

Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und weiterer plastisch-elastischer Materialkenngrößen (Nano- und Mikrobereich)

Schlagwörter

Instrumentierte Eindringprüfung, Härte, Elastizitätsmodul, plastisch-elastisches Verhalten, Anteile von plastischer und elastischer Verformung

Prüfgrößen und -objekte

Eindringtiefe h ($h > 0,01 \mu\text{m}$) als Funktion der Prüfkraft F , mit der ein Eindringkörper definierter Form (z. B. Vickerspyramide) in die Oberfläche eines unbeschichteten oder beschichteten Prüfobjektes eingedrückt wird. Auf Basis eines Modells können Materialkenngrößen wie Martenshärte, Eindringhärte und elastischer Eindringmodul bestimmt werden. Prüfkraften zwischen $10 \mu\text{N}$ und $0,5 \text{ N}$ erlauben die Bestimmung von Schichtkenngrößen für Schichtdicken oberhalb von $0,1 \mu\text{m}$.

Prüfbereich	Ergebnisunsicherheit
Martenshärte H_M : 2 N/mm^2 bis $5 \times 10^4 \text{ N/mm}^2$	von $1,0 \%$ bis $1,5 \%$
Eindringhärte H_{IT} : 20 N/mm^2 bis 10^4 N/mm^2	von $2,0 \%$ bis $3,0 \%$
Elastischer Eindringmodul E_{IT} : 10^3 N/mm^2 bis $5 \times 10^5 \text{ N/mm}^2$	von $3,0 \%$ bis $4,0 \%$

Einsatzgebiete

Entwicklung und Zertifizierung von Referenzmaterialien und -schichten; Referenzverfahren für mechanische Materialkenngrößen; Homogenitäts- und Stabilitätsprüfung

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Prüfmethodik:

Instrumentierte Härteprüfung nach DIN EN ISO 14577 Blatt 1-4.

Gerätetechnik:

Picodentor HM500 der Fa. H. Fischer (max. Prüfkraft $0,5 \text{ N}$),
Nanoindentor XP der Fa. AGILENT (max. Prüfkraft 500 mN),
Nano DCM der Fa. AGILENT MTS (max. Prüfkraft 15 mN).

Qualifikation und Qualitätssicherung

Rückführbarkeit der Kalibrierung; Verwendung von zertifizierten Referenzmaterialien;
Teilnahme an Ringversuchen

Ansprechpartner:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Dr. Uwe Beck, Telefon +49 30 8104 1821, Fax +49 30 8104 71821, uwe.beck@bam.de

Dr. Michael Griepentrog, Telefon +49 30 8104 3555, Fax +49 30 8104 73555, michael.griepentrog@bam.de

[Fachbereich 6.7: Oberflächenmodifizierung und -messtechnik](#)

[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

Ergänzende Angaben

Prinzip der instrumentierten Eindringprüfung

Ein Eindringkörper bekannter Form (z. B. Vickerspyramide) wird in die Oberfläche des Prüfobjektes eingedrückt. Während des Prüfvorgangs werden die Prüfkraft F und die Eindringtiefe h sowohl bei Prüfkraftzunahme als auch -rücknahme gemessen. Auf diese Weise wird unter den gegebenen Prüfbedingungen ein für das untersuchte Material charakteristischer Zusammenhang zwischen F und h bestimmt.

Aus dieser experimentell gemessenen Kraft–Eindringtiefe–Kurve können folgende Kenngrößen bestimmt werden: Martenshärte HM , Eindringhärte H_{IT} (für eine Reihe von Materialien besteht eine enge Korrelation zwischen der Eindringhärte und der Vickershärte), Elastischer Eindringmodul E_{IT} (dieser Modul kann mit dem Elastizitätsmodul des Prüfmaterials verglichen werden), Kriechverhalten, Relaxationsverhalten, plastischer und elastischer Anteil der Eindringarbeit.

Da die Messung der Eindringtiefe während des Eindringens vollautomatisch (on-line) erfolgt, treten im Gegensatz zur Auswertung unter dem Mikroskop (off-line) Relaxation und visuelle Fehler nicht als Fehlergrößen auf. Die Untersuchung von dünnen Schichten wird so überhaupt erst möglich.

Anforderungen an die Prüfobjekte

Ebene Oberfläche hinreichend kleiner Rauheit (typischerweise $< h/10$) frei von Fremdpartikeln. Die Prüf- und Auflageflächen müssen eben und parallel sein. Bei der Ableitung von Schichtkenngrößen sollte die Schichtdicke mindestens das Zehnfache der Eindringtiefe h betragen.

Die Anforderungen an Härtevergleichsplatten für die instrumentierte Eindringprüfung sind in DIN EN ISO 14577 Blatt 3 (2003) ausführlich beschrieben.

Genauigkeit der Prüfeinrichtung

Die Anforderungen an die Prüfmaschine und an die Kalibrierung werden in DIN EN ISO 14577 Blatt 2 (2003).

Die eingesetzten Prüfmaschinen entsprechen grundsätzlich diesen Forderungen. Für einige wichtige Parameter werden wesentlich bessere Werte erreicht:

- Die Toleranz der Bestimmung der Prüfkraft F (max. Abweichung des während der Kalibrierung bestimmten Ist-Werts vom Soll-Wert) ist für $1 \mu\text{N} < F < 1 \text{ N}$ kleiner 0,1 % (gefordert $< 1,5$ %).
- Der Fehler der Bestimmung der Eindringtiefe h (max. Abweichung des während der Kalibrierung bestimmten Ist-Werts vom Soll-Wert) ist für $0,005 \mu\text{m} < h < 10 \mu\text{m}$ kleiner 1 % rel. (gefordert < 1 % rel.).
- Die Wiederholbarkeit des Prüfverfahrens (Variationskoeffizient der an einer zertifizierten Referenzprobe gemessenen Härte) ist kleiner 1 % (gefordert < 5 %).
- Der Fehler des Prüfverfahrens (Differenz aus dem arithmetischen Mittelwert der Härte, bestimmt aus fünf Einzelmessungen an einer zertifizierten Referenzprobe und dem zertifizierten Härtewert der Referenzprobe) ist kleiner 3 % (gefordert < 5 %).

Ergebnisunsicherheit der Prüfung

Grundsätzlich wird die Ergebnisunsicherheit sowohl von der Genauigkeit der Prüfmaschine, den Eigenschaften des Prüfobjektes als auch vom Prüfbereich bestimmt. Großen Einfluss hat die Oberflächenrauheit. Die zuvor angegebenen Ergebnisunsicherheiten beziehen sich auf eine zertifizierte Referenzprobe.

Literatur

DIN EN ISO 14577 Blatt 1-4