, který je snadno přístupný k přímému post-indentačnímu měření. Základní geometrická podobnost ve struktuře s pyramidálními indentory navíc poskytuje možnost správných porovnání materiálu.

Zásadní teoretické základy dřívějších úprav rovnic lomových mechanik[33,35-37], ze kterých tyto pokusy vzešly, jsou něčím přirozeně fenomenologickým, především v umístění neelastické složky kontaktního pole. Pouze s pozdějšími teoretickými pokroky, ve kterých je komplexní elastické/plastické pole ukázáno jako skládající se z oddělitelných „elastických“ a „zbytkových“ složek, bylo zaznamenáno korektní porozumění hybných sil radiálního vývoje.[38-40] Klíčová myšlenka, kterou přinesly pozdější teorie, byla, že zbytková složka je více než jen „korekční“ faktor v indentační mechanice. Spíše se předpokládá, že tato složka má dominantní postavení ve vyhodnocování finální velikosti radiální praskliny.[38]

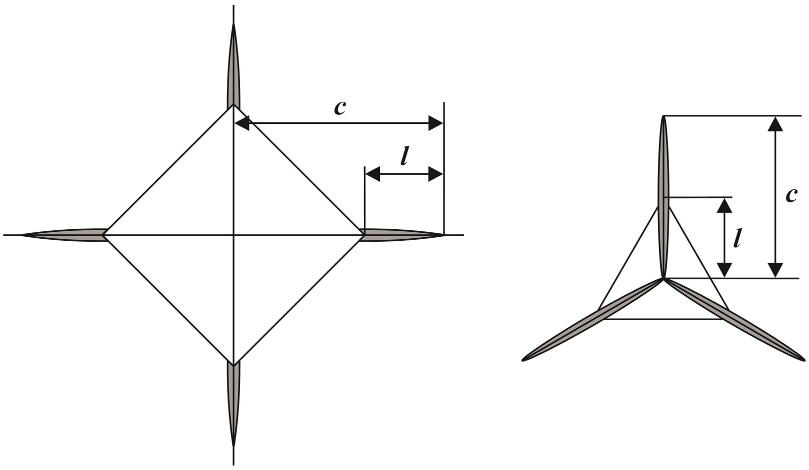
Jednou z hlavních vlastností indentační praskliny je, že je stabilní s rostoucím zatížením.[41] Zatímco přímé praskliny v nosníkových vzorcích jsou obvykle použity pro testování lomové houževnatosti houževnatých materiálů, tento typ testu je velmi obtížně prováděn na křehkých materiálech. Pokusy o takové testování obvykle končí katastrofickým selháním vzorku. Indentační praskliny navíc vyžadují pouze malou povrchovou testovací plochu, a vícero indentací může být obvykle provedeno na přední straně jediného vzorku. Z těchto důvodů je žádoucí, aby bylo měření lomové houževnatosti umožněno pomocí dat délky praskliny dostupných z indentačních testů.

Pozornost je obvykle zaměřena na délku radiálních prasklin, měřenou z rohu indentace a postupující radiálně podél povrchu vzorku, jak lze vidět na obrázku 2.3.1.

Palmqvist[27] poznamenal, že délka praskliny l se měnila jako lineární funkce indentačního zatížení. Lawn, Evans a Marshall[38,42] formulovali rozdílný vztah, u kterého ošetřili plně rozvinutou mediánní/radiální prasklinu a zjistili, že poměr $P/c^{3/2}$ (kde P je maximální použité zatížení indentoru dosazované v MN a c je délka ze středu kontaktu k vrcholu radiální praskliny v jednotkách metru) je konstanta, jejíž hodnota závisí na materiálu vzorku. Lomová houževnatost je získána z rovnice

$$K_c = k\left(\frac{E}{H}\right)^n \frac{P}{c^{3/2}}, \tag{11}$$

kde k je kalibrační konstanta rovnající se 0,016, $n = {}^1/_2$ a $c = l + a$.



Obrázek 2.3.1 Parametry praskliny pro Vickersovy a Berkovichovy hroty. Délka praskliny c je měřena ze středu kontaktu ke konci praskliny na povrchu vzorku (převzato z [1]).

Bylo provedeno mnoho rozličných studií. Například Anstis, Chantikul, Lawn a Marshall[43] určili $n = 3/2$ a $k = 0{,}0098$. Laugier[44-46] podnikl rozsáhlý průzkum předešlých vykázaných experimentálních výsledků a určil

$$K_c = x_v \left(\frac{a}{l}\right)^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}}. \qquad (12)$$

S $x_v = 0{,}015$ ukázal Laugier, že radiální a „half-penny“ modely vytváří téměř identické předpovědi závislosti praskliny na zatížení (poznamenejme podobnost mezi rovnicemi (11) a (12)). Podle experimentů výraz $(a/l)^{1/2}$ ukazuje malé rozdíly mezi skly (mediánní/radiální) a keramikami (radiální). Význam tohoto výsledku je ten, že obecně není možné takto odvodit existenci plně rozvinuté mediánní/radiální praskliny z pozorovatelné délky praskliny, a pro neprůhledné materiály je nezbytné podniknout segmentování vzorku pro získání úplné znalosti praskliny v kterémkoliv konkrétním materiálu.

Přímý popis posloupnosti praskání pro nedostatek obecnosti „standardního modelu“ pochází z pozorování vytváření praskliny při indentaci. Tato pozorování nasvědčují tomu, že se formace radiální a laterální praskliny v některých materiálech objevuje při zatěžování a že radiální praskliny zůstávají jako odlišné entity, ne jako povrchové stopy „half-penny“ prasklin. Experimenty mechanického segmentování také podporují tento nález, indikující v mnoha materiálech to, že praskliny vycházející z rohů kontaktních vtisků, jsou radiální, jak je ukázáno na obrázku 2.2.2b, ne povrchové stopy „half-penny“ prasklin, ukázaných na obrázku 2.2.2d. Měření akustické emise prováděné při indentaci široké škály materiálů indikuje aktivitu na indentační straně pouze při zatěžování, a tato měření korelují přímo s pozorováními samotných radiálních prasklin. Navíc, předpovědi o délkách povrchových stop prasklin, předpokládající radiální geometrii a rozšiřující se dutinová napěťová pole, jsou téměř identická při vrcholovém zatížení. Materiálové závislosti na této předpokládané „half-penny“ geometrii navrhují, že měření povrchové stopy není definitivním testem standardního modelu.[26]

Další věcí k poznamenání je potenciální užitečnost měření zatížení-posunutí u detekce zahájení praskliny při indentačním kontaktu. Ačkoliv v literatuře existují tvrzení, že zahájení mediánní praskliny, a zejména následný průlom mediánní praskliny do povrchu, jsou korelovány s nespojitostmi v datech zatěžování nebo posunutí[33,35,47,48], žádná z událostí praskání, diskutovaných v těchto studiích, nebyla shledána jako dávající vznik jakékoliv nespojitosti v $P - h$. Navíc, nejen že zde neexistují žádné nespojitosti, ale ani žádné rozdíly ve tvarech křivek $P - h$ pro materiály projevující velmi rozdílné sekvence praskání (alespoň při zatěžovací polovině cyklu; $P - h$ data normalizovaná jejich hodnotami při vrcholovém zatížení ukazují rozdíly spojené s proměnným stupněm elastického zotavení při odlehčování).[26]

Cook a Pharr[26] uvedli ve své práci několik poznatků: za prvé, radiální praskliny budou existovat jako subjekty fyzikálně odlišné od mediánních prasklin, lokalizovaných vedle povrchu, a mohou se formovat a růst při zatěžování i odlehčování. Za druhé, hybné síly pro utváření radiálních prasklin jsou větší než ty pro mediánní. Radiální praskliny budou tedy první, které se zformují, přestože mediánní se mohou vytvářet při vyšších zatíženích. Za třetí, mělké laterály jsou upřednostňované před hlubokými laterálami, a mohou růst při zatěžování nebo odlehčování. Dalším výsledkem jejich práce je například fakt, že hybná síla pro propagaci radiální praskliny rapidně klesá s hloubkou.

Kromě vyhodnocování lomové houževnatosti samotných materiálů bylo navrženo i několik metod pro její stanovení, například ve spojení s tenkými vrstvami, a u samotných tenkých vrstev za pomocí analýzy konečných prvků. [49]

2.4. Lomová houževnatost v případě Berkovichova hrotu

Většina vyhodnocení houževnatosti za použití indentačních technik byla provedena pomocí Vickersovy diamantové pyramidy. Tento hrot má podobu pyramidy se čtvercovou základnou, jejíž protilehlé úhly mají velikost 136°. Nicméně, výhody užití Berkovichova hrotu začaly rychle nabývat na důležitosti, především v ultra-mikro-indentační oblasti. Hlavní z nich je, že se čela pyramidy jednodušeji střetnou v jednom jediném bodě, místo v lince. Navzdory této výhodě, ztráta symetrie ukazuje některé problémy ve vyhodnocování houževnatosti, protože „half-penny“ praskliny nadále nemohou propojit dva rohy indentace. Ouchterlony[50] vyšetřoval povahu radiálního praskání, vycházejícího z centrálně zatíženého rozšíření hvězdicové praskliny, a vyhodnotil modifikační faktor pro faktor intenzity napětí, aby se vypořádal s počtem vytvořených radiálních prasklin:

$$k_1 = \sqrt{\frac{n/2}{1+\frac{n}{2\pi}\sin\frac{2\pi}{n}}}. \tag{13}$$

Jak navrhl Dukino a Swain[51], tato modifikace má důležitost ve vzoru praskliny, vypozorovaném z indentací Berkovichovým indentorem. Poměr hodnot k_1 pro $n = 4$ (Vickers) a $n = 3$ (Berkovich) je 1,073, a tedy délka radiální praskliny (měřená ze středu indentace po vrchol praskliny) z Berkovichova hrotu by se měla rovnat $1{,}073^{2/3} = 1{,}05$ jako z Vickersova hrotu pro stejné hodnoty K_1[51]. Laughierovo vyjádření pro hrot Berkovich by tedy mohlo být psáno jako

$$K_c = 1{,}073 x_v \left(\frac{a}{l}\right)^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}}. \tag{14}$$

3. Indentační zkouška

Testování materiálů pomocí indentačních zkoušek je jednoduchou metodou k určení materiálových vlastností, která má téměř dvousetletou tradici.[52] Nejrozšířenější je zjišťování tvrdosti a elastického modulu, ale lze ji využít i pro získání hodnot Poissonova poměru, nebo lomové houževnatosti.

Obecně měření spočívá ve vnikání zatěžovaného tělesa, v tomto případě indentačního hrotu o známé geometrii, do zkoumaného materiálu při určité definované hodnotě zatížení. Cyklus zkoušky sestává z části zatěžovací, výdrže na maximální hodnotě zatížení, a odlehčovací, kdy doba trvání každé části je předem daná. Zkouška může alternovat, například není použito konstantní zatížení, ale zatěžovací část cyklu sestává z procentuálního zatížení maximální hodnoty a následného odlehčení, což se může opakovat v několika po sobě jdoucích krocích.[53] Využívané hroty mohou mít různé geometrie, obecně se dělí na ostré a tupé. Hlavní rozdíl je v navození deformace, kdy ostré deformují materiál plasticky ihned po kontaktu, kdežto tupé deformují materiál nejdříve elasticky, a až následně plasticky. Mezi nejznámější geometrie patří Vickers nebo Berkovich jako představitelé ostrých hrotů, a sféra nebo plochý razník jako hroty tupé.

Indentaci lze uplatnit na širokou škálu materiálů, od amorfních, přes polymery, až po kovy, či dokonce kostní tkáně[54]. Podle typu povrchu a dalších parametrů, jako je například velikost měřeného vzorku, lze dělit zkoušku do několika odvětví. Obecně lze dělit do tří skupin – indentace, mikroindentace a nanoindentace. Novější metodou je i pikoindentace, která ovšem není tak hojně používána.

U indentace na makro úrovni se využívají obvykle hroty z tvrdokovu. Kontaktní tlaky mohou být totiž tak vysoké, že by se hrot mohl poškodit. U zkušebních těles s vysokou tvrdostí a modulem pružnosti se musí počítat i s možnou deformací hrotu. Mikroindentace, jak napovídá název, je indentační testování obvykle menších vzorků, než lze použít u makroindentace. Dle normy[62] je rozdíl ve zkušebním zatížení vzhledem k hloubce vtisku. Zatímco u makroindentace se definuje pouze zátěžná síla ($2\ \mathrm{N} \leq F \leq 30\ k\mathrm{N}$), u mikroindentace musí být brána v potaz i hloubka vtisku ($2\ \mathrm{N} > F, h > 0{,}2\ \mu\mathrm{m}$). U nanoindentační zkoušky se poté definuje pouze hloubka vtisku ($h < 0{,}2$ μm). To umožňuje této metodě měření velmi malých vzorků, nebo velmi tenkých vrstev a povlaků.[55,56]

Testování může být instrumentované, kdy manuální provedení testu již nezávisí na člověku, ale na hardwarovém příslušenství měřicího přístroje a softwaru. Výstupem je poté kromě možného zbytkového vtisku i tzv. indentační křivka, která představuje průběh zatížení hrotu k hloubce penetrace. Z této křivky, geometrie hrotu a kalibračních konstant poté program vyhodnotí materiálové vlastnosti, jako je například tvrdost, redukovaný modul, nebo indentační práce.

4. Měření tvrdosti

Předmětem značného zaujetí u vědců a inženýrů bylo od začátku 18. století měření tvrdosti. Jednou z prvních metod kvantifikace se stalo škrábání (Mohsova metoda), které ovšem zahrnovalo do definice tvrdosti přespříliš proměnných. Základem měření tvrdosti se po nějaké době staly statické (kvazistatické) indentační testy. Ve srovnání s dynamickými testy se snížil počet proměnných na zvládnutelnou úroveň, což umožnilo zavádět různá kritéria tvrdosti, a nové definice v závislosti na používaném zatížení, velikosti a tvaru hrotu. Jedno ze známějších kritérií je Hertzovo, který uvedl, že absolutní hodnota tvrdosti je nejmenší hodnota tlaku pod sférickým indentorem, jež je nezbytná k překonání limitu elasticity (meze kluzu) ve středu kontaktní plochy a vytvoření plastické deformace doprovázené vznikem reziduálního vtisku.

Indentační testování je zaměřeno z velké části na střední kontaktní tlak. Při plně rozvinuté plastické oblasti se střední kontaktní tlak obecně definuje jako „indentační tvrdost", H_{IT}.

Tvrdost se měří v případě, kdy se zvyšujícím poměrem $\frac{a}{R}$ již nestoupá velikost středního kontaktního tlaku – existuje plně rozvinutá plastická oblast, tedy byla překročena mez kluzu, a materiál se deformuje plasticky.

Původně se měření tvrdosti vztahovalo pouze na makroskopické předměty. Postupem času, vývojem techniky a novými metodami, ale také požadavky na stále menší komponenty, se i měření tvrdosti a dalších materiálových vlastností vyvinulo. Kromě zmenšování a zpřesňování hrotů se vyvinula i technologie měření a začaly se využívat novější přístroje. Začaly se rozvíjet techniky tzv. mikroindentace, nanoindentace, a v dnešní době i pikoindentace. Jejich dělení a definice se řídí příslušnými normami.

Vývojem softwaru a automatizací se došlo k tomu, že často manuální, mnohdy málo přesnou práci, vystřídaly počítačem ovládané přístroje, které, ač stále vyžadují instalaci vzorku a nastavení experimentu, tak jejich přesnost a účinnost je mnohokrát vyšší. Tomuto testování se říká instrumentované zkoušky tvrdosti.

4.1. Vickersův indentor

Vickersův hrot je pyramidální se čtvercovou podstavou a poloúhlem 68°.

Existuje přímý přepočet mezi Vickersovou tvrdostí (Vickers Hardness, H_V) a Meyerovou tvrdostí H[55]:

$$H_V = 94{,}5H = 1{,}8544\,\frac{P}{d^2}. \qquad (15)$$

Jednotkou tvrdosti H je GPa, zatížení P se zde dosazuje v kilopondech (= 9,806 N), délka d v milimetrech. Pro výpočet H_V s dosazeným zatížením v newtonech se rovnice změní na:

$$H_V = 0{,}189\,\frac{P}{d^2}. \qquad (16)$$

Pro výpočet Meyerovy tvrdosti H sloučíme rovnici (15) s rovnicí (16), čímž získáme vztah:

$$H = 0{,}002\,\frac{P}{d^2}. \qquad (17)$$

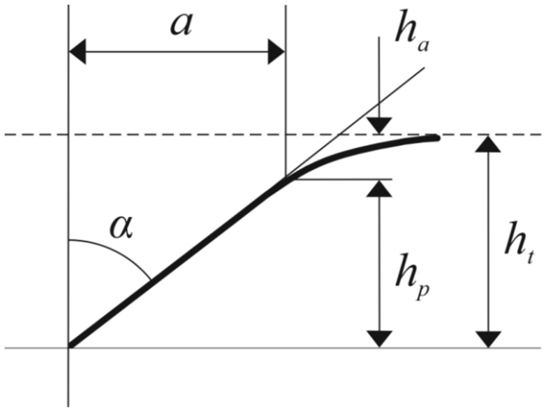
4.2. Berkovichův indentor

Berkovichův hrot je běžně používán při nanoindentačním testování. Jeho geometrie (třístranná pyramida) dovoluje ostřejší vrchol hrotu, než je tomu u čtyřstranné geometrie Vickersova hrotu. Poloúhel činí 65,27°, což nám ovšem dává stejnou hodnotu poměru promítnuté plochy k hloubce jako u Vickersova indentoru.

Tvrdost je v tomto případě dána rovnicí

$$H = \frac{P}{24{,}5h_p^2}, \qquad (18)$$

kde h_p je hloubka kontaktního kruhu dle obrázku 4.2.1.



Obrázek 4.2.1 Schéma kontaktu mezi tuhým konickým hrotem a rovinným vzorkem (převzato z [1]).

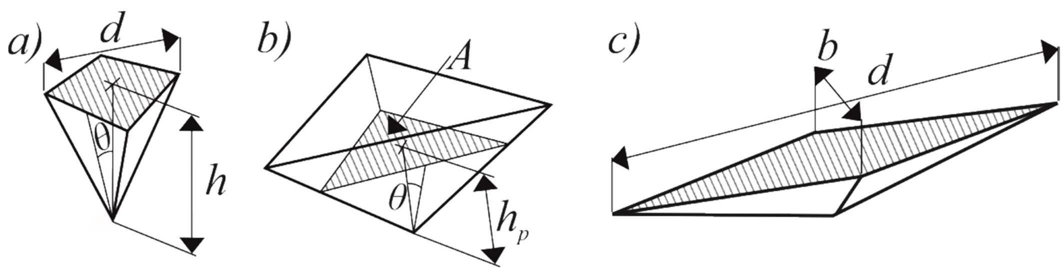
4.3. Knoopův indentor

Knoopův hrot je podobný Vickersovu, rozdíl je ovšem v délce stran (nejsou si rovny). Vtisky, vytvořené tímto typem indentoru, se vyznačují uhlopříčkou o sedminásobku délky kratší z obou úhlopříček. Knoopův hrot lze využít ke studování velmi tvrdých materiálů, poněvadž délka delší uhlopříčky zbytkového vtisku je jednodušeji měřitelná v porovnání s rozměry vtisku vytvořeného Vickersovým nebo sférickým hrotem.

Vzhledem k rozdílným délkám uhlopříček je hrot velmi užitečný pro vyšetřování anizotropie povrchu vzorku.

Knoopovu tvrdost (Knoop Hardness Number) lze vypočítat z rovnice

$$KHN = \frac{2P}{d^2\left[\cot\frac{172{,}5}{2}\tan\frac{130}{2}\right]}. \tag{19}$$



Obrázek 4.3.1 Schématické znázornění a) Vickersova, b) Berkovichova, c) Knoopova hrotu (převzato z [59]).

Pro Knoopův indentor je velikost delší diagonály přibližně třicetinásobkem hloubky penetrace hrotu.[1]

5. Modely Vickersovy indentační lomové houževnatosti

Modely indentačního lomu, vyskytující se v literatuře, jsou klasifikovány do dvou skupin; v jedné skupině se počítá s tím, že praskliny, které se formují jako výsledek Vickersovy indentace, jsou plně vyvinuté radiální-mediánní („half-penny“) praskliny (2.2.1d), u druhé se předpokládá formování radiálních Palmqvistových prasklin (2.2.1a). V následujícím bude zhruba přiblíženo několik modelů, pocházejících z přehledu C. B. Pontona a R. D. Rawlingse z roku 1989[57,58], a popsáno několik dalších problematik, které se v daném textu vyskytují. Z důvodu zjednodušení budou uvedeni pouze autoři a rovnice popisující daný model. Na konci této kapitoly bude uvedeno několik nejdůležitějších závěrů, vycházejících z experimentálních měření a diskutujících zmíněné modely.

Tabulka 5.1 Modely pro radiálně-mediánní geometrii praskliny.

Lawn a Swain (LS)	$K_c = 0{,}0101P/(ac^{1/2})$
Lawn a Fuller (LF)	$K_c = 0{,}0515P/c^{3/2}$
Evans a Wilshaw (EW)	$K_c = 0{,}0790(P/c^{3/2})\log(4{,}5\,a/c)$; pro $0{,}6 \le c/a < 4{,}5$
Evans a Charles (EC)	$K_c = 0{,}0824P/c^{3/2}$
Evans a Davis (ED)	$K_c = 0{,}4636(P/a^{3/2})(E/H_V)^{2/5}(10^F)^{►}$
Blendell (B)	$K_c = 0{,}0141(P/a^{3/2})(E/H_V)^{2/5}\log(8{,}4a/c)$
Lawn, Evans a Marshall (LEM)	$K_c = 0{,}0134(E/H_V)^{1/2}(P/c^{3/2})$
Anstis, Chantikul, Lawn a Marshall (ACLM)	$K_c = 0{,}0154(E/H_V)^{1/2}(P/c^{3/2})$
Niihara, Morena, Hasselman (NMH1)	$K_c = 0{,}0330(E/H_V)^{1/2}(P/c^{3/2})$; pro $c/a \geq\approx 2{,}5$
Lankford (JL)	$K_c = 0{,}0363(E/H_V)^{2/5}(P/a^{3/2})(a/c)^{1{,}56}$
Miranzo a Moya (MM1)	$K_c = 0{,}0232[f(E/H_V)]P/(ac^{1/2})^{▲}$; pro $c/a \leq\approx 2{,}8$
Miranzo a Moya (MM2)	$K_c = 0{,}0417[f(E/H_V)]P/(a^{0{,}42}c^{1{,}08})^{▲}$; pro $c/a \geq\approx 2{,}8$
Laugier (L1)	$K_c = 0{,}0095(E/H_V)^{2/3}(P/c^{3/2})$
Laugier (L2)	$K_c = 0{,}0220(E/H_V)^{2/5}(P/c^{3/2})$
Tanaka (T)	$K_c = 0{,}0350(E/H_V)^{1/4}(P/c^{3/2})$

► Kde $F = -1{,}59 - 0{,}34B - 2{,}02B^2 + 11{,}23B^3 - 24{,}97B^4 + 16{,}32B^5$ a $B = \log(c/a)$
▲ Kde $f(E/H_V) = [(\beta_{\mathrm{EXP}}^2/\delta) - 1{,}5]/0{,}75$, ve kterém $\delta = 2(1 + 3\ln\beta_{\mathrm{EXP}})/3$ a $\beta_{EXP} = 0{,}768(E/H_V)^{0{,}408}$

Tabulka 5.2 Modely pro Palmqvistovu geometrii praskliny.

Niihara, Morena, Hasselman (NMH2)	$K_c = 0{,}0089(E/H_V)^{2/5}P/(al^{1/2})$; pro $l/a \approx 0{,}25$ až $\approx 2{,}5$
Niihara (N)	$K_c = 0{,}0122(E/H_V)^{2/5}P/(al^{1/2})$; pro $1 \leq l/a \leq 2{,}5$
Shetty, Wright, Mincer a Clauer (SWMC)	$K_c = 0{,}0319P/(al^{1/2})$
Laugier (L3)	$K_c = 0{,}0143(E/H_V)^{2/3}(a/l)^{1/2}(P/c^{3/2})$

Ač je v tabulkách 5.1 a 5.2 uvedena v rovnicích pro výpočet lomové houževnatosti Vickersova tvrdost H_V, z důvodu unifikace bude v následujících vybraných modelech nahrazena Meyerovou tvrdostí H. Tímto krokem dokážeme vybrané modely srovnávat s klasickým výpočtem, uvedeným v rovnici (12).

5.1. Faktory ovlivňující délku povrchové praskliny

Prvním uvažovaným faktorem je stav povrchového napětí před indentací, který může být neúmyslně zanedbán při užití Vickersova indentačního testu. Zdánlivá délka povrchové praskliny je odrazem jak lomové houževnatosti materiálu, tak dříve existujících povrchových napětí, ať již kompresních, nebo tahových. Výše zmíněné rovnice jsou založeny na předpokladu, že se nevyskytují před-existující povrchová napětí.

Kompresní povrchová napětí sníží délku povrchové praskliny relativně k rovnovážné délce v případě absence povrchových napětí; tahová napětí vykazují pravý opak. Povrchová napětí mohou být indukována řadou způsobů, jako mechanickým poškozením, termálním kalením, iontovou výměnnou, a iontovým bombardováním. Například mechanické poškození, zapříčiněné povrchovým broušením, se běžně vyskytuje u keramik, a způsobuje kompresní povrchové napětí.

Pro valnou většinu materiálů, na kterou může být aplikován Vickersův indentační test, redukuje a, jak se doufá, odstraňuje proces leštění vzorku (pro vytvoření rovného, vysoce odrazného povrchu) povrchová napětí, způsobená dřívější úpravou povrchu (například broušením). I přesto by tento přístup neměl být považován za jediný, a na stav povrchového napětí musí být vždy brán zřetel.

Za druhé, iniciace a propagace podpovrchových laterálních prasklin, stranou od báze indentační plastické zóny a zhruba paralelně k povrchu vzorku těsně před a při odlehčování indentoru, mohou také ovlivnit délku povrchové praskliny. Laterální praskliny se po kompletním odlehčení dále rozvíjí. Jedná se o nevratný děj, při kterém ústí reziduální praskliny otevírá matici napěťového pole. Ta se pohybuje obloukem k povrchu vzorku. Často tedy praskliny protínají povrch, což má za následek odstranění povrchového materiálu z jednoho nebo více regionů spojených povrchovými prasklinami, vyhlazující jakoukoliv stopu povrchových prasklin po většinu jejich délky. Rozšíření laterálního praskání je větší v tvrdších materiálech, a výskyt následného hrubého odštěpení nebo odlamování se obvykle zvyšuje se zvětšujícím se zatížením.

Obojí, růst i průlom laterálních prasklin do povrchu uvolňuje nátlak vynaložený elastickou maticí na indentační plastickou oblast, což redukuje velikost zbytkového napěťového pole.

Třetím faktorem je výskyt časově závislého post-indentačního pomalého růstu praskliny v citlivých materiálech, jako například v silikátovém skle, který je zahájen polem zbytkového napětí, účinkujícím při a po odlehčování. Všechny tři typy indentačních prasklin (radiální povrchová, mediánní a laterální) mohou podstoupit pomalý růst. Pomalý růst jakýchkoliv laterálních prasklin povede k redukci v residuálním napěťovém poli, čímž se zabraňuje simultánnímu pomalému růstu radiálních a mediánních prasklin. Kromě toho může být očekáváno, že silné odštěpování při vysokých zatíženích hrotu uvolní všechna omezení indentační plastické zóny, podstatně snižujíc pole zbytkového napětí k nule; v takovém případě nelze počítat s pomalým růstem praskliny.

Pokud se objeví pomalý růst praskliny, měřené délky prasklin budou obsahovat systematickou chybu a data indentační houževnatosti K_c ze všech rovnic budou ovlivněna stejně. Je tedy vhodné monitorovat střední délky radiálních a Palmqvistových povrchových prasklin množství vtisků, jakožto i zahájení a propagaci jakýchkoliv souběžných laterálních prasklin jako funkce času po odlehčení hrotu (například co nejdříve po odlehčení a poté 1h, 12h a den později). Toto indikuje citlivost materiálu na post-indentační pomalý růst praskliny a to, po jaké době po indentaci by měla být prasklina měřena.

5.2. Závěry vycházející ze studia modelů Vickersovy indentační lomové houževnatosti

1) Povrch testovaného vzorku by měl být před indentací zbaven napětí a tedy pečlivě vyleštěn na nejméně 1 μm pro odstranění jakéhokoliv dřívějšího povrchového poškození.
2) K zajištění, že chyby měření délky praskliny jsou drženy na minimu, by mělo být použito nejvyšší zatížení hrotu, které nezpůsobí průlom laterální praskliny do povrchu. Navíc, výslednice hodnot c/a bude dostatečně velká k vyhnutí se efektům interakce elasticko-plastického napěťového pole okolo rohů vtisku, což by mělo ovlivnit rozvoj prasklin do elastické matice, obklopující indentační plastickou deformační zónu, a vyvrátit představu, že u indentačního modelu bodové síly $c \gg a$; v praxi je $c/a >\approx 2$.
3) Testovaný vzorek by mě mít v šířce kolem $20c$ a vykazovat malou nebo žádnou porozitu, sousední indentační centra by od sebe neměla být vzdálena méně než o přibližně $4c$.
4) K minimalizaci efektu post-indentačního pomalého růstu praskliny by měly být délky prasklin měřeny co nejdříve po indentaci.
5) Kapilární metody by měly být užívány s opatrností, poněvadž barvivo může zvýšit post-indentační pomalý růst praskliny; pokud jsou použity a je pozorován pomalý růst praskliny, musí být efekt na délku povrchové praskliny vzat v úvahu při výpočtu lomové houževnatosti.
6) Pro většinu účelů podávají radiálně-mediánní a Palmqvistovy rovnice rovnocenné platné údaje bez ohledu na profil praskliny vyvinutý v jakémkoliv určeném materiálu.
7) Pokud, protože materiály použitelných vzorků nejsou přístupné jakémukoliv konvenčnímu testování lomové houževnatosti, musí být použit Vickersův indentační test houževnatosti pro měření základní lomové houževnatosti materiálů v dané materiálové třídě, je doporučeno použití rovnic JL a ED, kdežto pro materiály z různých tříd lze využít rovnic B, ED, EC a SWMC.
8) V případě hodnocení různých materiálů dle houževnatosti, tj. kombinování korelační a hodnotící schopnosti, je doporučeno využít rovnice EC, ED a B.

Shrnuto, technika určení lomové houževnatosti Vickersovým indentačním testováním má experimentální výhody, které převyšují její nevýhody, zejména pokud je využita v programu vývoje křehkých materiálů k: a) hodnocení materiálů z hlediska lomové houževnatosti, b) k měření skutečné lomové houževnatosti materiálů, pro něž nejsou konvenční metody testování houževnatosti z jakéhokoliv důvodu vhodné.

6. Použitá zařízení

6.1. Carl Zeiss Neophot 2 s Hanemannovou hlavou

Světelný mikroskop Carl Zeiss Neophot 2 je přístroj, sloužící k inverznímu (směrem nahoru) pozorování velmi malých předmětů se zvětšením 50-2000x. Mikroskop je vybaven makrošroubem, mikrošroubem a různými světelnými filtry. Osvětlení je umožněno halogenovou lampou o výkonu 100 W, nebo xenonovou lampou o výkonu 150 W. Ty jsou přivedeny z jedné části mikroskopu do druhé, kdy první je vybavena obrazovkou pro pozorování, druhá tubusem a binokulární hlavicí.

Hlavním rozdílem od klasických mikroskopů je část, nazývající se Hannemanova hlava. Ta slouží k mikroindentačnímu měření metalografických výbrusů. Je vybavena Vickersovým diamantovým hrotem, který je usazen v optické ose mikroskopu na části s pružinou. Slouží tedy jak k pozorování vzorku, tak k jeho indentačnímu měření. Pomocí makrošroubu a mikrošroubu lze přibližovat stolkem, na kterém je položen a zatížen vzorek, k hrotu. Postupně je tedy možné přejít od pozorování povrchu k jeho indentaci. Uvnitř optické soustavy mikroskopu jsou zaznamenány dvě osy, jedna je spojena s hrotem a ukazuje po přiblížení hrotu ke vzorku a následné indentaci definované zatížení v kilopondech, druhá je spojena se šroubem na tubusu a slouží k měření délek na pozorovaném vzorku.

Výhodou je jednoduchost měření, nevýhodou lidský faktor v měření (nerovnoměrné otáčení šrouby), nedokonalá optika (hůře měřitelné velikosti), a nedokonalost měřícího prostředí (mohou se vyskytovat teplotní a vlhkostní výkyvy.

6.2. NanoTest

Přístroj NanoTest firmy Micromaterials slouží pro měření materiálových vlastností, jako je tvrdost, elastický modul, apod. Hlavní využití má v nanoindentačních měřeních, změnou části aparatury lze ale měřit i mikroindentace, provádět scratch testy, nebo tzv. impaktní testování.

Na rozdíl od konvenčních tvrdoměrů se jedná o instrumentované testování velkého množství mechanických vlastností, člověk do experimentu tedy zasahuje pouze jako obsluha softwarové části přístroje. Základ přístroje je poskládán ze soustavy kondenzátorů a kyvadla, zajišťující pohyb až na nanometrové škále.

Využití je pestré a mezi výhody patří stabilita prostředí, instrumentace (ovládání elektronikou), variabilita měření (jak hroty, tak typy testů), a záznam měření s možnou kalibrací. Jednou z neocenitelných předností je možnost vysokoteplotních měření.

6.3. Olympus Lext OLS 3100

Laserovým konfokálním skenovacím mikroskopem Lext OLS3100 firmy Olympus lze pozorovat velmi malé objekty, které již nelze rozlišit pomocí klasické mikroskopie bílým světlem. Hlavním rozdílem je tedy využití kvazimonochromatického světla, neboli laserového záření, místo klasického bílého světla, pocházejícího například ze žárovky. Záření prochází přes objektiv s velkou numerickou aperturou. Následně je fokusováno pomocí clony do teoretického bodu. Průměr bodu má velikost rozlišovací meze. Světlo se od vzorku odráží zpět do objektivu a dopadá na dělič svazku. Po odklonu a průchodu další clonkou vchází do fotonásobiče a následně i do měřícího detektoru. Poté je hardwarově zpracováno a obraz lze pomocí příslušného softwaru zobrazit na monitoru, kde je možné ho následně analyzovat.

Hlavní výhodou oproti klasickému světelnému mikroskopu je větší zvětšení, detailnější obraz, možnost měřit ve 3D tzv. skenováním vzorku, a možná fokusace na různé povrchy vzorku. Bohužel tím, že mikroskop zaostřuje pouze na jednu rovinu, je prvotní ostření problematické, tudíž je mikroskop vybaven i klasickou světelnou částí, která slouží k pozorování v bílém světle.

7. Experimentální práce

Tato část je zaměřena na popis experimentu z pohledu jeho uspořádání, využitých technik a postupů, měření níže jmenovaných vzorků materiálů, využití vzorců a modelů k získání potřebných výsledků a jejich vyhodnocení, a nalézání souvislostí nebo nesouvislostí mezi získanými informacemi a vlastnostmi.

Z elementárního hlediska by se dalo z pohledu uspořádání omezit na čtyři základní body – získání praskliny v materiálu, určení její velikosti, dosazení do odpovídajícího modelu, a diskutování daného výsledku. Z komplexnějšího pohledu lze ovšem přijít na to, že dojít z prvního do posledního bodu je složitější.

Prvním krokem v tomto experimentu bylo určení, jaké techniky využít pro vytvoření měřitelných prasklin. Odpovědí bylo použití mikroindentace. Ta byla provedena pro dva rozdílné hroty – Vickersův, upnutý na metalografický světelný mikroskop Carl Zeiss Neophot 2 se zabudovanou Hanemannovou hlavou (dále mikroindentor), a Berkovichův, upnutý na mikro-hlavu indentačního přístroje NanoTest (dále nanoindentor). Následně musely být určeny vlastnosti daných testů. Pro mikroindentor byly doby zatěžování, výdrže na maximální hodnotě zatížení, a odlehčování rovny 30-ti sekundám, a maximální zatížení bylo rovno 0,23 N, 0,45 N a 0,68 N (tedy 0,0235, 0,0459 a 0,0693 kilopondů). Provedeno bylo 5 vtisků pro každé zatížení (kromě nejvyššího, u kterého bylo vytvořeno 10 vtisků). Pro nanoindentor byly doby zatěžování, výdrže a odlehčování rovny 10-ti sekundám a maximální zatížení bylo 1 N, 2 N a 5 N, kde pro každé bylo vytvořeno 6 vtisků. Měřilo se na 11-ti rozdílných vzorcích skla.

Po provedení indentací bylo nutné dané vzorky vyhodnotit, tedy vyfotit a určit velikost vzorků a případných prasklin. Toho bylo dosaženo pomocí laserového konfokálního skenovacího mikroskopu Olympus Lext OLS3100. Po řádném nafocení všech vtisků přišlo na řadu jejich vyhodnocení. K tomu byl využit software Gwyddion, který ze surových dat, získaných z konfokálního mikroskopu, dokáže zobrazit vyfocený snímek s uloženým měřítkem, tudíž následné měření délek se jednoduše provede jedinou funkcí bez nutnosti kalibrace měřítka nebo přepočtu naměřené délky na skutečnou.

Měření délek bylo uskutečněno pouze na vtiscích vytvořených při maximálním zatížení. Důvodem je rozvinutí prasklin u většiny vzorků. Pokud ani při nejvyšším zatížení nebyly minimálně u jednoho vtisku rozvinuty praskliny vycházející ze všech rohů indentace, vtisk byl zhodnocen jako nedostačující pro vyhodnocení lomové houževnatosti, a byl vynechán.

Díky známým rozměrům vtisků mohly být vypočítány tvrdosti měřených vzorků na mikroindentoru a srovnány s hodnotami získanými z nanoindentoru (výpočet provádí přímo software systému NanoTest po kalibraci) a tabulkovými hodnotami. Pomocí délek prasklin a dalších materiálových vztahů byly určeny velikosti lomové houževnatosti pro tři různé modely (EC, ED a B) mediánně-radiální geometrie prasklin z kapitoly 5, a klasický model z rovnice (12).

Výsledky jsou průběžně diskutovány, a shrnuty v závěru.

7.1. Měřené vzorky

Jako měřené vzorky byla využita skla vykazující rozdílné materiálové vlastnosti, nalézající uplatnění v mnoha technických i běžných odvětvích. Výčet některých pro měřené materiály je uveden v tabulce 7.1.

Tabulka 7.1 Přehled měřených vzorků, jejich materiálových vlastností a výrobců.

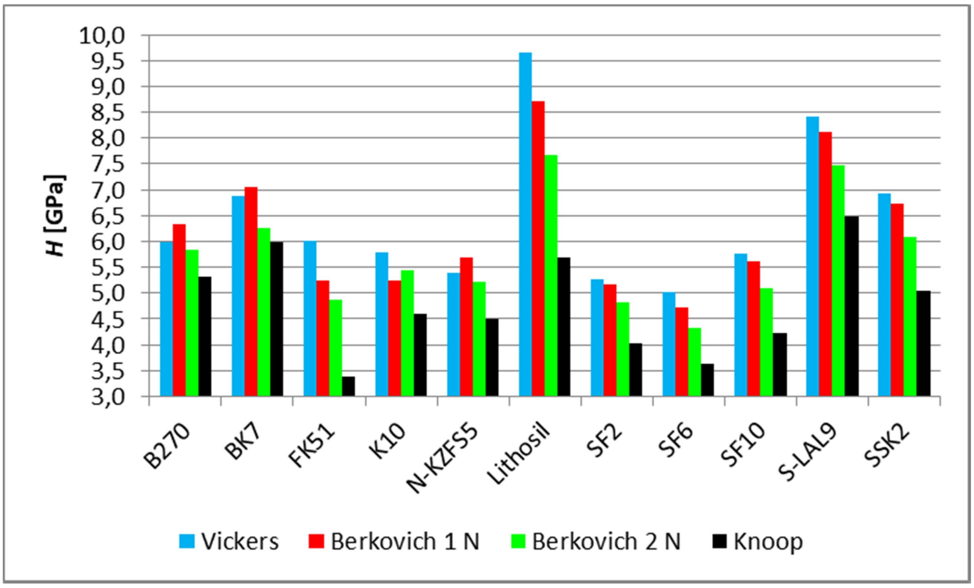
Název	E [GPa]	TSP [°C]	μ	ρ [g·cm^{-3}]	n_F	Výrobce
B270	71,5	533	0,220	2,55	1,53	Schott
BK7	81,0	557	0,206	2,51	1,52	Schott
FK51	73,0	464	0,302	3,68	1,49	Schott
K10	65,0	459	0,190	2,52	1,51	Schott
N-KZFS5	65,0	501	0,275	3,46	1,67	Schott
Lithosil	72,0	980	0,170	2,20	1,46	Schott
SF2	55,0	441	0,227	3,86	1,66	Schott
SF6	55,0	423	0,244	5,18	1,83	Schott
SF10	64,0	454	0,232	4,28	1,75	Schott
S-LAL9	107,5	653	0,287	3,63	1,70	Ohara
SSK2	76,9	653	0,249	3,53	1,64	Sumita

7.2. Tvrdost materiálů

K řádnému určení lomové houževnatosti materiálu musí být nejprve správně určena hodnota tvrdosti, která se ve výpočtech vyskytuje. Byly porovnávány čtyři hodnoty tvrdosti pro každý materiál. První byla získána z měření na mikroindentoru při nejvyšším zatížení (Vickersův hrot), další dvě hodnoty poté z nanoindentoru při zatížení 1 N a 2 N (Berkovichův hrot). Poslední hodnota je tabulková (Knoopův hrot). Výsledky jsou uvedeny v tabulce 7.2.1 a porovnány na obrázku 7.2.1.

Tabulka 7.2.1 Hodnoty tvrdosti měřených materiálů pro různé hroty, typy testování a zatížení.

Hrot	Vickers	Berkovich		Knoop D.
Zatížení	0,679 N	1 N	2 N	0,981 N
	H [GPa]			
B270	6,0	6,3	5,9	5,3
BK7	6,9	7,1	6,3	6,0
FK51	6,0	5,2	4,9	3,4
K10	5,8	5,2	5,4	4,6
N-KZFS5	5,4	5,7	5,2	4,5
Lithosil	9,7	8,7	7,7	5,7
SF2	5,3	5,2	4,8	4,0
SF6	5,0	4,7	4,3	3,6
SF10	5,8	5,6	5,1	4,2
S-LAL9	8,4	8,1	7,5	6,5
SSK2	6,9	6,7	6,1	5,0



Obrázek 7.2.1 Grafické zpracování porovnání hodnot tvrdostí z tabulky 7.2.1.

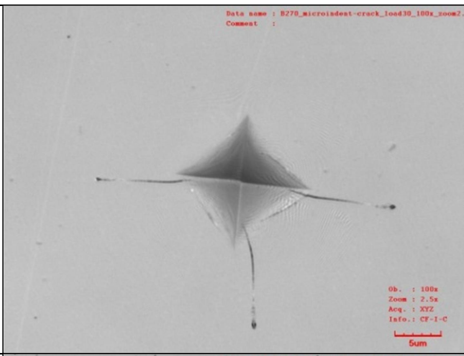
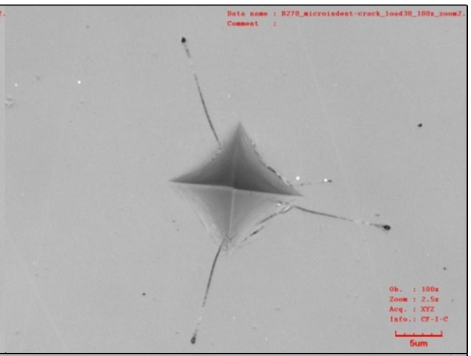
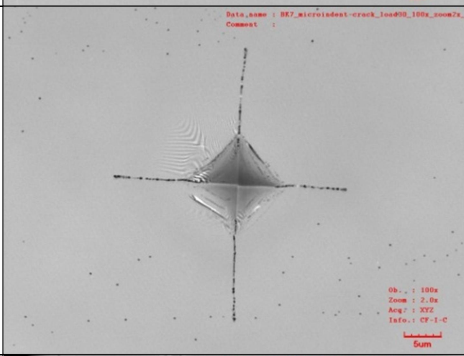
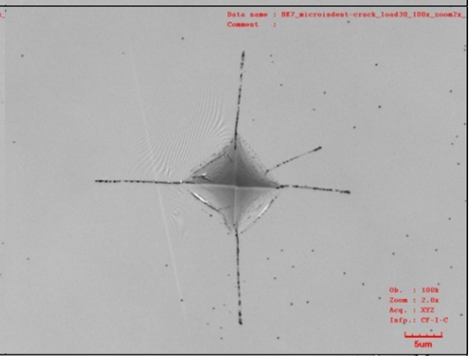
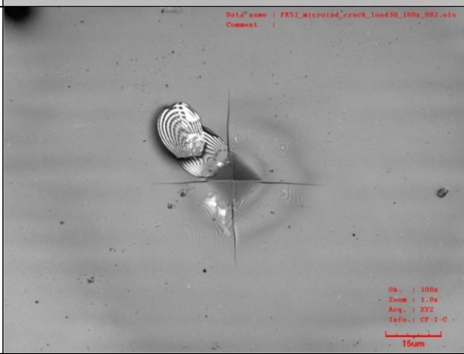
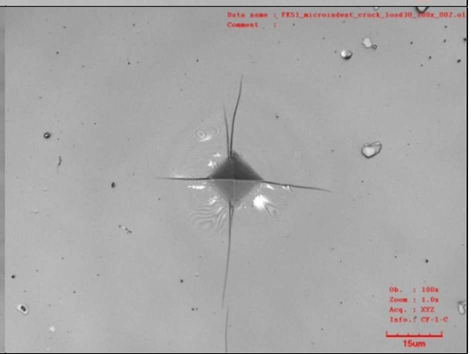
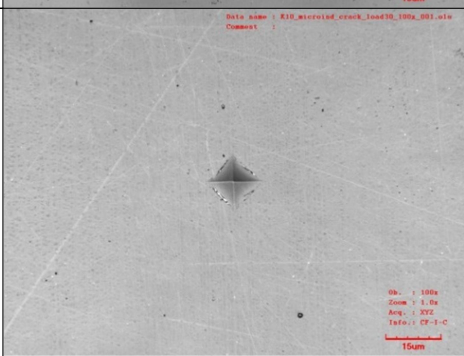
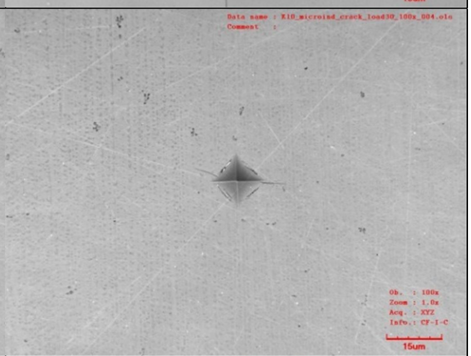
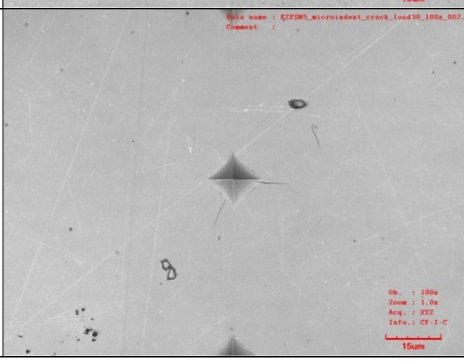
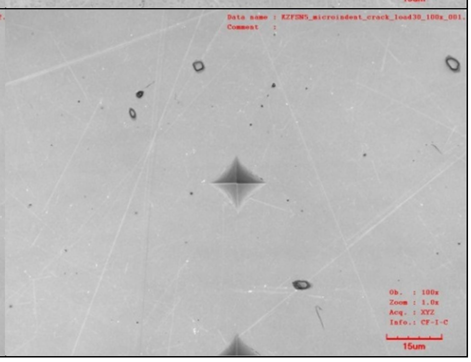
Tabulka 7.2.2 Hodnoty elastického modulu, získané z nanoindentoru pro hrot Berkovich při zatížení 2 N, a z tabulek, pocházejících od výrobců.

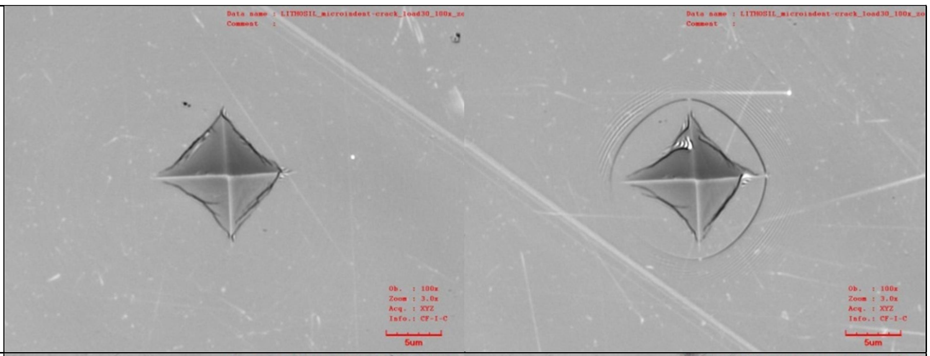
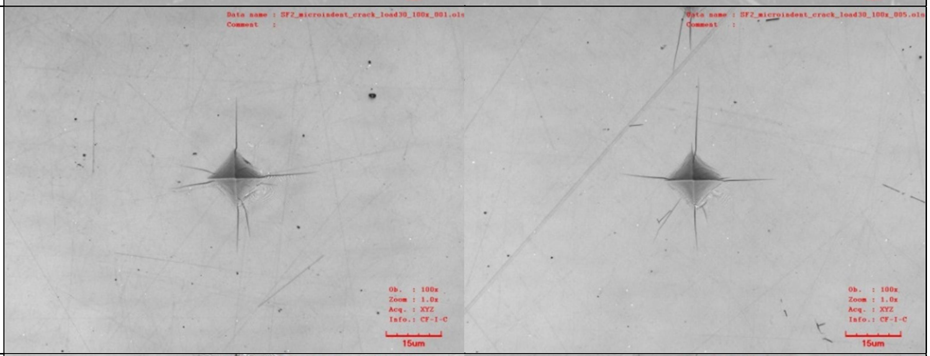
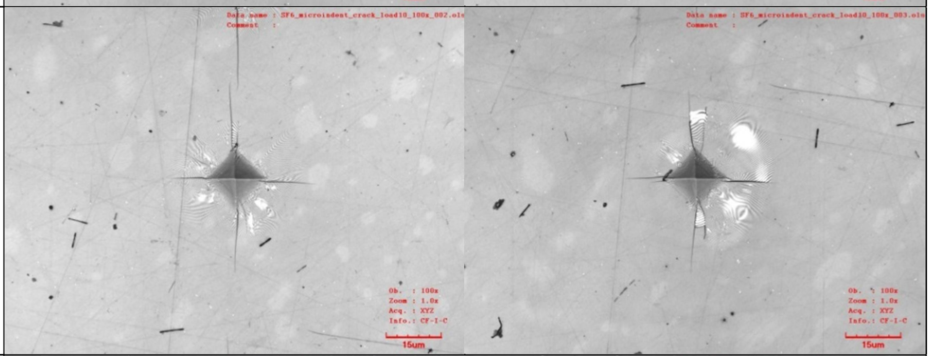
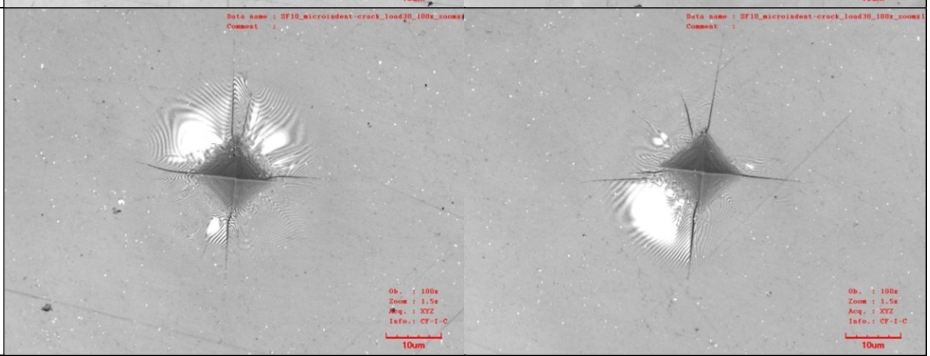
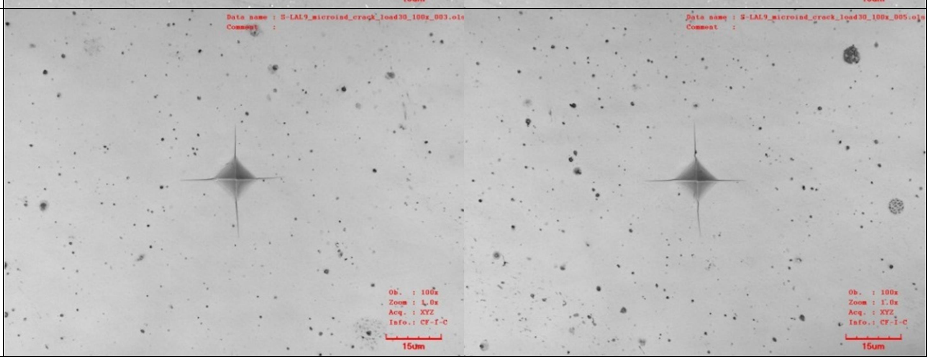
	Berkovich	Tabulky
	E [GPa]	
B270	69,7	71,5
BK7	72,2	81,0
FK51	87,5	73,0
K10	65,7	65,0
N-KZFS5	66,8	65,0
Lithosil	65,5	72,0
SF2	58,7	55,0
SF6	61,6	55,0
SF10	66,9	64,0
S-LAL9	113,0	107,5
SSK2	82,1	76,9

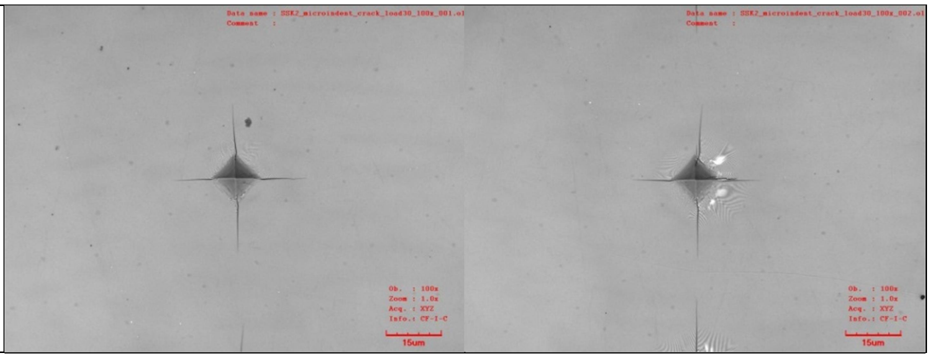
Po zvážení byl přijat názor, že v následujících výpočtech by měla být použita hodnota tvrdosti získaná pro 2 N, kdy zatížení je již dostatečně vysoké pro výskyt plně rozvinuté plastické deformace, a hodnoty nejsou ve většině případů tak markantně rozdílné, jako při ostatních zatíženích. Další výhodou je kalibrace přístroje. Určitým nezanedbatelným faktorem je i to, že se jedná o instrumentované testování, a člověk do měření zasahuje pouze minimálně a nepřímo jakožto obsluha přístroje.

7.3. Praskání materiálu a pozorované typy, měření délek

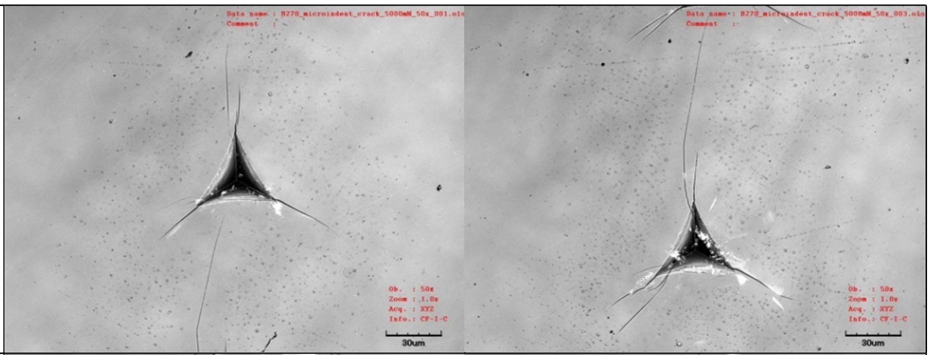
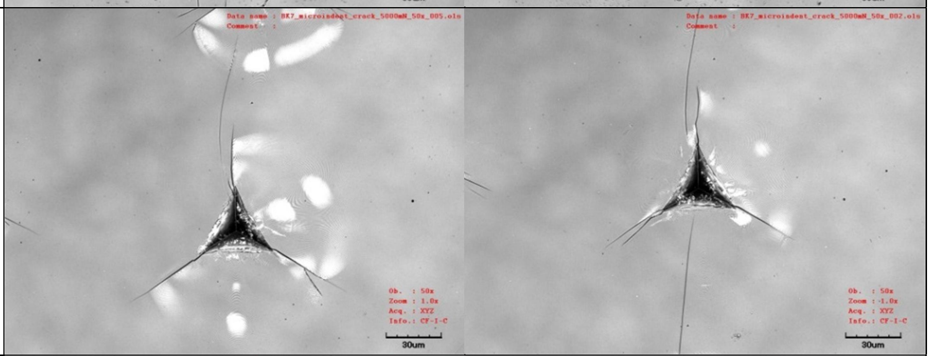
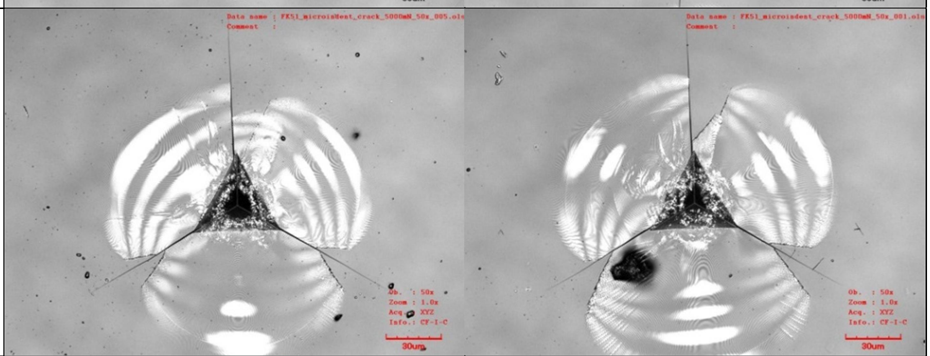
Většina vzorků při maximálním zatížení vykazovala rozvoj prasklin. Jedním z úkolů bylo určit percentuálně část vtisků, u kterých jsou pozorovány praskliny, vůči jejich celkovému počtu. Dále bylo zapotřebí určit, jakým způsobem vzorek praskl. Tato část je obtížnější, protože naše informovanost o vnitřní struktuře materiálu je značně omezena. Určení způsobu praskání materiálů bylo provedeno pro všechna zatížení nanoindentoru (1 N, 2 N a 5 N). Ilustrační fotky měřených vtisků pro každý vzorek jsou na obrázku 7.3.1 pro hrot Vickers a 7.3.2 pro hrot Berkovich (rozdílné velikosti vtisků mohou být způsobeny jiným zvětšením nebo zoomem). Byly vybírány dvě fotky s typickými vtisky a prasklinami, které se vyskytovaly u většiny vtisků.

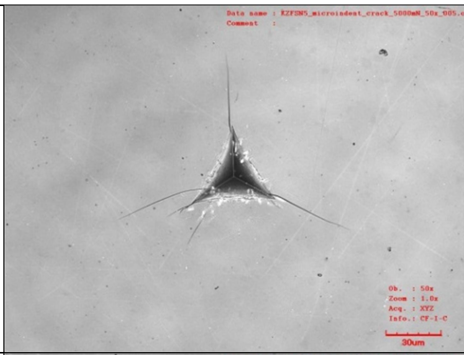
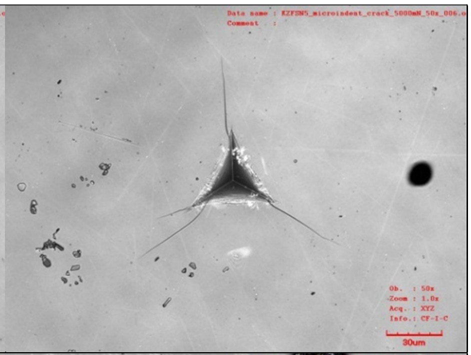
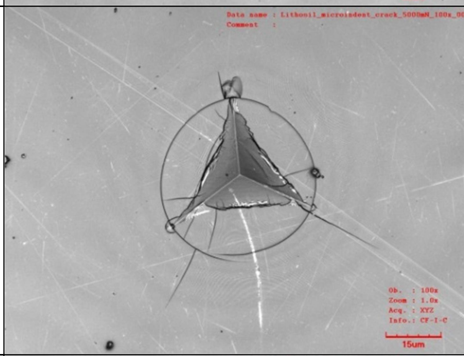
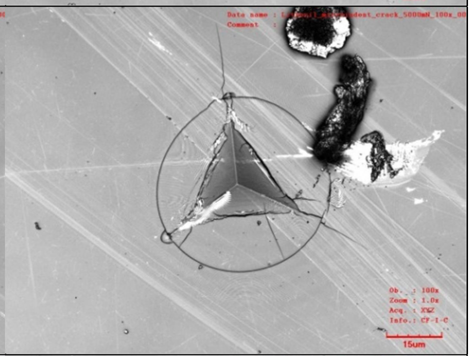
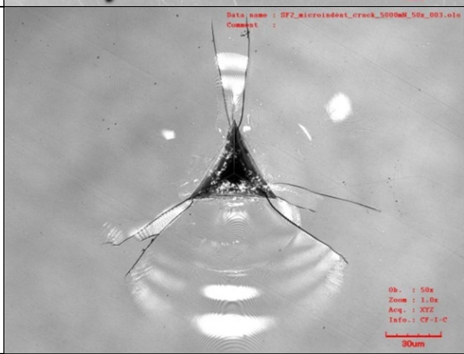
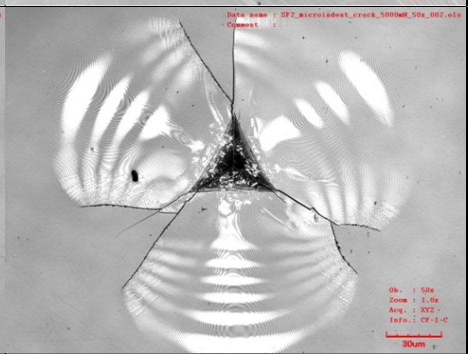
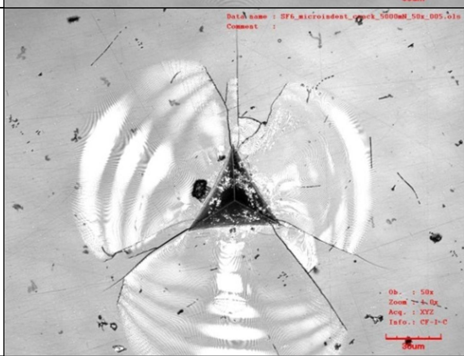
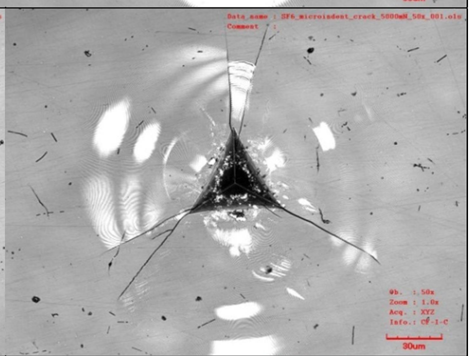
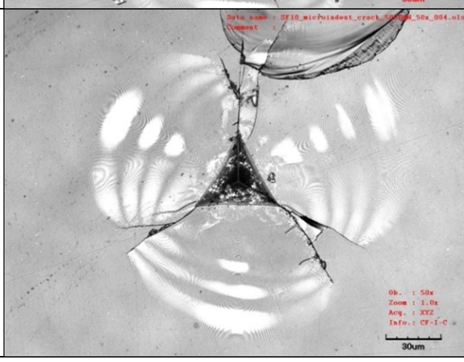
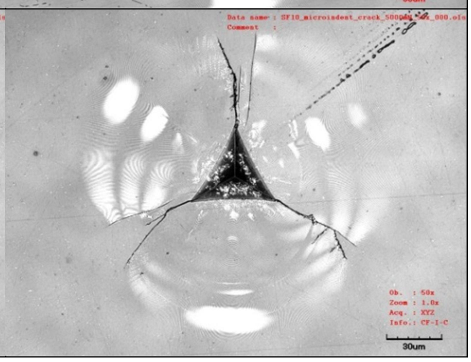
B270		
BK7		
FK51		
K10		
N-KZFS5		

Lithosil	
SF2	
SF6	
SF10	
S-LAL9	

SSK2	

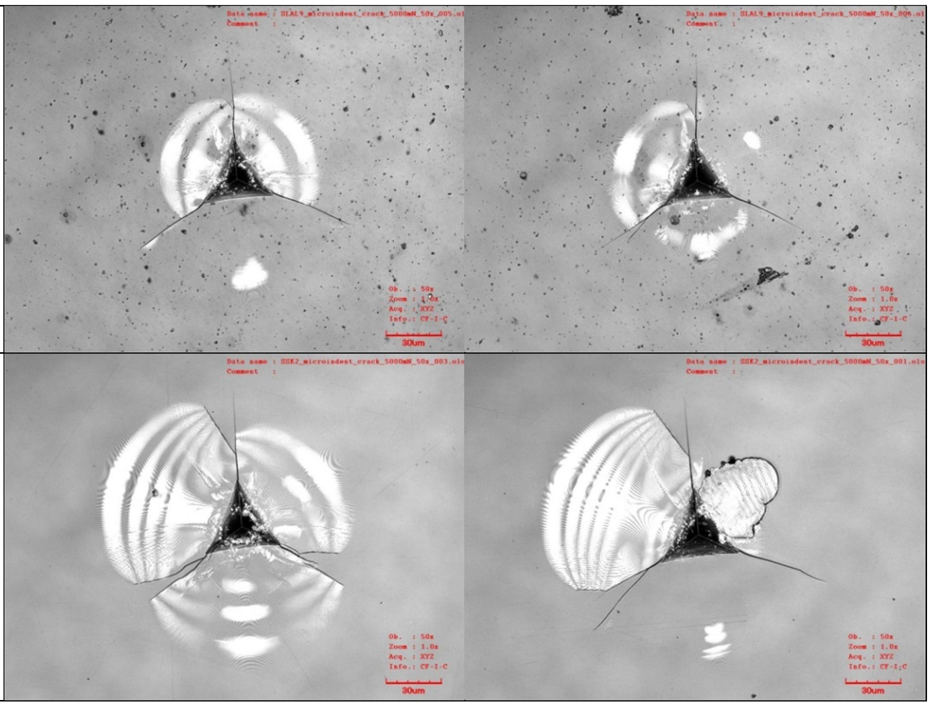
Obrázek 7.3.1 Ilustrační zobrazení vtisků pro měřené vzorky pro hrot Vickers při zatížení 0,68 N.

B270	
BK7	
FK51	
K10	

N-KZFS5		
Lithosil		
SF2		
SF6		
SF10		

S-LAL9

SSK2



Obrázek 7.3.2 Ilustrační zobrazení vtisků pro měřené vzorky pro hrot Berkovich při zatížení 5 N.

Nepraská	Radiálně	Laterálně	Mediánně	R+L	R+M	R+L+M

Vzorek	1000 mN		2000 mN		5000 mN	
B270		0,0%		0,0%		83,3%
BK7		83,3%		100,0%		100,0%
FK51		100,0%		100,0%		100,0%
K10		0,0%		0,0%		0,0%
N-KZFS5		16,6%		66,6%		100,0%
Lithosil		50,0%		100,0%		83,3%
SF2		100,0%		100,0%		100,0%
SF6		100,0%		100,0%		100,0%
SF10		50,0%		100,0%		100,0%
S-LAL9		100,0%		100,0%		100,0%
SSK2		100,0%		100,0%		100,0%

Obrázek 7.3.3 Přehled typů prasklin, vyskytujících se u měřených materiálů; platí pouze pro pozorování povrchů.

Měření délek probíhalo stejně jako v případě určování tvrdosti vzorků, tedy pomocí softwaru Gwyddion. I kultura vyhodnocování byla stejná – určila se střední hodnota délky praskliny ze všech měření pro dané vtisky mikroindentoru i nanoindentoru. Měření ovšem proběhlo pouze pro nejvyšší měřené zatížení. Pokud prasklina nevystupovala přímo z rohu indentace, měřila se, v případě výskytu, nejbližší prasklina k danému rohu, a to jako úsečka vedoucí od rohu indentace po konec praskliny v nezávislosti na jejím tvaru. Tvar prasklin se totiž málokdy rovnal ideálnímu tvaru praskliny (úsečka) podle obrázku 2.3.1.

Po vyhodnocení všech potřebných tvrdostí a délek byly naměřené hodnoty použity v případě Vickersova indentoru v modelech EC, ED a B z tabulky 5.1.1, a rovnici (12) pro získání hodnot lomové houževnatosti, které se následně porovnávaly. Totéž bylo provedeno pro hrot Berkovich s tím rozdílem, že modely EC, ED a B byly vynásobeny korekčním faktorem 1,073 (což platí i pro nejistoty). V případě klasického modelu tomu odpovídá rovnice (14). Byly také porovnány materiálové vlastnosti daných vzorků a hledala se souvislost s vypočítanou lomovou houževnatostí a typem praskání.

7.4. Výsledky modelů lomové houževnatosti

Jak bylo zmíněno výše, k určení lomové houževnatosti bylo využito čtyř modelů, které se následně porovnaly jak mezi sebou, tak i v rámci daných materiálových vlastností. Byla tedy hledána souvislost například mezi tvrdostí, elastickým modulem, Poissonovým poměrem apod., a lomovou houževnatostí vzorku. Kapitola je rozdělena na čtyři podkapitoly, kdy každá se zaměřuje na jeden konkrétní model pro oba hroty. U všech modelů byla výsledná hodnota získána jako vážený průměr jednotlivých výsledků daných rovnic.

Pro Vickersův hrot byly použity tvrdosti získané z mikroindentoru. Jako hodnoty elastického modulu byly vzaty číselné údaje získané z nanoindentoru (E_{Ber}) i tabulkové hodnoty (E_{tab}). Tyto dva údaje se poté srovnaly v rámci výsledné lomové houževnatosti. Velikosti délek byly vzaty pro maximální zatížení, tedy 0,679 N.

Pro hrot Berkovich byly použity tvrdosti a elastické moduly získané z nanoindentoru pro zatížení 2 N, a délky pro maximální zatížení 5 N. Jak bylo uvedeno výše, hodnoty lomové houževnatosti se pohybují v jednotkách MPa $m^{\frac{1}{2}}$.

7.4.1. Klasický model (KM)

Klasický model lomové houževnatosti vychází z rovnice $K_c = x_v \left(\frac{a}{l}\right)^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{2/3} \frac{P}{c^{3/2}}$. Pro Berkovichův hrot se rovnice násobí konstantou 0,173. Nejistoty byly získány parciálními derivacemi podle měřených, případně počítaných proměnných.

Nejistoty délek ve všech modelech jsou váženými průměry aritmetických průměrů naměřených vzdáleností pro individuální vtisky. Výsledné hodnoty lomové houževnatosti jsou uvedeny v tabulce 7.4.1.1.

Tabulka 7.4.1.1 Výsledky lomové houževnatosti s nejistotami podle klasického modelu.

	Berkovich		Vickers (E_{tab})		Vickers (E_{Ber})	
	K_c	sK_c	K_c	sK_c	K_c	sK_c
B270	0,640	0,013	-	-	-	-
BK7	0,399	0,006	0,671	0,014	0,622	0,013
FK51	0,381	0,003	0,393	0,007	0,444	0,008
K10	0,870	0,034	-	-	-	-
N-KZFS5	1,464	0,022	1,670	0,455	1,699	0,463
Lithosil	0,449	0,007	-	-	-	-
SF2	0,389	0,003	0,493	0,012	0,515	0,013
SF6	0,443	0,004	0,446	0,018	0,481	0,020
SF10	0,636	0,006	0,517	0,011	0,533	0,012
S-LAL9	0,799	0,010	0,967	0,028	1,000	0,029
SSK2	0,640	0,013	0,529	0,014	0,553	0,014

7.4.2. Evansův a Charlesův model (EC)

Evansův a Charlesův model je oproti KM jednodušší. Rovnice má tvar $K_c = 0{,}0824P/c^{3/2}$ a lze ji vidět v tabulce 5.1.1 pod označením EC. Zajímavostí tohoto modelu je, že pracuje pouze s maximálním zatížením P a délkou c. Výsledky výpočtů jsou v tabulce 7.4.2.1.

Tabulka 7.4.2.1 Výsledky lomové houževnatosti s nejistotami podle Evansova a Charlesova modelu.

	Berkovich		Vickers	
	K_c	sK_c	K_c	sK_c
B270	0,7443	0,0009	-	-
BK7	0,5975	0,0010	0,7300	0,0322
FK51	0,4443	0,0001	0,4428	0,0025
K10	0,9022	0,0069	-	-
N-KZFS5	2,0120	0,0021	1,2336	0,0577
Lithosil	0,5843	0,0007	-	-
SF2	0,4837	0,0001	0,5772	0,0108
SF6	0,5700	0,0002	0,4658	0,0096
SF10	0,7668	0,0002	0,5953	0,0281
S-LAL9	0,7494	0,0001	0,9558	0,0458
SSK2	0,7443	0,0009	0,6308	0,0450

7.4.3. Evansův a Davisův model (ED)

Evansův a Davisův model je značně složitější, vyskytuje se zde násobení desíti s rozvinutou Taylorovou řadou 5. řádu v exponentu, kdy jednotlivé mocniny řady představují logaritmy poměru délek c ku a, násobené konstantami. Přesnou rovnici $K_c = 0{,}4636(P/a^{3/2})(E/H)^{2/5}(10^F)$, kdy $F = -1{,}59 - 0{,}34B - 2{,}02B^2 + 11{,}23B^3 - 24{,}97B^4 + 16{,}32B^5$ a $B = \log(c/a)$, lze nalézt též v tabulce 5.1.1.

Vypočítané lomové houževnatosti jsou zapsány v tabulce 7.4.3.1.

Tabulka 7.4.3.1 Výsledky lomové houževnatosti s nejistotami podle Evansova a Davisova modelu.

	Berkovich		Vickers (E_{tab})		Vickers (E_{Ber})	
	K_c	sK_c	K_c	sK_c	K_c	sK_c
B270	0,866	0,006	-	-	-	-
BK7	0,746	0,011	0,755	0,009	0,721	0,009
FK51	0,557	0,010	0,521	0,009	0,565	0,009
K10	0,859	0,005	-	-	-	-
N-KZFS5	1,285	0,004	0,842	0,008	0,851	0,008
Lithosil	0,622	0,009	-	-	-	-
SF2	0,549	0,007	0,589	0,008	0,611	0,007
SF6	0,636	0,013	0,547	0,011	0,582	0,009
SF10	0,882	0,019	0,670	0,009	0,673	0,009
S-LAL9	0,976	0,006	1,007	0,021	1,031	0,012
SSK2	0,866	0,006	0,691	0,010	0,694	0,006

7.4.4. Blendellův model (B)

Blendellův model má tvar $K_c = 0{,}0141(P/a^{3/2})(E/H_V)^{2/5}\log(8{,}4a/c)$ a využívá stejné proměnné jako ED model, rozdíl je v posledním členu rovnice, kdy je mocninný dekadický člen nahrazen pouze logaritmem poměru $8{,}4a/c$.

Výsledky rovnic pro Blendellův model jsou uvedeny v tabulce 7.4.4.1.

Tabulka 7.4.4.1 Výsledky lomové houževnatosti s nejistotami podle Blendellova modelu.

	Berkovich		Vickers (E_{tab})		Vickers (E_{Ber})	
	K_c	sK_c	K_c	sK_c	K_c	sK_c
B270	0,875	0,002	-	-	-	-
BK7	0,778	0,003	0,705	0,005	0,673	0,004
FK51	0,604	0,003	0,519	0,005	0,558	0,006
K10	0,874	0,002	-	-	-	-
N-KZFS5	1,455	0,003	0,886	0,009	0,895	0,009
Lithosil	0,636	0,003	-	-	-	-
SF2	0,534	0,002	0,573	0,007	0,588	0,007
SF6	0,661	0,004	0,484	0,008	0,507	0,008
SF10	0,923	0,006	0,625	0,004	0,636	0,005
S-LAL9	0,975	0,002	0,964	0,015	0,984	0,016
SSK2	0,875	0,002	0,645	0,005	0,662	0,005

7.4.5. Grafický přehled výsledků

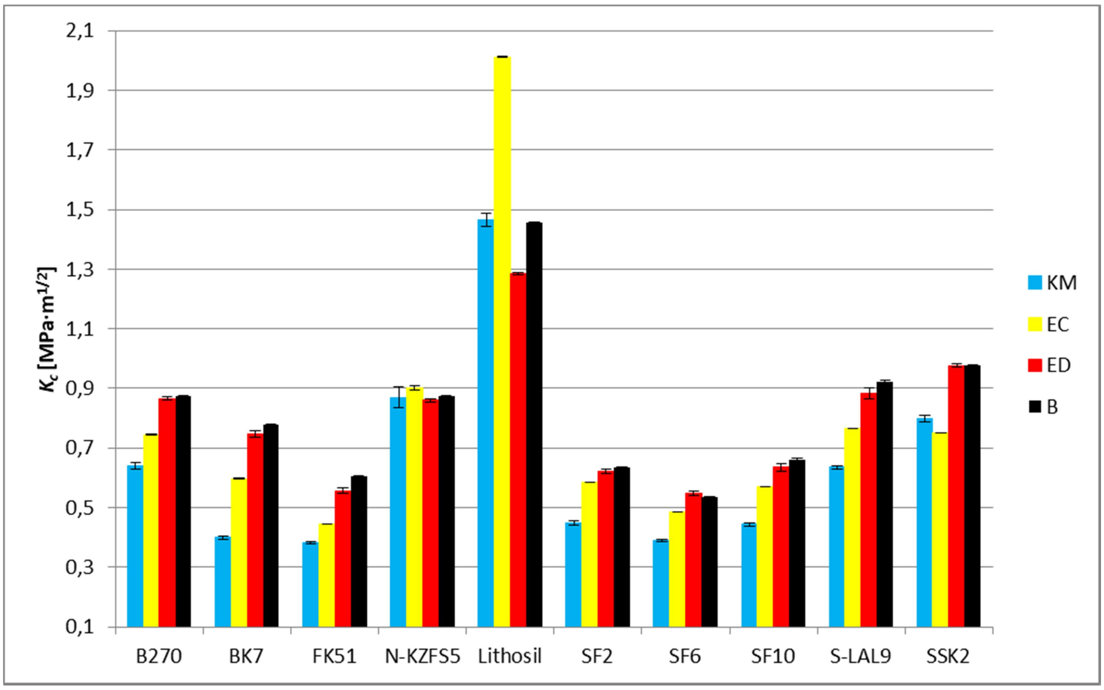
Výsledky byly rozděleny podle typu hrotu, vypsány do tabulek a vyneseny do příslušných grafů. Pro hrot Berkovich lze vidět naměřená data v tabulce 7.4.5.1 s grafickým znázorněním na obrázku 7.4.5.1. Pro hrot Vickers stejnému odpovídá tabulka 7.4.5.2. a obrázek 7.4.5.2. Materiály, které nepraskaly, byly z tabulek odstraněny (K10 u hrotu Berkovich, K10, N-KZFS5 a Lithosil u hrotu Vickers).

Z výsledků pro hrot Berkovich v tabulce 7.4.5.1 lze vidět, že nejmenší hodnotu lomové houževnatosti mají vzorky FK51 a SF6, což platí u všech modelů. Kromě KM, který se považuje za základní model, je většina hodnot lomové houževnatosti daných vzorků téměř stejná. Pouze hodnoty KM jsou nejmenší. Neplatí to pro sklo N-KZFS5 a Lithosil. Může to být způsobeno některou z fyzikálních vlastností, vyskytujících se ve vzorci, nebo druhem praskání, kdy N-KZFS5 jako jediný vzorek praská pouze radiálně-mediánně, a Lithosil, ač praská stejně jako většina ostatních materiálů, tak v některých případech dochází i k otevírání povrchových kruhových prasklin. Nejvyšší hodnotu lomové houževnatosti ale mají oba vzorky v případě modelu EC, což může být způsobeno tím, že model počítá pouze se zátěžnou silou a délkou c. Grafické porovnání lomových houževnatostí pro hrot Berkovich lze vidět na obrázku 7.4.5.1.

Lze tedy říci, že oproti modelu EC mají ostatní výhodu (případně nevýhodu, záleží na úhlu pohledu) v tom, že počítají se všemi fyzikálními vlastnostmi, tedy i tvrdostí, modulem pružnosti, délkou a, případně l. Každopádně, i přes to vykazují nejvyšší hodnoty lomové houževnatosti vzorky N-KZFS5, Lithosil a SSK2, následované S-LALem a B270. To může být i důvodem, proč vzorky N-KZFS5 a Lithosil v případě Vickersova hrotu nepraskaly. Vzorek K10 nepraskal ani v jednom případě, což znamená, že velikost jeho lomové houževnatosti nejspíše ještě převyšuje naměřené hodnoty Lithosilu. Z tabulky 7.4.5.1 lze dále vyčíst, že pro malé délky prasklin přestává být model EC směrodatný, jeho výsledná lomová houževnatost pro Lithosil značně převyšuje ostatní modely.

Tabulka 7.4.5.1 Výsledky lomové houževnatosti pro hrot Berkovich.

	K_c(KM)	K_c(EC)	K_c(ED)	K_c(B)
B270	0,64	0,74	0,87	0,85
BK7	0,40	0,60	0,75	0,78
FK51	0,38	0,44	0,56	0,60
N-KZFS5	0,87	0,90	0,86	0,87
Lithosil	1,46	2,01	1,29	1,46
SF2	0,45	0,58	0,62	0,64
SF6	0,39	0,48	0,55	0,53
SF10	0,44	0,57	0,64	0,66
S-LAL9	0,64	0,77	0,88	0,92
SSK2	0,80	0,75	0,98	0,98



Obrázek 7.4.5.1 Porovnání hodnot lomové houževnatosti pro hrot Berkovich.

Tabulka 7.4.5.2 Výsledky lomové houževnatosti pro hrot Vickers.

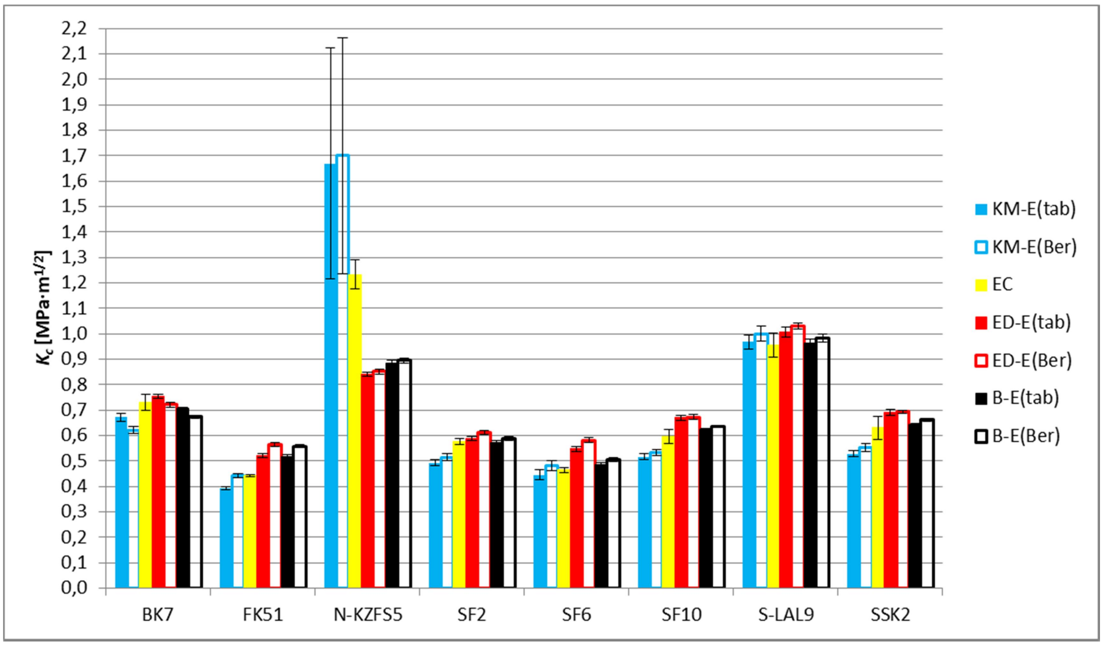
	K_c(KM) E_{tab}	K_c(KM) E_{Ber}	K_c(EC)	K_c(ED) E_{tab}	K_c(ED) E_{Ber}	K_c(B) E_{tab}	K_c(B) E_{Ber}
BK7	0,671	0,622	0,730	0,755	0,721	0,705	0,673
FK51	0,393	0,444	0,443	0,521	0,565	0,519	0,558
N-KZFS5	1,670	1,699	1,234	0,842	0,851	0,886	0,895
SF2	0,493	0,515	0,577	0,589	0,611	0,573	0,588
SF6	0,446	0,481	0,466	0,547	0,582	0,484	0,507
SF10	0,517	0,533	0,595	0,670	0,673	0,625	0,636
S-LAL9	0,967	1,000	0,956	1,007	1,031	0,964	0,984
SSK2	0,529	0,553	0,631	0,691	0,694	0,645	0,662

Pokud se zaměříme na tabulku 7.4.5.2, která shrnuje výsledky pro hrot Vickers, zjistíme, že se nám potvrzují výsledky z předešlých odstavců. Nejmenší hodnotu lomové houževnatosti opět mají vzorky FK51 a SF6, i zde to platí u všech modelů. Lithosil a N-KZFS5 patří mezi vzorky s vysokou lomovou houževnatostí, kdy pro Lithosil se praskliny objevily pouze ve dvou případech, v obou navíc byly kruhového typu). U vzorku N-KZFS5 došlo k praskání v přibližně polovině případů, což znamená, že použité zatížení je u tohoto materiálu na hraně, kdy se může nebo nemusí objevit rozvoj praskliny. Pokud porovnáme hodnoty pro různý elastický modul, tak vidíme, že pro jednotlivé modely jsou si velmi blízké.

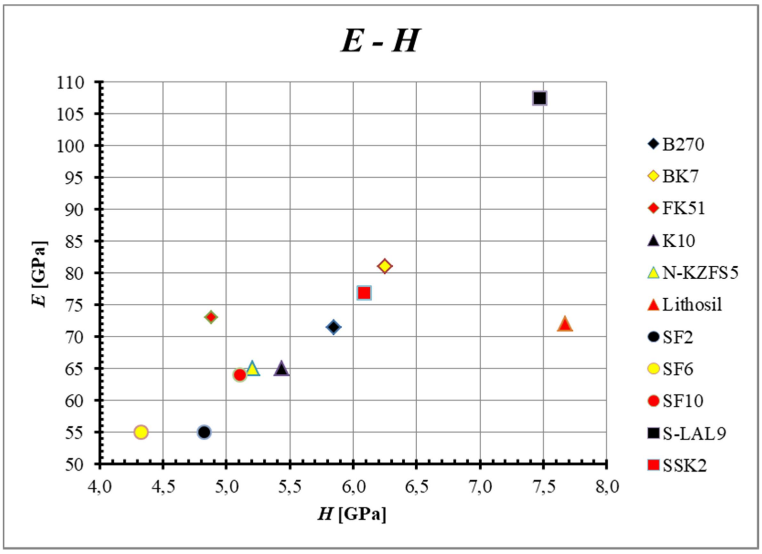
Pro dané modely v rámci materiálů můžeme konstatovat, že hodnoty jsou si podobné. To ovšem nelze říci o vzorku N-KZFS5, v jehož případě nejspíše dochází ke stejnému efektu jako v případě Lithosilu u hrotu Berkovich.

Z výsledků vyplývá, že do určité hranice jsou modely analogické, což potvrzuje 8. bod kapitoly 5.4. Tato podobnost pravděpodoobně končí, když nedochází ke kompletnímu rozvoji prasklin u všech vtisků, respektive je použito nedostatečné zatížení. Dalším případným důvodem může být nedostatečná délka praskliny, která dohromady s ostatními materiálovými vlastnostmi nedokáže přesně stanovit velikost lomové houževnatosti, jak bylo vidět například u modelu EC. Jak bylo zmíněno výše, toto tvrzení se odráží na výsledcích měřených vzorků N-KZFS5 a Lithosilu, kde rozdílné modely poskytují různé hodnoty lomové houževnatosti, a nelze přesně určit, která je korektní. Graficky to lze pozorovat na obrázcích 7.4.5.1 a 7.4.5.2.

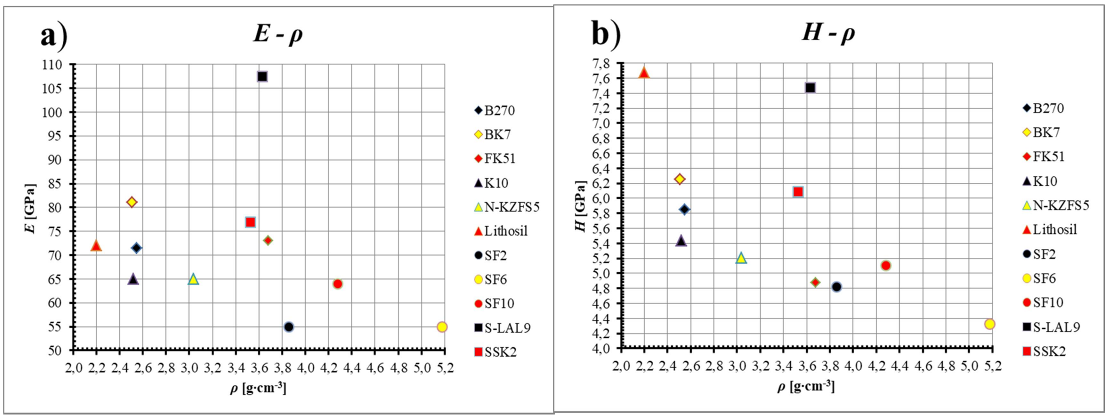
Následně byly porovnány některé materiálové vlastnosti, uvedené v tabulce 7.1, a byla hledána souvislost mezi těmito vlastnostmi a jejich vlivem na hodnoty K_c. Dále bylo zkoumáno, jak dominantní vliv má délka praskliny c na jednotlivé modely lomové houževnatosti a na lomovou houževnatost obecně.



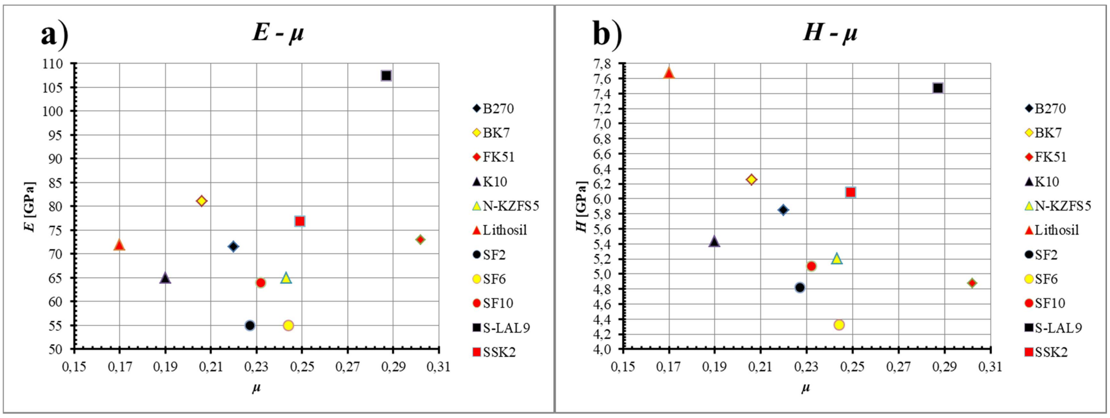
Obrázek 7.4.5.2 Porovnání hodnot lomové houževnatosti pro hrot Vickers.



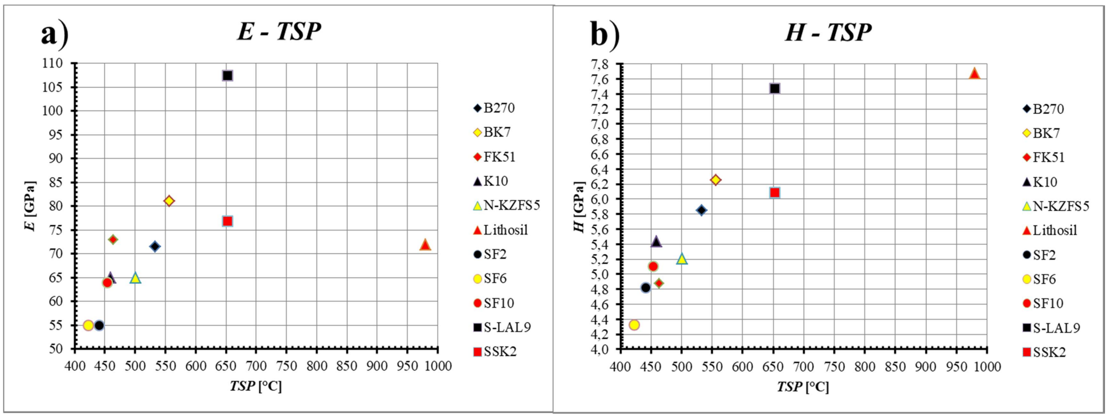
Obrázek 7.4.5.3 Porovnání tabulkových hodnot elastického modulu E a tvrdosti H získané z NanoTestu.



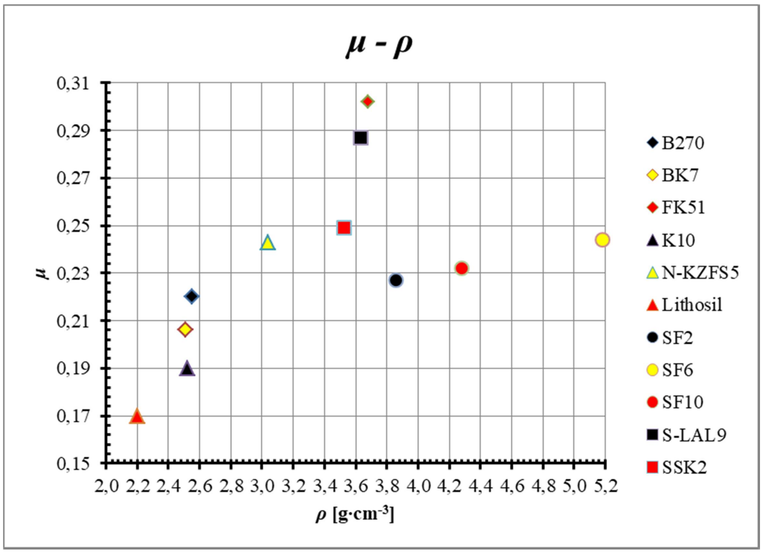
Obrázek 7.4.5.4 Porovnání a) tabulkových hodnot elastického modulu E a hustoty ρ, b) tvrdostí H získaných z NanoTestu a tabulkových hodnot hustoty ρ.



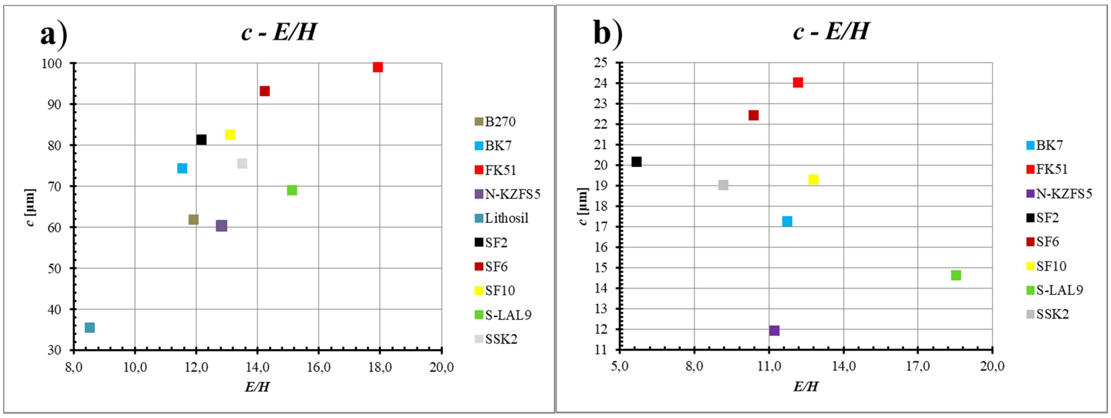
Obrázek 7.4.5.5 Porovnání a) tabulkových hodnot elastického modulu E a Poissonova poměru μ, b) tvrdostí H získaných z NanoTestu a tabulkových hodnot Poissonova poměru μ.



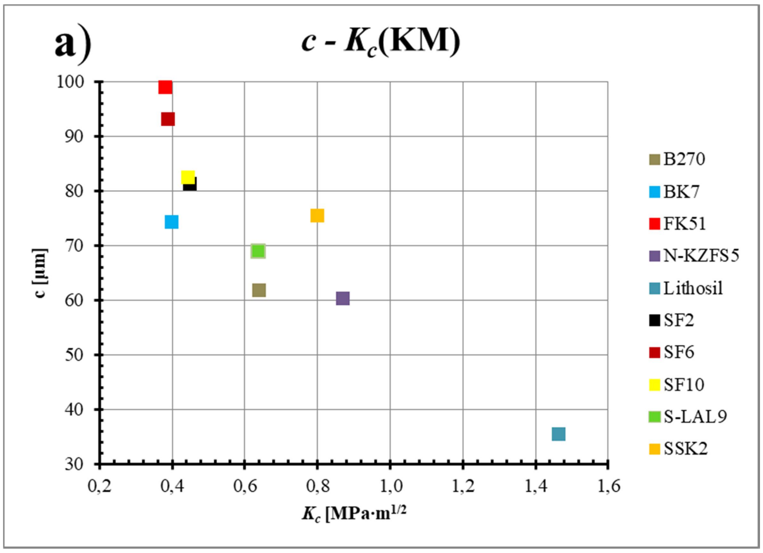
Obrázek 7.4.5.6 Porovnání a) tabulkových hodnot elastického modulu E a teplot skelného přechodu TSP, b) tvrdostí H získaných z NanoTestu a tabulkových teplot skelného přechodu TSP.



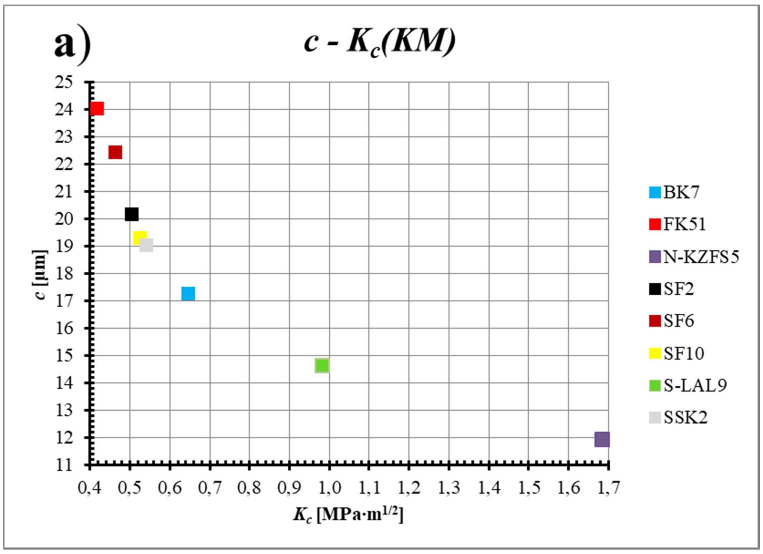
Obrázek 7.4.5.7 Porovnání tabulkových hodnot Poissonova poměru μ a hustoty ρ.



Obrázek 7.4.5.8 Porovnání hodnot průměrné délky praskliny c a poměru E/H a) pro hrot Berkovich (délka praskliny měřena při 5 N, E a H měřeno při 2 N, b) pro hrot Vickers (délka praskliny a H měřeno při 0,67 N, E je tabulková hodnoty).



Obrázek 7.4.5.9 Ilustrační srovnání délek prasklin c a lomových houževnatostí K_c pro hrot Berkovich pro model KM.



Obrázek 7.4.5.10 Ilustrační srovnání délek prasklin c a lomových houževnatostí K_c pro hrot Vickers pro model KM.

Pokud se zaměříme na obrázek 7.4.5.3, který graficky popisuje závislost $E - H$ pro měřené vzorky, nevidíme žádnou souvislost s tím, jak materiál praská nebo naopak nepraská. Tím, že se poměr E/H vyskytuje v modelech KM, ED i B, tak hraje dominantní roli v konečné hodnotě lomové houževnatosti.

Na obrázku 7.4.5.4a lze vidět poměr mezi elastickým modulem a hustotou materiálů, teoreticky bychom mohli říci, že velikost lomové houževnatosti závisí na tomto poměru, kdy se v myšleném obdélníku od počátku do modulu 75 GPa a hustoty přibližně 3,1 $g \cdot cm^{-3}$ vyskytují materiály s vyšší lomovou houževnatostí, jmenovitě Lithosil, N-KZFS5 a B270, případně materiály, které nepraskaly vůbec (K10, v případě Vickersova hrotu i B270 a Lithosil). Bohužel výjimku tvoří S-LAL9, který i přes svou vyšší hodnotu K_c leží v grafu v nejvyšší pozici uprostřed. Na druhou stranu můžeme říci, že se jedná o druhý extrém oproti ostatním materiálům.

Z obrázků 7.4.5.5a a 7.4.5.6a bohužel nelze vyčíst žádnou závislost lomové houževnatosti na popisovaných materiálových vlastnostech. To stejné platí pro obrázky 7.4.5.4b, 7.4.5.5b, 7.4.5.6b a 7.4.5.7, kde pro některé materiály by určitá závislost platit mohla, ale vyskytují se zde výjimky, které toto tvrzení vyvrací.

Vždy bude ale především existovat závislost na použitém zatížení, které musí být dostatečné pro vyvolání plastické deformace materiálu a šíření vzniklých prasklin.

V případě grafu na obrázku 7.4.5.8a studujeme závislost délky praskliny c na poměru E/H pro Berkovichův hrot. Lze zde pozorovat určitou souvislost s lomovou houževnatostí, kdy nejmenší poměr E/H a délku praskliny má Lithosil, který byl dříve zhodnocen jako materiál s vysokou lomovou houževnatostí, největší poměr a délku praskliny mají naopak vzorky SF6 a FK51, které byly naopak zhodnoceny jako mající nejmenší lomovou houževnatost ze všech měřených materiálů. Další, čeho si lze všimnout, je rozdíl mezi B270 a N-KZFS5. Co se týče délek prasklin těchto dvou vzorků, jsou si velice podobné, B270 má ale oproti N-KZFS5 nižší poměr E/H. Pokud se zaměříme na podobný graf pro případ Vickersova hrotu (obrázek 7.4.5.8b), zjistíme, že B270 se zde již nevyskytuje. Vzorek nepraskal natolik, aby mohl být vyhodnocen, a N-KZFS5 praskal jen přibližně v polovině vtisků. Toto by mohl být jeden ze závěrů, a tedy, že pokud mají dva materiály přibližně stejnou délku prasklin, ale liší se poměrem E/H, ten s menším poměrem bude odolnější proti šíření prasklin.

Na obrázku 7.4.5.9 je znázorněna závislost $c - K_c$ pro model KM v případě Berkovichova hrotu. Jedná se o celkem standardní průběh, body jsou položeny na klesající přímce. Na druhou stranu, hodnota pro Lithosil je zde oproti ostatním velmi vysoká. Podobné průběhy můžeme vidět i u hrotu Vickers na obrázku 7.4.5.10. Opět zde vidíme trend klesající přímky, ovšem extrémně vysoké hodnoty lomové houževnatosti vidíme u modelu KM pro vzorek N-KZFS5.

Samozřejmě se zde mohou vyskytovat závislosti na více vlastnostech simultánně. Zjištění, na kterých a v jakém měřítku ovšem není cílem této práce, téma je navíc tak rozsáhlé, že by si zasloužilo vlastní výzkum.

8. Závěr

Cílem této magisterské práce bylo určení velikosti lomové houževnatosti K_c pro měřené materiály a určení její případné závislosti na různých fyzikálních a mechanických vlastnostech měřených vzorků.

Lomová houževnatost je jednou z mnoha materiálových vlastností, která definuje schopnost materiálu odolat lomu. Jedná se o kritickou hodnotu faktoru intenzity napětí, která popisuje velikost napětí okolo vrcholu praskliny. Čím vyšší je hodnota lomové houževnatosti, tím delší může prasklina být, aniž by se začala samovolně rozšiřovat. Nemusí ovšem vždy indikovat nadcházející lom vzorku, ten závisí na stabilitě praskliny. Zde byla lomová houževnatost zjišťována pro skla.

Bylo měřeno 11 různých druhů skel s rozdílnými mechanickými vlastnostmi. Tím, že bylo nutné donutit materiál praskat, byly zvoleny dvě techniky měření. První byla mikroindentace na přístroji Carl Zeiss Neophot 2, což je metalografický světelný mikroskop, vybavený Hanemannovou hlavou s implementovaným Vickersovým hrotem, které zajišťují celý proces indentace. Maximální použité zatížení bylo 0,68 N. Druhou technikou byla mikroindentace pomocí přístroje NanoTest s mikroindentorovým kyvadlem a Berkovichovým hrotem. Maximální zatížení zde bylo mnohem větší, a to 5 N. Měření proběhlo ovšem i pro 1 N a 2 N, kdy fyzikální vlastnosti, jako tvrdost a elastický modul, byly vzaty z výsledků pro zatížení 2 N. Při srovnání tvrdostí při 1 N, 2 N a 5 N, zatížení o velikosti 2 N poskytuje nejlepší výsledky, což značí dobře vyvinutou plastickou zónu. Praskání ovšem znehodnocuje správnost hodnot tvrdosti, proto nebyla vzata hodnota pro zatížení 5 N. Výhodou oproti měření na mikroindentoru je i instrumentace, přístroj je tedy ovládán elektronicky, a parametry testu zadává jeho obsluha.

Vyhodnocování vtisků a délek prasklin proběhlo následně na konfokálním laserovém skenovacím mikroskopu Olympus LEXT OLS 3100 a pomocí softwaru Gwyddion.

Dále byly z velikostí reziduálních vtisků vyhodnoceny tvrdosti vzorků pro hrot Vickers. Počítána byla Meyerova tvrdost H podle rovnice (17). V případě Vickersova i Berkovichova hrotu ale nelze s určitostí říct, že naměřené a vypočítané hodnoty tvrdostí a elastických modulů byly zcela korektní. Tento závěr je vyvozen z toho, že ač je v případě lomové houževnatosti praskání žádaný efekt materiálu, reagujícího na indentaci, v případě tvrdosti a modulu pružnosti se jedná o parazitní jev, který může do určité míry ovlivňovat měření. V případě Berkovichova hrotu tedy nebyla brána tvrdost i elastický modul pro maximální zatížení 5 N, ale pouze 2 N. I přes to většina materiálů stále vykazovala značné praskání.

Následně byly pomocí modelů EC, ED a B z tabulky 5.1.1 a KM z rovnice (12) určeny hodnoty lomových houževnatostí. Pro modely KM, ED a B se pro každý vzorek počítaly dvě hodnoty lomové houževnatosti. Jedna využívala tabulkových hodnot modulu pružnosti, v druhé byla použita hodnota získána z dat naměřených pomocí NanoTestu, na kterém se měřila instrumentovaná mikroindentace pomocí hrotu Berkovich.

Pro hrot Berkovich byly v modelech použity hodnoty tvrdosti a elastického modulu z výsledků NanoTestu, a stejně jako u hrotu Vickers byly určeny lomové houževnatosti. Modely pro Berkovichův hrot se ovšem musely násobit konstantou 1,073, což je korekce na rozdílný typ hrotu. Nejistoty výsledných hodnot byly určeny ze zákona šíření nejistot pro dané modely.

Z výsledků vyplývá, že pro některé materiály bylo použité zatížení pro daný indentační cyklus pravděpodobně nedostatečné k rozvinutí prasklin, což vedlo k nemožnosti určení lomových houževnatostí. Jedná se o skla K10 pro hrot Berkovich, a K10 a Lithosil pro hrot Vickers. U materiálu N-KZFS5 se pro hrot Vickers hodnoty pro různé modely markantně liší. To může být způsobeno nedostatkem rozvinutých prasklin u vtisků (hodnota byla určena pouze ze tří vtisků místo ze šesti). Tento materiál je nejspíše na hranici, kdy se může a nemusí rozvinout prasklina. To může vézt k rozdílným a nekorektním hodnotám lomové houževnatosti, poněvadž počet prasklin k vyhodnocení K_c je menší a ani již rozvinuté praskliny nemusí odpovídat skutečnosti. Něco podobného by mohlo platit i v případě Lithosilu, indentovaném pomocí Berkovichova hrotu. Ten sice vykazoval praskání ve většině případů, ale praskliny byly kruhového charakteru (teoreticky by se daly označit za laterální, vystupující do povrchu). To může znamenat, že energie, která se u většiny materiálů spotřebuje k vytvoření laterálně-mediánních prasklin, zde byla využita pro tvorbu praskliny laterální. Většina vzorků vykazuje radiálně-mediánně-laterální praskání, pouze dva vzorky při maximálním zatížení praskají radiálně-mediánně. Mediánní praskání materiálů není v tomto případě přímo pozorovatelné, ale podle literatury je většina se vyskytujících prasklin, především u materiálů, jako je sklo a keramika, radiálně-mediánního typu. U zbylých vzorků se výsledky často podobají, nebo mezi nimi existuje malý rozdíl. Jednotlivé modely se od sebe lišily, jako například v případě BK7 pro hrot Berkovich, až o 25%, v případě S-LAL9 se tento rozdíl vyšplhal až na necelých 31%. Každopádně je většinou potvrzeno doporučení z kapitoly 5.4, a tedy že k hodnocení lomové houževnatosti lze využít modely EC, ED a B, z výsledků je ale patrné, že může být použit i model KM, i přes to, že jeho hodnoty byly většinou z těch nejnižších. Především to lze vidět u výsledků pro hrot Vickers, kde jsou hodnoty pro jednotlivé modely i rozdílné elastické moduly konzistentnější, než v případě Berkovichova hrotu. To může být zase důsledkem vyššího počtu měření (10 oproti šesti u Berkovichova hrotu), nebo tím, že původně je testování lomové houževnatosti určeno pro hrot Vickers. Jednou z otázek, která tímto testováním vyvstává, je, jakou zátěžnou silou měřit který materiál, respektive jak dané maximální zatížení určit. Řešením mohou být sekvenční měření, kdy se při každém kroku provede vtisk se zatížením vyšším, než u kroku předešlého.

Následně byly hledány případné souvislosti mezi materiálovými vlastnostmi a charakterem a velikostí praskání. Graficky byly tedy zobrazeny závislosti $E - H$, $E - \rho$, $H - \rho$, $E - \mu$, $H - \mu$, $E - TSP$, $H - TSP$ a $\mu - \rho$. Bohužel, žádná z materiálových vlastností, nebo jejich kombinace, nepotvrzuje domněnku, že existuje jakýkoliv jednoznačný vliv na lomovou houževnatost. Ovšem, toto tvrzení nelze ani úplně vyvrátit. Případné vyvedení z tohoto možného omylu může být rozsáhlým tématem, které převyšuje kapacitu této práce.

Jako poslední byla posuzována závislost délky praskliny c na poměru E/H. Jedním ze závěrů v tomto pozorování může být to, že pokud mají dva materiály přibližně stejnou délku, ale liší se v poměru E/H, tak ten s menším poměrem bude odolnější vůči šíření praskliny. Pozorováno to bylo na materiálech B270 a N-KZFS5.

Pokud bychom chtěli zhodnotit měřená skla a získané výsledky, tak nejodolnějším je beze sporu vzorek K10. Ten nevykazoval, až na velmi ojedinělé výjimky, žádné měřitelné praskání. Mezi další houževnatější skla můžeme zařadit například Lithosil, N-KZFS5 nebo B270. Naopak nejméně houževnaté se jeví sklo FK51, následované SF6, SF2 a SF10.

V případě výsledků jako takových lze říci, že ve většině případů se shodují s tabulkovými hodnotami, případě s hodnotami z jiných zdrojů[59]. Například pro BK7 je uvedena lomová houževnatost na 0,85 MPa $m^{\frac{1}{2}}$, čemuž se nejvíce blíží hodnota pro model B v případě Berkovichova hrotu – 0,78 MPa $m^{\frac{1}{2}}$. Naopak pro Lithosil je velikost lomové houževnatosti velice vzdálená, kdy uvedená hodnota je 0,74 MPa $m^{\frac{1}{2}}$, přitom pro hrot Berkovich byla nejmenší spočítaná hodnota u modelu ED, a to o velikosti 1,29 MPa $m^{\frac{1}{2}}$. Tímto se potvrzuje bod zmíněný v předešlých odstavcích, a tedy že například měření u Lithosilu pravděpodobně nelze brát jako směrodatné. Podobný závěr by zajisté mohl být vyvozen například i u vzorku N-KZFS5, bohužel nebyly nalezeny žádné záznamy o hodnotě lomové houževnatosti.

Pokud budeme hodnotit způsob kvantifikace jako takový, rozhodně jím lze nahradit klasické testování lomové houževnatosti, prováděné například na trhacím stroji. Co se týče výběru modelu, z výsledků vyplývá, že lze využít všechny modely, které byly použity v experimentální části této práce. Při výběru hrotu se lze opět odvíjet od výsledků, a pokud je to možné, tak využívat hrot Vickers.

Lomová houževnatost patří mezi mechanické vlastnosti, které popisují odolnost materiálů, především u skel by měla být považována za klíčovou v nalézání adekvátního materiálu pro dané využití. Její absence v katalozích je poněkud zarážející, poněvadž znalost této hodnoty by mohla být pro konstruktéry a architekty důležitým faktorem, ovlivňujícím výběr určitého konstrukčního materiálu. Tímto výběrem lze ušetřit jak peníze, tak i pozdější komplikace kvůli výběru neadekvátního materiálu, jehož selhání může mít vážné následky.

Seznam použitých symbolů

a	poloměr kontaktního kruhu; délka trhliny
A	promítnutá kontaktní plocha
c	poloměr otvoru; délka praskliny
c_c	kritická délka praskliny
d	velikost uhlopříčky hrotu
G	rychlost uvolnění deformační energie na vrchol praskliny
E	Youngův modul pružnosti
E_{Ber}	Youngův modul pružnosti získaný z měření NanoTestu
E_{IT}	indentační modul
E_{tab}	Youngův modul pružnosti získaný z tabulek
G	hnací síla trhliny
h	hloubka
h_a	hloubka kontaktního kruhu měřená z volného povrchu
h_p	hloubka kontaktního kruhu
h_t	celková hloubka
H	Meyerova tvrdost
H_V	Vickersova tvrdost
H_{IT}	indentační tvrdost
k	kalibrační konstanta
K_1	faktor intenzity napětí
K_{1C}	lomová houževnatost rovinné deformace (Mód I)
K_C	obecná lomová houževnatost
KHN	Knoopova tvrdost (Knoop Hardness Number)
l	délka praskliny (měřeno z rohu indentace po její vrchol)
n	exponent sub-kritického růstu praskliny; číslo
n_F	index lomu pro vlnovou délku 486,1 nm
P	zatížení indentoru
R	odpor proti prasknutí; poloměr indentoru
$s(x)$	nejistota proměnné x
TSP	teplota skelného přechodu
U_p	plastická energie
U_s	deformační energie
U_γ	povrchová energie
Y	geometrický faktor; mez kluzu
x_v	deformační index
α	poloúhel hrotu
γ	povrchová energie lomu pevné tuhé látky
κ	činitel koncentrace napětí
μ	Poissonův poměr
ρ	poloměr křivosti vrcholu otvoru; hustota
$\sigma(r,\theta)$	napěťové pole o souřadnicích r a θ
σ_a	rovnoměrně aplikované napětí
σ_r	tahové napětí
σ_θ	vnější napětí
σ_ϕ	obvodové napětí

Seznam použité literatury

[1] Fischer-Cripps, A. C., "*Introduction to Contact Mechanics. 2nd ed.*", 2007, New York: Springer-Verlag. 226.

[2] Roylance, D., "*Introduction to Fracture Mechanics.*", 2001, Department of Materials Science and Engineering Massachutsetts Institute of Technology, Cambridge.

[3] Arora, A., Marshall, D. B., Lawn, B. R. and Swain, M. V., "*Indentation Deformation/fracture of Normal and Anomalous Glasses.*" J. Non-Cryst. Solids **31** (3), 1979, pp. 915-928.

[4] Kosek, L., "*Fracture Toughness of Metallic Materials and Its Testing.*" in *Faculy of Materials Science and Engineering - Institute of Materials Science and Engineering*. 2011, University of Technology: Brno.

[5] Inglis, C. E., "*Stresses in a Plate due to the Presence of Cracks and Sharp Corners.*", Trans. Inst. Nav. Archit. (London) **55**, 1913, pp. 219-230.

[6] Griffith, A. A., "*Phenomena of Rupture and Flow in Solids.*", Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. **A221**, 1920, pp. 163–198.

[7] Orowan, E., Nature **154**, 1944, pp. 341.

[8] Schoening, F. R. L., "*On the Strength of Glass in Water Vapour.*" J. Appl. Phys. **31** (10), 1960, pp. 1779–1784.

[9] Baker, T. C. and Preston, F. W., "*Fatigue of Glass under Static Loads.*", J. Appl. Phys. **17**, 1945, pp. 170–178.

[10] Stockdale, G. F., Tooley, F. V. and Ying, C. W., "*Changes in the Tensile Strength of Glass Caused by Water Immersion Treatment.*" J. Am. Ceram. Soc. **34**, 1951, pp. 116–121.

[11] Kropschot, R. H. and Mikesell, R. P., "*Strength and Fatigue of Glass at Very Low Temperatures.*", J. Appl. Phys. **28** (5), 1957, pp. 610–614.

[12] Jones, G. O. and Turner, W. E. S., "*Influence of Temperature on the Mechanical Strength of Glass.*", J. Soc. Glass Tech. **26** (113), pp. 35-61.

[13] Mould, R. E. and Southwick, R. D., "*Strength and Static Fatigue of Abraded Glass under Controlled Ambient Conditions: II Effect of Various Abrasions and the Universal Fatigue Curve.*", J. Am. Ceram. Soc. **42**, 1959, pp. 582–592.

[14] Vonnegut, B. and Glathart, J. G., "*Effect of Water on Strength of Glass.*" J. Appl. Phys. **17** (12), 1946, pp. 1082–1085.

[15] Smith, S., Magnusen, P. and Pletka, B. J., "*Fracture Toughness of Glass using the Indentation Fracture Technique.*", Vol. III. 1980, ASTM Symposium on Fracture Mechanics for Ceramics, Chicago.

[16] Pokluda, J. and Šandera, P., "*Micromechanisms of Fracture and Fatigue.*", Engineering Materials and Processes, ed. P.o.M.S. Brian Derby, 2010, Brno University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering: Springer-Verlag, London. 293 pages.

[17] Felkins, K., Jr., H. P. Leighly and Jankovic, A., J. Metals **50**, 1998, pp. 12-18.

[18] Hondros, E. D., Seah, M. P., Hofmann, S. and Lejček, P., "*Interfacial and Surface Microchemistry, Chapter 13.*", 4th edition ed, Physical Metallurgy, ed. W.R. Cahn and P. Haasen, 1996, North-Holland, Amsterdam.

[19] Sneddon, I. N., "*Boussinesq's Problem for a Rigid Cone.*" Proc. Cambridge Philos. Soc. **44**, 1948, pp. 492–507.

[20] Marsh, D. M., "*Plastic Flow in Glass.*", Proc. R. Soc. London, Ser. **A279**, 1964, pp. 420–435.

[21] Hill, R., "*The Mathematical Theory of Plasticity.*", 1950, Oxford: Clarendon Press.

[22] Johnson, K. L., "*The Correlation of Indentation Experiments.*", J. Mech. Phys. Solids **18**, 1970, pp. 115-126.

[23] Chiang, S. S., Marshall, D. B. and Evans, A. G., "*The Response of Solids to Elastic/plastic Indentation: 2. Fracture Initiation.*", J. Appl. Phys. **53** (1), 1982, pp. 312–317.

[24] Chiang, S. S., Marshall, D. B. and Evans, A. G., "*The Response of Solids to Elastic/plastic Indentation: 1. Stresses and Residual Stresses.*", J. Appl. Phys. **53** (1), 1982, pp. 298–311.

[25] Yoffe, E. H., "*Elastic Stress Fields Caused by Indenting Brittle Materials.*" Philos. Mag. A **46**, 1982, pp. 617–628.

[26] Cook, R. F. and G., Pharr, "*Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics.*", J. Am. Ceram. Soc. **73** (4), 1990, pp. 787-817.

[27] Palmqvist, S., "*A Method to Determine the Toughness of Brittle Materials, Especially Hard Materials.*", Jernkontorets Ann. **141**, 1957, pp. 303-307.

[28] Palmqvist, S., "*Occurrence of Crack Formation During Vicken Indentation as a Measure of the Toughness of Hard Metals.*" Arch. Eisenhuttenwes. **33** (6), 1962, pp. 629-633.

[29] Frank, F. C. and Lawn, B. R., "*On the Theory of Hertzian Fracture.*", Proc. R. Soc. London Sect. A **299** (1458), 1967, pp. 291-306.

[30] H. Hertz, "*Hertz's Miscellaneous Papers, Chs. 5 and 6.* ", 1896, London. pp.

[31] Swain, M. V., Williams, I. S., B. R. Lawn and J. J. Beek, "*A Comparative Study of the Fracture of Various Silica Modifications Using the Hertzian Test.*" J. Mater. Sci. **8** (8), 1973, pp. 1153-1164.

[32] Lawn, B. R., Wilshaw, T. R., Barry., T. I. and Morrell, R., "*Hertzian Fracture of Glass Ceramics.*", ibid. **10** (1), 1975, pp. 179-182.

[33] Lawn, B. R. and Swain, M. V., "*Microfracture Beneath Point Indentations in Brittle Solids.*", ibid. (12), pp. 113-122.

[34] Lawn, B. R. and Wilshaw, T. R., "*Indentation Fracture: Principles and Applications.*", J. Mater. Sci. **10** (6), 1975, pp. 1049-1081.

[35] Lawn, B. R. and Fuller, E. R., "*Equilibrium Penny-Like Cracs in Indentation Fracture.*", ibid. (12), pp. 2016-2024.

[36] M. V. Swain, J. T. Hagan, "*Indentation Plasticity and the Ensuring Fracture of Glass.*", J. Phys. D: Appl. Phys. **9**, 1976, pp. 2201-2214.

[37] Evans, A. G. and Wilshaw, T. R., "*Quasi-static Solid Particle Damage in Brittle Materials.*", Acta Metall **24** (10), 1976, pp. 939-956.

[38] Lawn, B. R., Evans, A. G. and Marshall, D. B., "*Elastic/plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/radial Crack System.*", J. Am. Ceram. Soc. **63** (9-10), 1980, pp. 574-581.

[39] Marshall, D. B. and Lawn, B.R., "*Residual Stress Effects in Sharp-contact Cracking: I.*", J. Mater. Sci. **14** (8), 1979, pp. 2001-2012.

[40] Marshall, D. B., Lawn, B. R. and Chantikul, P., "*Residual Stress Effects in Sharp-contact Cracking: II.*", ibid. (9), pp. 2225-2235.

[41] Roesler, F. C., "*Brittle Fracture Near Equilibrium.*", Proc. R. Soc. London, Ser. **B69**, 1956, pp. 981-992.

[42] Lawn, B. R., Evans, A. G. and Marshall, D. B., "*Elastic/plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/radial Crack System.*", J. Am. Ceram. Soc. **63**, 1980, pp. 574-581.

[43] Anstis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B. R. and D. B. Marshall, "*A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements.*", J. Am. Ceram. Soc. **64** (9), 1981, pp. 533–538.

[44] Laugier, M. T., "*Palmqvist Indentation Toughness in WC-Co Composites.*", J. Mater. Sci. Lett. **6**, 1987, pp. 897-900.

[45] Laugier, M. T., "*Palmqvist Toughness in WC-Co Composites Viewed as a Ductile/brittle Transition.*", J. Mater. Sci. Lett. **6** (769-770), 1987.

[46] Laugier, M. T., "*New Formula for Indentation Toughness in Ceramics.*", J. Mater. Sci. Lett. **6**, 1987, pp. 355–356.

[47] Swain, M. V. and Lawn, B. R., "*Indentation Fracture in Brittle Rocks and Glasses.*", J. Rock. Mech. in. Sci Geomech. Abstr. **13**, 1976, pp. 311-319.

[48] Fröhlich, F., Grau, P. and Grellmann, W., "*Performace and Analysis of Recording Microhardness Tests.*", Phys. Stat. Sol. (a) **42**, 1977, pp. 79-89.

[49] Zhenhai, X., Curtin, W. A. and Sheldon, B. W., "*A New Method to Evaluate the Fracture Toughness of Thin Films.*", Acta Materialia **52**, 2004, pp. 3507-3517.

[50] Ouchterlony, F., "*Stress Intenzity Factors for the Expansion Loaded Star Crack.*", Eng. Frac. Mechs. **8**, 1976, pp. 447-448.

[51] Dukino, R. and Swain, M. V., "*Comparative Measurement of Indentation Fracture Toughness with Berkovich and Vickers Indenters.*", J. Am. Ceram. Soc. **75** (12), 1992, pp. 3299-3304.

[52] Fischer-Cripps, A. C., "*Nanoindentation. 2nd ed.* ", 2004, New York: Springer-Verlag. 226.

[53] Chudý, V., "*Vliv experimentálních podmínek indentační zkoušky na hodnoty tvrdosti a redukovaného modulu.*", in *Přírodovědecká fakulta, Společné laboratoře optiky*. 2016, Univerzita Palackého Olomouc. p. 89.

[54] Kruzic, J. J., Kim, D. K., Koester, K. J. and Ritchie, R. O., "*Indentation techniques for evaluating the fracture toughness of biomaterials and hard tissues.*", J. of the Mech. Behav. of Biomedic. Mat. **2**, 2008, pp. 384-395.

[55] ČSN, "*ČSN EN ISO 14577-1:2002 - Kovové materiály-Instrumentovaná vnikací zkouška stanovení tvrdosti a materiálových parametrů.*" 2002.

[56] Malzbender, J. and With, G. de, "*Energy Dissipation, Fracture Toughness and the Indentation Load/displacement Curve of Coated Materials.*", Surf. and Coat. Tech. **135**, 2000, pp. 60-68.

[57] Ponton, C. B. and Rawlings, R. D., "*Vickers Indentation Fracture Toughness Test Part 1: Review of Literature and Formulation of Standardised Indentation Toughness Equations.*" in *Materials Science and Technology*, D.o.M. The Institute of Metals, Imperial College of Science, Technology and Medicine, Editor. 1989: London.

[58] Ponton, C. B. and Rawlings, R. D., "*Vickers Indentation Fracture Toughness Test Part 2: Application and Critical Evaluation of Standardised Indentation Toughness Equations.*" in *Materials Science and Technology*, D.o.M. The Institute of Metals, Imperial College of Science, Technology and Medicine, Editor. 1989: London.

[59] Perveen, A., Rahman, M. and Wong, Y. S., "*Comparative Micro-grinding Performance of BK-7, Lithosil and N- SF14 Glass Using On-machine Fabricated PCD Tool.*". 2009: Singapore. p. 6.