UNIVERZITET U NOVOM SADU
PRIRODNO-MATEMATIČKI
FAKULTET
DEPARTMAN ZA FIZIKU

Određivanje mikrotvrdoće i modula elastičnosti halkogenidnih stakala sa bakrom

- diplomski rad -

Mentor: Prof. dr Svetlana Lukić

Kandidat: Aleksandar Antić

Novi Sad, 2009

Ovom prilikom želim da se zahvalim:

Dr Svetlani Lukić*, redovnom profesoru Prirodno – matematičkog fakulteta u Novom Sadu, mentoru ovog rada, najpre na izboru teme, zatim na korisnim sugestijama i primedbama koje su u mnogome doprinele poboljšanju kvaliteta rada. Posebno sam zahvalan na svesrdnoj pomoći prilikom interpretacije rezultata merenja.*

Dr Dragoslavu Petroviću*, redovnom profesoru Prirodno – matematičkog fakulteta u Novom Sadu, koji mi je, kao šef katedre za eksperimentalnu fiziku kondenzovanog stanja materije, omogućio da se bavim ovom naučnom oblašću. Posebnu zahvalnost osećam kako zbog snažne podrške tokom studiranja, tako i zbog pomoći, koju mi je zajedno sa profesoricom S. Lukić, pružio van fakulteta u trenucima kada mi je bila najpotrebnija.*

Radenku Kisiću*, stručnom saradniku na Prirodno – matematičkom fakultetu, na sugestijama prilikom pripreme uzoraka, kao i na svesrdnoj i nesebičnoj pomoći oko realizacije merenja i obrade rezultata.*

Ovaj rad posvećujem svim dragim osobama bez kojih sam prerano ostao, a pre svega mom ocu Miroslavu i mojoj najboljoj prijateljici Mariji Gavrančić.

SADRŽAJ:

1 Uvod

Ispitivanje materijala svakako predstavlja bitnu osnovu za njihovu adekvatnu primenu. Da bi se određeni materijal mogao primeniti u nauci, tehnici ili privredi, potrebno je ne samo odrediti njegova svojstva nego i kvalitet, podobnost za određenu svrhu, mogućnost nabavke sirovina u dovoljnim količinama, itd.

Mogućnost primene određenog materijala u mnogome zavisi od njegovih mehaničkih osobina. Mehaničke osobine koje se najčešće određuju su: tvrdoća, zatezna čvrstoća, modul elastičnosti, napon tečenja, duktilnost, žilavost loma, itd.

Prilikom određivanja mehaničkih osobina materijal (čvrsto telo) se izlaže dejstvu spoljašnjih sila, zbog čega trpi određenu deformaciju, koja je, u suštini, makroskopska posledica pomeranja atoma i molekula datog materijala iz ravnotežnog položaja. Uticaju spoljašnjih sila suprotstavljaju se atomske ili međumolekulske sile, koje teže da atome i molekule vrate u ravnotežne položaje. Stoga se kaže da se ispitivani materijal u tim okolnostima nalazi u napregnutom (naponskom) stanju, koje se karakteriše naponom, fizičkom veličinom koja se predstavlja pomoću vektorskog polja[1].

Deformacije makroskopskih čvrstih tela mogu se podeliti na dve vrste: *elastičnu* i *plastičnu* deformaciju. O elastičnoj deformaciji se govori ukoliko je telo, nakon destva spoljašnjih sila povratilo svoj prvobitni oblik i zapreminu. U protivnom, deformacija je plastična. Dve navedene vrste deformacija predstavljaju granične slučajeve realnih deformacija, u kojima često učestvuju obe, sa različitim udelima. Pri teorijskom razmatranju deformacija čvrstog tela, koristi se model kontinuuma, odnosno telo koje se realno sastoji od atoma i molekula između kojih je vakuum, zamenjuje se neprekidnom sredinom. Opravdanost ovog modela dosledno je argumentovana u brojnoj literaturi koja se bavi mehanikom neprekidnih sredina.

U ovom radu dat je opis konvencionalnih metoda određivanja tvrdoće i modula elastičnosti, kao i detaljniji pregled jedne specifične dinamičke metode (metode *Oliver – Pharr* – a), koja se u poslednje vreme zbog brojnih pogodnosti najčešće koristi za određivanje tvrdoće i modula elastičnosti kod tankih uzoraka (filmova). Pomenuta metoda je upotrebljena za određivanje ovih mehaničkih osobina kod halkogenidnih četvorokomponentnih stakala koja sadrže bakar.

2 Tvrdoća materijala

Tvrdoća materijala (eng. *hardness*) predstavlja jedan od najvažnijih parametara kojim se utvrđuju mehaničke osobine i kvalitativno se može definisati kao otpor koji površina ispitivanog materijala pruža pri neposrednom kontaktu sa nekim drugim telom. Potrebno je da telo pomoću kojeg se ispituje tvrdoća, tzv. utiskivač (koristi se i naziv indentor) bude izrađeno od naročito tvrdog materijala, kako se i samo ne bi značajno deformisalo prilikom kontakta sa površinom ispitivanog materijala. Mala deformacija utiskivača u praksi se uvek javlja, i kod preciznih merenja tvrdoće i modula elastičnosti, ona se uzima u obzir. Osim ovog uslova, utiskivač mora imati tačno definisan oblik i

[1] Vektorsko polje je preslikavanje koje svakoj tački (x,y,z), nepraznog podskupa G, koji predstavlja određenu oblast prostora R^3, pridružuje vektor čije su komponente u opštem slučaju funkcije prostornih koordinata i vremena. U slučaju napona $\vec{P}$, koji je vektorska veličina, za komponente tog vektora može se pisati: $P_x = P_x(x,y,z,t)$, $P_y = P_y(x,y,z,t)$ i $P_z = P_z(x,y,z,t)$.

dimenzije, koji zavise od upotrebljene metode merenja tvrdoće, a utiskivanje se obavlja pod dejstvom sile koja je određena funkcija vremena i u tačno propisanim uslovima, određenim brojnim standardima. Ovi uslovi moraju biti zadovoljeni kako bi se rezultati merenja tvrdoće primenom različitih metoda mogli upoređivati, kao i da bi se višestrukom primenom jedne metode dobili reproducibilni rezultati.

Prema načinu delovanja sile, metode određivanja tvrdoće mogu se podeliti na *statičke* i *dinamičke*. Kod statičkih metoda sila kojom aparat preko utiskivača deluje na površinu ispitivanog materijala ravnomerno raste do određene maksimalne vrednosti, zatim neko vreme zadržava tu vrednost, pa postepeno opada, dok se kod dinamičkih metoda ova sila svodi na udar ili elastični odskok utiskivača sa površine ispitivanog materijala (dejstvo sile je u ovom slučaju gotovo trenutno).

Prilikom određivanja tvrdoće površina materijala mora biti ravna i fino izbrušena (postoji propisana finoća obrade u zavisnosti od vrste i dimenzija utiskivača). Obrada površine mora se izvesti tako da ne dođe do pregrevanja ili deformacija koje bi mogle da izazovu promene u strukturi površinskog sloja.

2.1 Statičke metode određivanja tvrdoće

Najčešće korišćene metode za određivanje tvrdoće statičkim dejstvom sile. su: Brinell – ova, Meyer – ova, Vickers – ova i Rockwell – ova metoda. Kod prve tri metode, tvrdoća se definiše kao odnos sile utiskivanja i površine koju ostavlja utiskivač, dok se kod četvrte metode tvrdoća definiše preko dubine utiskivanja.

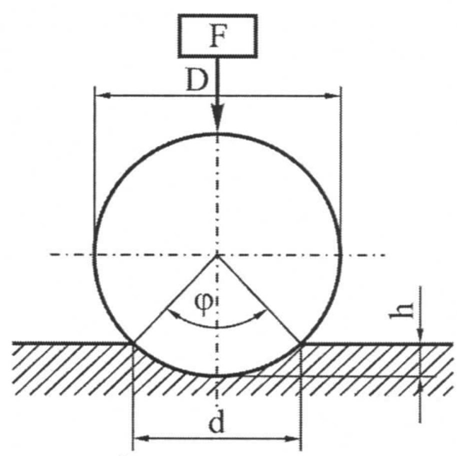
2.1.1 Brinell – ova metoda za određivanje tvrdoće

Kao utiskivač pri primeni Brinell – ove metode upotrebljava se čelična kuglica ili kuglica od tvrdog metala, prečnika D. Materijal za izradu kuglice najčešće je kaljeni čelik sa najmanjom tvrdoćom od $850\,\mathrm{kgf/mm^2}$ po Vickers – u[2] (što predstavlja približno $8336\,\mathrm{N/mm^2}$). Prečnik kuglice je takođe standardizovan i on može biti 10, 5 ili $2{,}5\,\mathrm{mm}$, a retko se upotrebljava kuglica prečnika 2, odnosno $1\,\mathrm{mm}$. Sama kuglica mora biti tačnih dimenzija, polirana i bez površinskih grešaka.

Tvrdoća po Brinell – u se definiše kao /1/:

$$HB=\frac{F}{S}=\frac{2F}{\pi D\left(D-\sqrt{D^2-d^2}\right)}\ \left[\mathrm{kgf/mm^2}\right] \quad (2.1)$$

gde je F - vrednost sile kojom se utiskuje kuglica, S - površina otiska (ovde je u pitanju kalota), a D i d prečnici kuglice i kruga otiska, respektivno (izraženi u mm), kao što je prikazano na slici 1.



Slika 1. Šematski prikaz nastanka otiska primenom Brinell – ove i Meyer – ove metode

[2] U literaturi /1/ se koristi *kilopond* – kp, jedinica za silu koja nije jedinica SI sistema. Kilopond predstavlja težinu tela mase $1\,\mathrm{kg}$, pa važi relacija; $1\,\mathrm{kp} \approx 9{,}807\,\mathrm{N}$. Ovaj termin je zastareo, a zamenio ga je kgf (eng. *kilogram force*) koji ima istu vrednost.

Izbor veličina F i D zavisi od vrste ispitivanog materijala. Pri izboru odgovarajućeg utiskivača mora se voditi računa o dimenzijama uzorka za ispitivanje. Da bi se izbegao uticaj ojačavanja uzorka i deformacija u okolini otiska na rezultate merenja, ne sme se desiti da otisak bude blizu ivice uzorka (na primer, udaljenost centra otiska od ivice uzorka kod čelika, bakra i njegovih legura treba da je veća od $2{,}5\,d$, dok kod lakih metala i njihovih legura ovo rastojanje treba da iznosi bar $3\,d$), kao ni da dubina otiska bude velika u odnosu na debljinu uzorka (debljina uzorka treba da je bar 8 – 10 puta veća od dubine otiska). Rastojanje između centara dva otiska treba da je veće od $4\,d$. Kod lakih metala i njihovih legura to rastojanje treba da bude bar $6\,d$. Ugao φ treba da bude manji od 60° /1, 3/.

Tvrdoća po Brinell – u generalno pokazuje rast sa porastom vrednosti sile utiskivanja, (sem kod mekših materijala, gde se za veće vrednosti te sile zapaža izvestan pad tvrdoće). I prečnik otiska d zavisi od vrednosti sile utiskivanja F. Stoga se za tvrdoću nekog materijala ne može uzeti vrednost dobijena korišćenjem jedne određene vrednosti F. Upoređivanjem vrednosti tvrdoće jednog materijala, dobijenih u dva nezavisna merenja delovanjem različitih vrednosti sila (F_1 i F_2) i korišćenjem utiskivača različitih dimenzija (D_1 i D_2), uočeno je da moraju biti zadovoljeni određeni uslovi, da bi se dobile približno iste vrednosti za tvrdoću. Primenom navedenog obrasca za izračunavanje tvrdoće na dva merenja, u kojima su korišćene različite vrednosti sile utiskivanja i dimenzije utiskivača, dobija se:

$$HB=\frac{2F_1}{\pi D_1\,(D_1-\sqrt{D_1^2-d_1^2})}=\frac{2F_2}{\pi D_2\,(D_2-\sqrt{D_2^2-d_2^2})} \tag{2.2}$$

Korišćenjem relacije dobijene sa slike 1: $sin\frac{\varphi}{2}=\frac{d/2}{D/2}$, odnosno $d=D\sin\frac{\varphi}{2}$, gornja jednakost se nakon elementarnih algebarskih transformacija može svesti na jednostavniji oblik:

$$HB=\frac{2}{\pi\left(1-\cos\frac{\varphi_1}{2}\right)}\frac{F_1}{D_1^2}=\frac{2}{\pi\left(1-\cos\frac{\varphi_2}{2}\right)}\frac{F_2}{D_2^2} \tag{2.3}$$

Iz poslednje jednakosti sledi da je poželjno obezbediti da važi $\varphi_1=\varphi_2$ i $F_1/D_1^2=F_2/D_2^2=const$. Prvi navedeni uslov (koji zahteva da otisci budu geometrijski slični) je teško postići u praksi, međutim pri merenju je dovoljno da se prečnik otiska kreće u intervalu $(0{,}2\,D-0{,}5\,D)$.

Samo određivanje tvrdoće, u principu je jednostavno. Podloga na kojoj stoji uzorak treba da je stabilna i ravna. Površina čija se tvrdoća određuje dovodi se u kontakt sa utiskivačem (kuglicom), koji na datu površinu deluje određenom silom. Porast sile treba da je postepen, takav da se maksimalna vrednost sile dostigne za $15s$. Puno opterećenje se održava najčešće $30s$, za tvrde čelike to vreme može biti kraće dok je za neke materijale koji se lako plastično deformišu (olovo, cink, itd.) to vreme znatno duže, čak i do $180s$ /1/. Maksimalna vrednost sile utiskivanja definiše se i očitava na samom aparatu, a prečnik otiska se obično određuje optički. Postoje razni uzroci koji mogu dovesti do smanjenja preciznosti, prilikom određivanja prečnika otiska (npr.

neravna površina uzorka). Kod krupnozrnastih uzoraka dobijaju se nedovoljno oštre konture otiska. U cilju povećanja preciznosti, merenje se izvodi u dva međusobno normalna pravca, a za prečnik otiska se uzima aritmetička sredina vrednosti dobijenih u ta dva merenja. Tvrdoća po Brinell – u se obeležava sa $HB_{D/F/t}$ (za dati prečnik utiskivača $D\,[\mathrm{mm}]$, datu vrednost sile utiskivanja $F\,[\mathrm{kp}]$ i vreme trajanja njenog dejstva $t\,[s]$).

Pri svakom ispitivanju treba izvršiti više merenja, a aritmetička sredina dobijenih vrednosti predstavlja tvrdoću ispitivanog materijala. Tvrdoća po Brinell – u se izražava u $\mathrm{kgf/mm^2}$. Za vrednosti veće od $25\,\mathrm{kgf/mm^2}$, zaokružuje se na ceo broj, a za vrednosti manje od $25\,\mathrm{kgf/mm^2}$, daje se sa tačnošću od $0{,}1\,\mathrm{kgf/mm^2}$ /1/.

2.1.2 Meyer – ova metoda za određivanje tvrdoće

Mejerova metoda koristi isti utiskivač kao i Brinelova metoda, samo što se tvrdoća definiše na sledeći način /2, 3/:

$$HB=\frac{F}{S}=\frac{4F}{\pi d^2}\;\left[\mathrm{kgf/mm^2}\right] \tag{2.4}$$

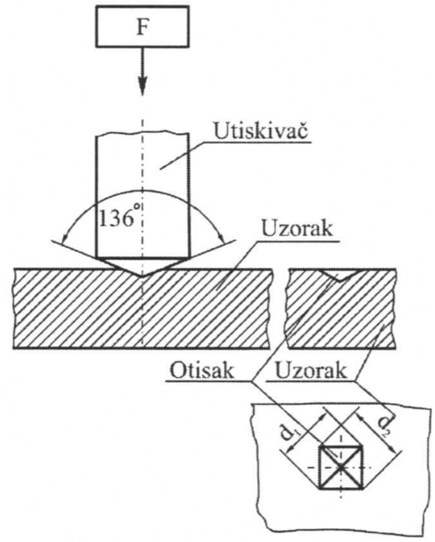
gde oznake F i d imaju isti smisao kao na slici 1. U ovom slučaju S predstavlja površinu projekcije otiska na ravan određenu nedeformisanom površinom uzorka. Ova projekcija je očigledno krug prečnika d. Otisak čelične kuglice ima oblik kalote, a kako je njena površina uvek veća od površine njene projekcije, to je Meyer – ova tvrdoća veća od Brinell – ove tvrdoće za isti ispitivani materijal. Ukoliko se uvede bezdimenzioni parametar: $\eta=d/D$, elementarnim algebarskim transformacijama se može pokazati da važi odnos:

$$\frac{HM}{HB}=\frac{2\,(1-\sqrt{1-\eta^2})}{\eta^2} \tag{2.5}$$

Između Brinell – ove i Meyer – ove tvrdoće postoji, dakle, jednostavna veza. Svi navedeni uslovi koji moraju biti ispoštovani prilikom određivanja tvrdoće Brinell – ovom metodom, važe i za Meyer – ovu metodu, a sam postupak merenja je identičan.

2.1.3 Vickers – ova metoda za određivanje tvrdoće

Kod ove metode se kao utiskivač koristi dijamantski vrh u obliku prave pravilne četvorostrane piramide, kod koje naspramne bočne strane zaklapaju ugao od $(136\pm1)^\circ$, kao što se može videti na slici 2. Vrednost ugla od 136° ciljno je izabrana da bi bio ispunjen uslov o geometrijskoj sličnosti otisaka, jer pri ovom uglu strane piramide dodiruju kuglicu prečnika D u četiri tačke, a rastojanje između naspramnih tačaka iznosi



Slika 2. Šematski prikaz nastanka otiska pri određivanju tvrdoće Vickers – ovom metodom

$d = 0{,}375\,D$, što je upravo srednja vrednost dozvoljenih prečnika otiska po Brinell – ovoj metodi /1/.

Tvrdoća po Vickers – u definiše se analogno kao i po Brinell – u, dakle:

$$HV = \frac{F}{S} \tag{2.6}$$

gde F i S imaju isti smisao kao i u obrascu za odrđivanje tvrdoće po Brinell – u. Usled različite geometrije utiskivača, samo će izraz za površinu otiska imati drugačiji oblik. U ovom slučaju je projekcija otiska na ravan određenu nedeformisanom površinom uzorka kvadrat stranice a i dijagonale $d = \sqrt{2}a$. Ostaje da se nađe veza između S (a to je površina omotača piramide) i d, dijagonale otiska koja se meri pri određivanju tvrdoće.

Usled date geometrije utiskivača, lako se zaključuje da onaj osni presek koji prolazi kroz visine bočnih strana predstavlja jednakokraki trougao kod kojeg je ugao između kraka 136°, pa je otuda ugao između bočnih strana i bazisa piramide 22°. Stoga važi relacija: $P\cos 22^\circ = \frac{1}{4}a^2$, koja povezuje površinu bočne strane P i dužinu stranice otiska a (jer je projekcija bočne strane piramide na njen bazis jednakokrako – pravougli trougao visine $a/2$, i odgovarajuće stranice a). Za površinu omotača dobija se: $S = 4\,P = \frac{1}{2\cos 22^\circ}d^2$. Zamenjujući izraz za S u obrazac za određivanje tvrdoće (2.6), imajući u vidu da je $\cos 22^\circ \approx 0{,}927$ dobija se izraz za izračunavanje tvrdoće koji se upotrebljava pri merenju /1/:

$$HV = \frac{F}{S} = \frac{1{,}854\,F}{d^2}\left[\mathrm{kgf/mm^2}\right] \tag{2.7}$$

Veličina opterećenja kod ove metode kreće se od nekoliko gf pa do 100 kgf sa dozvoljenim odstupanjem od $\pm 1\%$. Vrednost primenjenog opterećenja zavisi od vrste ispitivanog materijala, odnosno od dimenzija uzorka koji se ispituje. Za ispitivanje čelika obično se primenjuje sila od 30 kgf, mada je stndardima dopušteno korišćenje sile u intervalu $1\,\mathrm{kgf} < F < 100\,\mathrm{kgf}$. Više detalja može se naći u literaturi /3/. Ukoliko se primenjuju veće sile određene standardima, vrednosti tvrdoće (*makrotvrdoća*) ne zavise od intenziteta primenjene sile /3/.

Upotrebljavanje sile male vrednosti daje mogućnost određivanja tvrdoće vrlo specifičnih uzoraka, čak i tankih limova i filmova, zatim zaštitnih prevlaka, pa čak i određivanje tvrdoće pojedinih monokristalnih zrna u polikristalnom materijalu. Kada se radi sa ovako malim silama, dobijaju se otisci čije su linearne dimenzije reda veličine 1 μm pa precizno merenje njihove površine predstavlja ozbiljan zadatak. Da bi se istakli uslovi merenja, u ovom slučaju upotrebljava se termin *mikrotvrdoća* /3/. U mikropodručju, za razliku od makropodručja, treba voditi računa o zavisnosti tvrdoće od sile opterećenja, ali i od pripreme površine uzorka, trenja između utiskivača i materijala, elastičnih osobina materijala, itd.

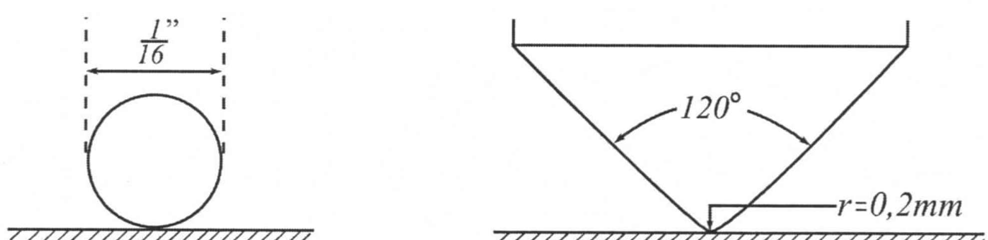
Najčešće se aparati za određivanje tvrdoće po Vickers – u sastoje od sistema sa dijamantskim vrhom, koji obezbeđuje pravilno utiskivanje istog u površinu ispitivanog materijala, i optičkog sistema pomoću kojeg se može posmatrati otisak i određivati dužina njegove dijagonale, pri čemu se dužine dijagonala po pravilu mere sa tačnošću od $\pm 0{,}002$ mm. U principu je postupak određivanja tvrdoće isti kao i kod Brinell – ove metode, pri čemu, ovde nema potrebe voditi računa o ispunjenju uslova $F/D^2 = const$, tako da se dobija ista vrednost tvrdoće za dati materijal bez obzira na veličinu sile i dimenzije otiska. Sila mora da bude normalna na površinu ispitivanog materijala, a vreme trajanja maksimalne vrednosti sile utiskivanja zavisi od vrste ispitivanog materijala.

Površina ispitivanog uzorka mora biti ravna i glatka da bi se dijagonale otiska mogle izmeriti. I kod Vickers – ove metode treba voditi računa o rastojanju centra otiska od ivice ispitivanog uzorka, kao i o rastojanju između centara dva otiska (ovo rastojanje treba da bude bar $2{,}5\,d$). Debljina uzorka treba da bude takva da se na suprotnoj strani ne primete tragovi ispitivanja (u praksi se pokazuje da debljina treba da je bar $1{,}2\,d$, dok kod lakih metala ova vrednost iznosi $1{,}5\,d$) /1, 3/.

Vickers – ova metoda se obeležava sa $HV_{F/t}$ (za datu maksimalnu vrednost sile $F\,[\text{kgf}]$ i vreme trajanja njenog dejstva $t\,[s]$). Vrednosti na koje se zaokružuju rezultati iste su kao i kod Brinell – ove metode /1, 3/.

2.1.4 Rockwell – ova metoda za određivanje tvrdoće

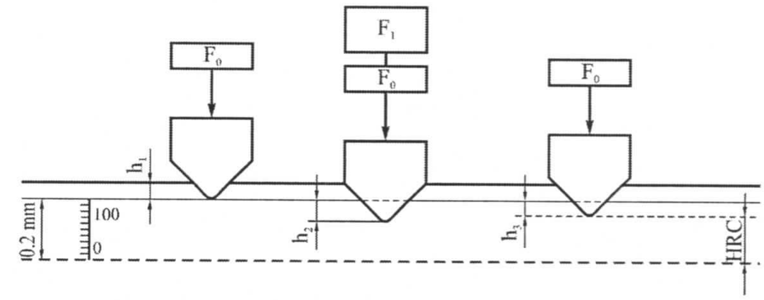
Tvrdoća po Rockwell – u definiše se kao dubina otiska koju ostavlja utiskivač u materijalu, izražena na poseban način – u Rockwell – ovim jedinicama. Ova metoda podrazumeva korišćenje čelične kuglice ili dijamantskog konusa, kao utiskivača. Ako se koristi kuglica, ona može imati prečnik od: 1/16", 1/8", 1/4" i 1/2"[3]. Dijamantski utiskivač ima oblik konusa sa uglom pri vrhu $(120 \pm 0.5)^\circ$, a završava se polu – sferom poluprečnika 0.2 mm /1/ (slika 3). Postoji više načina utvrđivanja tvrdoće po Rockwell – u, koji se obeležavaju velikim slovima latinice A, B, C itd. Simbol za tvrdoću određenu Rockwell – ovom metodom je *HR*, a na njega se dodaje slovo koje označava primenjeni postupak (npr. *HRA*, *HRB*, ...).



Slika 3. Šematski prikaz utiskivača koji se koriste za određivanje tvrdoće Rockwell – ovom metodom

Određivanje tvrdoće B i C izvodi se na taj način što se na ravnu površinu, koja se pripremi u skladu sa standardima (vodeći računa kako o korišćenoj aparaturi, tako i o mogućnostima obrade samog uzorka), deluje preko utiskivača silom od $F_0 = 10$ kgf (tzv. predopterećenje). Ovo predopterećenje dodaje se postepeno i služi za otklanjanje uticaja neravnina površine. Za to vreme utiskivač prodre u materijal do određene dubine h_1 (slika 4) /1, 3/. Zatim se deluje glavnim opterećenjem (F_1) na utiskivač. Ovo opterećenje za *HRB* iznosi 90 kgf, a za *HRC* 140 kgf. Pod dejstvom ukupne sile opterćenja, utiskivač prodire u materijal do dubine h_2, i pri tom dolazi do plastičnih i

[3] Prečnik kuglice je izražen u inčima: 1" = 25.4mm



Slika 4. Postipak određivanja tvrdoće Rockwell – ovom metodom

elastičnih deformacija ispitivanog materijala (elastične deformacije javljaju se i u sistemu aparata za merenje). Ovo opterećenje se drži dok se kazaljka aparata ne umiri što je znak da je prodiranje utiskivača završeno. Nakon toga, uklanja se glavno opterećenje. Na ovaj način eliminiše se uticaj elastičnih deformacija u materijalu, a utiskivač se vraća za određenu dužinu i tako se dobija prava dubina prodiranja h_3, kao što je prikazano na slici 4. Preostalo opterećenje od $10\,\mathrm{kgf}$, obezbeđuje da utiskivač bude pritisnut na dno otiska. Kao merilo tvrdoće uzima se veličina c koja se određuje iz obrasca /1/:

$$c = \frac{h_3 - h_1}{0{,}002\ \mathrm{mm}} \tag{2.8}$$

gde se date dubine prodiranja izražavaju u mm, tako da je veličina c bezdimenziona. Skala komparatora je tako konstruisana da jednom podeoku odgovara $0{,}002\ \mathrm{mm}$.

Ako bi veličina c služila za određivanje tvrdoće, kod mekših materijala razlika u broiocu bi bila veća, te bi se otuda mekšim materijalima pripisivala veća tvrdoća. Da bi se ovo izbeglo, formula za određivanje tvrdoće ima oblik u kome se od date konstante (koja za HRB iznosi 130, dok za HRC iznosi 100) oduzima veličina c, a razlika se izražava u Rockwell – ovim jedinicama /1/:

$$HRB = 130 - c\ [\text{Rockwell-ovih jedinica}] \tag{2.9}$$

$$HRC = 100 - c\ [\text{Rockwell-ovih jedinica}] \tag{2.10}$$

Određivanje tvrdoće po Rockwell – u je jednostavno, otuda što se vrednosti mogu pročitati direktno sa skale instrumenta, bez ikakvog proračunavanja. Skala instrumenta ima dve kazaljke: manju (koja pokazuje vrednost predopterećenja) i veću (koja pokazuje vrednost merene tvrdoće). Dodatni detalji koji se tiču određivanja tvrdoće Rockwell – ovom metodom mogu se naći u literaturi /1/.

Uzorak čija se tvrdoća određuje treba da je bar osam puta deblji od dubine otiska. Obično se, kao i u prethodno navedenim metodama, vrši više merenja i uzima njihova srednja vrednost.

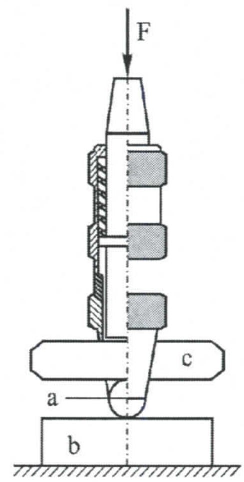
2.2 Dinamičke metode određivanja tvrdoće

Za razliku od statičkih metoda, gde se rad sile utiskivanja troši samo na nastajanje otiska u materijalu, pri dinamičkim metodama određivanja tvrdoće, energija utiskivača se troši još i na energiju odskoka pri padu na uzorak i na zagrevanje ili rad oscilovanja uzorka /1, 3/. Upravo zbog toga, kao mera tvrdoće kod ovih metoda, sem nastalog otiska može poslužiti i visina odskoka utiskivača. Uređaji za ispitivanje tvrdoće dinamičkim metodama lako su pokretljivi, te su podesni za određivanje tvrdoće velikih komada i uopšte materijala u skladištima /3/.

Tri najčešće korišćene dinamičke metode za određivanje tvrdoće su: Poldi – jeva, Shore – ova (skleroskopska) i duroskopska metoda.

2.2.1 Poldi – jeva metoda za određivanje tvrdoće

Ova metoda najčešće se koristi za određivanje tvrdoće tvrdih materijala (npr. metala i njihovih legura). Kao utiskivač se koristi metalna kuglica prečnika $D = 10\,\text{mm}$. Utiskivač se prilikom merenja postavlja između uzorka (koji kao i u prethodno navedenim metodama mora biti adekvatno pripremljen) i etalona - stalka poznate tvrdoće, u položaju prikazanom na slici 5 /1/. Sila F proizvodi se udarcem čekića na gornji deo aparata. Pod dejstvom ove sile dolazi do stvaraja karakterističnog otiska u ispitivanom materijalu i u etalonu. Nepoznata tvrdoća H_S određuje se iz Brinell – ovog obrasca primenjenog na oba otiska.



Slika 5. Šema Poldi – jevog aparata (a-utiskivač, b-uzorak, c-etalon)

$$H_E = \frac{2F}{\pi D\,(D - \sqrt{D^2 - d_E^2})} \qquad H_S = \frac{2F}{\pi D\,(D - \sqrt{D^2 - d_S^2})}$$

, gde su H_E i H_S tvrdoće etalona i ispitivanog materijala, a d_E i d_S prečnici otiska u etalonu i ispitivanom materijalu, respektivno. Deljenjem ove dve jednačine dobija se nepoznata vrednost tvrdoće, koja ne zavisi od primenjene sile utiskivanja F:

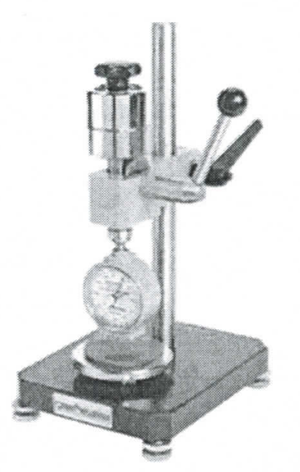
$$H_s = H_e \frac{D - \sqrt{D^2 - d_e^2}}{D - \sqrt{D^2 - d_s^2}} \left[\text{kgf}/\text{mm}^2\right] \tag{2.11}$$

Merenje veličina d_E i d_S vrši se pomoću lupe sa ugraviranom skalom. Jačina udarca je optimalna ukoliko otisci imaju prečnike od 2 do $4\,\text{mm}$. Obično se vrše tri merenja, a rastojanje između otisaka treba da bude veće od dva prečnika otiska.

Brinell – ova i Poldi – jeva metoda uglavnom daju bliske, ali ne jednake vrednosti tvrdoće, stoga što je mehanizam delovanja sile različit, i ako su metode principijelno iste.

2.2.2 Shore – ova (skleroskopska) metoda za određivanje tvrdoće

Pri određivanju tvrdoće Shore – ovom metodom, koristi se skleroskop, aparat koji se sastoji od jedne vertikalno postavljene staklene cevi kalibrisane u tzv. Shore – ovim jedinicama (slika 6) /1/. U cevi se nalazi posebno profilisan čelični teg mase 2,5 g sa zaobljenim vrhom, koji ima dijamantski završetak. Pre merenja, staklena cev se dovodi u vertikalan položaj pomoću viska. Vertikalizaciju cevi potrebno je pažljivo izvesti, kako ne bi došlo do trenja tega o zid cevi, pri njegovom kretanju. Materijal čija se tvrdoća meri postavlja se ispod donjeg dela cevi, pa se sa visine od $h_1 = 254\,\text{mm}$ (10") pusti da teg slobodno pada i čita se visina odskoka na skali h_2, koja je merilo tvrdoće. Kao i u do sada opisanim postipcima, površina uzorka mora biti adekvatno pripremljena.



Slika 6. Shore - ov skleroskop

Treba zapaziti da se kod ove metode do podatka o tvrdoći dolazi posrednim putem, preko ispitivanja elastičnih svojstava površine ispitivanog materijala. Posledica ovoga je da se prilikom upoređivanja tvdoće materijala koji imaju različite module elastičnosti, ukoliko su tvrdoće merene metodom po Shore – u, mogu dobiti pogrešni zaključi. Ova metoda merenja često se koristi prilikom ispitivanja plastičnih i uzoraka od gume.

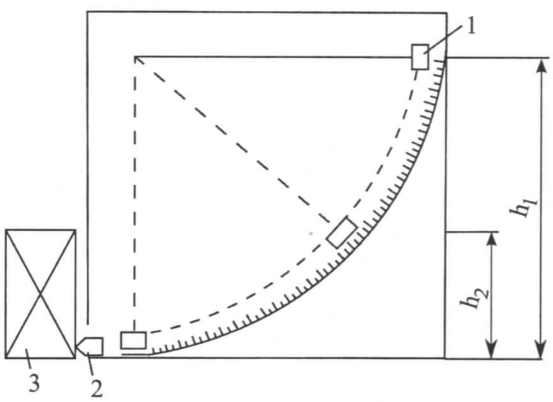
I ako je rad sa skleroskopom jednostavan i brz, ipak se u praksi ređe koristi, jer visina odskoka, osim od tvrdoće, zavisi još od niza faktora (oblika vrha tega, vertikalnosti, aparature, debljine i mase ispitivanog uzorka, stanja površine uzorka itd.). Stoga je teško dobiti reproducibilne rezultate.

Pri merenju tvrdoće nekih metala koristi se teg sa zatupljenim vrhom bez dijamantskog završetka, pa se dobijene vrednosti množe određenim korektivnim faktorom i daju u Šorovim jedinicama.

2.2.3 Duroskopska metoda za određivanje tvrdoće

Ova metoda koristi isti princip određivanja tvrdoće kao prethodno opisana metoda po Shore – u, ali je udarač u obliku klatna. Pre merenja udarač se izvodi iz ravnotežnog položaja do visine h_1 (slika 7), i pušta da slobodno pada /1/.

Pri dostizanju ravnotežnog položaja klatno udara u odbojnik, koji udar prenosi na površinu uzorka. U zavisnosti od elastičnih osobina ispitivane površine i njene tvrdoće, klatno će se odbiti do neke visine h_2, koji registruje kazaljka na skali instrumenta. Rezultati merenja daju se u duroskopskim jedinicama, koje su bezdimenzione, kao i Shore – ove jedinice.



Slika 7. Šematski prikaz rada duroskopa (1-klatno, 2-odbojnik, 3-uzorak čija tvrdoća se određuje)

Na kraju pregleda najčešće korišćenih konvencionalnih metoda određivanja tvrdoće treba istaći da se upoređivanjem statičkih i dinamičkih metoda za određivanje tvrdoće materijala, a pre svega metala, može zaključiti da su statičke metode mnogo tačnije, ali su aparati za njihovo izvođenje znatno komplikovaniji i skuplji. Prednost dinamičkih metoda jeste u tome da su mnogo jednostavnije i brže, međutim tačnost merenja je manja. Kod statičkih metoda utiskivači raznih oblika različito deformišu površinski sloj uzorka. Ove deformacije površine uzorka vezane su za promene mehaničkih osobina, što utiče na rasipanje rezultata merenja.

Od svih do sada navedenih metoda, Vickers – ova metoda ima najviše prednosti. Ima vrlo širok domen upotrebe, daje jasne otiske, što omogućava veliku preciznost merenja, a rezultati (za razliku od Brinell – ove metode) ne zavise od veličine sile kojom se deluje na uzorak. Pošto se mogu dobiti otisci vrlo malih dimenzija, moguće je meriti tvrdoću tankih slojeva i limova, što je teško postići drugim metodama. Za materijale tvrdoće manje od 450 Brinell – ovih jedinica mogu se koristiti sve tri statičke metode, dok su za tvrđe materijale pogodne isključivo Vickers – ova ili Rockwell – ova metoda.

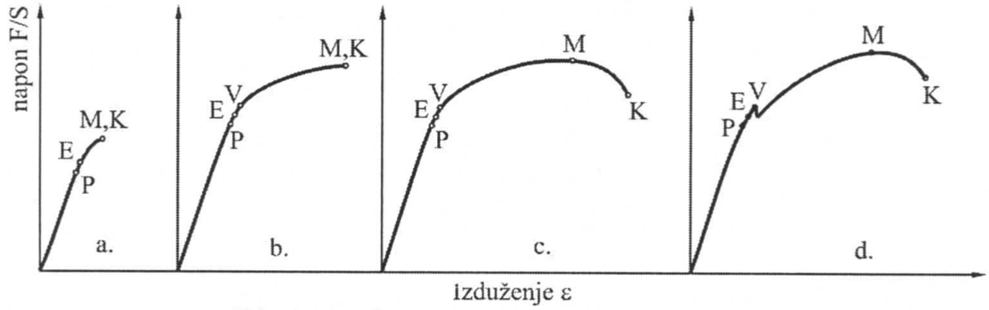
Rockwell – ova metoda je od statičkih najjednostavnija i najbrža, jer se rezultati merenja direktno čitaju na samom aparatu (nema potrebe da se ispituju dimenzije otiska), ali daje manju tačnost od konkurentnih statičkih metoda.

Brinell – ova metoda je dosta tačna, i daje reproducibilne rezultate, a njena prednost je u tome što se kao utiskivač koristi metalna kuglica koja je znatno jeftinija od utiskivača sa dijamantskim vrhom.

3 Modul elastičnosti

Elastičnost predstavlja osobinu tela da nakon prestanka delovanja spoljašnjih sila, koje su izazvale određenu deformaciju, povrati svoje prvobitne dimenzije i oblik. Za objašnjenje pojma modula elastičnosti (koji se naziva i Young – ov modul elastičnosti) može da posluži model čvrstog deformabilnog tela, kod koga je jedna dimenzija dominantna u odnosu na druge dve (npr. prava žica, čija je dužina u nedeformisanom stanju l_0, kružnog poprečnog preseka, površine S_0). Pri tome se pretpostavlja da je jedan kraj žice fiksiran, a na drugom kraju deluje sila F duž ose žice, usmerena tako da izazove njeno izduženje. Pod dejstvom sile žica se deformiše i ima dužinu l, t.j. njena dužina povećana je za određenu vrednost $\Delta l = l - l_0$. Uvode se još dve veličine, neophodne za definisanje modula elastičnosti, a to su napon i relativno izduženje. Napon σ, koji se javlja pri zatezanju, definiše se kao odnos primenjene sile i poprečnog preseka žice: $\sigma = F/S_0$. Relativno izduženje ε predstavlja odnos apsolutnog izduženja i dužine žice u nedeformisanom stanju: $\varepsilon = \Delta l / l_0$ /3, 4/.

Prilikom ispitivanja materijala zatezanjem direktno se mere dve veličine, a to su sila zatezanja F i odgovarajuće apsolutno izduženje Δl, na osnovu kojh se konstruiše dijagram zatezanja, koji predstavlja grafički prikaz zavisnosti $\sigma = \sigma\,(\varepsilon)$, karakterističan za određenu vrstu materijala. Na slici 8 prikazani su karakteristični oblici dijagrama zatezanja za krti materijal (kriva *a*), odnosno različito žilave materijale (krive *b*, *c* i *d*) /1, 3/. Zajednička karakteristika svih prikazanih krivih je postojanje linearne zavisnosti



Slika 8. Karakteristični oblici dijagrama zatezanja

u početnom delu koja označava oblast važenja Hooke – ovog zakona (do tačke P na grafiku).

Hooke – ov zakon odnosi se na malu vrednost napona, koji izaziva malu deformaciju. Stoga se u ovoj oblasti može smatrati da je površina poprečnog preseka žice S_0 konstantna, i ako ona u opštem slučaju zavisi od primenjene sile zatezanja. Pri dejstvu sile, čija vrednost odgovara linearnom delu dijagrama zatezanja, odgovarajuća deformacija je elastična jer po prestanku dejstva sile žica ponovo stiče svoju prvobitnu dužinu. Pod naponom proporcionalnosti σ_P podrazumeva se najveći napon pri kojem još važi proporcionalnost između zatezne sile i trenutnog izduženja. Obzirom na to da svi dijagrami zatezanja prolaze kroz koordinatni početak, matematička forma Hooke – ovog zakona glasi:

$$\sigma = E\,\varepsilon \tag{3.1}$$

Koeficijent proporcionalnosti E predstavlja upravo modul elastičnosti. Pošto je ε bezdimenziona veličina, modul elastičnosti ima dimenziju napona (Pa). Teoretski, brojna vrednost modula elastičnosti za dati materijal odgovara onom naponu koji bi dvostruko povećao početnu dužinu uzorka (žice), pod uslovom da je deformacija elastična, jer je u tom slučaju $\varepsilon = 1$. Bitno je istaći da su u praksi za veliki broj materijala maksimalne vrednosti relativnog izduženja za koje je deformacija uzorka elastična mnogo manje od 1. Ovim vrednostima odgovaraju apscise tačke P na dijagramima zatezanja, prikazanim na slici 8. Stoga se modul elastičnosti kod materijala kod kojih postoji linearni deo na dijagramu zatezanja određuje kao tangens ugla koji taj deo dijagrama gradi sa apscisom.

U praksi se, kod materijala kod kojih na dijagramu zatezanja postoji oblast u kojoj važi $\mathrm{d}\sigma/\mathrm{d}\varepsilon = const$, modul elastičnosti određuje tako što se za nekoliko uzastopnih jednakih priraštaja sile ΔF mere izduženja Δl, pomoću pogodnog ekstenzometra (uređaja koji vrlo precizno meri promenu dužine uzorka). U idealnom slučaju, merena izduženja bi trebala biti ista. Realno, to često nije slučaj, pa se modul elastičnosti određije aritmetička sredina vrednosti dobijenih iz eksperimentalnih podataka pomoću jednačine (3.1), gde je $\sigma = F/S_0$ i $\varepsilon = \Delta l/l_0$.

Pri porastu sile (napona) iznad jedne granične vrednosti (tačka E na grafiku), žica se po rasterećenju ne vraća u potpunosti na početnu dužinu. Ovaj granični napon se naziva napon elastičnosti σ_E /1, 3/.

Na dijagramima zatezanja (krive *b*, *c* i *d*) primećije se da nakon porasta napona iznad vrednosti određene tačkom V (ova tačka ne javlja se kod krtih materijala, jer dolazi do pucanja materijala pri malom povećanju napona iznad vrednosti σ_E), dolazi do pada nagiba krivih napon – relativno izduženje. Napon σ_V pri kome relativno izduzenje počinje primetno brže da raste naziva se granica razvlačenja /3/. Više detalja vezanih za analizu dijagrama zatetanja može se naći u literaturi.

U praksi se prilikom određivanja modula elastičnosti moraju ispuniti brojni standardi koji se odnose na dimenzije i oblik ispitivanih uzoraka kao i na način njihove pripreme. Tako se postiže najbolja reproducibilnost merenja. Detalji koji se odnose na konkretna merenja mogu se naći u odgovarajućim standardima.

4 Oliver – Pharr – ova metoda

4.1 Osnovne postavke i istorijski razvoj metode

U poslednjih par decenija načinjen je veliki napredak u razvoju tehnika za testiranje mehaničkih osobina materijala na mikro i nanometarskoj skali. Za to je prevashodno zaslužan razvoj instrumenata kojima je moguće, sa veoma velikom preciznošću, istovremeno meriti opterećenje F (trenutnu silu kojom se preko utiskivača deluje na uzorak), i dubinu prodiranja utiskivača h izazvanu dejstvom datog opterećenja, merenu u odnosu na ravan određenu nedeformisanom površinom uzorka. Zahvaljujući tome, postoji mogućnost da se na osnovu krive zavisnosti između F i h

utvrde određene mehaničke osobine uzorka, bez potrebe za određivanjem površine nastalog otiska direktnim merenjem. Dve veličine koje se najčešće određuju upotrebom ove grupe metoda su tvrdoća H i modul elastičnosti E. Pri merenju, najčešće se vremenska zavisnost opterećenja F zadaje analogno zavisnosti opisanoj kod Vickers – ove i Brinell – ove metode.

Problem kontakta elastičnih tela, koji igra ključnu ulogu u analizi podataka dobijenih prilikom merenja, teorijski je prvi put razmatran krajem 19 – og veka (Hertz /5/, Bossinesq /6/). Prvi radovi vezani za ovu oblast ticali su se razvoja metoda za određivanje raspodela napona i deformacija koja su u elastičnoj sredini izazivana prodiranjem krutog aksijalno simetričnog tela. Hertz je proučavao problem kontakta dve sferne površine, različitih radijusa, i elastičnih osobina. Njegovi rezultati u mnogome su doprineli uključivanju efekata, nastalih kao posledica elastičnosti samih utiskivača, u analizu rezultata merenja tvrdoće i modula elastičnosti. Veliki doprinos razvoju teorije pružio je i Sneddon, koji je izveo opšte obrasce, koji povezuju opterećenje i dubinu prodiranja utiskivača, u slučaju kada se oblik utiskivača može opisati glatkom funkcijom /7, 8/. Za slučaj jednostavne geometrije utiskivača, pri elastičnom kontaktu sa ravnom površinom ispitivanog materijala, može se pisati:

$$F = \alpha h^{m} \tag{4.1}$$

gde su α i m konstante za dati materijal i oblik utiskivača (na primer, za utiskivač oblika ravnog cilindra $m = 1$, za konus $m = 2$, dok je za paraboličnu geometriju, kao i za sfernu geometriju utiskivača pri malim dubinama prodiranja, $m = 1{,}5$) /7, 8/.

Ukoliko se u analizu uključi plastičnost materijala, ona se znatno komplikuje zato što su jednačine koje opisuju ponašanje materijala nelinearne i zahtevaju uvođenje brojnih parametara koji karakterišu dati materijal, te se rešenja gotovo uvek dobijaju korišćenjem numeričkih metoda /9/. Posledica ove činjenice je da veliki deo saznanja o ulozi plastičnosti u analizi mehaničkih osobina proizilazi iz kompjuterskih simulacija i eksperimenata, i iz njih dobijenih polu – empirijskih ili empirijskih zavisnosti.

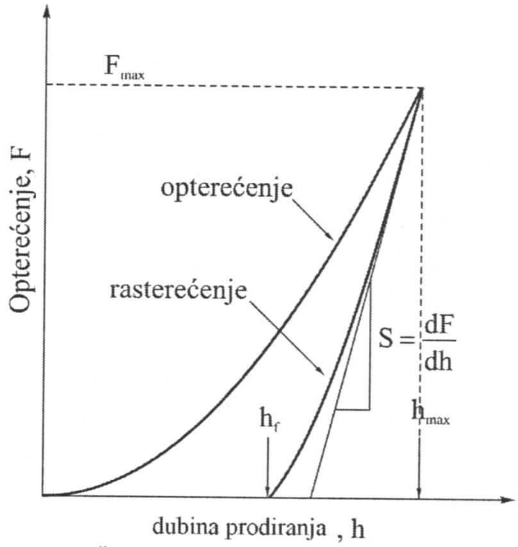
Eksperimente u kojima su mehaničke osobine materijala bile određivane kontinualnim merenjem opterećenja i dubine prodiranja utiskivača među prvima je sproveo Tabor, koji je proučio veliki broj metala koristeći sferni utiskivač /10/. Potom su Stillwell i Tabor sproveli slično istraživanje u kom su koristili konusni utiskivač /11/. Nakon velikog broja eksperimenata, došlo se do jednog važnog zapažanja, koje se tiče oblika otiska u materijalu nakon što se utiskivač ukloni i materijal elastično oporavi. Utvrđeno je da kod metala, otisak nastao zbog dejstva sfernog utiskivača takođe ima sferni oblik, nešto većeg radijusa od radijusa utiskivača, dok je otisak nastao prilikom korišćenja konusnog utiskivača takođe konusnog oblika sa nešto većim uglom pri vrhu. Tabor je iskoristio ova zapažanja i pokazao da se, za date geometrije utiskivača, oblik krive rasterećenja i ukupno smanjenje dubine otiska u uzorku, usled elastičnog oporavka pri povlačenju utiskivača, mogu dovesti u vezu sa modulom elastičnosti i površinom kontakta između utiskivača i ispitivanog materijala. Još neka bitna zapažanja su proistekla iz ovih istraživanja.

1. Prečnik otiska nastalog u materijalu usled dejstva konusnog utiskivača se tokom rasterećenja uzorka ne menja (menja se samo dubina otiska)
2. Uzorak se na istom mestu mora opteretiti i rasteretiti nekoliko puta pre nego što njegova plastičnost iščezne, odnosno njegovo ponašanje prilikom opterećenja i rasterećenja postane reverzibilno

3. Efekti nastali usled toga što je i utiskivač podložan deformaciji, mogu se uračunati definisanjem efektivnog (redukovanog) modula elastičnosti E_{eff} pomoću izraza /11/:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \qquad (4.2)$$

gde su ν_i i E_i, Poasonov koeficijent[4] i modul elastičnosti utiskivača (indentora), respektivno i te veličine su unapred poznate, a ν i E predstavljaju iste veličine za uzorak. Navedena relacija je opšteg tipa, i važi za sve aksijalno simetrične utiskivače. I ako je originalno izvedena za slučaj elastičnog kontakta, pokazalo se da daje dobre rezultate i u slučaju elastično – plastičnog kontakta. Poasonov koeficijent uzorka trebalo bi poznavati iz nekih drugih ispitivanja.



Slika 9. Šematski prikaz tipične krive zavisnosti između opterećenja kojim se preko utiskivača deluje na uzorak F , i dubine prodiranja utiskivača h

Porast interesovanja za istraživanja mehaničkih osobina na osnovu zavisnosti između veličina F i h počeo je 70 – tih godina prošlog veka. Grupa sovjetskih istraživača (Bulychev, Alekhin, Shorshorov) sa saradnicima koristila je aparatiru za merenje mikrotvrdoće pomoću koje su dobijani rezultati koji se mogu predstaviti tipičnom histerezisnom krivom zavisnosti između F i h, koja je prikazana na slici 9 /12 - 16/.

Prilikom tumačenja karakterističnog oblika F - h krive smatra se da se tokom inicijalnog opterećenja koje raste od nulte do određene maksimalne vrednosti F_{max} javljaju i elastične i plastične deformacije u ispitivanom materijalu, pa rast opterećenja prati i rast dubine prodiranja utiskivača, tako da dubina prodiranja pri F_{max} dostiže takođe maksimalnu vrednost h_{max}, a da su tokom rasterećenja reverzibilne samo elastične deformacije, dok plastičnost uzorka dovodi do toga da se u njemu formira trajan otisak, dubine h_f.

Tokom inicijalnog opterećenja sa utiskivačem konusnog oblika oblik utiskivača i oblik otiska se savršeno poklapaju, a površina kontakta raste kontinualno sa porastom opterećenja. Međutim, tokom rasterećenja, povratnost elastičnih deformacija uzrokuje promenu oblika otiska. On više nije potpuno konusnog oblika, već ispoljava izvesnu zakrivljenost. Ukoliko se vrši ponovno, elastično opterećenje, kontaktna površina raste postepeno i kontinualno sve dok se ponovo ne uspostavi potpun kontakt. Kontinualna promena kontaktne površine uzrokuje nelinearnost krive rasterećenja (slika 9), o čemu

---

[4] Za objašnjenje definicije Poasonovog koeficijenta može poslužiti čvrsto deformabilno telo, čija je jedna dimenzija dominantna u odnosu na druge dve dimenzije (npr. prava žica, dužine l i kružnog poprečnog preseka, prečnika d). Usled dejstva sila koje deluju duž pravca ose žice, u suprotnim smerovima, doći će do izduženja žice za veličinu $\mathrm{d}l$, ali i do kontrakcije prečnika žice za veličinu $\mathrm{d}d$. Ukoliko je deformacija elastična, Poasonov koeficijent definiše se kao negativan odnos relativne promene prečnika i relativne promene dužine žice: $\nu = -\frac{\mathrm{d}d/d}{\mathrm{d}l/l}$. ν je, dakle, bezdimenzioni parametar koji karakteriše elastična svojstva datog materijala.

će u nastavku teksta biti više reči. Potrebno je definisati još jednu veličinu koja se može odrediti sa F - h krive i koja se koristi za određivanje tvrdoće i modula elastičnosti. U pitanju je kontaktna krutost (eng. *stiffness*) S, koja se definiše kao nagib F - h krive, t.j. $S = dF/dh$.

Modul elastičnosti uzorka E se lako nalazi iz jednačine 4.2 ako je poznat njegov Poasonov koeficijent ν, i ukoliko se odredi efektivan modul elastičnosti sistema utiskivač – uzorak E_{eff}. Postoji relacija koja povezuje S i A[5], veličinu koja predstavlja površinu projekcije kontakta utiskivača i uzorka na ravan koja je određena nedeformisanom površinom uzorka (pri maksimalnom opterećenju) sa E_{eff}. Navedena relacija ima sledeći oblik /17/:

$$S = \frac{\mathrm{d}F}{\mathrm{d}h} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A} \tag{4.3}$$

U poslednjem izrazu pod S se podrazumeva kontaktna krutost koja se odnosi na gornji deo krive rasterećenja (kao što je prikazano na slici 9. povlačenjem tangente na krivu rasterćenja u tački čija je apscisa $h = h_{max}$). Jednačina 4.3 potiče iz teorije elastičnog kontakta. Prvo je dobijena analizom kontakta ravne površine sa konusnim utiskivačem. Naknadno se ispostavilo da data jednačina ima mnogo širu primenu, kao i da se u neznatno korigovanoj formi može koristiti za gotovo sve aksijalno simetrične utiskivače, pa čak i za Berkovićev[6], koji ne poseduje aksijalnu simetriju, a veoma se često koristi u praksi. Ta korekcija odnosi se na množenje desne strane jednačine 4.3 jednim bezdimenzionim parametrom β, čija je vrednost bliska jedinici, i o kome će u poglavlju posvećenom poboljšanjima metode biti više reči.

Početkom 80 – tih godina prošlog veka došlo se do ideje da se opisani postupak merenja tvrdoće i modula elastičnosti može primeniti na tanke slojeve i filmove, i u to vreme su konstruisani aparati kojima je bilo moguće praviti otiske dubine reda veličine $1\,\mu\mathrm{m}$. U slučaju tako malih otisaka a kada se zahteva visoka preciznost, merenje površina njihovih projekcija oduzima dosta vremena i podrazumeva upotrebu optičkih uređaja za čije rukovanje je potrebno određeno iskustvo i stručnost, te predstavlja dodatnu otežavajuću okolnost. Grupa istraživača (Oliver, Hutchings i Petica) predložili su jednostavan metod kojim bi se merile tvrdoća i modul elastičnosti materijala bez potrebe da se direktno određuje površina nastalog otiska, već korišćenjem podataka dobijenih iz F - h krive i znanja o funkciji oblika utiskivača (u pitanju je funkcija koja povezuje površinu poprečnog preseka utiskivača sa rastojanjem od njegovog vrha) /18, 19/. Ovaj metod je baziran na ideji da se pod maksimalnim opterećenjem uzorak prilagodi obliku utiskivača do određene dubine h_c. Imajući u vidu definiciju veličine A, ukoliko se funkcija oblika utiskivača obeleži sa f, može se pisati $A = f(h_c)$. Na ovom mestu se postavlja pitanje izbora dubine do koje je uzorak, pri maksimalnom opterećenju, u direktnom kontaktu sa utiskivačem (t.j. veličine h_c, koja se često naziva kontaktna dubina). Ukoliko bi bilo poznato koju vrednost za kontaktnu dubinu treba

[5] U ovom delu teksta, i nadalje, za površinu projekcije otiska biće korišćena oznaka A, umesto dosadašnje oznake S, da ne bi došlo do konfuzije, jer se sa S obeležava kontaktna krutost.

[6] Berkovićev utiskivač ima oblik prave pravilne trostrane piramide, čija je geometrija tako podešena, da poprečni presek piramide koji je paralelan sa njenom osnovom, i nalazi se na udaljenosti h od vrha piramide ima približno istu površinu kao i dati poprečni presek za Vickers – ov utiskivač. Time je omogućena najbolja geometrijska sličnost otisaka dobijenih korišćenjem različitih utiskivača.

koristiti, ona bi bila uvrštena u funkciju oblika utiskivača f. Na taj način može se izračunati površina projekcije otiska, neophodna za određivanje kako modula elastičnosti, tako i tvrdoće iz njene klasične definicije:

$$H = \frac{F_{max}}{A} \tag{4.4}$$

Dva su očigledna izbora, mada ne i jedina, za veličinu h_c, a to su h_{max} i h_f. Koristeći transmisioni elektronski mikroskop (TEM) da bi odredio funkciju oblika utiskivača (odnosno mereći A, za poznate vrednosti h_{max} i h_f dobijene direktno iz merenja), Oliver je zaključio da korišćenje h_f daje rezultate koji su u boljoj saglasnosti sa poznatim podacima o tvrdoći i modulu elastičnosti ispitivanih materijala, i ako su primećena određena odstupanja /19/.

Koristeći tadašnje eksperimentalno iskustvo, Doerner i Nix su predložili novi postupak određivanja veličine h_c /20/. Njihov pristup bio je vezan za opažanje, koje se u to vreme činilo ispravnim, da je kontaktna krutost konstanta veličina tokom početne faze rasterećenja (ovo bi značilo da se u tom opsegu može pretpostaviti linearna zavisnost između F i h). Ovo odgovara teorijskom modelu u kome se kao utiskivač koristi ravan cilindar, pa se tokom početne faze rasterećenja površina kontakta između utiskivača i uzorka ne menja. U skladu sa tim, za kontaktnu krutost je uzet nagib prave koja je tangenta na krivu rasterećenja, u tački kojoj odgovara apscisa $h = h_{max}$. Za nezavisno izračunavanje A, Doerner i Nix su predložili jednostavan empirijski metod po kome bi za h_c uzeli vrednost koja se dobija u preseku tangente na krivu rasterećenja, u tački kojoj odgovara apscisa $h = h_{max}$, i same apscise (slika 9). Pokazalo se da ta predložena vrednost daje bolje vrednosti za tvrdoću i modul elastičnosti, u poređenju sa h_{max} i h_f /20/.

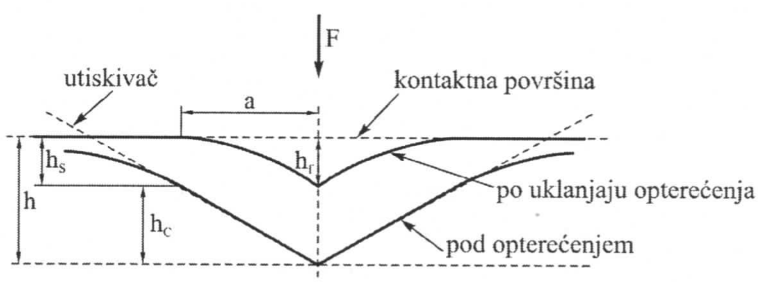
Oliver i Pharr su naknadno sproveli istraživanje na velikom broju materijala iz kojeg su zaključili da pretpostavka o konstantnoj kontaktnoj krutosti, i ako u pojedinim slučajevima daje dobre rezultate, nije sasvim osnovana. Takođe su razvili metodu dinamičkog merenja kontaktne krutosti, i otkrili da se kontaktna krutost konstantno menja i tokom početne faze rasterećenja uzorka, što ukazuje na to da se kontaktna površina takođe konstantno menja tokom početnog povlačenja utiskivača što ne ide u prilog modelu utiskivača oblika ravnog cilindra, predloženom od strane Doerner – a i Nix – a /17/. Na osnovu dobijenih rezultata, Oliver i Pharr su predložili metod za određivanje kontaktne dubine za koji se pokazalo da u velikom broju slučaja daje odlične rezultate, te će mu u nastavku teksta biti posvećena veća pažnja.

4.2 Određivanje kontaktne dubine

Istraživanje koje su Oliver i Pharr sproveli na grupi koja obuhvata materijale čije tvrdoće i moduli elastičnosti pokrivaju širok opseg /17/, pokazalo je da se krive rasterećenja vrlo dobro opisuju stepenom zavisnošću, poput one u jednačini 4.1, gde se koeficijent m kreće u intervalu užem od teorijski predviđenog, t.j. $1{,}25 < m < 1{,}51$. O opravdanosti korišćenja ovog modela govore i vrlo visoke vrednosti izračunatih koeficijenata korelacije između F i h (za sve uzorke dobijeno je $r > 0{,}9999$). Obuhvatanjem rezultata velikog broja istraživanja pokazalo se da se u praksi m kreće u intervalu od $1{,}2$ do $1{,}6$. Obzirom na oblik histerezisne krive sa slike 9, jednačina krive rasterećenja razlikovaće se od Sneddon – ove jednačine 4.1 jedino u tome što će u njoj, umesto h, figurisati razlika $h-h_f$. Dakle, empirijska jednačina, koja dobro opisuje oblik krive rasterećenja za veliki broj materijala glasi /17/:

$$F=\alpha\,(h-h_f)^m \tag{4.5}$$

U pomenutom istraživanju korišćen je Berkovićev utiskivač. Pri teorijskom razmatranju koje opisuje oblik krive rasterećenja, Oliver i Pharr su, polazeći od Sneddon – ovih rezultata, proučavali problem elastičnog rasterećenja uzorka pod konusnim (umesto Berkovićevim) utiskivačem. Više je razloga za ovaj izbor. Na primer, za Berkovićev utiskivač, teorijski se ne mogu dobiti analitička rešenja o obliku krive rasterećenja pri elastičnom kontaktu sa uzorkom. Najznačajniji razlozi su što za obe geometrije utiskivača važi da površina poprečnog preseka zavisi od kvadrata udaljenosti istog od vrha utiskivača i oba utiskivača su oštra pri vrhu. Takođe, tokom rasterećenja površina kontakta utiskivača i uzorka menja se kontinualno. Podrazumeva se važenje uslova o geometrijskoj sličnosti otisaka, tako da se može pokazati da bi polu – ugao pri vrhu konusa morao biti 70,3° što će u jednoj od narednih poglavlja biti učinjeno. I utiskivač oblika paraboloida bi bio dobra alternativa, obzirom na to da svaki realan utiskivač ima veće ili manje zaobljenje pri vrhu.



Slika 10. Šematski prikaz nastanka trajnog otiska u uzorku, pri korišćenju konusnog utiskivača

Na slici 10 dat je šematski prikaz nastanka trajnog otiska u uzorku, ukoliko je korišćen konusni utiskivač. Na slici h_s označava dubinu duž koje materijal "potone" (eng. *sink – in*) u okolini kontakta sa utiskivačem, t.j. rastojanje između ravni određene nedeformisanom površinom uzorka i ravni u kojoj leži kružnica koja predstavlja granicu kontakta između uzorka i utiskivača. Očigledno je da za svaku trenutnu dubinu prodora h važi uslov: $h=h_c+h_s$, kao i da sve tri veličine iz ove jednačine zavise od trenutne sile kojom utiskivač deluje na uzorak. Veličina a predstavlja poluprečnik granične kružnice između uzorka i utiskivača, pri maksimalnom opterećenju, odnosno maksimalnoj dubini prodora utiskivača u uzorak. Tokom rasterećenja, materijal se elastično oporavlja, i nakon uklanjanja opterećenja u uzorku ostaje otisak dubine h_f.

Za dalju analizu biće potrebna jednačina 4.3 prepisana u izmenjenoj formi:

$$E_{eff}=\frac{\sqrt{\pi}}{2}\frac{S}{\sqrt{A}} \tag{4.6}$$

iz koje se vidi da je za određivanje efektivnog modula elastičnosti potrebno odrediti kontaktnu krutost S, koja se odnosi na početni deo krive rasterećenja. Nezavisno od toga, u skladu sa već navedenom relacijom $A=f(h_c)$, potrebno je odrediti i kontaktnu dubinu pri maksimalnom opterećenju. Pri pisanju ove relacije treba imati na umu da ona važi pod pretpostavkom da se deformacija utiskivača, pri kontaktu sa uzorkom, može zanemariti.

Površina kontakta između utiskivača i uzorka pri datom maksimalnom opterećenju prevashodno zavisi od geometrije utiskivača i od elastičnih osobina uzorka. Sa slike 10 se vidi da pri maksimalnom opterećenju važi relacija:

$$h_c = h_{max} - h_s \tag{4.7}$$

a pošto se h_{max} može odrediti direktno sa F - h krive, ostaje pitanje određivanja dubine h_s pri maksimalnom opterećenju uzorka. Teorijski rezultat koji je dobio Sneddon za konusni utiskivač /8/, a koji povezuje h_s sa trenutnom dubinom otiska, glasi:

$$h_s = \frac{\pi - 2}{\pi}\left(h - h_f\right) \tag{4.8}$$

Ukoliko se iskoristi izraz 4.5 pri čemu treba imati na umu da je $m = 2$ za konusni utiskivač, kao i definiciju kontaktne krutosti, $S = dF/dh$, nakon elementarnih algebarskih transformacija dobija se sledeći izraz:

$$h - h_f = 2\frac{F}{S} \tag{4.9}$$

U eksperimentima je od interesa ona kontaktna dubina koja odgovara maksimalnom opterećenju, pa to važi i za veličinu h_s. Kombinacija jednačina 4.8 i 4.9 daje veoma važan rezultat:

$$h_s = \varepsilon \frac{F_{max}}{S} \tag{4.10}$$

gde ε predstavlja geometrijsku konstantu koja zavisi od oblika utiskivača, a za konusni utiskivač ima vrednost $\varepsilon = 2(\pi - 2)/\pi \approx 0{,}73$. I u jednačini 4.10 kontaktna krutost se odnosi na nagib krive rasterećenja u tački kojoj odgovara apscisa $h = h_{max}$.

Slično teorijsko razmatranje sprovedeno za druge oblike utiskivača daje izraz za h_s identičan izrazu 4.10, a razlika je samo u vrednosti konstante ε. Tako je za utiskivač oblika pravog cilindra $\varepsilon = 1$, a za utiskivač oblika paraboloida $\varepsilon = 0{,}75$ /17/. Dakle, za utiskivač oblika pravog cilindra važi $h_s = F_{max}/S$. Analizom slike 9 može se zaključiti da ta vrednost za h_s upravo predstavlja rastojanje između h_{max} i preseka obeležene tangente na krivu rasterećenja sa apscisom, što je u skladu sa izborom za h_c koji je predložen od strane Doerner – a i Nix – a. Međutim, saglasnost u izboru h_c između Oliver – Pharr – ove metode i metode koju su predložili Doerner i Nix važi samo za utiskivač oblika pravog cilindra, dok u ostalim slučajevima Oliver – Pharr – ova metoda za određivanje h_c daje nešto veće vrednosti, što zavisi od konkretnog oblika utiskivača. Ukoliko se zahteva visoka preciznost, ta razlika se mora uzeti u obzir.

Nakon određivanja h_c može se izračinati A, i na taj način odrediti H i E_{eff} iz jednačina 4.4 i 4.6 respektivno. Treba primetiti da se tvrdoća izračunata na ovaj način može razlikovati od one koja je dobijena konvencionalnim postupkom, kod koga se direktno meri površina projekcije otiska, na ravan određenu nedeformisanom površinom uzorka, nakon uklanjanja opterećenja. Razlog za ovo odstupanje je to što se kod nekih materijala može desiti da deo kontaktne površine pri F_{max} nije u potpunosti plastično deformisan, pa se nakon ukljanjanja opterećenja kontaktna površina smanji, i tako smanjena se registruje. Utvrđeno je, međutim, da je za veći broj materijala, razlika u vrednostima tvrdoće dobijenim korišćenjem konvencionalne i Oliver – Pharr – ove metode neznatna, dok je u nekim slučajevima zanemarljiva. Naknadno je pokazano da je ova razlika značajna kod materijala sa izuzetno malim vrednostima odnosa E/H /22/.

4.3 Izbor optimalne geometrije utiskivača

Razumno bi bilo pretpostaviti da oblik krive rasterećenja zavisi kako od oblika utiskivača, tako i od mehaničkih osobina uzorka. Međutim, sprovedena su istraživanja koja su pokazala da, ukoliko se na istom grafiku prikažu krive rasterećenja materijala čije tvrdoće i moduli elastičnosti obuhvataju širok opseg, i ukoliko se trenutna sila opterećenja i trenutna dubina utiskivanja prikažu normalizovane u odnosu na njihove maksimalne vrednosti (t.j. na apscisu se nanese veličina $(h-h_f)/h_{max}$, a na ordinatu F/F_{max}), dobija se izuzetno poklapanje krivih za razne materijale /17/. Razlika $h-h_f$ bira se da bi sve krive rasterećenja prolazile kroz zajednički koordinatni početak. Pošto su sve krive rasterećenja u navedenoj literaturi dobijene korišćenjem istog utiskivača, može se zaključiti da na njihov oblik presudan uticaj ima oblik utiskivača, dok je njihova zavisnost od mehaničkih osobina uzorka zanemarljiva.

Pitanje izbora oblika utiskivača, koji bi teorijski najbolje objasnio oblik krivih rasterećenja, dobijenih u eksperimentima može se rešiti poređenjem eksperimentalno dobijenih vrednosti eksponenta m, i vrednosti istog eksponenta predviđene Sneddon – ovom teorijom. U tabeli 1. dat je pregled teorijski dobijenih vrednosti za m, za dati oblik utiskivača, i njima odgovarajućih vrednosti geometrijske konstante ε.

Oblik utiskivača	m	ε
ravan cilindar	1	1
paraboloid	1,5	0,75
konus	2	0,73

Tabela 1. /17/

Kao što je ranije već napomenuto, istraživanja sprovedena na velikom broju materijala su pokazala da se m kreće u intervalu od $1,2$ do $1,6$, sa srednjom vrednošću od $1,4$. Poredeći ovu vrednost sa vrednostima za m prikazanim u tabeli, vidi se da se oblici krivih rasterećenja teorijski najbolje mogu objasniti ako se u analizi koristi parabolična geometrija utiskivača, t.j. ako se pri određivanju h_s, odnosno h_c koristi vrednost $\varepsilon = 0,75$. Rezultati naknadnih istraživanja išli su u prilog ovoj tvrdnji, te je vrednost $\varepsilon = 0,75$ postala standard koji se najčešće koristi u praksi.

Ovde treba imati u vidu da je konus aksijalno simetrični ekvivalent Berkovićevoj piramidi koju su u svojim istraživanjima koristili Oliver i Pharr, a ne paraboloid. Za ovaj, na prvi pogled, neobičan rezultat najverovatnije je odgovorna činjenica da elastični singularitet konusne geometrije otiska nije fizički realan, kada se uzme u obzir plastičnost uzoraka. Takođe, usled činjenice da ne postoji konusni utiskivač sa idealno oštrim vrhom, već je svaki vrh u izvesnoj meri zaobljen, teorijski predviđena raspodela napona oko vrha konusnog utiskivača bliska je onoj raspodeli koja se predviđa za upotrebu utiskivača oblika paraboloida. Više pažnje ovoj temi biće posvećeno u narednim poglavljima, posvećenim naknadnim poboljšanjima metode, uvođenjem koncepta *efektivnog oblika utiskivača.* Ipak treba imati na umu da je razlika u vrednosti geometrijske konstante ε za parabolični i konusni utiskivač samo $0{,}02$, pa će se vrednosti za kontaktnu dubinu h_c, dobijene korišćenjem različitih vrednosti ε, malo razlikovati.

4.4 Određivanje kontaktne krutosti

Do sada nije bilo reči o načinu na koji se iz F - h zavisnosti određuje kontaktna krutost. Jedan od načina koji je korišćen u radovima pre formulisanja Oliver – Pharr – ove metode jeste povlačenje prave linije kroz početni deo krive rasterećenja, a za S bi se uzimao nagib te prave. Nije, međutim, bilo jasno koji deo podataka je trebao biti uzet u obzir, jer kontaktna krutost u mnogome zavisi od dela krive rasterećenja kroz koji je povučena prava linija. Pokazano je da S opada sa porastom tog dela krive rasterećenja /17/. Osim opisane zavisnosti, nađeno je da S zavisi još od nekih faktora, za čiji opis je neophodno obrazložiti zbog čega se, pri merenju tvrdoće Oliver – Pharr – ovom metodom, najčešće koristi karakteristična vremenska zavisnost sile opterećenja. Tačnije, potrebno je opravdati neophodnost održavanja F_{max} tokom određenog vremena, koje zavisi od mehaničkih osobina ispitivanog materijala.

Maksimalna sila opterećenja uzorka održava se neko vreme konstantnom, da bi se minimizirali vremenski zavisni efekti plastičnosti. Ovo se može postići i sukcesivnim povećanjem i smanjenjem opterećenja uzorka nekoliko puta, ili kombinacijom obe pomenute tehnike /17/.

Ukoliko se koristi tehnika pri kojoj se uzorak optereti i rastereti nekoliko puta, primećuje se da je kontaktna krutost (određena povlačenjem prave linije kroz deo krive rasterećenja) tokom prvog rasterećenja veća od one koja se dobije pri poslednjem rasterećenju /17/. Ovo zapažanje može se objasniti pojavom puzanja materijala[7]. Naime, tokom prvog rasterećenja, javlja se puzanje materijala, što uzrokuje pojavu nagiba krive rasterećenja, koji je znatno veći, od datog nagiba pri poslednjem rasterećenju kada su efekti puzanja znatno smanjeni ili potpuno eliminisani, i to je jedan od razloga zbog kojih se poslednja kriva rasterećenja koristi za određivanje kontaktne krutosti.

Procedura određivanja kontaktne krutosti, koju su usvojili Oliver i Pharr, zasniva se na korišćenju jednačine krive rasterećenja 4.5, gde se konstante α i m određuju metodom najmanjih kvadrata, a h_f se određuje direktno sa F - h krive. Diferenciranjem date jednačine po h, dobija se izraz za kontaktnu krutost kao funkciju trenutne dubine. Nakon zamene $h = h_{max}$, dobija se vrednost kontaktne krutosti koja figuriše u jednačini 4.6 iz koje određujemo efektivni modul elastičnosti. Pokazano je da je prednost ove procedure u tome što je znatno manje osetljiva na puzanje materijala /17/.

[7] Puzanje materijala (eng. *creep*) predstavlja ponašanje materijala pri konstantnom opterećenju. Kao mera puzanja materijala koristi se relativna promena dubine otiska (CIT), izražena u procentima. Ona se određuje tako sto se pri fiksiranom opterećenju odredi dubina otiska na početku delovanja tog opterećenja h_1, i konačna dubina na kraju tog delovanja h_2. Dejstvo konstantnog opterećenja treba da bude dovoljno dugo, što je postignuto kada se h_2 ustali na nekoj vrednosti. Mera puzanja se određuje iz relacije: $CIT = 100\frac{h_2 - h_1}{h_1}[\%]$ /23/.

4.5 Primena metode za slučaj sfernog utiskivača

U dosadašnjem delu teksta, opisana je primena Oliver – Pharr – ove metode na određivanje tvrdoće i modula elastičnosti ukoliko se koriste piramidalan ili konusni utiskivač. Nigde nije naglašeno da se opisana metoda može jednako uspešno primeniti ukoliko se koristi sferni utiskivač. Kao što je navedeno na početku poglavlja, teorijom elastičnog kontakta sfernog utiskivača, poluprečnika R_1, i sferne šupljine (koja predstavlja otisak), poluprečnika R_2 bavio se Hertz. Njegova analiza odnosi se na slučaj kada je dubina prodora utiskivača mnogo manja od njegovog poluprečnika ($h_{max} << R_1$). U tu svrhu uvodi se parametar R pomoću jednačine:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \tag{4.11}$$

Veza između sile utiskivanja i dubine prodora utiskivača, koja se odnosi na krivu rasterećenja, data je sledećom relacijom /9, 24/:

$$F = \frac{4}{3}\sqrt{R}\, E_{eff}\left(h - h_f\right)^{3/2} \tag{4.12}$$

Diferenciranjem gornje relacije po h, dobija se izraz koji predstavlja kontaktnu krutost kao funkcuju dubine prodiranja utiskivača:

$$S = \frac{dF}{dh} = 2\sqrt{R}E_{eff}\left(h - h_f\right)^{1/2} \tag{4.13}$$

Zamena $h = h_{max}$ u poslednja dva izraza daje vrednosti za F_{max} i S koje se uvrštavaju u jednačinu (4.10). Za h_s dobija se: $h_s = 2/3\,\varepsilon\left(h_{max} - h_f\right)$. Zamenjujući ovaj izraz u jednačinu (4.7) i imajući u vidu da se za sferne utiskivače, pri malim dubinama prodora utiskivača uzima $\varepsilon = 0{,}75$, konačno se dobija izraz za određivanje kontaktne dubine:

$$h_c = \frac{h_f + h_{max}}{2} \tag{4.14}$$

Dakle, kontaktna dubina u ovom slučaju predstavlja upravo srednju vrednost između maksimalne i finalne dubine otiska. Ovaj teorijski rezultat poklapa se sa vrenošću predloženom od strane Field – a i Swain – a, koji su sproveli istraživanja koristeći sferni utiskivač /25, 26/. Treba primetiti da će se tvrdoće merene Berkovićevim i sfernim utiskivačem razlikovati, zbog različitih izraza za kontaktnu dubinu.

4.6 Funkcija oblika utiskivača i elastičnost okvira uređaja

U dosadašnjem delu teksta prećutno se pretpostavljalo da se utiskivač pri kontaktu sa površinom uzorka ne deformiše, kao ni nosač utiskivača koji predstavlja deo okvira uređaja. Takođe, nije se uzimala u obzir činjenica da svi realni utiskivači imaju oblik koji u izvesnoj meri odstupa od oblika geometrijskih tela. Na primer, realni konusni i piramidalni utiskivači imaju zaobljenje pri vrhu. Kod realnih (aksijalno simetričnih) utiskivača mora postojati bar malo odstupanje od aksijalne simetrije. Prilikom višestrukog korišćenja istog utiskivača njegov oblik se usled habanja može blago izmeniti, itd.

Usled navedenih razloga funkcija oblika realnih utiskivača f ima oblik koji odstupa od onog koji bi se za dati idealni kruti utiskivač dobio primenom jednostavnih geometrijskih metoda. Bilo je poželjno na neki posredan način doći do saznanja o analitičkom obliku funkcije $A = f(h_c)$, kako bi se izbeglo direktno merenje površine otiska, što u slučaju veoma malih otisaka predstavlja težak zadatak ako se insistira na visokoj precznosti merenja. Određivanje funkcije f od velike je važnosti, jer se pomoću nje računa površina A koja figuriše u izrazima za tvrdoću (4.4) i efektivni modul elastičnosti (4.6). Oliver i Pharr su predložili poseban empirijski postupak kalibracije funkcije f koji ne zahteva direktno merenje površine otiska /17, 21/. Ovaj postupak zahteva uvođenje pojma *elastičnosti okvira uređaja*[8].

Da bi se opravdala neophodnost uvođenja pojma elastičnosti okvira uređaja treba imati u vidu da tokom kontakta aparata (preko utiskivača) i uzorka dolazi do deformacije uzorka, ali i samog aparata (mernog sistema). Po trećem Newton – ovom zakonu uzorak (posredstvom utiskivača) deluje na okvir uređaja silom istog intenziteta i pravca, a suprotnog smera, od sile koja izaziva deformaciju uzorka. Okvir uređaja je konstruisan tako da data sila ne može da izazove veliku (plastičnu) deformaciju, ali je mala elastična deformacija (u vidu sabijanja) ipak prisutna. Stoga je vertikalno pomeranje koje registruje merni sistem tokom merenja jednako zbiru pomeranja koja su posledice kako deformacije u samom uzorku, tako i u okviru uređaja. Ovaj efekat je naročito izražen u slučaju primene velikih sila na ispitivanja materijala sa velikom vrednošću modula elastičnosti kada deformacija okvira uređaja može predstavljati značajan deo ukupnog registrovanog vertikalnog pomeranja. Na ovom mestu pomenuta elastičnost kvalitativno predstavlja „osetljivost" tela na dejstvo spoljašnje sile. Elastičnost uzorka, za koji će biti korišćena oznaka C_s, predstavlja odnos priraštaja dubine (deformacije uzorka izazvane prodorom utiskivača) $\mathrm{d}h_s$ i priraštaja sile koji ga je izazvao $\mathrm{d}F$, t.j. $C_s = \mathrm{d}h_s/\mathrm{d}F$. /17, 21/ Analogno se može definisati elastičnost okvira uređaja, za koju će se koristiti oznaka C_{lf}, pa se može pisati $C_{lf} = \mathrm{d}h_{lf}/\mathrm{d}F$ (u pitanju je po intenzitetu isti priraštaj sile). Veličina $\mathrm{d}h_{lf}$ predstavlja kontrakciju dela mernog sistema (okvira, koji zajedno sa postoljem čini merni sistem) usled kontakta sa uzorkom. Uzorak i merni sistem mogu se modelirati kao dve serijski vezane opruge /17, 21/, pa se može pisati:

$$dh = \mathrm{d}h_s + \mathrm{d}h_{lf} \tag{4.15}$$

Deljenjem poslednjeg izraza sa $\mathrm{d}F$, imajući u vidu definicuju veličine C_s i kontaktne krutosti S pri elastičnom kontaktu, date jednačinom (4.3), dobija se:

$$C = C_{lf} + \frac{\sqrt{\pi}}{2\,E_{eff}}\frac{1}{\sqrt{A}} \tag{4.16}$$

Veličina C predstavlja elastičnost sistema uzorak – aparat i kao veličina inverzna kontaktnoj krutosti može se eksperimentalno meriti kao funkcija trenutne dubine prodora utiskivača[9]. Treba napomenuti da je za određeni merni sistem veličina C_{lf}

---

[8] U korišćenoj literaturi na engleskom koristi se termin *load frame compliance* /17, 21/.

[9] Oliver i Pharr su razvili posebnu metodu dinamičkog merenja kontaktne krutosti *CSM* (skraćenica potiče od termina *continuous stiffness measurement*). Oscilatorni signal, male amplitude i visoke frekvencije, superponira se na zadatu vremensku zavisnosti sile utiskivanja od vremena $F = F(t)$. Ovom signalu odgovara odziv koji se manifestuje kao oscilatorni signal, superponiran na zavisnost trenutne

konstanta nezavisna od opterećenja uzorka, jer se deo mernog sistema elastično deformiše, a za elastičnu deformaciju postoji linearna zavisnost između promene dužine i primenjene sile koja tu promenu izaziva. Veoma važna pretpostavka na kojoj počiva metoda određivanja C_{lf} i f, jeste da je efektivni modul elastičnosti (t.j. modul elastičnosti uzorka) nezavisan od dubine prodora utiskivača, t.j. da je konstantan. Ništa se, međutim, ne pretpostavlja o samoj vrednosti modula elastičnosti. Stoga bi između veličina C i $A^{-1/2}$ trebala postojati linearna veza, a iz nagiba regresione prave bi se mogao odrediti efektivan modul elastičnosti. Veličina C_{lf} dobila bi se u preseku regresione prave sa apscisom. Da bi se odredila najpreciznija vrednost C_{lf}, potrebno je praviti duboke otiske, jer bi u tom slučaju A imalo veliku vrednost, i važila bi približna jednakost: $C \approx C_{lf}$.

Za nalaženje funkcije oblika utiskivača Oliver i Pharr su kao kalibracioni materijal koristili aluminijum, zbog njegove male tvrdoće, zahvaljujući čemu su se lako dobijali dublji otisci /17/. U jednom uzorku napravila bi se serija otisaka različite dubine koje bi odgovarale različitim maksimalnim vrednostima primenjene sile utiskivanja. Pri velikim dubinama otiska može se koristiti veza između A i h_c, pri čemu se nesavršenosti realnog utiskivača mogu zanemariti. Za Berkovićevu piramidu, koja je korišćena u istraživanju Oliver – a i Pharr – a, početna procena površine projekcije kontakta utiskivača i uzorka – A dobija se iz relacije /17/:

$$A(h_c) = 24{,}5\, h_c^2 \tag{4.17}$$

Poslednja relacija odnosi se na najveću dubinu otiska, odnosno najveću kontaktnu dubinu. Početne procene veličina C_{lf} i E_{eff} dobijaju se iz regresione prave $C = C\left(A^{-1/2}\right)$ povučene kroz dve tačke koje odgovaraju paru najdubljih otisaka. Dobijene vrednosti C_{lf} i E_{eff} koriste se za računanje vrednosti veličine A iz jednačine (4.16.) prepisane u izmenjenom obliku:

$$A = \frac{\pi}{4}\frac{1}{E_{eff}^2}\frac{1}{\left(C - C_{lf}\right)^2} \tag{4.18}$$

Dakle, za sve otiske u seriji mogu se izračunati vrednosti kontaktne dubine h_c iz relacija (4.7) i (4.10), a poslednja relacija služi da se odrede njima korespodentne vrednosti veličine A. Oliver i Pharr su predložili opštu empirijsku zavisnost koja povezuje vrednosti A i h_c /17/:

$$A(h_c) = \sum_{i=0}^{8} \gamma_i\, h_c^{2^{(1-i)}} = \gamma_0\, h_c^2 + \gamma_1\, h_c + \gamma_2 h_c^{\frac{1}{2}} + \cdots + \gamma_8\, h_c^{\frac{1}{128}} \tag{4.19}$$

gde su γ_i, $i = \{1, 2, ..., 8\}$ fitujuće konstante. Prvi član za $\gamma_0 = 24{,}5$ opisije savršenu Berkovićevu piramidu, dok ostali članovi opisuju odstupanja realnog utiskivača od oblika savršene Berkovićeve piramide prouzrokovana faktorima navedenim na početku poglavlja. Treba naglasiti da je oblik navedene empirijske relacije odabran isključivo

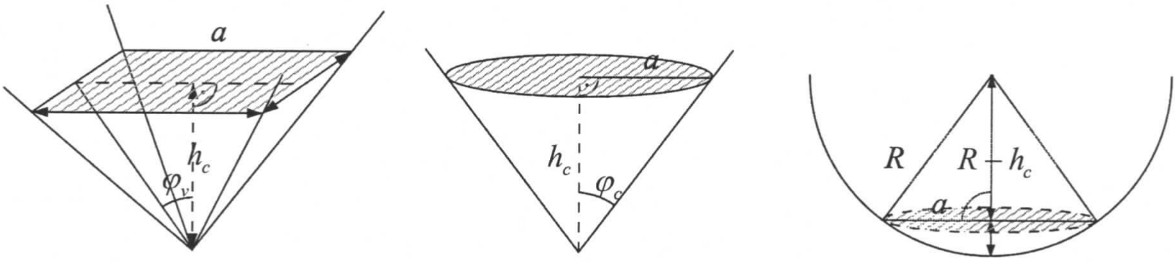
dubine prodora utiskivača od vremena $h = h(t)$. Metoda se bazira na merenju fazne razlike između datih signala i pokazala se veoma korisnom, jer daje zavisnost $S = S(t)$, pomoću koje se može dobiti zavisnost kontaktne ktutosti i veličina koje su u vezi sa njom (kao na primer elastičnost) od trenutne dubine. Više detalja o ovoj metodi dato je u literaturi /17, 21/.

zbog mogućnosti da dobro opiše eksperimentalne rezultate u širokom opsegu vrednosti h_c, a ne zbog nekog određenog fizičkog smisla konstanti γ_i.

Nakon dobijanja početnih vrednosti konstanti γ_i, procedura se nastavlja zbog toga što konkretna forma funkcije oblika utiskivača utiče na vrednosti C_{lf} i E_{eff}, pa se vrednosti A dobijene iz jednačine (4.19) ponovo uvrštavaju u jednačinu (4.16), pri čemu se dobijaju tačnije vrednosti C_{lf} i E_{eff}. Ove nove vrednosti služe za ponovno računanje površine A korišćenjem jednačine (4.18). Na taj način se dobija novi set tačaka (h_c, A) kroz koji se primenom regresione analize povlači nova kriva data jednačinom (4.19), nakon čega se dobija novi niz vrednosi konstanti γ_i. Iterativni postupak se nastavlja sve dok se ne postigne konvergencija. Kada se sa dovoljnom preciznošću odrede konstante γ_i (odnosno, oblik funkcije $A = f(h_c)$) i elastičnost okvira uređaja C_{lf}, funkcija koja prikazuje zavisnost razlike $C - C_{lf}$ od veličine $A^{-1/2}$ bi trebala da bude prava linija koja prolazi kroz koordinatni početak. Upravo ovakvo ponašanje je dobijeno za aluminijum u istraživanju Oliver – a i Pharr – a /17/.

Da bi se predloženi oblik funkcije oblika utiskivača mogao primeniti na oblast manjih kontaktnih dubina i da bi se proverila opravdanost pretpostavke o vrednosti E_{eff} nezavisnoj od sile kojom utiskivač deluje na uzorak, identična procedura primenjena je na grupu materijala čije se tvrdoće i moduli elastičnosti (poznati iz nekih ranijih ispitivanja) nalaze u širokom opsegu. Pri tome se koristila vrednost elastičnosti okvira uređaja C_{lf} koja je dobijena u navedenom ispitivanju, u kome je korišćen aluminijumski uzorak. Ova vrednost najbolje reprezentuje datu veličinu jer se prilikom korišćenja aluminijuma dobijaju najveći otisci. Dakle, za najveće vrednosti h_c dobijene u drugim uzorcima, određena je veličina A pomoću relacije (4.19) dobijene za aluminijum i nakon toga je određen efektivni modul elastičnosti E_{eff} za ostale uzorke korišćenjem relacije (4.6). Nakon toga se pomoću izraza (4.18) odredi serija vrednosti (h_c, A) za sve uzorke. Kako bi se dobio još tačniji oblik funkcije $A = f(h_c)$, i kako bi se njena primena proširila na opseg koji obuhvata sve dobijene kontaktne dubine (granice tog opsega mogu se razlikovati za više redova veličine), vrednosti (h_c, A) za sve uzorke se nanose na jedan grafik kroz koji se povlači regresiona kriva oblika (4.19) pri čemu se dobijaju tačnije vrednosti konstanti γ_i. Nakon ponovnog određivanja funkcije $A = f(h_c)$, ona se koristi da bi se odredile preciznije vrednosti E_{eff} za sve uzorke, nakon čega se te vrednosti smatraju konstantnim i služe za konačno određivanje vrednosti veličine A iz jednačine (4.18) za sve uzorke pri svm kontaktnim dubinama. Iterativni postupak se ponavlja da bi se odredio konačan oblik funkcije $A = f(h_c)$ (odnosno konačne vrednosti konstanti γ_i), koji se nakon kalibracije mernog sistema može dalje koristiti. U svom istraživanju, Oliver i Pharr su dobili da jedna konkretna forma funkcije $A = f(h_c)$ vrlo dobro opisuje datu zavisnost za sve ispitane materijale, što ide u prilog polaznoj pretpostavci o vrednosti E_{eff} nezavisnoj od vrednosti sile koju „trpi“ uzorak. Ukoliko se konačnan oblik funkcije $A = f(h_c)$ koristi za određivanje vrednosti A, koje odgovaraju kontaktnim dubinama koje ne pripadaju opsegu kontaktnih dubina korišćenih prilikom kalibracije mernog sistema, mora se obratiti pažnja na izbor ekstrapolacionog trenda. Ovo se postiže primenom regresione analize, što izlazi iz okvira ovog rada. Naknadno je opisana metoda pretrpela izvesne korekcije, koje su olakšale njenu primenu i povećale njenu preciznost /17, 21/.

Relacija (4.19) pogodna je za geometrijski opis većeg broja često korišćenih utiskivača. Savršena Berkovićeva ili Vickers – ova piramida, kao i idealni konus, opisana je prvim članom sume. U dosadašnjem delu teksta samo je pomenut uslov o geometrijskoj sličnosti otisaka. Primenom elementarnih trigonometrijkih relacija može se pokazati da će se za Vickers – ovu piramidu i konus sa polu – uglom pri vrhu od



Slika 11. Šematsli prikaz različitih geometrija utiskivača

70,3° konstanta γ_0 imati vrednost približno jednaku 24,5. Takođe se vrlo jednostavno može naći veza između A i h_c u slučaju korišćenja sfernog utiskivača.

Na slici 11 dati su šematski prikazi preseka idealnog Vickers – ovog, konusnog i sfernog utiskivača. Odgovarajući uglovi su, jasnoće radi, prikazani manjim. Sve veličine neophodne za nalaženje zavisnosti $A = A(h_c)$ su prikazane. Sa ilustracije Vickers – ovog utiskivača vidi se da važi relacija: $\mathrm{tg}\varphi_v = a/2h_c$. Površina poprečnog preseka (u pitanju je kvadrat stranice a) iznosi: $A = a^2 = 4\,\mathrm{tg}^2\varphi_v\, h_c^2$. Uzevši u obzir da je ugao između naspramnih bočnih strana Vickers – ove piramide $2\varphi_v = 136°$, dobija se: $A \approx 24{,}5 h_c^2$. Ilustracija konusnog utiskivača daje relaciju: $\mathrm{tg}\varphi_c = a/h_c$, a kako je u ovom slučaju poprečni presek krug površine: $A = \pi\, a^2 = \pi\,\mathrm{tg}^2\varphi_c\, h_c^2$, zamenom $\varphi_c = 70{,}3°$ opet se dobija $A \approx 24{,}5 h_c^2$. Sa idealni sferni utiskivač dobija se drugačija zavisnost. Primena Pitagorine teoreme na trougao čije su stranice obeležene daje: $a = \sqrt{R^2 - (R - h_c)^2}$. Ovde je, kao kod konusnog utiskivača, poprečni presek krug površine: $A = \pi\, a^2$. Ubacivanjem izraza za a, nakon elementarnih algebarskih transformacija se dobija: $A = -\pi\, h_c^2 + 2\pi\, R\, h_c$. Dakle, u slučaju idealnog sfernog utiskivača važi: $\gamma_0 = -\pi$ i $\gamma_1 = 2\pi\, R$.

4.7 Poboljšanja i modifikacije Oliver – Pharr – ove metode

Oliver – Pharr – ova metoda intenzivno je korišćena od trenutka kada je predložena (1992.) a njena tačnost potvrđena je kroz analizu sprovedenu na velikom broju materijala. Međutim, postojale su određene nejasnoće za čije otklanjanje su bila neophodna nova istraživanja. Ove nejasnoće odnosile su se na nedovoljno razumevanje fizičkih procesa koji se odigravaju prilikom formiranja otiska u uzorku i na činjenicu da je za primenu metode neophodno uvesti par empirijskih konstanti, a mogle su se sumirati u sledeća pitanja.

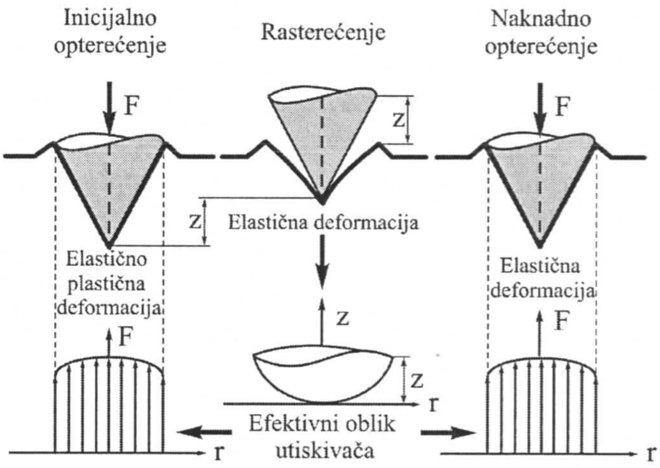
1. Zašto su krive rasterećenja dobro opisane stepenom zavisnošću između F i h?

2. Zbog čeka eksponent m iz jednačine (4.5) upada u interval $1{,}2 \leq m \leq 1{,}6$ umesto da mu vrednost bude bliska broju 2 kako bi se očekivalo za konusni utiskivač, koji je aksijalno simetrični analogon Berkovićevoj piramidi?
3. Zbog čega je najbolja vrednost za geometrijsku konstantu $\varepsilon = 0{,}75$?

Razvoj eksperimentalnih uređaja visoke rezolucije i povećano iskusto dobijeno kroz testiranje mehaničkih osobina velikog broja materijala doveli su do znatnih poboljšanja metode. Ova poboljšanja ogledala su se u povećanoj preciznosti i domenu primene. Odgovori na navedena pitanja nađeni su uvođenjem novog koncepta *efektivnog oblika utiskivača* /21/.

4.7.1 Efektivan oblik utiskivača

Da bi se razumela opravdanost uvođenja pojma efektivnog oblika utiskivača, na slici 12 dat je prikaz nastanka otiska u elastično – plastičnoj sredini kada se koristi konusni utiskivač, sa polu – uglom pri vrhu od 70,3° (zbog jasnije ilustracije, ugao pri vrhu konusa nije verno prikazan). Većinu rezultata u teorijskom objašnjenju kontakta krutog konusnog utiskivača i ravne elastično – plastične sredine dala je primena metode konačnih elemenata[10] /27/. Teorijski pristup podrazmeva da se tokom inicijalnog opterećenja uzorka (slika 12 (a)) u njemu javljaju i elastične i plastične deformacije, a uzorak se u potpunosti prilagođava obliku utiskivača. Tokom rasterećenja (slika 12 (b)) elastični oporavak uzorka ogdovoran je za promenu oblika otiska. Ova promena odnosi se na pojavu blage zakrivljenosti (ispupčenja) u otisku, koja je na slici, jasnoće radi, prenaglašena. Važnost pojave zakrivljenosti u otisku ogleda se u tome što se, u toku naknadnog opterećenja uzorka, površina kontakta sa utiskivačem postepeno i kontinualno povećava. Pod pretpostavkom da se efekti plastičnosti u uzorku nakon inicijalnog opterećenja mogu zanemariti, može se reći da će se tokom rasterećenja desiti inverzan proces, t.j. površina kontakta uzorka i utiskivača će se postepeno i kontinualno smanjivati. Upravo ova okolnost odgovorna je za karakterističan oblik krive rasterećenja.



Slika 12. Šematski prikaz nastanka otiska neophodan za razumevanje pojma efektivnog oblika utiskivača

Ovakvo ponašanje materijala prilikom stvaranja otiska pomoću piramidalnih utiskivača potvrđeno je pomoću posebne tehnike, korišćene za dobijanje trodimenzionalnih snimaka otisaka /21/.

[10] Metoda konačnih elemenata predstavlja opštu tehniku dobijanja približnih rešenja kako običnih tako i parcijalnih diferencijalnih jednačina, gde je poznato ponašanje nepoznate funkcije na granici oblasti u kojoj je ona definisana (tzv. granični problem). Zbog svog opšteg pristupa, ova metoda doživela je veliki uspeh u rešavanju značajnog broja problema tehnike i matematičke fizike. Njena primena u mnogome je olakšana korišćenjem računara. Više detalja o navedenoj numeričkoj metodi može se naći u literaturi /27/.

Funkcionalna veza opisana jednačinom (4.5) između opterećenja i dubine otiska, koja dobro opisuje oblik krive rasterećenja za veliki broj materijala, može se razumeti uvođenjem pojma efektivnog oblika utiskivača. Kao što je prikazano u donjem delu slike 12 efektivan oblik utiskivača je onaj oblik koji bi na ravnoj površini uzorka proizveo normalna pomeranja elemenata površine, identična onima koje dati (u ovom slučaju konusni) utiskivač proizvodi na prethodno deformisanoj površini uzorka. Tako definisan efektivan oblik utiskivača može se opisati funkcijom $z = u(r)$ /21/. z predstavlja vertikalno pomeranje konusnog utiskivača, mereno od položaja inicijalnog kontakta utiskivača i dna prethodno nastalog otiska u uzorku (slika 12 (b)), a r predstavlja poluprečnik projekcije površine kontakta konusnog utiskivača i uzorka na ravan određenu nedeformisanom površinom uzorka, koji odgovara datom pomeranju z. Stoga se, ukoliko je poznat oblik otiska u uzorku nakon rasterećenja, može odrediti funkcija $u(r)$ i tako se dolazi do efektivnog oblika utiskivača. Korišćenje metode konačnih elemenata potvrdilo je da konstrukcija efektivnog oblika utiskivača, definisanog na opisani način, daje oblike krivih rasterećenja koji se poklapaju sa eksperimentalnim podacima /28, 29/. Bez obzira na komplikovanu zavisnost efektivnog oblika utiskivača od mehaničkih karakteristika ispitivanog materijala, funkcija $z = u(r)$ je uvek glatka i zaobljena u okolini minimuma. Razlog za to je činjenica da površine uzorka i utiskivača savršeno naležu jedna uz drugu u okolini vrha utiskivača. Metoda konačnih elemenata pokazala je da se efektivni oblik utiskivača može aproksimirati stepenom zavisnošću između z i r /28/:

$$z = B\, r^{n} \tag{4.20}$$

gde je B fitujuća konstanta, a eksponent n se kreće u intervalu $2 < n < 6$, i zavisi od mehaničkih osobina uzorka i geometrije samog utiskivača. Donja granica opsega u kome se kreće n odgovara utiskivaču oblika paraboloida, što objašnjava činjenicu da upravo ta geometrija utiskivača teorijski dobro opisuje rezultate dobijene primenom konusnog utiskivača /21/.

Pojam efektivnog oblika utiskivača daje odgovor na pitanje zbog čega se oblik krivih rasterećenja može dobro opisati jednačinom (4.5), gde se eksponent kreće u intervalu $1{,}2 < m < 1{,}6$. Sneddon /8/ je pokazao da se u slučaju elastičnog kontakta uzorka i aksijalno simetričnog utiskivača, čiji je oblik opisan jednačinom (4.20), zavisnost između opterećenja i trenutne dubine prodiranja može opisati sledećom relacijom:

$$F = 2\, E_{eff} \left(\frac{n}{n+1} \right) \left[\frac{1}{\sqrt{\pi}\, B} \frac{\Gamma(n/2 + 1/2)}{\Gamma(n/2 + 1)} \right]^{1/n} h^{1+1/n} \tag{4.21}$$

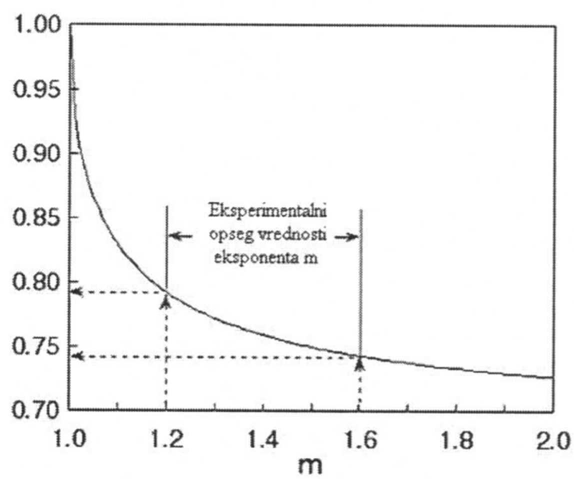
u kojoj Γ predstavlja gama (ili faktorijel) funkciju[11]. Poređenje Sneddon – ovog rezultata sa jednačinom (4.5) daje vezu: $m = 1 + 1/n$. Obzirom na to da se vrednosti eksponenta n kreću u intervalu od 2 do 6, dobija se da se m kreće u intervalu od 1,17 do 1,5 što je u veoma dobroj saglasnosti sa eksperimentalno potvrđenim rezultatima /17/.

[11] Gama funkcija poznata je i kao Ojlerov integral druge vrste. Definiše se na sledeći način /27/: $\Gamma(n) = \int_0^{\infty} x^{n-1}\, e^{-x}\, dx$, gde je n - realan, pozitivan broj. Ovaj uslov potreban je zbog konvergencije integrala, po gornjoj granici. Gama funkcija se veoma često pojavljuje u problemima teorijske fizike.

Postoji još jedan prilaz definisanju pojma efektivnog oblika utiskivača, a odnosi se na teorijsko razmatranje raspodele pritiska u delu uzorka koji je u kontaktu sa utiskivačem. Kao što je ilustrovano u donjem delu slike 12 raspodela pritiska koja se javlja tokom inicijalnog opterećenja određena je složenom kombinacijom elastične i plasticne deformacije površine uzorka, i stoga je najčešće nemoguće dobiti analitička rešenja za datu raspodelu. Međutim, tokom rasterećenja pad pritiska diktiran je samo elastičnim procesima pa se oblik otiska menja u odnosu na oblik utiskivača i površina otiska postaje blago konveksna. Tokom naknadnog opterećenja, u skladu sa pretpostavkom o elastičnom kontaktu, rast pritiska biće diktiran samo elastičnim procesima, t.j. proces je inverzan procesu koji se javlja tokom rasterećenja. U skladu sa ovim, efektivni oblik utiskivača određen je zahtevom da za istu vrednost sile opterećenja, pri elastičnom kontaktu sa sredinom čija je površina pre inicijalnog opterećenja ravna, proizvede istu raspodelu pritiska koju proizvodi realni utiskivač pri elastičnom kontaktu sa površinom prethodno nastalog otiska. Ukolilko se ovaj pristup iskoristi za konusni utiskivač, efektivni oblik utiskivača može se opisati jednačinom (4.20), gde je $n = 2{,}61$ /28/. Korišćenje veze $m = 1 + 1/n$ daje vrednost $m = 1{,}38$. Više detalja o ovom pristuru definisanju pojma efektivnog oblika utiskivača, kao i rezultatima koji iz njega proizilaze, može se naći u literaturi /21, 28/.

Na ovaj način se objašnjava zašto se krive rasterećenja dobro opisuju stepenom zavisnošću koja bi se očekivala, ukoliko bi bio korišćen parabolični utiskivač, a ne konus koji se koristi u praksi ili služi kao aksijalno simetrični analogon, upotrebljen pri teorijskom modeliranju situacije u kojoj se pri merenju koriste piramidalni utiskivači.

Konačno, uvođenje pojma efektivnog oblika utiskivača pruža mogućnost tačnijeg određivanja vrednosti geometrijske konstante ε, koja figuriše u jednačini (4.10), što je od velike važnosti pri preciznom određivanju tvrdoće i modula elastičnosti. Primena Sneddon – ove metode na određivanje dubine duž koje materijal "potone" u okolini kontakta sa utiskivačem, t.j. veličine h_s, pri korišćenju krutog aksijalno simetričnog utiskivača, čiji je oblik opisan jednačinom (4.20) u kombinaciji sa jednačinom (4.10) daje sledeći rezultat /28/:



Slika 13. Grafički prikaz zavisnosti geometrijske konstante ε od eksponenta m /21/

$$\varepsilon = m\left[1-\frac{2\Gamma\left(\dfrac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\,\Gamma\left(\dfrac{1}{2(m-1)}\right)}(m-1)\right] \tag{4.22}$$

Kao što se može primetiti ε zavisi samo od eksponenta m koji se za svaki uzorak može veoma precizno odrediti fitovanjem podataka za krivu rasterećenja, koristeći jednačinu (4.5).

Na slici 13. dat je grafički prikaz zavisnosti određene jednačinom (4.22) za vrednosti eksponenta m od interesa. Treba primetiti da ukoliko se m nalazi u intervalu $1{,}2 < m < 1{,}6$, dobijene vrednosti za ε se kreću u intervalu $0{,}74 < \varepsilon < 0{,}79$, kome pripada preporučena vrednost geometrijske konstante od $0{,}75$. Praktično bi najdosledniji, i u praksi lako primenjiv metod određivanja geometrijske konstane bio izračunavanje iste, za eksperimentalno dobijenu vrednost eksponenta m direktno iz jednačine (4.22).

4.7.2 Korektivni faktor β

Jednačina (4.3) koja prikazuje kontaktnu krutost tokom rasterećenja uzorka (kada je ostvaren elastičan kontakt između utiskivača i uzorka) kao funkciju projekcije kontaktne površine između utiskivača i uzorka na ravan određenu nedeformisanom površinom uzorka izuzetno je važna sbog svoje široke primene. I ako je izvorno pomenuta jednačina izvedena za slučaj elastičnog kontakta /30/, pokazalo se da se može primeniti i u slučaju elastično – plastičnog kontakta /31/. Vremenom se pokazalo da je potrebna korekcija date jednačine uvođenjem jednog bezdimenzionog parametra (β) i da se tako izmenjena može pisati u sledećem obliku:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A} \tag{4.23}$$

U prvim radovima u kojima je korišćena ova jednačina, za vrednost tog parametra se uzimala jedinica /17/. Parametar β najpre je uveden da bi uračunao efekte odsupanja oblika utiskivača od aksijalne simetrije. Ispostavilo se, međutim, da mogu postojati i neki drugi uzroci koji bi doveli do toga da β bude različito od 1.

Korišćenje jednačine (4.23) u kojoj će se koristiti vrednost $\beta \neq 1$ obavezno je u slučajevima kada se insistira na visokoj tačnosti pri određivanju tvrdoće i modula elastičnosti. Za β se može koristiti vrednost 1 samo u slučaju kada se radi o maloj deformaciji elastičnog materijala korišćenjem krutog aksijalno simetričnog utiskivača, dakle pri teorijskom razmatranju kontakta utiskivača i uzorka.

Vršena su mnoga istrazivanja u kojima su eksperimentalno određivane vrednosti parametra β za različite oblike utiskivača. Dobijene vrednosti razlikovale su se čak i kada se radilo o istom obliku utiskivača korišćenom u različitim istraživanjima /21/. Problem je u tome što ne postoji kriterijum po kojem bi bilo moguće ustanoviti koja je metoda merenja dala tačniju vrednost. Razlog za to je činjenica da se većina metoda određivanja parametra β oslanjala na određene pretpostavke o prirodi kontakta utiskivača i uzorka, koje se često nisu mogle dosledno argumentovati. Dakle, većina eksperimentalnih metoda bila je aproksimativnog tipa.

Metoda konačnih elemenata takođe je korišćena za određivanje parametra β kao i za nalaženje eventualne zavisnosti datog parametra od geometrije utiskivača i elastičnih osobina ispitivanog materijala. Prednost metode konačnih elemenata nad konkurentnim eksperimentalnim metodama jeste u tome da se u slučaju njenog korišćenja mogu uzeti u obzir efekti plastičnosti, ali i ova, kao i svaka numerička metoda ima ograničenja koja može prouzrokovati npr. spora konvergencija numeričkog postupka. Takođe, modeliranje realne situacije u kome bi bili uključeni svi relevantni faktori koji bi mogli imati uticaj na vrednost parametra β pokazalo se kao težak zadatak /21/.

Ipak, veliki broj istraživanja čiji je cilj bio određivanje β pokazao je da je vrednost tog parametra statistički značajno veća od jedinice za sve oblike utiskivača koji su uzeti u razmatranje. Za Berkovićevu piramidu, vrednosti dobijene iz većeg broja istraživanja koji obuhvata i istraživanje Oliver – a i Pharr – a, pokazuju da se vernost parametra β nalazi u intervalu $1{,}0226 \leq \beta \leq 1{,}085$. Stoga bi dobar izbor bio $\beta = 1{,}05$, pri čemu treba imati u vidu da može doći do relativne greške pri izboru, koja iznosi ± 0.05 /21/. Potrebna su nova pažljivija istraživanja i korišćenje poboljšanih 3D simulacija metodom konačnih elemenata, koja bi pomogla u rešavanju ovog problema.

4.7.3 Odnos sile i kvadrata kontaktne krutosti

Ukoliko se iskoriste jednačine (4.4) i (4.23) nakon elementarnih algebarskih transformacija može se dobti izraz oblika:

$$\frac{F}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2} \frac{H}{E_{eff}^2} \tag{4.24}$$

u kojem ne figuriše veličina A. Veličina F/S^2 je zahvaljujući metodi dinamičkog merenja kontaktne krutosti eksperimentalno merljiva, t.j. može se odrediti njena zavisnost kako od vremena, tako i od trenutne dubine prodora utiskivača u uzorak h. Iz poslednjeg izraza vidi se da F/S^2 ne zavisi od trenutne dubine prodora utiskivača u uzorak, ukoliko se pretpostavi da tvrdoća i modul elastičnosti materijala ne zavise od te veličine. Prva publikacija koja se odnosi na ovo zapažanje objavljena je od strane Joslin – a i Oliver – a /32/. Ovi autori su iskoristili su osobinu veličine F/S^2 da ne zavisi od h, kako bi odredili mehaničke osobine materijala čiji su uzorci imali hrapavu površinu, što je otežavalo određivanje kontaktne površine. Korisnost veličine F/S^2 ogleda se i u tome što može poslužiti za nalaženje elastičnosti okvira uređaja C_{lf} u postupku nezavisnom od postupka određivanja funkcije oblika utiskivača f, tako da je eliminisana potreba za korišćenjem komplikovanog iterativnog postupka koji je prvobitno predložen za nalaženje veličina C_{lf} i f. Dodatni detalji vezani za primenu veličine F/S^2 dostupni su u literaturi /21/.

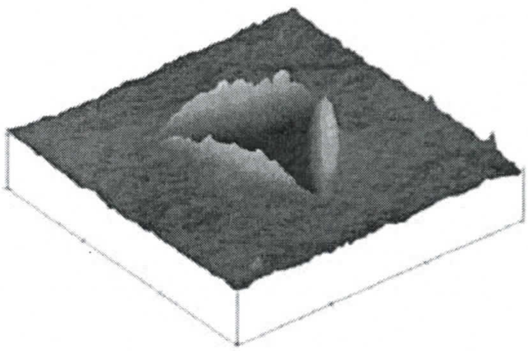
4.8 Mogućnost primene i ograničenja Oliver – Pharr – ove metode

Dosadašnji deo teksta posvećen je uglavnom opisu Oliver Pharr – ove metode i njenim prednostima u odnosu na konkurentne metode merenja tvrdoće i modula elastičnosti. Međutim, gotovo ništa nije rečeno o njenim ograničenjima i mogućnostima primene.

Polazna pretpostavka iz koje se razvila metoda tiče se ponašanja materijala u okolini kontakta sa uzorkom, po kojoj materijal u ovoj oblasti "potone" (eng. *sink – in*) do određene dubine h_s. Određivanje ovog parametra bio je ključni problem, jer on figuriše u izrazu (4.7) za određivanje kontaktne dubine h_c. Svi ostali parametri neophodni za nalaženje tvrdoće i modula elastičnosti mogu se eksperimentalno veoma precizno meriti.

Treba istaći da je eksperimentalno utvrđeno da mnogi materijali pri kontaktu sa utiskivačem, pri određenim uslovima pokazuju upravo suprotno ponašanje, t.j. snimci otisaka pokazuju da u njihovoj okolini dolazi do izdizanja materijala iznad nivoa nedeformisane površine uzorka. Ovaj efekat naziva se efekat nagomilavanja (eng. *pile –*

up). Na slici 14 je prikazan izgled otiska, nastalog u materijalu sa izraženim efektom nagomilavanja.



Slika 14. Tipičan prikaz rezidualnog otiska, nastalog u materijalu sa izraženim efektom nagomilavanja (u pitanju je petokomponentna legura $Zr_{41,25}Ti_{13,75}Cu_{12,5}Ni_{10}Be_{22,5}$). /33/

Usled efekta nagomilavanja, površina projekcije kontakta uzorka i utiskivača A, znatno je veća od one koju predviđa teorija. Stoga su dobijene vrednosti tvrdoće i modula elastičnosti precenjene, jer su obe veličine obrnuto proporcionalne veličini A.

Primenom metode konačnih elemenata, pokazano je da je efekat nagomilavanja izraženiji kod materijala sa velikim odnosom E_{eff}/σ_V /22/. Međutim, E_{eff} je upravo veličina koja se određuje primenom Oliver Pharr – ove metode, te dati odnos u ekspreimentu nije poznat. Dalje istraživanje je pokazalo da postoji parametar koji se može eksperimentalno meriti, a na osnovu čije vrednosti se može zaključiti da li će prodor utiskivača izazvati efekat nagomilavanja. U pitanju je odnos finalne i maksimalne dubine otiska h_f/h_{max}. Metoda konačnih elemenata pimenjena na konusni utiskivač pokazala je da je efekat nagomilavanja zanemarljiv ukoliko važi $h_f/h_{max} < 0,7$, bez obzira na druge faktore koji mogu dovesti do tog efekta /21, 22/. Rezultati dobijeni metodom konačnih elemenata potvrđeni su određivanjem površine otiska direktnim (optičkim) merenjem /21/. Činjeni su razni pokušaji da se nađe teorijski model primenom kojeg bi se mogle izračunati tvrdoća i modul elastičnosti kod materijala sa izraženim efektom nagomilavanja, što se pokazalo kao veoma težak zadatak /21/. Dodatni detalji koji se tiču ograničenja i faktora koji određuju domen primene Oliver – Pharr – ove mogu se naći u literaturi /17, 21/.

5 Određivanje mikrotvrdoće i modula elastičnosti halkogenidnih stakala pomoću uređaja Fisherscope HM2000 S

5.1 Osnovne karakteristike amorfnih materijala

Pojam *amorfno* odnosi se na specifično stanje materije, koje je okarakterisano odsupanjem od trodimenzionalne periodične uređenosti svojstvene za kristale, sa u potpunosti razvijenom površinom. Mikroskopsku strukturu karakteriše kratkodometno uređenje strukture i znatan broj nezasićenih hemijskih veza. Realni neuređeni sistemi (amorfni materijali) karakterišu se postojanjem izvesne *kratkodometne uređenosti* u prvoj koordinacionoj sferi, unutar koje su dužine hemijskih veza i uglovi između njih jednaki odgovarajućim veličinama u kristalnom stanju.

Amorfni materijali najčešće se dobijaju u dve forme. Jedna forma je sloj, čija debljina se kreće do reda veličine od nekoliko μm. Ove forme nazivaju se *filmovi*. Kod druge masivne, tzv. *balk* forme (eng. *bulk*) sve tri dimenzije su značajno veće od granične vrednosti debljine filma.

Amorfno stanje materije predstavlja neku vrstu prelaza između kristalnog (čvrstog) i tečnog stanja. Osobine odsustva dugodometne uređenosti, haotičan raspored atoma i atomskih grupa kao i izotropnost fizičkih osobina karakteristične su za tečnosti. Medjutim, mehanička svojstva amorfnih materijala, pre svega viskoznost, dozvoljavaju da se o njima može govoriti kao o čvrstim telima. Supstance koje u čistom stanju, kao i pri mešanju sa drugim komponentama, mogu da formiraju amorfno stanje, nazivaju se *staklotvorci*. Jedinjenja koja samostalno ne mogu da egzistiraju u amorfnom stanju, ali u kombinaciji sa staklotvorcima u trokomponentnim i višekomponentnim sistemima daju tu mogućnost, nazivaju se *modifikatori*.

Pod određenim uslovima velika grupa neorganskih supstanci se može naći u amorfnom stanju. To mogu biti izvesni elementi (S, Se, Te, itd.), oksidi (B_2O_3, SiO_2, P_2O_5, ...), halkogenidi arsena i antimona (As_2S_3, As_2Se_3, As_2Te_3, Sb_2S_3, ...), berilijum fluorid BeF_2 i mnoga druga jedinjenja /34/.

Postoji više tipova klasifikacije amorfnih materijala, utvrđenih po različitim kriterijumima, od kojih će na ovom mestu biti pomenuta tri. Obzirom na vrednost specifične električne provodljivosti, amorfni materijali se dele na: amorfne metale, amorfne poluprovodnike i amorfne dielektike. Svaka od ovih klasa ima predstavnike koji se intenzivno koriste u raznim oblastima nauke i tehnike. Više detalja o mogućnostima primene navedenih materijala, kao i o njihovim osobinama može se naći u literaturi /34, 35/. Kao što je već navedeno, po formi dobijenog uzorka amorfni materijali se dele na balk – uzorke i amorfne filmove. Po hemijskom sastavu amorfni materijali se dele na: elementarne, oksidne, halogenidne, halkogenidne i kombinovane.

I ako su amorfni materijali manje otporni na promenu spoljašnjih usl u odnosu na kristale, oni imaju jednu veoma značajnu prednost. Kristalnim materijalima sastav se može menjati samo neznatno, a sastav amorfnih materijala može se za date komponente menjati u određenom, veoma širokom, opsegu. Pošto njihove fizičko – hemijske osobine u velikoj meri zavise od sastava, moguće je dobiti materijal sa unapred određenim poželjnim karakteristikama, koji bi bio optimalan izbor za primenu u određene svrhe. Ova okolnost je poslednjih decenija 20–tog veka uticala na nagli porast interesovanja za ispitivanje osobina amorfnih materijala, kao i na njihovu sve učestaliju primenu u nauci i tehnici, gde postaju zamena konkurentnim kristalnim materijalima

5.2 Metode sinteze amorfnih stakala

Postoje dva osnovna postupka dobijanja amorfnih materijala, a to su:

- hlađenje iz rastopa
- kondenzacija iz gasovite faze (pri termičkom isparavanju, pražnjenjem kroz gasove ili raspršivanjem).

Prva metoda koristi se za dobijanje amorfnih stakala (balk uzoraka), dok se druga koristi za dobijanje amorfnih filmova. Na ovom mestu biće izloženi bitni detalji koji se odnose na sintezu balk uzoraka.

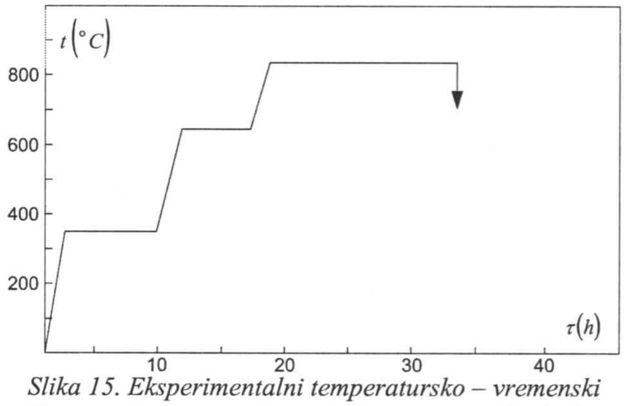
Hlađenje iz rastopa je poseban tehnološki postupak, čiji je cilj očuvanje homogenog i izotropnog stanja rastopa prilikom hlađenja. Glavna prepreka tom cilju je spontana težnja materije da prilikom hlađenja formira (energetski najpovoljniju) čvrstu kristalnu fazu. Kako je proces kristalizacije praćen nastankom i rastom kristalizacionih centara (tzv. kristalnih klica), osnovni zadatak pri dobijanju stakala je onemogućavanje tih procesa, ili barem njihovo znatno usporavanje što bi eliminisalo mogućnost uređivanja strukture.

Eksperimentalno je pokazano da veću sklonost ka formiranju amorfne faze hlađenjem iz rastopa pokazuju materijali sa većom viskoznošću tečne faze na temperaturi bliskoj temperaturi omekšavanja i kada viskoznost brže raste sa padom emperature /34/. Ovo je i intuitivno jasno jer se veća viskoznost može dovesti u vezu sa smanjenom pokretljivošću konstituenata, koja uzrokuje smanjenje mogućnosti obrazovanja i rasta kristalnih klica. U termodinamičkom smislu, pothlađeni rastop je metastabilan u poređenju sa kristalnim stanjem. Stoga se može smatrati da je staklo "zaleđena" forma takvog rastopa.

Postupak sinteze može se opisati u par koraka. Najpre se, nakon izbora sastava i količine materijala koji se želi sintetisati, odmere neophodne količine elementarnih komponenata, koje se zatim stave u ampulu, koja se zatim zatvara (zatapa). Pre zatapanja, potrebno je uspostaviti vakuum u ampuli. Ampula mora biti izrađena od materijala koji su stabilni na visokim temperaturama. Najčešće se koriste kvarcne ampule.

Režim zagrevanja i hlađenja od ključne je važnosti i za svaki pojedinačni rastop se određuje u zavisnosti od njegovog sastava i kristalizacione sposobnosti. Postoje dva postupka zagrevanja: kaskadan (stepenast) i kontinualan. Kod kaskadnog zagrevanja postoji više etapa. Svaka etapa sastoji se od dva dela. U prvom delu uzorak se zagreva konstantnom brzinom koja je određena osobinama komponenti u rastopu. Drugi deo je onaj u kome se temperatura održava konstantnom tokom određenog vremena na kritičnoj temperaturi[12]. Brzine zagrevanja i intervali tokom kojih se temperatura ne menja zavise od sastava uzorka. Tehnološka karta procesa sinteze stakala sistema *Cu-As-Se-I* kome pripadaju uzorci, čije se mehaničke osobine određuju u ovom radu, prikazana je na slici 15 (preuzeto iz literature /34/). Pri kontinualnom zagrevanju definiše se brzina promene koja je konstantna. Ukoliko se koristi ovaj postupak, potrebno je izvršiti dopunsko odgrevanje dobijenog amorfnog uzorka pri temperaturama nešto nižim od temperatue kristalizacije stakala datog tipa. Ovo se čini u cilju postizanja bolje homogenizacije uzorka /35/. Čitav postupak zagrevanja odvija se u posebnim pećima konstruisanim tako da postoji mogućnost programiranja zadatog režima zagrevanja. Takođe, u pećima je omogućeno rotiranje ampule za sintezu u cilju efikasnije homogenizacije uzorka.

Najbolji rezultati postižu se metodom brzog hlađenja (*kaljenje*). Pri tom se podrazumeva izvlačenje ampula iz peći pri maksimalnoj temperaturi, i ubacivanja iste u mešavinu vode i leda, pesak, ili sl. kako bi brzina hlađenja bila što veća. Određvanje režima zagrevanja za dati željeni materijal u praksi predstavlja složen zadatak, koji zahteva posebu analizu u raznim temperaturnim intervalima.



Slika 15. Eksperimentalni temperatursko – vremenski dijagram sinteze uzoraka stakala iz sistema Cu-As-Se-I

Stehiometrijski odnosi se ne moraju očuvati u amorfnoj konfiguraciji, što za sobom nikako ne povlači zaključak da će svaka proizvoljna kombinacija polaznih komponenti dati rastop iz kojeg će biti moguće sintetisati amorfni uzorak. Oblasti egzistencije amorfnog stanja određuju se eksperimentalno, na bazi iskustva i osobina

[12] Kritična temperatura u ovom slučaju se odnosi na temperaturu pogodnu za odvijanje reakcije između komponenti u rastopu, u cilju obrazovanja strukturnih jedinica.

pojedinih komponenata. Šematski se te oblasti obično prikazuju *faznim dijagramima sistema.* [13]

Najbolju sposobnost za formiranje stakala imaju hemijska jedinjenja i legure kod koji se veza između atoma ostvaruje preko lokalizovanih elektronskih parova, dakle ukoliko je veza pretežno kovalentna. Postojanje kovalentnih veza predstavlja i jednu od karakteristika materijala koji imaju poluprovodnička svojstva.

5.3 Osnovne karakteristike i mogućnosti primene amorfnih halkogenidnih stakala

Pre detaljnih istraživanja amorfnih materijala, smatralo se da je za ispoljavanje poluprovodničkih svojstava neophodna periodična uređenost strukture. Međutim, istraživanja sprovedena na velikom broju stakala pokazala su da postoje čak tri vrste amoprfnih materijala, koji se po vrednosti specifične električne provodljivosti mogu okarakterisati kao poluprovodnički materijali, a to su /35/:

- oksidna stakla;
- halkogenidna stakla (*chalcogenide vitreous* - CV);
- amorfni poluprovodnici čiji je sastav analogan sastavu poluprovodnika u kristalnom stanju.

Više pažnje će biti posvećeno halkogenidnim poluprovodničkim staklima, budući da je cilj ovog rada ispitivanje mehaničkih osobina uzoraka koji spadaju u ovu klasu materijala.

Klasi halkogenidnih materijala pripadaju materijali u čiji sastav obavezno ulaze sulfidi, selenidi i teliridi elemenata IV i V grupe Periodnog sistema elemenata, a u njihovom sastavu mogu se naći i mnogi drugi elementi. Njihova klasifikacija može se sprovesti obzirom na broj komponenti koje ulaze u njihov sastav. Tako su binarna stakla tipa $A^{IV} - B^{V}$ ili $A^{V} - B^{VI}$, trokomponentna $A^{V} - B^{IV} - C^{VII}$, $M - A^{V} - B^{VI}$, četvorokomponentna $M - A^{V} - B^{VI} - C^{VII}$, ili još složenija $A^{IV} - A^{V} - B^{VI}(1) - B^{VI}(2) - C^{VII}$, gde je M – bilo koji element (A^{IV} – Si, Ge, Pb; A^{V} – P, As, Sb, Bi; B^{VI} – S, Se, Te; C^{VII} – Cl, Br, I) /35/. Prvi radovi koji se bave uslovima sinteze i osnovnim fizičko – hemijskim svojstvima halkogenidnih staklastih poluprovodnika (*HSP*) publikovani su 50 – tih godina dvadesetog veka, od strane sovjetskih autora Н. А. Горюнова – a i Б. Т. Коломиец – a /36, 37/.

Specifična provodljivost *HSP* ima dominantno elektronsku prirodu i pri normalnim uslovima se menja u vrlo širokom intervalu od 10^{-17} do $10^{-3}\Omega m$ /34/. Vrednost specifične provodljivosti zavisi od sastava, i ona je kod stakla obično za nekoliko redova veličine manja od vrednosti specifične provodljivosti njihovih kristalnih analoga. Ove materijale karakterišu male vrednosti pokretljivosti nosilaca naelektrisanja, koje su posledica specifičnih mehanizama prenosa.

[13] Fazni dijagrami sistema su šeme koje grafički predstavljaju sastav određenog stakla. Njihov oblik zavisi od broja komponenti. Npr. za trokomponentna stakla crta se jednakostraničan trougao, čije su stranice ose na kojima je obeležen procentni udeo određene komponente. Svaka tačka unutar oblasti trougla odgovara sastavu koji se dobija tako što se iz nje povlače tri linije, paralelne sa odgovarajućim stranicama. Preseci tih linija sa stranicama daju sastav stakla. Oblast egzistencije za dato staklo predstavljaće deo oblasti trougla, koji se obično, jasnoće radi, šrafira. Više detalja može se naći u literaturi /35/.

Veoma značajna osobina *HSP* je mogućnost uvođenja primesa u iznosu 10^{-4} - 10^{-1} at%[14], koje imaju uticaj na veličinu i tip provodnosti /34/. Kao primese se mogu koristiti prelazni metali koji drastično utiču na povećanje elektroprovodnosti, ali se pokazalo da se takve primese mogu uvoditi u relativno malim koncentracijama.

Širina optički zabranjene zone kreće se u intervalu $0{,}8-3{,}0\,\mathrm{eV}$, a indeks prelamanja od 1,8 do 3,5! Mogućnost dobijanja ovako visoke vrednosti indeksa prelamanja čini *HSP* veoma atraktivnim materijalima za primenu kao pasivne ili aktivne komponente u optičkim uređajima. Dodatna povoljna osobina je visoka postojanost *HSP* na zračenje. Pokazalo se da karakteristike uređaja u čijoj se osnovi nalaze *HSP* ostaju očuvane nakon izlaganja dejstvima snopova neutrona i jonizujućeg zračenja, što ih čini izuzetno pogodnim za primenu u uređajima koje se koriste za kosmička istraživanja. *HSP* su prozračna u širokoj spektralnoj oblasti. Tako stakla na bazi As-S i As-Se imaju oblast transparentnosti u intervalu $0{,}5-12\,\mu\mathrm{m}$, dok taj interval za stakla na bazi As-Te iznosi $1{,}2-22\,\mu\mathrm{m}$ /34/. *HSP* pokazuju anomalni karakter fotoprovodnosti od temperature kao i kontrolisano fotostimulisano zapamćivanje. U njima se pojavljuju kako povratne, tako i nepovratne strukturne promene pod dejstvom elektromagnetnog polja.

Treba istaći da mnoga halkogenidna stakla imaju male akustične gubitke /38, 39/.

Zahvajujući svojim optičkim i električnim osobinama *HSP* nalaze sve veću primenu u elektronskim uređajima, u tehnici CO_2 lasera, u uređajima za optičko holografsko zapisivanje, kao i u različitim akustičkim i akustičko – optičkim uređajima. Ovi materijali mogu se koristiti i kao registrujuće sredine, na bazi fotostimulisanih transformacija, fotokristalizacije ili kao fotootpornici.

5.4 Zavisnost mehaničkih osobina amorfnih halkogenida od koncentracije bakra

Povećavanje broja komponenti povoljno utiče na mogućnost formiranja stakla, pošto se na taj način povećava mogućnost obrazovanja većeg broja različitih strukturnih jedinica

Uzorci, kod kojih su tvrdoća i modul elastičnosti određeni metodom snimanja *F - h* krive, pomoću mernog sistema *Fisherscope HM2000S* pripadaju klasi *HSP* koju čini sistem Cu-As-Se-I. Poznato je da arsen obrazuje binarne stabilne i nestabilne sastave sa sumporom, selenom i jodom, kao i da bakar obrazuje niz jedinjenja sa halkogenidnim elementina. Stoga je bilo opravdano očekivati da se može realizovati postupak dobijanja stakla složenog sastava u sistemu Cu-As-Se-I /34/. Pošto su halkogenidna stakla veoma krta, dodavanje bakra opravdano je sa stanovišta poboljšanja mehaničkih osobina. Ovo je posebno važno jer se na taj način povećava mogućnost primene halkogenidnih stakala i produžava vek trajanja komponenti koje se od njih izrađuju.

Polazne komponente za dobijanje halkogenidnih stakala u sistemu Cu-As-Se-I bile su bakar čistoće 99,998%, a arsen, selen i jod čistoće 99,9999%. Uzorci su dobijeni iz elementarnih komponenti /34/, korišćenjem opisanog postupka kaskadnog zagrevanja i naglog hlađenja rastopa koji je prikazan na slici 15. Ampula je vakuumirana do pritiska reda veličine $10^{-3}\,\mathrm{Pa}$. Zid ampule ne bi smeo biti tanji od $2\,\mathrm{mm}$ kako bi ampula bila u stanju da izdrži relativno visoke pritiske koji se javljaju u

[14] Jedan atomski procenat (at%) predstavlja koncentraciju određene vrste atoma u nekom sistemu, koja važi ukoliko na sto atoma smeše dolazi jedan atom te vrste.

njoj prilikom sinteze. Amorfni karakter dobijenih uzoraka potvrđen je rendgenskom difrakcijom i polarizaconom mikroskopijom /40/.

Određivanje mikrotvrdoće i modula elastičnosti korišćenjem uređaja *Fisherscope HM2000S* obavljeno je na četiri uzorka tipa $Cu_x[(As_2Se_3)_{0.9}(AsI_3)_{0.1}]_{100-x}$, pri čemu je koncentracija bakra u uzorcima $x = 5$, 10, 20, i 25 at%. Pokazano je da za veće koncentracije bakra u ovom sistemu dolazi do delimične kristalizacije /34/. Osnova odabranog sistema je pseudo – binarni sistem As_2Se_3 - AsI_3, u koji je dodat bakar.

Istraživanja u kojem je meren uticaj koncentracije bakra na mikrotvrdoću ovih uzoraka već je sprovedeno konvencionalnom metodom, pri čemu je korišćen Vickers – ov utiskivač, a veličina rezidualnih otisaka merena direktno, pomoću mikroskopa tipa *Reichert MeF2* sa odgovarajućom dodatnom opremom /41, 42/. Ova istraživanja pokazala su da mikrotvrdoća ispitanih uzoraka linearno raste sa porastom koncentracije bakra.

Slika 16. Uređaj Fishrscope HM2000 S

5.4.1 Opis eksperimentalne tehnike

Uređaj koji je korišćen za određivanje mehaničkih osobina je *Fisherscope HM2000 S* (slika 16). Rad ovog uređaja baziran je na standardu ISO – 14577 /43/. Postoji mogućnost programiranja željene vremenske zavisnosti od sile utiskivanja. Uređaj koristi dijamantski Vickers – ov utiskivač. Uz merni sistem se isporučuje i odgovarajući softver, koji trenutno daje prikaz F - h krive, i nakon rasterećenja uzorka na ekranu računara se pojavljuju vrednosti svih željenih parametara.

Mereni su sledeći parametri.

- **Martens - ova tvrdoća** (Martens hardness /43/ $HM\left[\mathrm{N/mm^2}\right]$), koja se definiše za svaku tačku F - h krive kao:

$$HM = \frac{F}{k\,h^2} \tag{5.1}$$

gde je $k = 26{,}43$ za Vickers – ov utiskivač (za Berkovićev utiskivač vrednost konstante je 26,44 /43/). U ovom slučaju površina u imeniocu izraza predstavlja površinu kontakta utiskivača i uzorka (što odgovara površini omotača piramide), ostvarenog duž dubine h. Iz eksperimentalnih podataka HM se izračunava pri maksimalnom opterećenju, dakle iz jednačine (5.1) za $F = F_{max}$ i $h = h_{max}$.

- **Indentaciona tvrdoća** ($H_{IT}\left[\mathrm{N/mm^2}\right]$), pri maksimalnom opterećenju. Određuje se iz jednačine:

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A(h_c)} \tag{5.2}$$

gde je $A(h_c) \approx 24{,}5h_c^2$ što je pokazano u poglavlju posvećenom funkciji oblika utiskivača.

- **Vickers – ova tvrdoća** ($HV[\mathrm{kgf/mm^2}]$), koja se dobija konverzijom indentacione tvrdoće, pošto se definiše na isti način, a jedina razlika je u korišćenim jedinicama.

- **Modul elastičnosti,** ($E_{IT}[\mathrm{GPa}]$) ili indentacioni modul koji se dobija iz jednačine (4.2) prepisane u drugačijem obliku /23/:

$$E_{IT} = \frac{1-\nu_s^2}{\frac{1}{E_{eff}} - \frac{1-\nu^2}{E}} \tag{5.3}$$

gde, kao što je navedeno ranije E i ν predstavljaju modul elastičnosti i Poasonov koeficijent utiskivača, respektivno (za dijamant te vrednosti su: $E = 1140\,\mathrm{GPa}$ i $\nu = 0{,}07$ /23/). Kao što je već opisano E_{eff} predstavlja redukovani modul elastičnosti sistema utiskivač – uzorak (koristi se i termin redukovani biaksijalni modul /23/), i određuje se iz jednačine (4.23). Za parametar β uzima se prihvaćena vrednost za Vickers – or utiskivač $\beta = 1{,}0124$ /23/. Treba naglasiti da je potrebno poznavati Poasonov koeficijent uzorka, kako bi se mogao odrediti njegov modul elastičnosti.

Merni sistem pruža mogućnost određivanja još nekih parametara /23/, kao na npr. ukupnog mehaničkog rada deformacije W_t, koji odgovara površini ispod krive opterećenja na grafiku F - h zavisnosti. Deo te površine ispod krive rasterećenja predstavlja rad elasitične deformacije W_e, koji se takođe može meriti. W_e predstavlja energiju koja se oslobodi pri uklanjanju opterećenja. Rad plastične deformacije $W_p = W_t - W_e$ odgovara površini na grafiku F - h zavisnosti koja je obuhvaćena histerezisnom krivom i delom apscise.

Pregled tehničkkih karakteristika uređaja /23/

Opseg sile opterećena: $(0{,}4 - 2000)\,\mathrm{mN}$

Maksimalna dubina otiska: $(0 - 150)\,\mu\mathrm{m}$

Merenje puzanja pod maksimalnim opterećenjem: $(1 - 60)\,\mathrm{s}$

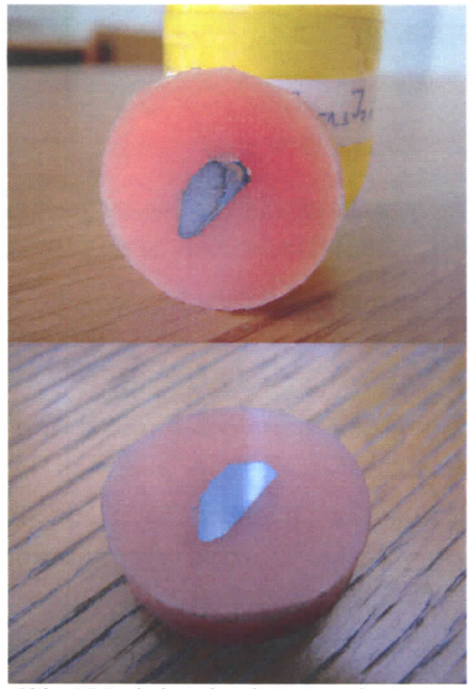
Opseg merenja tvrdoće: $(0{,}001 - 120000)\,\mathrm{N/mm^2}$

Indentor: Vickers – ov (standardi)

Maksimalne dimenzije uzorka (dužina x širina x visina): $(55 \times 80 \times 180)\,\mathrm{mm}$

Uzorak treba pripremiti tako da površina koja ostvaruje kontakt sa utiskivačem bude čista, suva, bez masnoće, glatka i ispolirana.

5.4.2 Priprema uzoraka



Slika 17.Izgled neobrađenog uzorka (gore) i izgled uzorka nakon obrade (dole)

Kako bi se uzorci postavili u pravilan položaj prilikom merenja (tako da slobodna površina, na kojoj će se praviti otisci bude normalna na silu utiskivanja), oni se zatapaju u odgovarajuće nosaće. Iz istog razloga, pored uzoraka, potrebno je obraditi i same nosače tako da im osnove budu paralelne Za nosače je iskorišćena epoksi smola. Sva četiri uzorka imaju debljinu reda veličine 1mm, i površinu reda veličine 50mm^2, a nosači imaju oblik cilindra. Najčešće se priprema uzoraka svodi na brušenje i poliranje. Brušenje se izvodi korišćenjem brusnog papira različite finoće, a za poliranje se koriste odgovarajući prahovi različitog stepena granulacije. Postoje mašine pomoću kojih se ovi postupci obavljaju mehanički. O ovom slučaju, površine uzoraka su prethodno bile pripremane za neka druga istraživanja, pa nije bilo potrebe za njihovim ponovnim brušenjem. Slobodne površine uzoraka obrađene su korišćenjem *karborundum* prahova (glinica - Al_2O_3). Na ravnu staklenu površinu stavljena je mala količina praha i dodato par kapi vode da se dobije suspenzija.koja služi za glačanje uzorka. Finalna obrada postignuta je poliranjem uzorka na svili razapetoj preko staklenog nosača, uz povremeno dodavanje vode i praha najveće finoće. Nakon obrade, dobijeni su uzorci ogledalskog sjaja. Na nekim uzorcima već su postojale pukotine, pa se moralo voditi računa da se uzorak postavi na aparat tako da mesto prodora utiskivača ne bude u blizini pukotine. Na slici 17 prikazan je izgled uzorka pre i posle obrade.

5.4.3 Rezultati merenja i diskusija

Merni sistem je programiran tako da sila utiskivanja, rastući konstantnom brzinom od nule, dostigne maksimalu vrednost $F_{\max} = 500\text{ mN}$ za vreme od 100 s. Maksimalno opterećenje je održavano 5 s, a zatim je istom brzinom sila opadala do nule. Opisani režim primenjen je na sva četiri uzorka. Za svaki uzorak dobijeni su podaci o Martens – ovoj tvrdoći HM, indentacionoj tvrdoći H_{IT}, Vickers – ovoj tvrdoći HV, indentacionom modulu E_{IT}, površini otiska (kojoj odgovara površina omotača piramide) pri maksimalnoj dubini prodora utiskivača A, radu elastične deformacije W_e, maksimalnoj dubini prodora utiskivača $h_{\max}$ i kontaktnoj dubini h_c. Na svakom od uzoraka bilo je potrebno izvršiti više snimanja F - h krive, pošto se dešavalo da se usled postojanja pikotine blizu otiska dobiju rezultati koji nisu mogli biti iskorišćeni. Moralo se voditi računa i o tome da je aparat (kao i sama metoda) izuzetno osetljiv, pa bi čak i kretanje eksperimentatora u blizini stola na kojem se nalazi aparat izazvalo pojavu šuma. Za svaki uzorak uzeta su po tri adekvatna snimka (F - h krive), i izračunate su srednje vrednosti navedenih parametara.

Rezulati merenja dati su grafičkim prikazom dobijenih F - h krivih i tabelarno, pri čemu su u tabeli date vrednosti nekih statističkih parametara ($\overline{X}$ - srednja vrednost,

s - standardna devijacija, $V[\%]$ - koeficijent varijacije, X_{min} - najniža zabeležena vrednost, X_{max} - najviša zabeležena vrednost, $R = X_{max} - X_{min}$ - interval varijacije, $R = 100\frac{R}{\bar{X}}[\%]$ - relativni interval varijacije). Već je navedeno da su amorfni materijali izotropni što u slučaju merenja tvrdoće i modula elastičnosti predstavlja olakšavajuću okolnost, jer se ne mora voditi računa o pravci duž kojeg su te veličine merene.

Analizirana je zavisnost mehaničkih osobina od koncentracije bakra u uzorku. U tabelama 2, 4, 6 i 8 dati su mehanički parametri, a u tabelama 3, 5, 7, i 9 karakteristične indentacione veličine za uzorke sa 5, 10, 20 i 25 at% Cu respektivno.

Za ispitane halkogenide, dubina prodora utiskivača u materijal kao funkcija primenjene sile prikazana je na graficima 18 – 21.

Takođe su prikazani uvećani segmenti dobijenih F - h krivih u okolini tačaka (h_{max}, F_{max}) kako bi se doneo zaključak ima li koncentracija bakra uticaj na puzanje materijala.

Prefgled rezultata dat je na narednim stranicama.

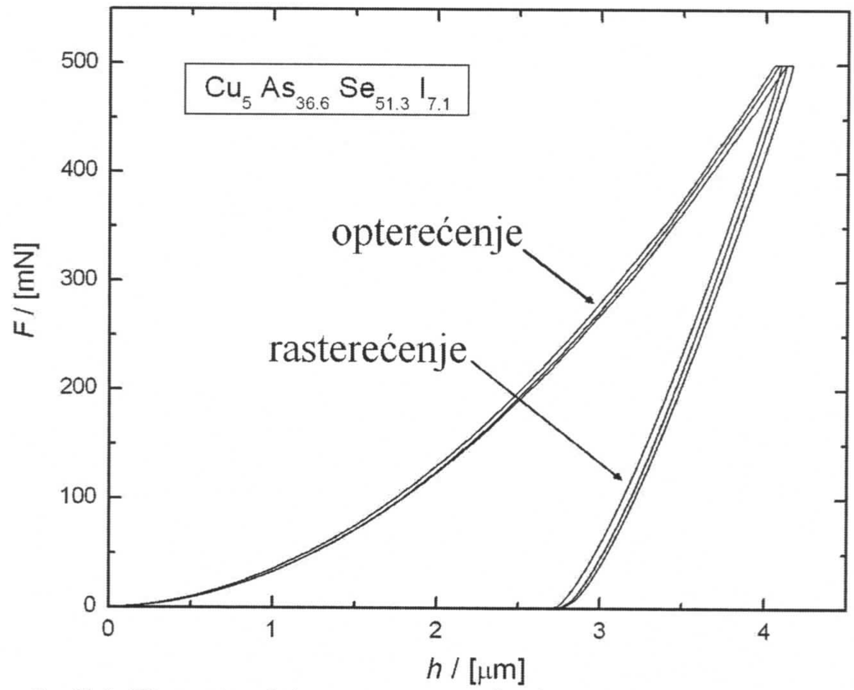
Rezultati merenja za uzorak $Cu_5As_{36,6}Se_{51,3}I_{7,1}$ (x=5)

uzorak $x=5$	$HM[\mathrm{N/mm^2}]$	$HV[\mathrm{kgf/mm^2}]$	$H_{IT}[\mathrm{N/mm^2}]$	$E_{IT}/(1-\nu_s^2)[\mathrm{GPa}]$
$\overline{X}$	1050.1	161.4	1707.7	23.76
s	17.98	3.27	34.6	0.35
$V[\%]$	1.71	2.03	2.03	1.49
X_{min}	1031.3	158.4	1676.3	23.4
X_{max}	1067.1	164.9	1744.8	24
R	35.8	6.5	68.5	0.6
$R[\%]$	3.41	4.01	4.01	2.65

Tabela 2. Mehanički parametri uzorka *$Cu_5As_{36,6}Se_{51,3}I_{7,1}$*

uzorak $x=5$	$A[\mathrm{\mu m^2}]$	$W_e[\mathrm{\mu J}]$	$h_{max}[\mathrm{\mu m}]$	$h_c[\mathrm{\mu m}]$
$\overline{X}$	440.17	0.3	4.13	3.46
s	7.723	0	0.036	0.035
$V[\%]$	1.75	0.91	0.87	1.01
X_{min}	432.93	0.3	4.092	3.42
X_{max}	448.30	0.3	4.164	3.49
R	15.37	0	0.072	0.07
$R[\%]$	3.49	1.59	1.74	2

Tabela 3. Karakteristične indentacione veličine za uzorak *$Cu_5As_{36,6}Se_{51,3}I_{7,1}$*



*Grafik 1. Histerezisne krive tavisnosti između sile utiskivanja i dubine prodora utiskivača za uzorak **$Cu_5As_{36,6}Se_{51,3}I_{7,1}$***

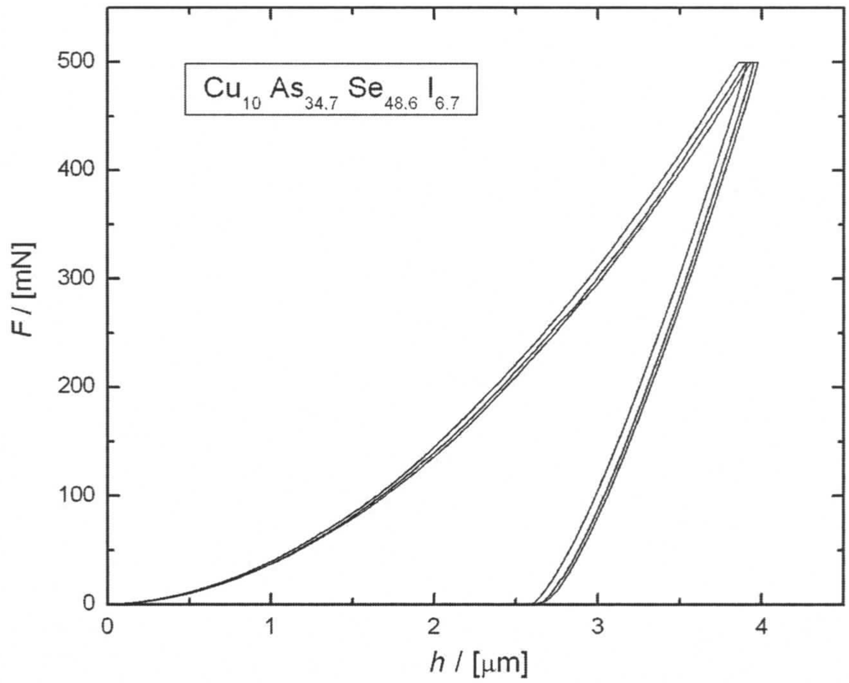
Rezultati merenja za uzorak $Cu_{10}As_{34,7}Se_{48,6}I_{6,7}$ (x=10)

uzorak $x=10$	$HM[\mathrm{N/mm^2}]$	$HV[\mathrm{kgf/mm^2}]$	$H_{IT}[\mathrm{N/mm^2}]$	$E_{IT}/(1-\nu_s^2)[\mathrm{GPa}]$
$\overline{X}$	1149.5	177.5	1878.2	25.72
s	22.7	4.03	42.7	0.25
$V[\%]$	1.97	2.27	2.27	0.97
X_{min}	1129.6	174.2	1843.4	25.4
X_{max}	1174.2	182	1925.9	25.9
R	44.6	7.8	82.5	0.5
$R[\%]$	3.88	4.39	4.39	1.9

Tabela 4. Mehanički parametri uzorka $Cu_{10}As_{34,7}Se_{48,6}I_{6,7}$

uzorak $x=10$	$A[\mu\mathrm{m}^2]$	$W_e[\mu\mathrm{J}]$	$h_{max}[\mu\mathrm{m}]$	$h_c[\mu\mathrm{m}]$
$\overline{X}$	401.34	0.29	3.94	3.30
s	8.053	0	0.035	0.037
$V[\%]$	2.01	0.39	0.88	1.13
X_{min}	392.61	0.3	3.91	3.25
X_{max}	408.48	0.3	3.98	3.33
R	15.87	0	0.07	0.08
$R[\%]$	3.95	0.76	1.73	2.18

Tabela 5. Karakteristične indentacione veličine za uzorak $Cu_{10}As_{34,7}Se_{48,6}I_{6,7}$



Grafik 2. Histerezisne krive tavisnosti između sile utiskivanja i dubine prodora utiskivača za uzorak ***$Cu_{10}As_{34,7}Se_{48,6}I_{6,7}$***

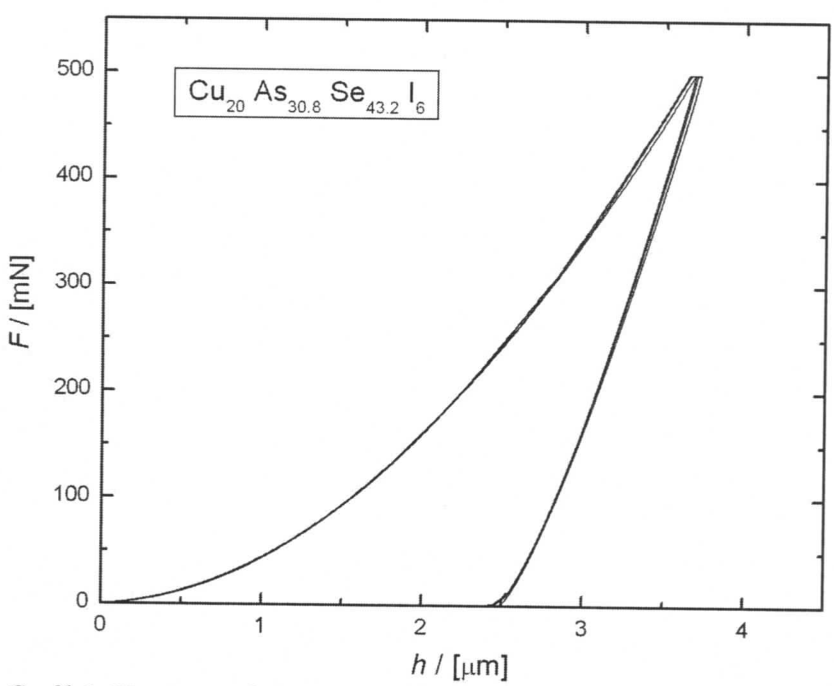
Rezultati merenja za uzorak $Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6$ (x=20)

uzorak $x=20$	$HM[N/mm^2]$	$HV[kgf/mm^2]$	$H_{IT}[N/mm^2]$	$E_{IT}/(1-\nu_s^2)[GPa]$
$\overline{X}$	1302.9	202.2	2139.1	29.21
s	12.06	0.32	3.37	0.64
$V[\%]$	0.93	0.16	0.16	2.2
X_{min}	1289.4	201.8	2135.2	28.5
X_{max}	1312.8	202.3	2141.1	29.8
R	23.4	0.55	5.84	1.27
$R[\%]$	1.79	0.27	0.27	4.36

Tabela 6. Mehanički parametri uzorka *$Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6$*

uzorak $x=20$	$A[\mu m^2]$	$W_e[\mu J]$	$h_{max}[\mu m]$	$h_c[\mu m]$
$\overline{X}$	353.04	0.27	3.69	3.09
s	3.352	0.01	0.018	0.0024
$V[\%]$	0.95	2	0.48	0.08
X_{min}	350.28	0.3	3.68	3.086
X_{max}	356.77	0.3	3.714	3.09
R	6.49	0.01	0.0349	0.0042
$R[\%]$	1.84	4	0.95	0.14

Tabela 7. Karakteristične indentacione veličine za uzorak *$Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6$*



Grafik 3. Histerezisne krive tavisnosti između sile utiskivanja i dubine prodora utiskivača za uzorak ***$Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6$***

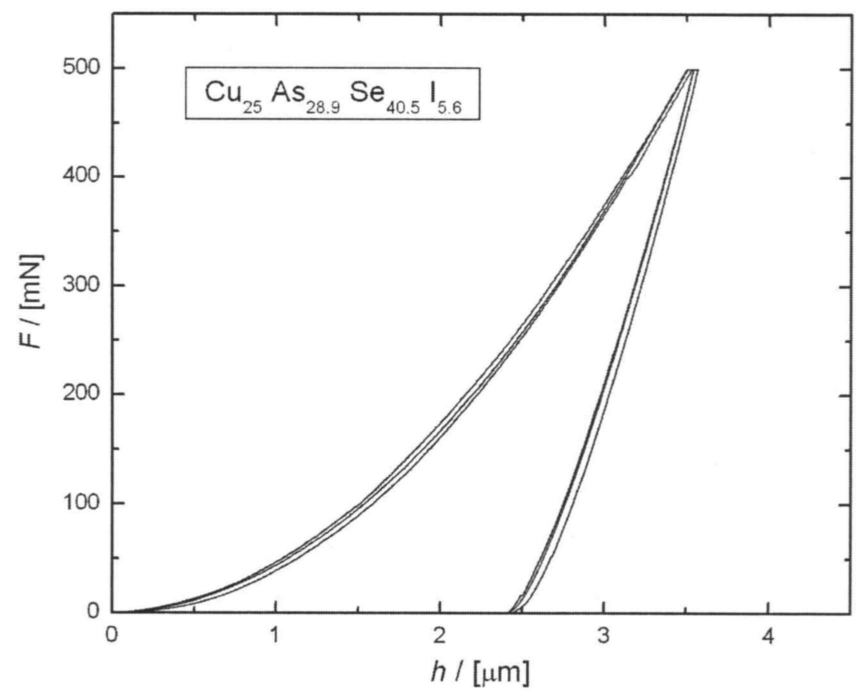
Rezultati merenja za uzorak $Cu_{25}As_{29,9}Se_{40,5}I_{5,6}$ (x=25)

uzorak $x=25$	$HM[\mathrm{N/mm^2}]$	$HV[\mathrm{kgf/mm^2}]$	$H_{IT}[\mathrm{N/mm^2}]$	$E_{IT}/(1-\nu_s^2)[\mathrm{GPa}]$
$\overline{X}$	1410.3	211.0	2232.4	33.74
s	12.54	4.24	44.86	0.43
$V[\%]$	0.89	2.01	2.01	1.28
X_{min}	1395.9	206.2	2182	33.3
X_{max}	1419.1	214.3	2267.9	34.2
R	23.22	8.1	85.9	0.9
$R[\%]$	1.65	3.85	3.85	2.57

Tabela 8. Mehanički parametri uzorka $Cu_{25}As_{29,9}Se_{40,5}I_{5,6}$

uzorak $x=25$	$A[\mu\mathrm{m}^2]$	$W_e[\mu\mathrm{J}]$	$h_{max}[\mu\mathrm{m}]$	$h_c[\mu\mathrm{m}]$
$\overline{X}$	325.56	0.24	3.55	3.02
s	2.976	0	0.016	0.031
$V[\%]$	0.91	1.98	0.44	1.01
X_{min}	323.45	0.2	3.54	3.00
X_{max}	328.96	0.2	3.57	3.06
R	5.51	0.01	0.03	0.06
$R[\%]$	1.69	3.91	0.79	1.93

Tabela 9. Karakteristične indentacione veličine za uzorak $Cu_{25}As_{29,9}Se_{40,5}I_{5,6}$

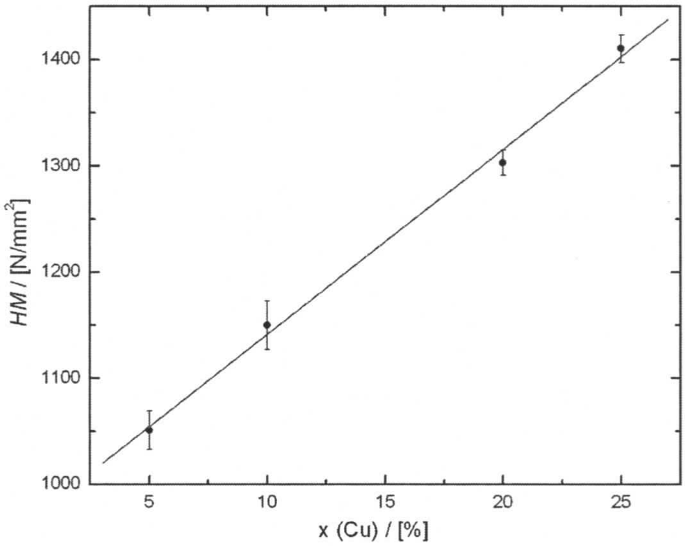


Grafik 4. Histerezisne krive tavisnosti između sile utiskivanja i dubine prodora utiskivača za uzorak $Cu_{25}As_{29,9}Se_{40,5}I_{5,6}$

Iz rezultata prikazanih u tabelama 2 – 9 može se primetriti pad h_{max} pri porastu koncentracije bakra, odnosno porast tvrdoće i modula elastičnosti. Na osnovu međusobnog položaja F - h krivih na graficima 1 - 4 primetno je da se one međusobno najbolje poklapaju za uzorak $Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6$, a zatim za uzorak $Cu_{25}As_{29,9}Se_{40,5}I_{5,6}$. Ovo se može objasniti visokom homogenošću uzoraka. Kod uzoraka $Cu_5As_{36,6}Se_{51,3}I_{7,1}$ i $Cu_{10}As_{34,7}Se_{48,6}I_{6,7}$ postoji blago odstupanje između F - h krivih, dobijenih u sukcesivnim merenjima, što bi moglo biti posledica manje homogenosti. Ipak se može reći da je homogenost uzoraka sa manjom koncentracijom bakra zadovoljavajuća. Može se videti da je stepen homogenosti za uzorak $Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6$ najveći o čemu svedoče i vrednosti statističkih parametara s i $R[\%]$ (ti parametri opisuju rasipanje rezultata) koje su za ovaj uzorak najniže.

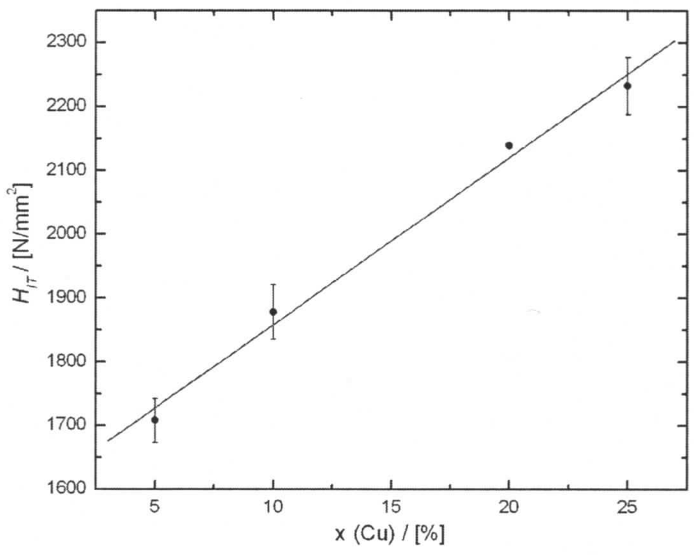
Izmereni mehanički parametri omogućuju da se sagleda uticaj sadržaja bakra u matrici kvazibinarnog halkogenida. Ranija istraživanja pokazala su da koncentracija bakra u sistemu Cu-As-Se-I utiče, između ostalog, i na mehaničke osobine /34/, što se može objasniti pojavom različitih strukturnih jedinica u čvrstoj amorfnoj matrici. Pokazano je da se amorfni uzorci dobijaju pri maksimalnoj koncentraciji bakra od 21,44 mas. % /44/. Daljim povećanjem udela bakra u materijalu se javljaju kristalni centri. Za povećanje tvrdoće odgovorno je stvaranje strukturne jedinice sastava Cu_3AsSe_4, čije je prisustvo u uzorku potvrđeno difrakcijom X - zračenja /44/. Obzirom na porast tvrdoće i modula elastičnosti sa povećanjem koncentracije bakra, može se zaključiti da pri većim koncentracijama u uzorku dominiraju trodimenzionalne strukturne jedinice (nastale vezivanjem bakra za atome arsena i selena), homogeno raspoređene u amorfnoj matrici, koje učvršćuju njenu strukturu i čine je mehanički stabilnijom. Moglo bi se očekivati da će uzorci sa većom koncentracijom bakra biti manje krti, što je i potvrđeno u ranijim istraživanjima /34/.

Vrednosti parametra h_f/h_{max} za uzorke kreću se u intervalu 0,8 - 0,85, što može navesti na zaključak da je prilikom merenja došlo do efekta nagomilavanja. Međutim, snimci otisaka dobijeni prilikom merenja tvrdoće uzoraka konvencionalnom metodom ukazuju na to da kod ispitanih uzoraka ne dolazi do ovog efekta, ukoliko su primenjene sile utiskivanja do 500mN /34/. Ovo je bitno istaći zbog toga što numeričke simulacije bazirane na primeni metode konačnih elemenata ukazuju na to da sa porastom sile utiskivanja (samim tim i dubine otiska) efekat nagomilavanja postaje izraženiji /21/.



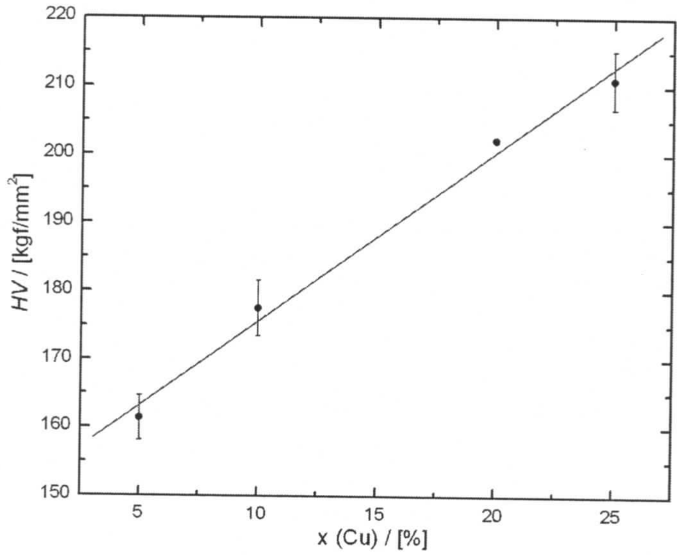
Grafik 5. Zavisnost Martens – ove tvrdoće od koncentracije bakra. Vertikalne linije rasipanja date su za jednu standardnu devijaciju.

Grafik 5 prikazuje zavisnost Martens – ove tvrdoće od koncentracije bakra u uzorku. Regresionom analizom podataka dobijeno je da se oni najbolje mogu predstaviti linearnom vezom između datih veličina. U ovom slučaju veza $HM = HM(x)$ data je jednačinom $HM = 967{,}2 + 17{,}42\,x$. Visoka vrednost izračunatog koeficijenta korelacije $r_{HM} = 0{,}998$ opravdava uvođenje linearne veze. Za statističku obradu podataka korišćen je programski paket Origin 6.1.



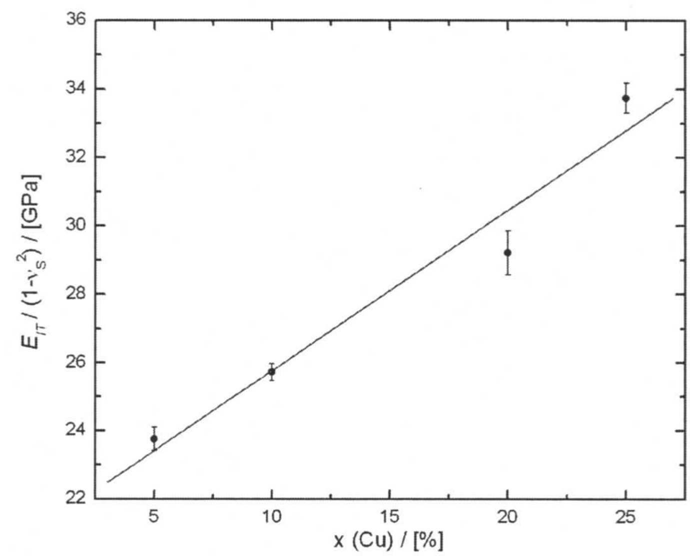
Grafik 6. Zavisnost indentacione tvrdoće od koncentracije bakra. Vertikalne linije rasipanja date su za jednu standardnu devijaciju.

Grafik 6 prikazuje zavisnost indentacione tvrdoće od koncentracije bakra u uzorku. I u ovom slučaju pretpostavljena je linearna korelacija između datih veličina. Veza $H_{IT} = H_{IT}(x)$ data je jednačinom $H_{IT} = 1596{,}23 + 26{,}21\,x$. Visoka vrednost izračunatog koeficijenta korelacije $r_{HIT} = 0{,}996$ opravdava uvođenje linearne veze.



Grafik 7. Zavisnost Vickers – ove tvrdoće od koncentracije bakra. Vertikalne linije rasipanja date su za jednu standardnu devijaciju.

Na grafiku 7 prikazana je zavisnost Vickers – ove tvrdoće od koncentracije bakra. Vickers – sova tvrdoća definiše se analogno kao i indentaciona tvrdoća. Razlika je samo u korišćenim jedinicama Stoga je $r_{HV} = r_{HIT} = 0{,}996$ a jednačina regresione prave je $HV = 150{,}85 + 2{,}477\,x$.

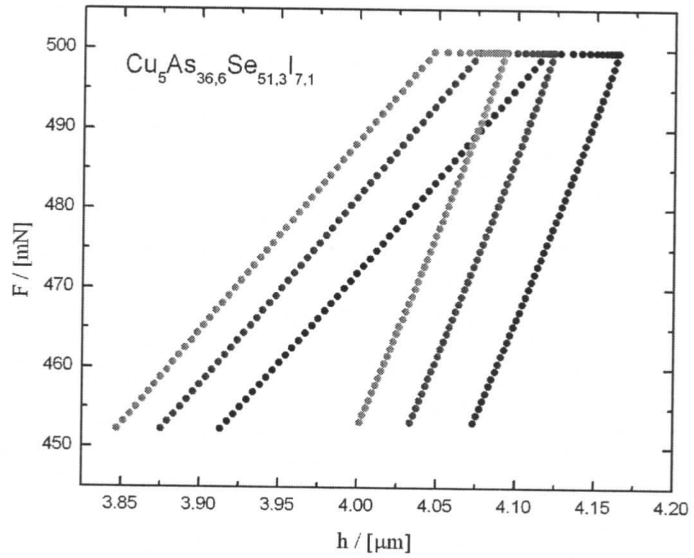


Grafik 8. Zavisnost modula elastočnosti od koncentracije bakra. Vertikalne linije rasipanja date su za jednu standardnu devijaciju.

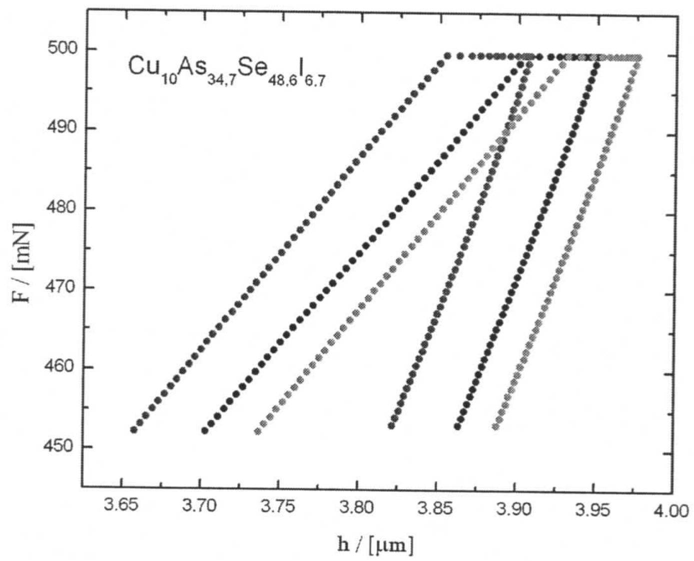
Grafik 8 prikazuje zavisnost modula elastičnosti, redukovanog za faktor $1-\nu_s^2$, od koncentracije bakra u uzorku. Regresionom analizom podataka dobijeno je da se oni najbolje mogu predstaviti linearnom vezom između datih veličina predstavljenom jednačinom $E_{IT}/(1-\nu_s^2)=21{,}07+0{,}469\,x$. U ovom slučaju vrednost izračunatog koeficijenta korelacije je neznatno manja u odnosu na vrednosti tog parametra dobijenog za tvrdoću ($r_{EIT}=0{,}978$). Pošto je $1-\nu_s^2$ konstantan faktor, nema razloga da se sumnja u ispravnost odabranog regresionog modela. Da bi se izračunao modul elastičnosti ispitivanih uzoraka, neophodno je poznavati vrednosti njihovih Poasonovih koeficijenata. Pošto je vrednost faktora $1-\nu_s^2$ manja od jedinice, može se zaključiti da će vrednosti modula elastičnosti uzoraka biti veće od vrednosti prikazanih na grafiku 8.

Treba naglasiti da sve navedene zavisnosti mehaničkih osobina od koncentracije bakra važe samo u opsegu $0<x<25$ at%, i da se ne bi mogle ekstrapolirati ka većim vrednostima koncentracije bakra, pošto je ustanovljeno da tada dolazi do strukturnih promena u materijalu /44/.

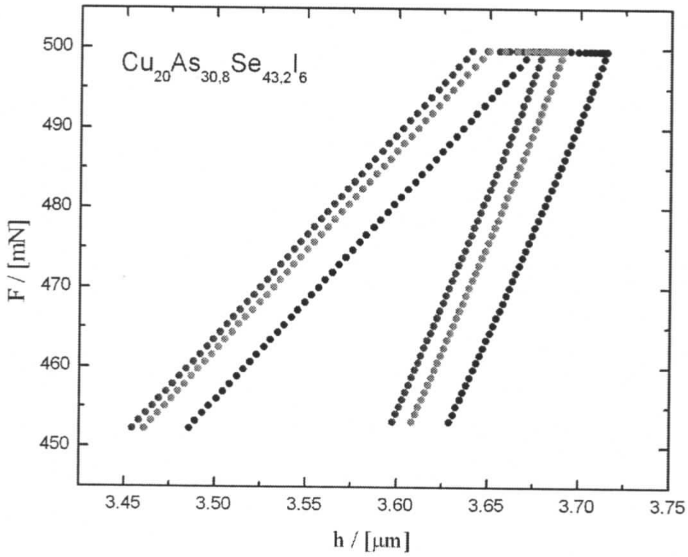
Obzirom na to da mehaničke osobine linearno zavise od koncentracije bakra u uzorku, ispitani sistem se može tretirati kao čvrst rastvor /45/.



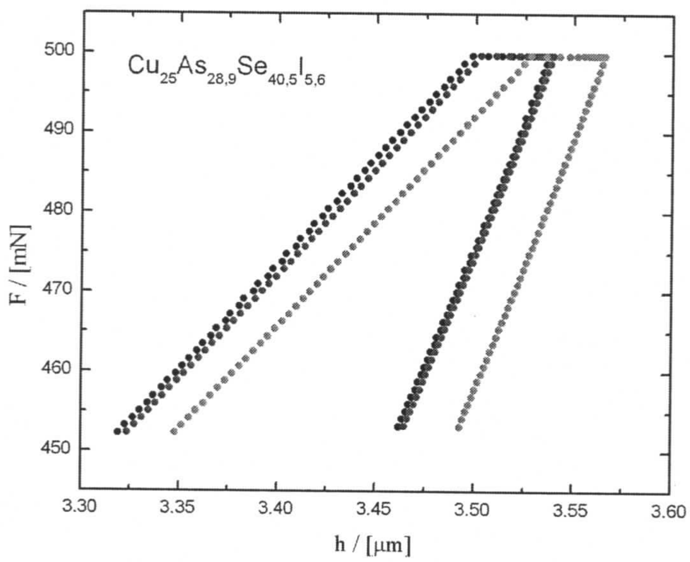
Grafik 9. Delovi F-h krivih u okolini maksimalne dubine prodora utiskivača za uzorak $\boldsymbol{Cu_5As_{36,6}Se_{51,3}I_{7,1}}$.



Grafik 10. Delovi F-h krivih u okolini maksimalne dubine prodora utiskivača za uzorak $\boldsymbol{Cu_{10}As_{34,7}Se_{48,6}I_{6,7}}$.



Grafik 11. Delovi F-h krivih u okolini maksimalne dubine prodora utiskivača za uzorak $\boldsymbol{Cu_{20}As_{30,8}Se_{43,2}I_6}$.



Grafik 12. Delovi F-h krivih u okolini maksimalne dubine prodora utiskivača za uzorak $\boldsymbol{Cu_{25}As_{29,9}Se_{40,5}I_{5,6}}$.

6 Zaključak

U radu su prikazani rezultati merenja tvrdoće i modula elastičnosti balk uzoraka koji pripadaju klasi četvorokomponentnih halkogenidnih stakala sa bakrom. Donešen je zaključak o vezi između merenih mehaničkih osobina i koncentracije bakra.

Snimljene histerezisne F - h krive imaju karakterističan oblik. Na njima se jasno uočavaju kriva opterećenja i rasterećenja, a odstupanje krivih dobijenih u sukcesivnim merenjima je malo, što govori o visokom stepenu homogenosti svih uzoraka.

Iz zavisnosti mehaničkih osobina od sadržaja bakra može se zaključiti da su sve određene mehaničke osobine u linearnoj vezi sa koncentracijom bakra, što je u skladu sa rezultatima merenja tvrdoće, prethodno dobijenim korišćenjem konvencionalne metode. O adekvatnosti linearnog regresionog modela, kada je u pitanju opis funkcionalne zavisnosti određenih mehaničkih osobina od koncentracije bakra, govore i visoke vrednosti koeficijenata korelacije r. Treba napomenuti da nije postojala mogućnost tačnog određivanja modula elastičnosti, pošto vrednosti poasonovog koeficijenta za ispitane uzorke nisu poznate. Dobijene su vrednosti modula elastičnosti podeljene faktorom $1-\nu_s^2$. Međutim, ova okolnost ne može uticati na zaključak o linearnoj vezi $E_{IT}=E_{IT}(x)$, pošto je $1-\nu_s^2$ za određeni materijal konstanta. Obzirom na dobijene zavisnosti mehaničkih parametara ispitanih uzoraka od koncentracije bakra, sistem Cu-As-Se-I se može tretirati kao čvrst rastvor.

Iz grafika na kojima su prikazani segmenti F - h krivih u oblasti maksimalne dubine prodora utiskivača može se zaključiti da kod ispitanih halkogenida dolazi do pojave puzanja materijala. Ipak se nije mogao doneti zaključak o tome kako koncentracija bakra utiče na puzanje. Da bi se ta zavisnost utvrdila, trebalo bi sprovesti dodatna istraživanja u kojima bi vreme dejstva maksimalnog opterećenja bilo dovoljno dugo, kako bi se dubina prodora utiskivača ustalila na određenoj vrednosti.

7 Literatura

[1] Milo L. Arsenijević, Andrija Balčić, Milan Brekić: *"Fizičko mehanička ispitivanja materijala"*; Univerzitet u Beogradu, Beograd (1972)

[2] D. Tabor, *The hardness of Metals*, Oxford University Press, Oxford, 7 (1951)

[3] P. Terzić, *"Ispitivanje metala – mehanička ispitivanja"*, Tehnološko – Metalurški fakultet, Univerzitet u Beogradu, Beograd (1988)

[4] Đ. S. Đukić, T. M. Atanasković, L. J. Cvetićanin, *"Mehanika"*, FTN Izdavaštvo, Novi Sad, 102 (2005)

[5] H. Hertz, J. reine und angewandte Mathematik 92, 156 (1882)

[6] J. Boussinesq, *Applications des Potentiels a l' étude de équilibre et du mouvement des solides élastiques*, Gauthier-Villars, Paris (1885)

[7] J. W. Harding and I. N. Sneddon, Proc. Cambridge Philos. Soc. 41, 12 (1945)

[8] I. N. Sneddon, Int. J. Engng. Sci. 3, 47 (1965)

[9] K. L. Jonson, *"Contact Mechanics"*, Cambridge University Press, Cambridge (1985)

[10] D. Tabor, Proc. R. Soc. A 192, 247 (1948)

[11] N. A. Stillwell and D. Tabor, Proc. Phys. Soc. London 78, 169 (1961)

[12] A. P. Ternovskii, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov, M. M. Khroshchov, and V. N. Skvortsov, Zavod. Lab. 39, 1242 (1973)

[13] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov, A. P. Ternovskii, and G. D. Shnyrev, Zavod. Lab. 41, 1137 (1975)

[14] S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov and A. P. Ternovskii, Prob. Prochn. 9, 79 (1976)

[15] M. Kh. Shorshorov, S. I. Bulychev, and V. P. Alekhin, Sov. Phys. Dokl. 26, 769 (1982)

[16] S. I. Bulychev and V. P. Alekhin, Zavod. Lab. 53, 76 (1987)

[17] W. C. Oliver and G. M. Pharr,. J. Matter. Res. 7, 1564 (1992)

[18] J. B. Pethica, R. Hutchings and W. C. Pliver, Philos. Mag. A 48, 593 (1983)

[19] W. C. Oliver, R. Hutchings, and J. B. Pethica, in ASTM STP 889, edited by P. J. Blau and B. R. Lawn (American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1986), pp. 90

[20] M. F. Doerner and W. D. Nix, J. Matter. Res. 1, 601(1986)

[21] W. C. Oliver and G. M. Pharr, J. Matter. Res. 19, 3 (2004)

[22] A. Bolshakov and G. M. Pharr, J. Matter. Res. 13, 1049 (1998)

[23] Uputstvo za rukovanje uređajem FISCHERSCOPE HM2000 S

[24] H. Hertz, *Miscellaneous Papers by H. Hertz,* Macmillan, London (1896)

[25] J. S. Field and M. V. Swain, J. Mater. Res. 8, 297 (1993)

[26] J. S. Field and M. V. Swain, J. Mater. Res. 10, 101 (1995)

[27] D. Kuzmanović, A. Sedmak, I. Obradović, D. Nikolić: "*Matematička fizika*", Rudarsko – geološki fakultet Univerziteta u Beogradu, Beograd (2003)

[28] G. M. Pharr and A. Bolshakov, J. Matter. Res. 17, 2660 (2002)

[29] A. Bolshakov, W. C. Oliver, and G. M. Pharr, *in Thin Films: Stresses and Mechanical Properties V*, edited by S. P. Baker, C. A. Ross, P. H. Townsend, C. A. Volkert, and P. Borgesen, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 356, Pittsburgh, PA, (1995)

[30] G. M. Pharr, W. C. Oliver and F. R. Brotzen, J. Matter. Res. 7, 613 (1992)

[31] C-M. Cheng and Y-T Cheng, Appl. Phys. Lett. 71, 2623 (1997)

[32] D. I. Joslin and W. C. Oliver, J. Matter. Res. **5**, 123 (1990)

[33] L. Charleux, S. Gravier, M. Verdier, M. Fivel, J.J. Blandin, Materials Science and Engineering, 652 (2006)

[34] S. R. Lukić, D. M. Petrović: "Složeni amorfni halkogenidi", Univerzitet u Novom Sadu, Novi Sad (2002)

[35] S. R. Lukić, D. M. Petrović: "*Eksperimentalna fizika kondenzovane materije*", Edicija "Univerzitetski udžbenik", Univerzitet u Novom Sadu, Novi Sad (2000)

[36] Н. А. Горюнова, і Б. Т. Коломиец, Изв. АН СССР, Физика, 20 (12), 1496 (1956)

[37] Н. А. Горюнова, і Б. Т. Коломиец:, ЖТФ, 28, 1922, (1958)

[38] J. T. Krause, C. R. Kurkijan, D. A. Pinnow, E. S. Sagety, Appl. Phys. Lett., 17, 9, 367 (1970)

[39] Д. Б. Шелопут, Б. Ф. Глушков, Изв. АН СССР, Неорг. материалы 9, 7, 1149 (1973)

[40] S. R. Lukić, D. M. Petrović, A. F. Petrović, Ž. N. Popović, Mat. Sce. Forum, 321/324, 525 (1999)

[41] S. R. Lukić, F. Skuban, D. M. Petrović, L. Šiđanin, J. Mater. Sci. Lett. 19, 139 (2000)

[42] S. R. Lukić, D. M. Petrović, F. Skuban, L. Šiđanin, I.O. Gúth, *Appl. Surf. Sci., 252*, 7917 (2006)

[43] ISO – 14577

[44] S. R. Lukić, D. M. Petrović, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, 1, 4, 43 (1999)

[45] H. Schumann, in "Metallographie" ,VEB Deutscher Verlag fηr Grundstoffindustrie, Leipzig (1975)

Aleksandar Antić rođen je 11. 10. 1983. godine u Kikindi, u kojoj je proveo celokupno detinjstvo. Upisuje se u OŠ „Sveti Sava" u Kikindi, koju završava kao učenik generacije. Nakon toga upisuje gimnaziju „Dušan Vasiljev" u Kikindi. Tokom srednjoškolskog obrazovanja, učestvovao je na brojnim takmičenjima iz fizike. Gumnaziju završava 2002. godine kao učenik generacije.

Nakon stečenog srednjoškolskog obrazovanja, upisuje Prirodno – matematički fakultet u Novom Sadu, odsek za fiziku, smer – diplomirani fizičar. Bio je izabran za člana delegacije Srbije koja je prisustvovala na konferenciji „Physics for tomorrow", održanoj pod pokroviteljstvom UNESCO – a, u Parizu 2005. godine. koja je od strane UNESCO – a proglašena svetskom godinom fizike, povodom stogodišnjice Einstein – ovih otkrića. Tokom studija učestvuje na međunarodnim konferencijama studenata fizike (ICPS) 2006. godine u Bukureštu, 2007. godine u Londonu i 2009. godine u Splitu. Njegova oblast interesovanja je eksperimentalna fizika kondenzovane materije.

UNIVERZITET U NOVOM SADU
PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

Redni broj: **RBR**	
Identifikacioni broj: **IBR**	
Tip dokumentacije: **TD**	Monografska dokumentacija
Tip zapisa: **TZ**	Tekstualni štampani materijal
Vrsta rada: **VR**	Diplomski rad
Autor: **AU**	Aleksandar Antić
Mentor: **MN**	prof.dr Svetlana Lukić
Naslov rada: **NR**	Određivanje mikrotvrdoće i modula elastičnosti halkogenidnih stakala sa bakrom
Jezik publikacije: **JP**	srpski (latinica)
Jezik izvoda: **JI**	srpski/engleski
Zemlja publikovanja: **ZP**	Srbija
Uže geografsko područje: **UGP**	Vojvodina
Godina: **GO**	2009
Izdavač: **IZ**	Autorski reprint
Mesto i adresa: **MA**	Prirodno-matematički fakultet, Trg Dositeja Obradovića 4, Novi Sad
Fizički opis rada: **FO**	7/52/45/9/17/12/0
Naučna oblast: **NO**	Fizika
Naučna disciplina: **ND**	Fizika kondenzovane materije
Predmetna odrednica/ ključne reči: **PO** **UDK**	sistem Cu-As-Se-I, mikrotvrdoća, modul elastičnosti, Fisherscope HM2000 S
Čuva se: **ČU**	Biblioteka departmana za fiziku, PMF-a u Novom Sadu
Važna napomena: **VN**	nema
Izvod: **IZ**	U radu su prikazani rezultati merenja mikrotvrdoće i modula elastičnosti balk uzoraka koji pripadaju klasi četvorokomponentnih halkogenidnih stakala sa bakrom. Pošto su ispitani amorfni materijali nije bilo potrebe voditi računa o pravcu duž kojeg su mehaničke osobine merene. Merenja su obavljena na četiri uzorka, pomoću uređaja Fishescope HM2000 S. Uzorci pripadaju sistemu Cu-As-Se-I sa koncentracijama bakra od 5, 10, 20 i 25 at %. Za svaki uzorak snimljeno je više histereza $F - h$, čiji međusobni položaji svedoče o zadovoljavajućoj homogenosti uzoraka. Posmatrana je zavisnost mikrotvrdoće i modula elastičnosti od koncentracije bakra u uzorku. Utvrđeno je da mikrotvrdoća linearno zavisi od koncentracije bakra što se slaže sa prethodno izvedenim istraživanjima u kojima je korišćena konvencionalna metoda merenja. Linearna zavisnost od koncentracije bakra dobijena je i za modul elastičnosti.
Datum prihvatanja teme od NN veća: **DP**	11. 9. 2009.

Datum odbrane: **DO**	29. 9. 2009.
Članovi komisije: **KO**	
Predsednik:	dr Leposava Šiđanin, profesor emeritus, Fakultet tehničkih nauka u Novom Sadu
član:	dr Svetlana Lukić, redovni profesor Prirodno-matematičkog fakulteta u Novom Sadu, mentor
član:	dr Fedor Skuban, docent Prirodno-matematičkog fakulteta u Novom Sadu

UNIVERSITY OF NOVI SAD
FACULTY OF SCIENCE AND MATHEMATICS

KEY WORDS DOCUMENTATION

Accession number: **ANO**	
Identification number: **INO**	
Document type: **DT**	Monograph publication
Type of record: **TR**	Textual printed material
Content code: **CC**	Final paper
Author: **AU**	Aleksandar Antić
Mentor/comentor: **MN**	dr Svetlana Lukić
Title: **TI**	Examining the micro-hardness and elastic modulus of chalcogenide glasses with cooper
Language of text: **LT**	Serbian (Latin)
Language of abstract: **LA**	English
Country of publication: **CP**	Serbia
Locality of publication: **LP**	Vojvodina
Publication year: **PY**	2009
Publisher: **PU**	Author's reprint
Publication place: **PP**	Faculty of Science and Mathematics, Trg Dositeja Obradovića 4, Novi Sad
Physical description: ***PD***	7/52/45/9/17/12/0
Scientific field: **SF**	Physics
Scientific discipline: **SD**	Physics of Condensed Matter
Subject/ Key words: **SKW**	system Cu-As-Se-I, micro - hardness, elastic modulus, Fisherscope HM2000 S
UC	
Holding data: **HD**	Library of Department of Physics, Trg Dositeja Obradovića 4
Note: **N**	none
Abstract: **AB**	In these paper results of micro-hardness and elastic modulus measurements of bulk samples which belong to a class of four-component chalcogenide glasses with copper have been shown. Since isotropic materials are in question, it was not necessary to pay attention to the direction along which required qualities were being determined. The measuring was performed upon four samples, using the Fisherscope HM2000 S device. The samples belong to Cu-As-Se-I system with copper concentrations of 5, 10, 20 and 25 at %. For every sample several hysteresis $F - h$ curves were documented. Mutual positions of $F - h$ curves confirm the satisfactory homogeneity of samples. Dependency of micro-hardness and elastic modulus on copper concentration within a sample has been monitored. It has been determined that micro-hardness is linearly dependant on copper concentration which is in accordance with previously performed research during which a conventional method of measuring was used. Linear dependency on copper concentration was also acquired for elastic modulus.

Accepted by the Scientific Board: 11. 9. 2009.
ASB
Defended on: 29. 9. 2009.
DE
Thesis defend board:
DB
President: dr Leposava Šiđanin, full profesor, Faculty of technical Sciences, Novi Sad
Member: dr Svetlana Lukić, full profesor, Faculty of Sciences, Novi Sad
Member: dr Fedor Skuban, assistent profesor, Faculty of Sciences, Novi Sad