Schriftenreihe des Lehrstuhls für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie der Technischen Universität Berlin

Herausgegeben von Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller







Holger Worrack

Miniaturmessverfahren insbesondere Nanoindentation zur Bestimmung von Materialparametern bei kleinen Werkstoffmengen





Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2

Miniaturmessverfahren insbesondere Nanoindentation zur Bestimmung von Materialparametern bei kleinen Werkstoffmengen

von Dipl.-Ing. Holger Worrack aus Berlin

von der Fakultät V Verkehrs- und Maschinensysteme Technische Universität Berlin zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss

Vorsitzender:	Prof. DrIng. Henning Meyer	
Gutachter:	Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller	
Gutachter:	Prof. DrIng. habil. Ferdinand Ferber	

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 03.09.2012

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2012

Zugl.: (TU) Berlin, Univ., Diss., 2012

978-3-95404-240-1

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2012 Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen Telefon: 0551-54724-0 Telefax: 0551-54724-21 www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2012

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-95404-240-1

Technische Universität Berlin Fakultät V, Verkehrs- und Maschinensysteme Institut für Mechanik, Sekr. MS2 Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie Einsteinufer 5 10587 Berlin



Promotionsausschuss

Vorsitzender:	Prof. DrIng. Henning Meyer, Technische Universität Berlin Institut für Konstruktion, Mikro- und Medizintechnik Fachgebiet Konstruktion von Maschinensystem
Erstgutachter:	Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang H. Müller Technische Universität Berlin Institut für Mechanik Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie
Zweitgutachter:	Prof. DrIng. Ferdinand Ferber Universität Paderborn Fakultät für Maschinenbau Lehrstuhl für Technische Mechanik
Tag der Aussprache:	03.09.2012

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2



Kontakt

holger.worrack@tu-berlin.de

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2

Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie (LKM) der TU Berlin entstanden.

Die Fertigstellung wäre jedoch ohne die Unterstützung meiner Kolleginnen und Kollegen am Institut für Mechanik nicht möglich gewesen.

Ich danke vor allem Herrn Prof. Wolfgang H. Müller. Ohne den regelmäßigen Austausch und die notwendige Kritik im Zusammenhang mit hilfreichen Tipps und Anregungen wäre diese Arbeit nicht zustande gekommen.

Ebenso zum Dank verpflichtet bin ich Herrn Prof. Ferdinand Ferber von der Universität Paderborn für die Übernahme des zweiten Gutachters.

Die vergangenen Jahre am LKM werden mir immer positiv in Erinnerung bleiben. Ich möchte an dieser Stelle den Mitarbeitern und studentischen Angestellten meinen Dank aussprechen, vor allem aber: Frau Bärbel Minx, Frau Christina Völlmecke, Frau Gisela Glass, Herrn Emek Abali, Herrn Andreas Brandmair, Herrn Mohamad Sbeiti, Herrn Christian Liebold, Herrn Guido Harneit, Herrn Nikolas Jüngel, Herrn Alexander Lacher und Herrn Alexander Skupin. Darüber hinaus danke ich allen studentischen Angestellten für die tolle Zeit in der Forschung und vor allem in der Mechanik E-Veranstaltung.

Ein ganz besonderer Dank gilt aber Herrn Arion Juritza. Ohne seine Unterstützung bei der Messdurchführung wäre diese Arbeit wohl nie entstanden.

Auch Herrn Ralf Wille gilt ein großes Dankeschön für den täglichen Beitrag in allen Bereichen des Universitätsalltags.



Abstract

This work deals with the topic of (temperature dependent) nanoindentation. This technique, which is comparable to the instrumented MARTENS-hardness measurement, can be used to determine local mechanical material properties of µm-sized specimens.

After an introduction to hardness measurement techniques and their applicability the principles of instrumented indentation are discussed. The nanoindentation system is explained in detail including the mode of operation of a Hot-Stage-add-on, which is used to perform indentation tests at elevated temperatures. In this context the calibration procedure for the system is explained and the difficulty of measuring the actual indentation temperature on the specimen surface is discussed.

Temperature dependent nanoindentation tests are performed using the calibration-specimen made of fused silica and specimens made of copper (Cu-HCP). Moreover, the eutectic lead-free solder materials Sn42Bi58 and Sn91Zn9 are tested. The resulting values for the material parameter Young's modulus are compared to the literature and their correctness is critically reviewed.

In context to the analysis of indentation data two advanced analysis procedures from the literature are presented and partially modified due to the characteristics of the tested materials. By means of the constitutive equations from the literature the measured indentation behavior of the tested materials is described. The question is entered if these presented inverse analysis techniques are able to determine further material parameters than Young's modulus and hardness, *e.g.* time-independent plastic and/or time-dependent plastic material parameters.



Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit der (temperaturabhängigen) Nanoindentation, also der instrumentierten Eindringprüfung im µm-Bereich zur Bestimmung lokaler materialspezifischer Kennwerte.

Die Arbeit beginnt mit einer Einführung in die Variationen und Anwendungsmöglichkeiten der Härtemessung als Grundlage zur Behandlung der instrumentierten Eindringprüfung im Miniaturbereich. Es folgt eine ausführliche Beschreibung des verwendeten Nanoindentationssystems inkl. der Hot-Stage-Erweiterung zur Durchführung temperaturabhängiger Experimente. In diesem Zusammenhang wird die Kalibrierung des Systems erläutert und die Problematik der tatsächlichen Messtemperaturen unter Verwendung des Heizblocks diskutiert.

Es werden temperaturabhängige Nanoindentationsversuche am Kalibriermaterial Fused Silica und an Kupferproben (Cu-HCP) durchgeführt. Außerdem werden die bleifreien eutektischen Lotwerkstoffe Sn42Bi58 und Sn91Zn91 getestet. Die resultierenden Ergebnisse für die Materialparameter E-Modul und Härte werden mit Zahlen aus der Literatur verglichen und ihre Genauigkeit kritisch diskutiert.

Im Rahmen der Auswertung von Nanoindentationsexperimenten werden zwei erweiterte Auswerteverfahren aus der Literatur vorgestellt und an die in dieser Arbeit vorliegenden Besonderheiten der geprüften Materialien angepasst. Anhand der in der Literatur genutzten Materialgesetze wird das gemessene Indentationsverhalten der Materialien beschrieben. Es wird die Frage behandelt, inwiefern die hier gezeigten inversen Methoden in der Lage sind, weitere Materialparameter zu bestimmen, welche über E-Modul und Härte hinausgehen, z. B. plastische und/oder zeitabhängige Materialparameter.



Inhaltsverzeichnis

Danksag	gung	III
Abstract	t	IV
Kurzfass	sung	. V
Inhaltsv	erzeichnis	VI
1	Einleitung	1
2	Härtemessverfahren	5
2.1	Von der MOHS-Härte zur instrumentierten Eindringprüfung	5
2.2	Prüfgeometrien	7
2.2.1	Härteprüfung nach BRINELL	7
2.2.2	Härteprüfung nach ROCKWELL	9
2.2.3	Härteprüfung nach VICKERS	10
2.2.4	Härteprüfung nach MARTENS	13
2.2.5	Umrechnung zwischen verschiedenen Härtewerten	15
3	Mathematische Beziehungen zur Auswertung der instrumentierten Eindringprüfung	16
3.1	HERTZsche Kontakttheorie	16
3.2	Bestimmung der Entlastungssteigung	23
3.3	Bestimmung der Kontakttiefe h_c in Abhängigkeit der Indentergeometrie	27
4	Materialtheoretisch begründete Stoffgesetze	30
4.1	Elastizitätstheorie	30
4.1.1	Lineare Elastizität	30
4.1.2	Viskoelastizität	34
4.2	Plastizitätstheorie	36
4.2.1	Vergleichsspannungshypothese nach VON MISES	37
4.2.2	Zeitunabhängige Plastizität	39
4.2.3	Isotrope und kinematische Verfestigung	41
4.2.4	Zeitabhängige Plastizität (Kriechen)	42

Nanoindentationssystem NanoTest TM	45
Kalibrierungsprozedur des Nanoindenters	48
Kraftkalibrierung	48
Wegkalibrierung	51
Bestimmung von Rahmennachgiebigkeit und Diamantengeometrie	53
Problematik der anliegenden Oberflächentemperatur	59
Temperaturmessung mittels Thermoelement	59
Temperaturmessung mittels Wärmebildkamera	63
Analyse der Temperaturverteilung mittels Finiter Elemente Methode [FEM]	66
Nanoindentation (Messdurchführung und Ergebnisse)	70
Allgemeine Versuchsdurchführung	70
Übersicht über Versuchsreihen	76
Messergebnisse	76
Messungen an Fused Silica	76
Messungen an Cu-HCP	81
Messungen an SnBi-Lot (Sn42Bi58)	85
Messungen an SnZn-Lot (Sn91Zn9)	91
Variation der Haltezeit und Analyse des Kriechverhaltens	96
Ergebnisse der Haltezeitvariation an Sn42Bi58-Lot	97
Messkurven für Sn42Bi58-Lot bei 30°C Solltemperatur	97
Messkurven für Sn42Bi58-Lot bei 80°C Solltemperatur	99
Messkurven für Sn42Bi58-Lot bei 130°C Solltemperatur	101
Ergebnisse für den E-Modul als Funktion von Temperatur und Haltezeit (SnBi).	103
Analyse der Kriechkurven für SnBi-Lot	105
Ergebnisse der Haltezeitvariation an Sn91Zn9-Lot	107
Messkurven für Sn91Zn9-Lot bei 30°C Solltemperatur	107
Messkurven für Sn91Zn9-Lot bei 80°C Solltemperatur	108
	Nanoindentationssystem NanoTest TM

6.4.2.3 Ergebnisse für den E-Modul als Funktion von Temperatur und Haltezeit (SnZn) 110

VIII	
6.5	Kritische Bewertung der Einsetzbarkeit der Nanoindentation zur Bestimmung des temperaturabhängigen E-Moduls bei niedrig schmelzenden Loten
7	Erweiterte Auswertung der Nanoindentation – Bestimmung zeitunabhängiger plastischer Materialparameter
7.1	"Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation" [Dao et al., 2001]
7.1.1	Theoretische Untersuchung der Nanoindentation
7.1.2	Anwendung des indirekten Auswerteschemas - Vorgehensweise
7.2	Auswertung der Methode nach Dao
7.2.1	Ergebnisse und Diskussion der erweiterten Auswertung für AA6016T4 128
7.2.2	Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 135
7.2.3	Diskussion der Auswertemethode nach Dao für die hier verwendeten Werkstoffe 140
8	Analyse des Kriechverhaltens von Indentationsvorgängen anhand rheologischer Modelle142
8.1	Rheologische Grundmodelle
8.2	Rheologische Grundmodelle für viskoses Materialverhalten
8.2.1	MAXWELL-Körper
8.2.2	Kelvin-Körper
8.2.3	BINGHAM-Körper150
8.2.4	JEFFREYS-Körper
8.2.5	Letherisch-Körper152
8.2.6	ZENER _{M(AXWELL)} -Körper
8.2.7	ZENER _{K(ELVIN)} -Körper
8.2.8	BINGHAM-HOOKE-Körper156
8.3	Anwendung der rheologischen Modelle auf die Nanoindentation
8.3.1	Ansatz von Menčík158
8.3.2	Durchführung und Ergebnisse der Auswertung nach Menčík 163



Zusammenfassung	
Verzeichnis der Formelsymbole	
Tabellenverzeichnis	
Abbildungsverzeichnis	
Literaturverzeichnis	

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2

1 Einleitung

Der Miniaturisierungsprozess auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik besitzt in vielen Forschungsbereichen höchste Priorität. Durch den stetig steigenden Einfluss elektronischer und miniaturisierter Bauteilkomponenten in nahezu allen Lebensbereichen steigen zwangsläufig auch die Anforderungen an Zuverlässigkeit, Größe und Preis. Die Optimierung bzw. Weiterentwicklung hinsichtlich dieser Anforderungen steht im Vordergrund neuer Entwicklungen in den Bereichen Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik. Bereits "[s]eit [dem Jahr] 1990 wird die Mikrosystemtechnik vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) gefördert" [BMBF, 2004, S. 3]. Beispielhafte Anwendungsfelder sind der Tabelle 1 zu entnehmen.

Anwendungsbereiche	Beispiele
Verfahrenstechnik	Durchfluss- und Drucksensoren (Prozessmesstechnik,
	elektromagnetische Stelleinrichtungen
Kfz-Technik	Silizium-Drehratensensoren, Kleinmotoren, piezoelektri-
	sche Einspritzventile
Fahrzeugtechnik	Aktive Schalldämpfer, hydraulische Koppelsysteme,
(Nutzfahrzeuge, Schienen-	Dünnfilm-Drucksensoren
fahrzeuge, Schiffe, Flug-	
zeuge)	
Maschinenbau	Piezoelektrische Pneumatikventile, elektrodynamische
	Positioniersysteme, Schwingungsdämpfer, elektrodyna-
	mische Schwingungserreger
Kommunikationstechnik	Mikrofone, Kopfhörer, Lautsprecher, Laser-Drucker,
	Festplattenlaufwerke, Tintendrucker, Beamer, Kamera-
	objektive
Hausgerätetechnik	Füllstandssensoren, Kleinmotoren, Heizungsregler
Medizintechnik	Ultraschallwandler, miniaturisierte Druck- und Kraftsen-
	soren, Mikropumpen, Prothetik

Tabelle 1: Anwendungsbeispiele für elektromechanische Mikrosystemtechnik [Ballas et al., 2009,
S. 6].

Die Weiterentwicklungen bestehender Miniatursysteme sowie Neuentwicklungen technischer Anwendungen im µm-Bereich setzen dabei moderne Füge- und Verarbeitungstechniken voraus und ermöglichen den Einsatz neuartiger Werkstoffe und Werkstoffkombinationen. So beschreiben Roos und Maile "Werkstoffe bzw. deren funktionsgerechte Anwendung und werkstoffgerechte Verarbeitung [als] die wesentliche Grundlage für zuverlässige Konstruktionen. Der technische Fortschritt und technische Weiterentwicklung sind in vielen Fällen erst möglich, wenn entsprechende Werkstoffe [...] für den geforderten Anwendungszweck entwickelt wurden" [Roos, Maile, 2002, Vorwort]. Neben der Konstruktion und Fertigung innovativer Produkte muss vor allem deren Zuverlässigkeit hinsichtlich zweier Aspekte gesichert



werden. Zum einen muss der Herstellungsprozess fehlerfrei sein und zum anderen muss die Funktion des Produktes gewährleistet werden. Beides setzt die Kenntnis der Materialparameter der am Prozess beteiligten Werkstoffe zwingend voraus. Darüber hinaus sind die Werkstoffparameter elementare Größen zur Durchführung analytischer und numerischer Festigkeitsberechnungen.

Zur Ermittlung werkstoffspezifischer Parameter werden standardisierte Materialtests durchgeführt. Zu diesen gehören u. a. Zugversuche, Härtemessungen und Kerbschlagbiegeversuche. Die Abmessungen moderner Bauteile und deren Fügestellen ermöglichen es in der Regel jedoch nicht, dass geeignete Prüfkörper zur Versuchsdurchführung entnommen werden können. Eine Anpassung der Materialtests an die zu testende Struktur ist hier erforderlich.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird die instrumentierte Eindringprüfung näher betrachtet, die sog. Nanoindentation, um diverse Materialien hinsichtlich ihrer Eigenschaften zu untersuchen. Bei diesem Verfahren handelt es sich prinzipiell um eine klassische Härtemessung, ähnlich den gängigen und etablierten makroskopischen Härtemessverfahren. Im Gegensatz zur weit verbreiteten klassischen Härtemessung besteht bei der Nanoindentation die Möglichkeit, den gesamten Kraft-Weg-Verlauf während der Testphase aufzuzeichnen. Neben dem Härtewert können auf diese Weise weitere Materialparameter ermittelt werden. Das Verfahren zeichnet sich vor allem durch die Aufbringung sehr geringer Kräfte im mN -Bereich aus. Die daraus resultierenden Eindringtiefen liegen im Submikronbereich und ermöglichen somit Messungen an modernen Mikrostrukturen. In diesem Zusammenhang soll die Abbildung 1 eine Vorstellung derartiger Bauelemente am Beispiel von Mikrozahnrädern geben.



Abbildung 1: Beispiele für Mikrosystembauteile [FI-SCH, 2012].

Neben diversen mechanischen Belastungsarten sorgen vor allem ständig wechselnde Temperaturen für eine enorm starke Beanspruchung von Materialien, die bis zum Versagen von ge-



fügten Elementen führen können. Beispielhaft seien hier Steuerungseinrichtungen im Automobilbau genannt. Der Einsatzort des jeweiligen Fahrzeuges (z. B. in äquatorialen Wüstenstaaten oder in Polnähe) darf die Funktionsweise ebenso wenig beeinträchtigen wie Temperaturschwankungen durch den Wechsel der Jahreszeiten. Auch das Aufheizen im täglichen Betrieb etwa durch Verlustwärme elektrischer Ströme darf bei der Systemauslegung nicht vernachlässigt werden. Diese Belastungszeiträume, welche auf die Nutzungsdauer der Systeme bezogen sehr kurz ausfallen, schädigen fortlaufend die Strukturen. Eine Charakterisierung der verwendeten Materialien hinsichtlich ihrer Werkstoffparameter sollte somit den Einfluss der Temperatur zwingend berücksichtigen.

Bei den beispielhaft genannten Steuerungseinrichtungen sind vor allem die zum Fügen verwendeten Lotwerkstoffe sehr anfällig gegen erhöhte Temperatur und den ständigen Wechsel zwischen den Temperaturniveaus. Das Kriechen, also die zeitabhängige irreversible Verformung unter konstanter Last, tritt bei steigenden Einsatztemperaturen verstärkt auf und fördert die Entstehung und Ausbreitung von Rissen in den Lotmaterialien. Ein verstärktes Interesse an der Materialcharakterisierung von Lotwerkstoffen entstand durch die "Richtlinie 2002/95/EG des Europäischen Parlaments und des Rates [...] zur Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährlicher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten" [EU-Richtlinie, 2003, Art.4 Abs.1]. Darin heißt es: "Die Mitgliedstaaten stellen sicher, dass ab dem 1. Juli 2006 neu in Verkehr gebrachte Elektro- und Elektronikgeräte kein Blei, Quecksilber, [...] enthalten." Bis auf wenige Ausnahmen, siehe [EU-Richtlinie, 2003, Anhang], ist somit die Verwendung von Blei als Bestandteil von Lotlegierungen verboten. Die Verwendung des branchenweit verwendeten Lotwerkstoffes mit der eutektischen Zusammensetzung Sn63Pb37 ist somit aus Umweltschutzmaßnahmen nicht mehr möglich. Vom technischen und wirtschaftlichen Gesichtspunkt aus betrachtet war diese Entscheidung ein Rückschritt, zeigt das angesprochene Lot doch eine hohe Beständigkeit gegenüber thermischer Ermüdung bei relativ geringen Anschaffungskosten, vgl. [Lambracht, 2002, S. 10] und Tabelle 2.

Legierung	Preis [12.01.1997, US\$/kg]
Sn63Pb37	5,87
Sn42-Bi58	7,79
Sn77,2In10Ag2,8	51,63
Sn91Zn9	7,99
Sn96,3Ag3,2Cu0,5	13,27
Sn96,5Ag3,5	13,73
Sn98Ag2	11,55

Tabelle 2: Kostenübersicht für Lotlegierungen pro kg [Abtew, Selvaduray, 2000, S. 101].



Bei der Forschung nach Ersatz für die bleihaltigen Lote wurde verstärkt auf Zinn-Silber-Legierungen gesetzt. Jedoch sorgt vor allem der Silberanteil dabei für steigende Beschaffungskosten. Silberfreie Lote, wie z. B. die in dieser Arbeit untersuchten eutektischen Lote Zinn-Wismut (Sn42Bi58) und Zinn-Zink (Sn91Zn9), werden somit zunehmend interessanter.

In der vorliegenden Arbeit wird das Verfahren der Nanoindentation in Bezug auf die Ermittlung temperaturabhängiger Materialparameter näher betrachtet. Dabei steht vor allem die Erweiterung des Indentersystems mit einer Temperatureinrichtung im Vordergrund. Neben der Beschaffung und Installation ist die Inbetriebnahme der aufgerüsteten Anlage ein wichtiger Bestandteil der Arbeit. Anhand von Temperaturversuchen an Grundmaterialien, wie dem Kalibriermaterial Fused Silica sowie an Kupfer, erfolgt die Optimierung der Versuchsdurchführung für die beiden oben genannten niedrigschmelzenden blei- und silberfreien Lotmaterialien. Die bereits erwähnte steigende Kriechneigung erfordert hier eine exakte Anpassung der Versuchsparameter, um aussagekräftige Daten zu erhalten. Die automatisierte Datenauswertung des Indenters wird in diesem Zusammenhang ausführlich mit Hilfe der Literatur beschrieben und darüber hinaus werden weiterführende manuelle Datenauswertemethoden vorgestellt und diskutiert. Es sei an dieser Stelle bereits erwähnt, dass vor allem die Kriechneigung Schwierigkeiten bei der automatisierten Auswertung mit sich bringt und hier weiterführende Ansätze zur Datenauswertung verfolgt werden. Dazu werden in den Veröffentlichungen auf Grundlage materialtheoretischer Überlegungen und der Ausnutzung der Finiten Elemente Methode Gleichungen bestimmt, die das Materialverhalten der Nanoindentation beschreiben. Die Eingangsparameter dieser Gleichungen werden so angepasst, dass sie mit dem gemessenen Eindringverhalten bestmöglich übereinstimmen. Diese Vorgehensweise wird als "inverse Methode" bezeichnet und ermöglicht die Bestimmung weiterer Materialparameter, die über die klassischen Nanoindentationswerte E-Modul und Härte hinausgehen.

2 Härtemessverfahren

2.1 Von der MOHS-Härte zur instrumentierten Eindringprüfung

Tabor gibt in seinem 1951 veröffentlichten Buch "The Hardness of Metals" [Tabor, 1951, Einleitung] eine Übersicht über die Entwicklung der Härtemessungen. Nach seinen Ausführungen liegt der Ursprung der wissenschaftlichen Härtemessungen in Ritzversuchen zu Beginn des 19. Jahrhunderts. Die Fähigkeit eines Materials Ritze auf einem anderen Material zu erzeugen, sollte mit einem einfachen Bewertungsschema eingeordnet werden können. So entstand 1822 die Härteskala nach MOHS. Zehn verschiedenartige Mineralien wurden in einer Liste zusammengestellt, in dem ihnen auf Basis des Ritzversuches ein ganzzahliger MOHS-Härtewert zwischen eins und zehn zugeordnet wurde. In dieser Aufstellung ist dem Werkstoff Talk, als weichestes Material, ein Härtewert von eins zugeordnet. Diamant wird am oberen Ende der Skala mit zehn eingestuft. Dieser Bewertung liegt eine visuelle Einschätzung der Materialeigenschaften zu Grunde. Die Weiterentwicklung dieser Methode zu einem einheitlicheren rationalen Verfahren war nur die logische Konsequenz.

Tabor berichtet in [Tabor, 1951, S. 3] weiter, dass eine Weiterentwicklung des Verfahrens zwei wesentliche Unterschiede hervorbrachte. Zuerst war der Prüfkörperwerkstoff nicht mehr frei wählbar. Diamant, das härteste bekannte Material, in Form einer Prüfnadel, brachte die Ritzkraft auf den zu untersuchenden Werkstoff auf. Außerdem wurde mit der Prüfkraft eine weitere Variable eingeschränkt, welche von nun an fest vorgegeben war. Die Tiefe und Weite des erzeugten Kratzers auf der Oberfläche gaben Auskunft über die Härte des Materials. Trotz dieser Fortschritte zur Vereinheitlichung blieb die reproduzierbare Messung schwierig. Das Problem der Reproduzierbarkeit von Messergebnissen wurde mit der Einführung statischer Eindringprüfverfahren gelöst. Eines der ersten standardisierten statischen Eindruckverfahren wurde 1900 von BRINELL auf der Weltausstellung in Paris vorgestellt [Britannica, 2011]. Kennzeichnend für diese auch heute noch weit verbreitete Messmethode, ist ein Prüfkörper in Form einer hochfesten Kugel. Es folgte die Etablierung weiterer statischer Härtemessverfahren. Die gängigsten Härtemessungen sind die Verfahren nach LUDWIK (1908) und VICKERS (1925). Alle Verfahren unterscheiden sich prinzipiell nicht von dem Verfahren nach BRINELL. Eine detaillierte Betrachtung der verschiedenen statischen Prüfverfahren erfolgt in Kapitel 2.2. Die verschiedenen Härtemessungen unterscheiden sich dabei nicht in ihrer Art der Durchführung, sondern in der Verwendung unterschiedlicher Prüfkörpergeometrien. In allen Mes-

5



sungen drückt ein Indenter mit definierter Prüflast in die Oberfläche des zu untersuchenden Materials ein. Der nach der Lastrücknahme verbleibende Eindruck wird, je nach Prüfmethode, optisch vermessen und die Härte als Quotient aus Kraft und verbleibender Eindruckfläche berechnet. Eine weitere weit verbreitete Härtemessmethode ist das Verfahren nach ROCK-WELL (1920). Im Vergleich zu den bisherigen Verfahren wird hier der Härtewert jedoch nicht über die verbleibende Fläche berechnet, sondern direkt aus der Eindringtiefe des Prüfkörpers gebildet. Die genannten Verfahren werden auch heute noch in allen Bereichen der Material-prüfung und Materialcharakterisierung verwendet.

Eignen sich die genannten Verfahren vor allem für die Messung größerer Bauteile, stiegen mit anhaltender industrieller Entwicklung die Anforderungen an die Härteprüfung. Gute Automatisierbarkeit und möglichst geringe Eindringtiefen zur zerstörungsfreien Messung wurden zunehmend wichtiger. Bereits Ende des 19. Jahrhunderts führte MARTENS eine Härtemessung in der Form der instrumentierten Eindringprüfung ein [Herrmann, 2007, S. 1]. Dieses Verfahren zeichnet während der Messung die gesamte Kraft-Verschiebungskurve vom ersten Belasten bis zur vollständigen Entlastung auf. Die materialspezifische Charakteristik dieser Kurve liefert neben dem Härtewert auch Informationen über das elastische Materialverhalten in Form des Young'schen Moduls (Elastizitätsmoduls bzw. E-Moduls). Die Eindringfläche wird ähnlich dem ROCKWELL-Verfahren über die Eindringtiefe berechnet. Auf diese Weise können auch kleinste Eindrücke zur Auswertung herangezogen werden, was bei der optischen Vermessung der verbleibenden Fläche nach der Entlastung ab einer bestimmten Größe nicht mehr möglich ist. Somit waren die Voraussetzungen für die Optimierung des Messprinzips hinsichtlich der simultanen Aufzeichnung und Verringerung von Prüfkraft und Eindringtiefen bereits sehr früh gegeben. Mikro- und Nanohärtemessungen, also Härtemessungen im mNbzw. µm-Bereich wurden auf Basis der Universal-Härte entwickelt und sind ein modernes Werkzeug für die Charakterisierung kleiner und dünner Strukturen.

2.2 Prüfgeometrien

Im Folgenden werden die wichtigsten Messprinzipien der in Kapitel 2.1 genannten Härteprüfungen vorgestellt und beschrieben. Unterschiede bestehen vor allem in den verwendeten Prüfgeometrien der Indenter und folglich auch in der meist manuellen Vermessung der resultierenden Eindruckfläche. Außerdem werden die zur Auswertung notwendigen Formeln genannt sowie kurz Vor- und Nachteile des jeweiligen Prüfverfahrens diskutiert. Zudem wird im letzten Unterkapitel die Umrechnung zwischen den mittels unterschiedlicher Verfahren ermittelten Härtewerten diskutiert.

Die in Kapitel 2.2 zusammengestellten Informationen sind den Seiten 332-342 des Lehrbuchs von Seidel [Seidel, 2007] entnommen. Darüber hinaus verwendete Quellen sind gesondert angegeben.

2.2.1 Härteprüfung nach BRINELL

Kennzeichnend für das Härtemessverfahren nach BRINELL ist der Prüfkörper in Form einer hochfesten Metallkugel. Über einen Druckstempel drückt die Kugel (Durchmesser D) mit einer definierten Kraft F in das zu prüfende Material ein (Abbildung 2).



Abbildung 2: Prinzip der Härteprüfung nach BRINELL nach [Seidel, 2007, S. 334].

Die notwendigen Prüfparameter *Kraft* und *Haltezeit* richten sich nach dem zu prüfenden Werkstoff und sind in genormten Tabellen zusammengestellt. Einen weiteren Prüfparameter kann man mit dem Durchmesser D der Metallkugel wählen, der zwischen D=1 mm und D=10 mm variiert. Die Verwendung größerer Kugeln ermöglicht jedoch eine genauere Vermessung der Durchmesser d_1 und d_2 des verbleibenden Härteeindruckes. Dessen gemittelter Wert d ist für die Bestimmung des Härtewertes erforderlich. Die Berechnung des BRINELL-Härtewertes *HBW* erfolgt nach Gleichung (1):

$$HBW = 0.102 \frac{2 F}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)} \quad . \tag{1}$$

Zu Beginn der Härteprüfung wurde die Kraft in der genannten Einheit Kilopond angegeben und somit auch die Härte berechnet. Nach der Einführung der SI-Einheit Newton geht in die Gleichung (1) der konstante Vorfaktor 0,102 ein, um weiterhin die Gültigkeit der alten Härteangaben in kp/mm² zu gewährleisten [HTL, 2012]. Dieser Vorfaktor ergibt sich dabei als der reziproke Wert der Erdbeschleunigung $g = 9,80665 \text{ m/s}^2$ und resultiert eben aus der direkten Umrechnung der Krafteinheit Kilopond in Newton (1 N = 0,102 kp).

Bei mehrmaliger Messung der Härte an einem Werkstück zur statistischen Untersuchung sind die Mindestrandabstände sowie die Mindestabstände zwischen den Härteindrücken einzuhalten. Der Abstand der Eindruckmitte zum Werkstückrand muss mindestens den 2,5-fachen Wert des gemittelten Eindruckdurchmessers d betragen. Der Mindestabstand zweier benachbarter Härteeindrücke beträgt 3d. Zudem ist ein Wert von d in einem Bereich von 0,24D-0,60D vorgeschrieben. Eine Übersicht über die Prüfmethode und -parameter gibt Tabelle 3.

Eindringkörper	Hartmetallkugel mit dem Durchmesser	
	D = 1; 2,5; 5 oder 10 mm	
Prüfkraft	richtet sich nach dem Beanspruchungsgrad	
	$0,102 F/D^2$	
Einwirkdauer	28 s Aufbringzeit und 1015 s Haltezeit	
Anwendung	Metallische Werkstoffe mit maximal 650 HBW, vor al-	
	lem Gusseisen, große Schmiedestücke, mehrphasige in-	
	homogene Legierungen	
Beispiel Härteangabe	240 HBW 5/750/30:	
	BRINELL-Härte 240 gemessen mit 5 mm Kugeldurchmes-	
	ser, 750 kp (\approx 7,355 kN) Belastung und einer Einwirkzeit	
	von 30 s. Die Einwirkzeit muss nur angegeben werden,	
	wenn sie von der Standardhaltezeit (1015 s) abweicht.	

Tabelle 3: Parameter der Härteprüfung nach BRINELL [Seidel, 2007, S. 334-335].

2.2.2 Härteprüfung nach ROCKWELL

Bei der Härteprüfung nach ROCKWELL wird die Prüfkraft über einen Diamantkegel mit einem Kegelwinkel von 120° auf das Werkstück aufgebracht. Unterschieden wird dabei zwischen der Prüfvorkraft F_0 und der Prüfzusatzkraft F_1 . Die Prüfvorkraft wird aufgebracht und der Diamantkegel sinkt in das Material ein. Erst jetzt beginnt die eigentliche Messung mit der zusätzlichen Beaufschlagung der Prüfzusatzkraft. Der Diamant sinkt weiter in den zu untersuchenden Werkstoff ein und nach Ablauf der definierten Haltezeit wird die Prüfzusatzkraft zurückgenommen. Es liegt erneut nur die Prüfzusatzlast liefert somit ein Maß für den Widerstand des Materials gegen das Eindringen des Körpers, also für die Härte. Die exakte Berechnungsformel liefert Gleichung (2). Das Prüfverfahren ist in der Abbildung 3 aufgezeigt.



Abbildung 3: Prüfprinzip der Härteprüfung nach ROCKWELL [Seidel, 2007, S. 338-339].

Für die Bestimmung der ROCKWELL-Härte verwendet man hauptsächlich die Gleichung:

$$HRC = 100 - \frac{h}{0,002\,\mathrm{mm}}.$$
 (2)

Unterschiedliche Materialhärten führen zu unterschiedlichen Eindringtiefen bei der Materialprüfung. Auf diesem Ansatz beruht die Bestimmung der ROCKWELL-Härte. Um eine steigende Härte dennoch in steigenden Härtewerten angeben zu können, wird die ermittelte Eindringtiefe h in der Gleichung (2) von dem definierten Grundwert 100 abgezogen. Die Eindringtiefen h werden aufgrund des weiten Anwendungsfeldes auf verschiedene Skaleneinteilungen *SE* (hier 0,002 mm) bezogen. In der Gleichung (2) bedeutet dies, dass bei der Zunahme der Eindringtiefe in 0,002 mm-Schritten der resultierende Härtewert um 1 *HRC* verringert wird. Härtere Materialien führen zu einer geringeren Eindringtiefe und demnach zu einem höheren Wert. In Gleichung (2) wird die Einteilung C verwendet, wodurch der entsprechende Buchstabe bei der Bezeichnung des ermittelten Härtewertes angefügt wird.

Beim Verfahren nach ROCKWELL erfolgt demnach keine Vermessung der verbleibenden Eindruckfläche. Die Durchführung und Auswertung kann somit schneller und leichter automatisierbar erfolgen. Die Prüfparameter zur ROCKWELL-Prüfung sind in Tabelle 4 zusammengestellt.

Eindringkörper	Diamantkegel, Kegelwinkel von 120°	
Prüfkraft	Prüfvorkraft $F_0 = 98,07$ N	
	Prüfzusatzkraft $F_1 = 1,373 \text{ kN}$	
Einwirkdauer	18 s Aufbringzeit der Prüfzusatzkraft	
	26 s Haltezeit für die Gesamtkraft $F_0 + F_1$	
Anwendung	Überprüfung von Wärmebehandlungseigenschaften and gehärteten/vergüteten Stählen oder für höherfeste Bau- stähle	
Beispiel Härteangabe	59 <i>HRC</i> :	
	ROCKWELL-Härte von 59 gemessen mit der Skala C	

Tabelle 4: Parameter der Härteprüfung nach ROCKWELL [Seidel, 2007, S. 339].

2.2.3 Härteprüfung nach VICKERS

Das gängigste Verfahren zur Bestimmung der mechanischen Härte von Werkstoffen ist das Verfahren nach VICKERS. Die universellen Einsatzmöglichkeiten sowie die Möglichkeit der sehr genauen Messungen zeichnen u. a. dieses Verfahren aus. Merkmal ist die Verwendung einer vierseitigen Diamantpyramide im Gegensatz zum BRINELL'schen Kugelindenter. Das Messprinzip nach VICKERS zeigt Abbildung 4 und die geometrischen Verhältnisse bei einer Vickers-Pyramide die Abbildung 5.



Abbildung 4: Prinzip der Härteprüfung nach VICKERS [Seidel, 2007, S. 336].



Abbildung 5: VICKERS-Pyramide [Fischer-Cripps, 2004, S. 192].

Die Prüfkraft F wird, wie bei den übrigen beschriebenen Verfahren, stoßfrei und langsam aufgebracht. Sie ist variabel und kann demnach der zu untersuchenden Werkstoffe angepasst werden.

Die nach der Entlastung an der verbleibenden Eindruckfläche vermessenen Diagonalen d_1 und d_2 dienen zur Bestimmung eines mittleren Durchmessers d, welcher in die Auswerteformel (3) eingeht:

$$HV = 0,102 \ \frac{2 F \sin(136^{\circ}/2)}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2}.$$
 (3)

Wie bereits bei der BRINELL-Härte resultiert der Vorfaktor von 0,102 aus der Umrechnung von Newton auf Kilopond.

Durch die Möglichkeiten der Variation im Kraftbereich und in den Diamantabmessungen können sowohl große Strukturen als auch Miniaturbauteile untersucht werden. Um die verschiedenen Einsatzbereiche besser unterteilen zu können, sind die VICKERS-Messungen in drei Teilbereiche, definiert durch die aufgebrachte Prüfkraft, untergliedert (vgl. Tabelle). Eine Zuordnung erfolgt über die zusätzliche Angabe der Prüfkraft beim Härtewert.

Eindringkörper	Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche,	
	Spitzenwinkel 136°	
Prüfkraft	Drei Härtebereiche:	
	Konventioneller Härtebereich: HV5 - HV100	
	Kleinkraftbereich: HV0,2 -HV3	
	Mikrohärtebereich: HV0,01 – HV0,1	
Einwirkdauer	28 s Aufbringzeit	
	1015 s Haltezeit	
Anwendung	nahezu alle metallischen Werkstoffe, Aufnahme von Här-	
	teverläufen, Prüfung dünner Bauteile	
Beispiel Härteangabe	640 HV 30:	
_	VICKERS-Härte von 640 gemessen mit einer Prüfkraft von	
	30 kp (≈ 294,2 N)	

Tabelle 5: Parameter der Härteprüfung nach VICKERS [Seidel, 2007, S. 338].

Neben den erwähnten Vorteilen der VICKERS-Prüfung ist nach [Seidel, 2007, S. 338] der Einfluss des Anwenders auf die Härte-Ergebnisse als Kritikpunkt anzubringen. Wie beim BRINELL-Verfahren wird der verbleibende Eindruck, genauer gesagt die Diagonalen der Eindruckfläche, manuell vom Bediener vermessen. Mögliche Messfehler gehen somit direkt in die berechneten Härtewerte ein.

An dieser Stelle sollen noch ein paar Anmerkungen zu den Einheiten der Härteangaben gemacht werden. Vergleicht man die Formeln (1) und (3) zur Berechnung der BRINELL- bzw. VICKERS-Härte ist zu erkennen, dass aus beiden Formeln die Maßeinheit MPa bzw. kp/mm² resultiert. Die Härte wird demnach jedoch stets als Quotient aus Kraft und projizierter Fläche angegeben. Dennoch unterscheiden sich die Härtewerte, da die unterschiedlichen Eindringkörper zu unterschiedlichem Verformungsverhalten und Spannungsverteilungen des Probenmaterials führen. Aus diesem Grund wird der klassische Härtewert generell dimensionslos und unter Kennzeichnung des genutzten Messverfahrens angegeben. Der Messung nach ROCKWELL liegt eine grundlegend verschiedene Definition der Härte zu Grunde und wird daher auch direkt dimensionslos bestimmt. Die gängige Verwendung der verschiedenen Härtemessmethoden erlaubt es daher nicht eine allgemein gültige SI-Angabe für die Härte eines Werkstoffes anzugeben. Daher stellt sich direkt die Frage nach Umrechen- bzw. Vergleichbarkeit der verschiedenen Messverfahren, welche in Kapitel 2.2.5 diskutiert wird.

2.2.4 Härteprüfung nach MARTENS

Im Gegensatz zu den bisher diskutierten Methoden ermöglicht das MARTENS-Prüfverfahren eine Analyse des gesamten gemessenen Kraft-Weg-Verhaltens bei einer Härtemessung. Aufgrund dieser Tatsache kann eine Vielzahl unterschiedlichster Materialien mit demselben Härteverfahren analysiert und charakterisiert werden. Das Verfahren nach MARTENS wird auch als instrumentierte Eindringprüfung bezeichnet. Eine computergestützte Kraft- bzw. Wegrate führt zum Eindringen des Prüfkörpers in das zu testende Werkstück. Die klassische MARTENS-Messung verwendet hierzu die in 2.2.3 beschriebene VICKERS-Pyramide. Über die gesamte Belastungszeit werden die aufgebrachte Kraft und die korrespondierende Eindringtiefe aufgezeichnet. Die resultierende charakteristische Kraft-Eindringtiefe-Kurve der instrumentierten Eindringprüfung ist in Abbildung 6 gezeigt.



Abbildung 6: Prinzipielles Vorgehen bei der MARTENS-Härtemessung (links) mit typischem Kraft-Eindringtiefe-Verlauf (rechts) [Seidel, 2007, S. 340].

Am Kontaktpunkt zwischen Indenter und Probe wird die Kraft sukzessive erhöht bis eine zuvor definierte Kraft bzw. Eindringtiefe erreicht wird. An diesem tiefsten Eindringpunkt $h_{\rm max}$ übt der Indenter die maximale Kraft $F_{\rm max}$ auf den Werkstoff aus. Die Kraft wird zurückgenommen und der Indenter fährt aus dem Material heraus. Es verbleibt ein plastischer Eindruck im Werkstoff mit einer finalen bzw. plastischen Eindringtiefe $h_{\rm f}$. Dieser Rückgang der Eindringtiefe liefert Informationen über das elastische Materialverhalten eines Prüfwerkstoffes. Weitere, über den Härtewert hinausgehende Materialkennwerte können anhand dieses Entlastungsverlaufes bestimmt werden. Dieser Themenbereich wird in Kapitel 3.1 ausführlich behandelt. Die Auswertung der Messung bzgl. des Härtewertes erfordert durch die Aufzeichnung des gesamten Belastungsverlaufes kein manuelles Ausmessen der Eindruckfläche. Die MARTENS-Härte *HM* berechnet sich allgemein aus dem Quotienten von maximaler Kraft $F_{\rm max}$ und der aktuellen in Kontakt befindlichen Eindruckoberfläche $A_{\rm KON}$. Die Fläche $A_{\rm KON}$ ist wiederum eine Funktion der aktuellen Eindringtiefe h und ermöglicht demnach eine direkte Umrechnung von Eindringtiefe in aktuelle Eindruckoberfläche:

$$HM = \frac{F_{\max}}{A_{\text{KON}}(h)} = \frac{F_{\max}}{26,43h^2}.$$
 (4)

Der in Gleichung (4) einfließende Faktor von 26,43 ist auf die Geometrie der verwendeten VICKERS-Pyramide, vgl. Abbildung 5, zurückzuführen. Unter Berücksichtigung der Ausführungen zur VICKERS-Pyramide in [Fischer-Cripps, 2004, S. 192] gilt für die Mantelfläche der vierseitigen Pyramide

$$A_{\rm MAN} = 4 \frac{ab}{2}.$$
(5)

Über den Sinuswert des eingeschlossenen Winkels von 68° lässt sich nun eine Verhältnis für die beiden Seitenlängen *a* und *b* aufstellen:

$$\sin(68^\circ) = \frac{a}{2b}.$$
(6)

Die Gleichung (6) wird nun nach b umgestellt und in (5) eingesetzt. Damit folgt für die Mantelfläche A_{MAN} :

$$A_{\rm MAN} = \frac{a^2}{2\sin(68^\circ)}.$$
 (7)

Bestimmt man nun für den gleichen Winkel auch den Tangens und formt diese Gleichung nach a um, ergibt sich unter Verwendung der Gleichung (7) ein Ausdruck für die Mantelfläche in Abhängigkeit von h:

$$A_{\rm MAN} = \frac{4h^2 \tan^2(68^\circ)}{2\sin(68^\circ)} \approx 26,43h^2.$$
(8)

Unter der Annahme einer idealen Geometrie des Prüfkörpers hängen die Eindringfläche und das Quadrat der Eindringtiefe von exakt diesem Umrechnungsfaktor ab. Der Einfluss der Spitzenabrundung bei mehrmaligem Gebrauch und der somit auftretenden Abweichung des Prüfkörpers von der idealen Geometrie kann vor allem im Makromessbereich vernachlässigt werden. Der Vorteil der instrumentierten Eindringprüfung liegt aber vor allem in der computergesteuerten Lastaufbringung, die es u. a. ermöglicht, sehr kleine Belastungsraten zu erzeugen und zu steuern. Dünne und fein ausgeprägte Strukturen und Materialien, wie z. B. Beschichtungen, können somit ebenfalls untersucht werden. Die Anwendung im Mikro-, aber vor allem im Nanobereich, ermöglicht viele neue Einsatzmöglichkeiten in der modernen Forschung. Zudem kann diese Art der Messung mit Eindringtiefen im µm- und teilweise sogar im nm-Bereich prinzipiell als zerstörungsfreie Materialprüfung eingesetzt werden. Die Parameter zur Härteprüfung nach MARTENS zeigt Tabelle 5.

Eindringkörper	Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche,	
	Spitzenwinkel 136°	
	Weitere Prüfkörper sind möglich	
Prüfkraft	Drei Kraftbereiche:	
	Makrobereich: $2 N \le F \le 30 kN$	
	Mikrobereich: $2 \text{ N} > F$; $h > 0,2 \mu\text{m}$	
	Nanobereich: $h \leq 0,2 \ \mu m$	
Einwirkdauer	Richtwert 30°s	
Anwendung	Nahezu alle Werkstoffe, inkl. Gummi und Keramiken	
Beispiel Härteangabe	<i>HM</i> 0,5/20/20=8700 MPa:	
	MARTENS-Härte von 8700 MPa gemessen mit einer Prüf-	
	kraft von 0,5 N sowie einer Belastungs- und Haltezeit von	
	jeweils 20 s	

Tabelle 5: Parameter der Härteprüfung nach MARTENS [Seidel, 2007, S. 341].

2.2.5 Umrechnung zwischen verschiedenen Härtewerten

In [Seidel, 2007, S. 342] wird die Umrechnung zwischen Härtewerten diskutiert. Dabei heißt es, dass durch den Einsatz verschiedenster Härteprüfverfahren die Vergleichbarkeit der Ergebnisse untereinander erschwert wird. Ein Härtewert, beispielsweise gemessen nach der ROCKWELL-Prüfmethode, ist nicht ohne weiteres gegenüber einem BRINELL-Wert einzuordnen. Eine geläufige Beziehung liefert jedoch die Faustformel für BRINELL-Härtewerte [Seidel, 2007, S. 342] ermittelt mit einer Prüfkraft von 29,42 kN (Beanspruchungsgrad 30):

ferritische Stähle:
$$R_{\rm m} \approx 3,5 \, HB$$
 (9)

Al und Al-Legierungen: $R_{\rm m} \approx 3,7 \ HB$. (10)

3 Mathematische Beziehungen zur Auswertung der instrumentierten Eindringprüfung

Bei der instrumentierten Eindringprüfung werden während einer Messung die drei Größen *Kraft, Eindringtiefe* und die jeweils zugehörige *Zeit* vom System aufgezeichnet. Die grafische Darstellung der Prüfkraft als Funktion der Eindringtiefe liefert eine charakteristische Messkurve, wie sie bereits bei den Ausführungen zur instrumentierten Eindringprüfung nach MARTENS in Kapitel 2.2.4 vorgestellt wurde (vgl. Abbildung 6). Anhand der Eindringprüfung kann in erster Linie die Härte eines Materials zur Charakterisierung bestimmt werden. Das Materialverhalten bei der Entlastung des Indenters liefert darüber hinaus noch die Möglichkeit, die elastische Eigenschaft in Form des Elastizitätsmoduls zu messen. Die Entwicklung physikalischer Beziehungen zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls aus dem Indentationsversuch findet ihren Ursprung in der Analyse des elastischen Kontakts nach Heinrich Hertz.

3.1 HERTZsche Kontakttheorie

In seinem Buch "Contact Mechanics" [Johnson, 1985, S. 90 ff] analysiert Johnson u. a. das HERTZsche Kontaktproblem, welches den elastischen Kontakt zweier Körper mit gekrümmten Oberflächen beschreibt. Johnsons Ausführungen zur HERTZschen Kontakttheorie [Johnson, 1985, S. 84 ff] werden im Folgenden zusammengefasst wiedergegeben und erläutert. Die verwendete Notation wird dabei übernommen und ggf. ergänzt.

In Abbildung 7 ist der Kontakt zweier gekrümmter Flächen schematisch gezeigt.





Zwei gekrümmte Körper treten in einem Punkt, dem Ausgangspunkt O, in Kontakt. Bei Aufbringung einer Kraft F, welche die beiden Körper gegeneinanderdrückt, deformieren sich die Körper, und es herrscht Kontakt über einer Kontakt*fläche*. Für die weitere Betrachtung führen wir ein kartesisches *xyz*-Koordinatensystem ein, welches seinen Ursprung ebenfalls im Punkt O hat. Die Belastung der Körper erfolgt nach Abbildung 7 in *z*-Richtung und die *xy*-Ebene ist die gemeinsame Kontaktfläche der Körper 1 und 2, vgl. [Johnson, 1985, S. 84]. Die folgenden Betrachtungen der verformten Körper haben ihre Gültigkeit nur in unmittelbarer Nähe zum Berührungspunkt O. Zusätzlich wird angenommen, dass es sich bei den gekrümmten Körpern jeweils um einen kugelförmigen Halbraum mit dem Radius R_1 bzw. R_2 handelt. Der Kontakt der beiden Kugeln 1 und 2 führt zu einer kreisförmigen Kontaktfläche mit dem Radius a, wobei gilt: $a \ll R_{1,2}$. Reibungseffekte werden ausgeschlossen.

Die Oberflächenprofile der beiden Kugeln können in unmittelbarer Nähe zum Ursprung als eine Funktion in der z-Koordinate in Abhängigkeit von x und y beschrieben werden. Eine Entwicklung nach Taylor bis zur zweiten Potenz liefert folgenden Ausdruck für Körper 1 [Johnson, 1985, S. 84]:

$$z_1 = A_1 x^2 + B_1 y^2 + C_1 x y.$$
(11)

Vereinfacht man das Problem weiterhin und betrachtet nur den ebenen Fall, wie in Abbildung 7 zu sehen, können, bei hier gewählter Lage des *xy*-Koordinatensystems, die *y*-Anteile entfallen und Gleichung (11) vereinfacht sich zu [Johnson, 1985, S. 85]:

$$z_1 = A_1 x^2 = \frac{1}{2R_1} x^2.$$
(12)

Analog gilt für den Körper 2:

$$z_2 = A_2 x^2 = \frac{1}{2R_2} x^2 \,. \tag{13}$$

Abbildung 7 zeigt anschaulich die Verformung der ursprünglich kugelförmigen (kreisförmig im 2D-Fall) Kontaktkörper beim Aufbringen einer Kontaktkraft F. Der sich aufbauende Druck führt, wie bereits oben erwähnt, zu einer Verformung der Oberflächen und zur Ausformung der Kontaktfläche mit dem Radius a. Zudem sind die beiden Oberflächen gestrichelt in der Abbildung 7 zu sehen. Sie zeigen die theoretische Verschiebung der Körper zueinander, wenn keine Verformung eintreten würde. Auf diese Weise kann die Verschiebung δ , welche durch den Kontakt der Kugeln entsteht, sichtbar gemacht werden. Es gilt für die Punkte S_1 und S_2 :

$$\delta = \delta_1 + \delta_2 = \overline{u}_{z1} + \overline{u}_{z2} + z_1 + z_2.$$
(14)

Hierbei bezeichnen \overline{u}_{z1} und \overline{u}_{z2} die elastischen Verschiebungen der Punkte S_1 und S_2 , vgl. [Johnson, 1985, S. 87-88]. Durch Einsetzen der Gleichungen (12) und (13) in (14) ergibt sich:

$$\overline{u}_{z1} + \overline{u}_{z2} = \delta - \frac{1}{2R_1} x^2 - \frac{1}{2R_1} x^2 = \delta - \frac{1}{2} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) x^2.$$
(15)

Im Allgemeinen sind die Verschiebungen \overline{u}_{z_1} und \overline{u}_{z_2} Funktionen des Ortes *x* und es gilt $\delta_1 = \overline{u}_{z_1}(0)$ bzw. $\delta_2 = \overline{u}_{z_2}(0)$ [Johnson, 1985, S. 89]. Aus Gleichung (15) folgt somit für den allgemeinen Fall:

$$\overline{u}_{z1}(x) + \overline{u}_{z2}(x) = \overline{u}_{z1}(0) + \overline{u}_{z2}(0) - \frac{1}{2} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) x^2,$$
(16)

bzw. nach Umformung

$$\left[\overline{u}_{z1}(0) - \overline{u}_{z1}(x)\right] + \left[\overline{u}_{z2}(0) - \overline{u}_{z2}(x)\right] = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2}\right) x^2.$$
(17)

Eine Division der Gleichung (17) durch den Kontaktradius a und anschließende Auswertung der Gleichung an der Position x = a ergibt die Form in [Johnson, 1985, S. 89]:

$$\frac{\left[\overline{u}_{z1}(0) - \overline{u}_{z1}(a)\right]}{a} + \frac{\left[\overline{u}_{z2}(0) - \overline{u}_{z2}(a)\right]}{a} = \frac{a}{2} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2}\right).$$
(18)

Indem man nun $\overline{u}_{z1}(0) - \overline{u}_{z1}(a) = d_1$ und $\overline{u}_{z2}(0) - \overline{u}_{z2}(a) = d_2$ setzt erhält man mit d_1 bzw. d_2 ein Maß für die Deformation an der Position x = a und man kann schreiben [Johnson, 1985, S. 89]:

$$\frac{d_1}{a} + \frac{d_2}{a} = \frac{a}{2} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right)$$
(19)

Unter der immer noch gültigen Voraussetzung kleiner Verformungen, also $d_{1,2} \ll a$, liefern die Ausdrücke $d_1/a = \varepsilon_1$ und $d_2/a = \varepsilon_2$ nach [Johnson, 1985, S. 89] jeweils ein Maß für die



elastische Dehnung. Nach dem HOOKEschen Gesetz berechnet dich der Betrag der Dehnung als der Quotient aus der anliegenden Spannung σ (bzw. dem mittleren Kontaktdruck) und dem Elastizitätsmodul *E*:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} = \frac{p_{\rm m}}{E} \,. \tag{20}$$

Die Anwendung von Gleichung (20) führt zu einer direkten Proportionalität zwischen dem mittleren Kontaktdruck p_m und dem Kontaktradius a.

Bei weiterer Betrachtung der Gleichung (18) mit der Definition

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \tag{21}$$

folgt

$$\bar{u}_{z1} + \bar{u}_{z2} = \delta - \frac{1}{2R} x^2 \,. \tag{22}$$

Die Analyse der *z*-Verschiebungen beschränkt sich auf die Kontaktfläche der beiden Kugeln, folglich in dem Bereich von x = 0 bis x = a. Zur besseren Übersicht wird daher eine neue Variable *r* zur Beschreibung des Ortes eingeführt, wobei $0 \le r \le a$. Damit folgt aus (22):

$$\bar{u}_{z1} + \bar{u}_{z2} = \delta - \frac{1}{2R}r^2.$$
(23)

Johnson [Johnson, 1985, S. 60] zeigt außerdem, dass die HERTZsche Druckverteilung für den hier untersuchten Fall über die Gleichung:

$$p(r) = \frac{p_0}{a} \sqrt{a^2 - r^2}$$
(24)

gegeben ist und sich aufgrund dieser Belastung eine Verschiebung \overline{u}_z von der Form [Johnson, 1985, S. 92]:

$$\overline{u}_{z} = \frac{1 - v^{2}}{E} \frac{\pi p_{0}}{4a} \left(2a^{2} - r^{2} \right)$$
(25)

berechnen lässt, wobei mit ν die Querkontraktionszahl bezeichnet wird. Gleichung (25) in (16), für beide Teilkörper angewendet, führt zu der Formulierung :
$$\frac{1-\nu_1^2}{E_1}\frac{\pi p_0}{4a}\left(2a^2-r^2\right)+\frac{1-\nu_2^2}{E_2}\frac{\pi p_0}{4a}\left(2a^2-r^2\right)=\delta-\frac{1}{2R}r^2.$$
(26)

Die Einführung eines reduzierten bzw. effektiven E-Moduls E^* führt zu einer vereinfachten Darstellung der vorherigen Gleichung:

$$\frac{1}{E^*} \frac{\pi p_0}{4a} \left(2a^2 - r^2 \right) = \delta - \frac{1}{2R} r^2.$$
(27)

Dabei gilt für E^* [Johnson, 1985, S. 92]:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - v_1^2}{E_1} + \frac{1 - v_2^2}{E_2}.$$
(28)

 E_1 , v_1 und E_2 , v_2 beschreiben dabei die E-Moduli bzw. Querkontraktionszahlen der beiden Kontaktmaterialien. Gleichung (26) ist erfüllt, wenn nach [Johnson, 1985, S. 92] für den Kontaktradius *a*

$$a = \frac{\pi p_0 R}{2E^*} \tag{29}$$

und die Gesamtverschiebung δ

$$\delta = \frac{\pi a p_0}{2E^*} \tag{30}$$

gelten. Der Beweis kann über Einsetzen von (29) und (30) in (27) erfolgen, wobei jedoch an dieser Stelle darauf verzichtet wird.

Um einen Zusammenhang zwischen der Verschiebung bzw. Eindringtiefe δ und der von außen aufgebrachten Prüfkraft F zu erhalten, wird die HERTZsche Druckverteilung p(r), vgl. (24), in eine Gesamtkraft umgerechnet. Dies geschieht durch die Integration der Druckverteilung über die kreisförmige Wirkungsfläche πa^2 mit Hilfe der Substitution, vgl. [Johnson, 1985, S. 92]:

$$F = 2\int_{0}^{a} p(r)\pi r \,\mathrm{d}r = \int_{0}^{a} p_{0} \sqrt{1 - \frac{r^{2}}{a^{2}}} \,2\pi r \,\mathrm{d}r = \frac{2}{3} \,p_{0} \,\pi a^{2} \,.$$
(31)

Nutzt man den ermittelten Wert für F bzw. p_0 aus (31) in den Gleichungen (29) und (30), berechnet sich nach [Johnson, 1985, S. 93] der Radius a zu

$$a = \sqrt[3]{\frac{3FR}{4E^*}},\tag{32}$$

sowie die Verschiebung δ zu

$$\delta = \sqrt[3]{\frac{9F^2}{16E^{*2}R}}.$$
(33)

Das Ziel, eine mathematische Beziehung zwischen Eindringtiefe δ und aufgebrachter Prüfkraft F beim elastischen Kontakt zu formulieren, wäre somit erreicht. Für die spätere Anwendung ist eine weitere Umformung nach F sinnvoll. Man erhält somit:

$$F = \frac{4}{3} E^* R^{1/2} \delta^{3/2} \,. \tag{34}$$

Wie in Kapitel 2.2.4 bereits gezeigt, liefert die instrumentierte Eindringprüfung einen charakteristischen Kraft-Eindringtiefe-Verlauf. Dieser ist in Abbildung 8 noch einmal gezeigt.



Abbildung 8: Charakteristische Kraft-Eindringtiefe-Kurve mit gekennzeichneter Entlastungssteigung nach [Oliver, Pharr, 1992, S. 1573].

Hertz verwendet in seinen Ausführungen das Symbol δ für die Verschiebungen der Kugeloberflächen zueinander, vgl. Abbildung 7. Die instrumentierte Eindringprüfung verwendet für die Eindringtiefe i. d. R. den Buchstaben h. Daher ist die Eindringtiefe in Abbildung 8 mit hgekennzeichnet.

Wird die maximale Prüfkraft F_{max} verringert und der Indenter bewegt sich wieder aus dem Prüfmaterial heraus, gibt die Probe einen gewissen Anteil der Verformung wieder zurück und verringert die Eindringtiefe von h_{max} auf h_{f} . Hierbei handelt es sich am Beginn der Entlas-

tung um einen rein elastischen Verformungsanteil, welcher über die HERTZsche Kontakttheorie beschrieben werden kann. Für diesen Bereich der Entlastung, gilt der formelmäßige Zusammenhang zwischen Kraft und Eindringtiefe nach Gleichung (35). Die erste Ableitung von (37) nach der Verschiebung δ liefert die für die Auswertung der Indentationsversuche wichtige Gleichung für die initiale Steigung der Entlastungskurve *S*, vgl. Abbildung 8:

$$\frac{\mathrm{d}F}{\mathrm{d}\delta} = 2E^* \sqrt{R\delta} = 2E^* a \,. \tag{35}$$

Für *a* gilt nach Abbildung 9 bei Betrachtung eines idealen Indentationsvorgangs mit kugeligem Indenter

$$a = \sqrt{\frac{A_{\rm PRO}}{\pi}} \,. \tag{36}$$

Somit folgt abschließend eine Formel, die nur noch von A_{PRO} und E^* abhängig ist:

$$\frac{\mathrm{d}F}{\mathrm{d}\delta} = 2E^* \sqrt{\frac{A_{\mathrm{PRO}}}{\pi}} = S \,. \tag{37}$$

Dass Gleichung (37) auf nahezu alle Indentergeometrien angewendet werden kann, wird u. a. in [Oliver, Pharr, 1992] diskutiert. Eine idealisierte Indentation mittels Kugelindenter zeigt Abbildung 9.



Abbildung 9: Ideale Indentation mir Kugelindenter zur Beschreibung der projizierten Eindringfläche.

Den Nachweis der Anwendbarkeit von Gleichung (37) auf vierseitige (VICKERS) und dreiseitige Pyramiden (BERKOVICH) liefert King in [King, 1987]. King zeigt in der genannte Quelle, dass die anfängliche Entlastungssteigung *S* allgemein formuliert werden kann als

$$S = \beta E^* \sqrt{A_{\rm KON}} \,. \tag{38}$$

In diesem Zusammenhang beschreibt A_{KON} die Kontaktfläche und β einen numerischen Faktor, welcher von der verwendeten Geometrie bzw. der entstehenden Eindruckfläche abhängig ist: kreisförmig $\beta = 1,129$; quadratisch $\beta = 1,142$; dreiseitig $\beta = 1,167$ [King, 1987, S. 1661]. Die Abweichung zwischen der kreisförmigen und der quadratischen Fläche beträgt nur 1,15% und nur 3,36% zwischen der kreisförmigen und der dreiseitigen Fläche.

3.2 Bestimmung der Entlastungssteigung

Die Bestimmung der Entlastungssteigung *S* aus experimentellen Ergebnissen ist grundlegender Bestandteil der Analyse von Indentationsvorgängen. Doerner und Nix [Doerner, Nix, 1986] behandeln diese Fragestellung, indem das Materialverhalten bei der Entlastung untersucht wird. Der Härtewert bei der Nanoindentation *HN* wird u. a. in [Oliver, Pharr, 1992, S. 1566] definiert als

$$HN = \frac{F_{\text{max}}}{A_{\text{PRO}}} \,. \tag{39}$$

 $A_{\rm PRO}$ wird zudem zur Auswertung von Gleichung (38) benötigt und ist somit aus den experimentellen Daten zu ermitteln. Zum besseren Verständnis ist der Indentationsprozess in Abbildung 10 für einen pyramidenförmigen Eindringkörper vereinfacht noch einmal aufgezeigt.



Abbildung 10: Schematische Darstellung des Indentationsvorgangs nach [Doerner, Nix, 1986, S. 602].

Die projizierte Fläche A_{PRO} des Indenters bei maximaler Prüfkraft F_{max} wird nach Abbildung 10 an der Position bestimmt, bis zu welcher Kontakt zwischen Probe und Indenter herrscht. Die zugehörige Eindringtiefe h_c wird auch Kontakttiefe genannt. Beim Eindringen des Indenters wird nicht nur Material vom Indenter verdrängt, sondern auch gleichzeitig Probenmaterial in unmittelbarer Nähe zum Indenter verformt. Diese Bereiche sind in der Abbildung 10 durch die Kreise markiert. Die gemessene Eindringtiefe ist demnach größer als die Kontakttiefe des Indenters. Man spricht in diesem Fall vom sog. "*sink-in*". Im Gegensatz zum dazu kann es bei der Indentation auch zum Materialaufwurf, dem sog. "*pile-up*" kommen. Die Verwendung der Kontakttiefe h_c zur Berechnung der Indentationsfläche geht von einem Auftreten des "*sink-in*"-Effektes aus, wie er beim Kalibriermaterial Fused Silica beaobachtet werden kann, vgl. [Häse, 2006, S. 36]. Für eine ideale Indentergeometrie kann die projizierte Fläche A_{PRO} als Funktion von h_c berechnet werden. Bei einer dreiseitigen Pyramide nach BERKOVICH ergibt sich somit:

$$A_{\rm PRO} = 24,5 \, h_{\rm c}^2 \,. \tag{40}$$

Weiter wird in [Doerner, Nix, 1986, S. 603] beschrieben, wie aus der gemessenen Kraft-Eindringtiefe-Kurve die benötigte Kontakttiefe h_c bestimmt werden kann, jedoch unter Annahme eines flachen Eindringkörpers (*flat punch*). Dazu ist noch die folgenden ergänzenden Anmerkungen nötig. Nach den Ausführungen in [Loubet et al., 1986, S. 78-80] ist ein allgemeiner Indentationsvorgang eine Überlagerung aus elastischer und plastischer Materialverformung. Diese wird anhand der Abbildung 11 veranschaulicht.



Abbildung 11: Model der plastischen a), elastischen b) und zusammengesetzten elastisch-plastischen Indentation c) nach [Loubet et al., 1986, S. 80].

Die rein elastische Verformung, welche bei der elastisch-plastischen Nanoindentation nur zum Beginn der Entlastung als Rückverformung auftritt, kann durch die Annahme eines flachen Eindringkörpers beschrieben werden. Der Abbildung 11 c) ist zudem zu entnehmen, dass am Übergang vom elastischen zum plastischen Bereich bei der Tiefe h_c der Kontaktdurchmesser 2a beträgt. Eine Kraftrücknahme hat demnach keinen Einfluss auf den Kontaktdurchmesser der plastischen Verformung und der Wert bleibt konstant. Somit ist auch die Kontaktfläche des Indenters mit dem Probenmaterial in den ersten Phasen der Entlastung konstant. Eine konstante Fläche bedeutet wiederum, dass bei Kraftrücknahme eine lineare Abnahme der Eindringtiefe erfolgen muss. Dies ist vergleichbar mit dem linearen Kraft-Weg-Verhalten bei einem linearen Dämpfer, wie er u. a. in Kapitel 8.1 diskutiert wird. Die Kontakttiefe kann dann durch Extrapolation der zu Beginn der Entlastung an die Messkurve angetragenen Tangente bestimmt werden. Der Schnittpunkt der extrapolierten Tangente und der Abszisse, vgl. Abbildung 8, liefert dann die Kontakttiefe h_c . Ein lineares Entlastungsverhalten kann aber nicht allgemein vorausgesetzt werden. Zu diesem Zweck haben Doerner und Nix exemplarisch zwei Indentationskurven auf das Entlastungsverhalten untersucht (Abbildung 12).



Abbildung 12: Kraft-Eindringkurven von Aluminium (links) und Silizium (rechts) [Doerner, Nix, 1986, S. 603].

Die Auswertung der Messkurven lassen Doerner und Nix darauf schließen, dass Metalle über den gesamten Entlastungsbereich ein lineares Verhalten aufweisen, wohingegen, z. B. bei einem Siliziumwerkstoff, welcher eine große elastische Rückverformung ausführt, nur zu Beginn von annähernd linearem Materialverhalten ausgegangen werden kann. Die Untersuchungen an diesen beiden sehr gegensätzlichen Materialien führen zu einer Empfehlung, dass die Entlastungssteigung im ersten Drittel der Entlastung als linear betrachtet werden kann. 26



Durch zahlreiche Untersuchungen vom Entlastungsverhalten verschiedenster Werkstoffe lassen Oliver und Pharr [Oliver, Pharr, 1992] darauf schließen, dass die von Doerner und Nix in [Doerner, Nix, 1986, S. 603] aufgestellte Behauptung des linearen Entlastungsverhaltens keine allgemeine Gültigkeit besitzt. Eine exaktere mathematische Beschreibung des Entlastungsverhaltens kann mittels eines Potenzansatzes erfolgen.

In [Oliver, Pharr, 1992, S. 1564] ist das Kraft-Eindring-Verhalten eines Materials im elastischen Fall über folgenden Potenzansatz mit den Materialkonstanten α und *m* beschrieben:

$$F = \alpha h_{\rm e}^m. \tag{41}$$

F beschreibt in diesem Zusammenhang die aufgebrachte Eindringkraft und h_e die elastische Eindringtiefe. Nach Abbildung 10 kann der elastische Anteil der Eindringtiefe formuliert werden als

$$h_{\rm e} = h_{\rm max} - h_{\rm f} \,. \tag{42}$$

Die Kraft als Funktion der elastischen Eindringtiefe aus (42) ergibt sich somit zu

$$F = \alpha \left(h_{\max} - h_{\rm f} \right)^m. \tag{43}$$

Für die Auswertung der experimentell gewonnenen Daten ergibt sich aus der beschriebenen theoretischen Analyse folgende praktische Auswerteprozedur, welche auch in der Nanoindentersoftware implementiert ist.

Mittels Gleichung (43) wird ein vom Anwender zuvor definierter Bereich der Entlastungskurve angefittet. Dieser Bereich liegt typischerweise bei 20%-100% der maximalen Kraft F_{max} . Die somit ermittelte Gleichung kann nun differenziert und anschließend zu Beginn der Entlastung ausgewertet werden. Das Ergebnis ist die ermittelte Steigung der Entlastungskurve zu Beginn des Entlastungsvorganges, folglich der für die weitere Auswertung wichtige Eingangsparameter *S*, vgl. Gleichung (37). Der Schnittpunkt der eingezeichneten Tangente am Beginn der Entlastung mit der Abszisse liefert die Kontakttiefe h_c .

3.3 Bestimmung der Kontakttiefe h_c in Abhängigkeit der Indentergeometrie

Die Bestimmung der Kontakttiefe h_c nach dem in Kapitel 3.2 beschriebenen Verfahren gilt zunächst nur für den gezeigten flachen Eindringkörper. Oliver und Pharr diskutieren den Einfluss einer veränderten Prüfgeometrie [Oliver, Pharr, 1992, S. 1573-1574] und beschreiben ein Analyseverfahren, welches h_c in Abhängigkeit der gewählten Geometrie bestimmt.

Ausgangspunkt ist die Aufteilung der Eindringtiefe h nach Abbildung 13.



Abbildung 13: Schematische Darstellung der Indentation mit charakteristischen Größen zur Auswertung nach [Oliver, Pharr, 1992, S. 1573].

Demnach kann h_c beschrieben werden als

$$h_{\rm c} = h - h_{\rm s},\tag{44}$$

wobei h_s die Eindringtiefe am Punkt des Kontaktradius beschreibt. Am Punkt der maximalen Eindringtiefe h_{max} , am Ende der Haltephase, kann (44) auch formuliert werden zu

$$h_{\rm c} = h_{\rm max} - h_{\rm s} \,. \tag{45}$$

Weiter beschreiben Oliver und Pharr [Oliver, Pharr, 1992, S. 1574], dass die maximale Eindringtiefe h_{max} eine direkte Ausgabegröße der Messung ist und somit ein Ausdruck für h_s bestimmt werden muss. Für einen konischen Indenter ist in [Oliver, Pharr, 1992. S. 1574] ein Ausdruck für h_s über die Formel

$$h_{\rm s} = \frac{(\pi - 2)}{\pi} \left(h - h_{\rm f} \right) \tag{46}$$



gegeben, welche ihren Ursprung in einer Veröffentlichung über die allgemeine Theorie der Indentationsvorgänge von Sneddon [Sneddon, 1965] hat. Der elastische Verformungsanteil $(h-h_{\rm f})$ ist abhängig von der anliegenden Indentationskraft *F* und kann geschrieben werden als

$$\left(h - h_{\rm f}\right) = 2\frac{F}{S} \,. \tag{47}$$

Durch Einsetzen von (47) in (46) erhält man für die zur weiteren Auswertung relevanten Größen bei maximaler Prüfkraft F_{max}

$$h_{\rm s} = \frac{(\pi - 2)}{\pi} 2 \frac{F_{\rm max}}{S} \quad \text{bzw.} \quad h_{\rm s} = \varepsilon \frac{F_{\rm max}}{S} \quad \text{mit} \quad \varepsilon = \frac{2(\pi - 2)}{\pi} \approx 0,727.$$
(48)

Der Geometriefaktor ε muss für eine korrekte Auswertung der Messergebnisse daher bekannt sein und der Software über das Eingabefenster mitgeteilt werden. Der in Gleichung (48) berechnete Zahlenwert ist in [Oliver, Pharr, 1992, S. 1574] mit nur zwei Nachkommastellen angegeben. Dabei wurde der berechnete Wert jedoch nicht auf 0,73 aufgerundet, sondern die übrigen Nachkommastellen wurden abgeschnitten. Dies führt zur dem angegeben Wert von $\varepsilon = 0,72$. Eine Übersicht über die Geometriefaktoren gibt Tabelle 6.

Tabelle 6: Geometriefaktor ε für verschiedene Eindringkörper [Fischer-Cripps, 2004, S. 6].

Indenter	flach	Kugel	BERKOVICH	VICKERS	KNOOP	Würfelecke	Konus
Faktor E	1	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,72

Es sei angemerkt, dass für pyramidenförmige Eindringkörper der theoretische Wert $\varepsilon = 0,72$ beträgt. Jedoch haben die Analysen in [Fischer-Cripps, 2004] gezeigt, dass ein Wert $\varepsilon = 0,75$ die experimentellen Ergebnisse genauer beschreibt. Abbildung 14 veranschaulicht die Bestimmung der notwendigen Auswerteparameter inklusive dem berechneten Wert für $h_c (\varepsilon = 0,75)$.

An dieser Stelle sei auf die Effekte der geometrischen Selbstähnlichkeit verschiedener Eindringkörper hingewiesen, wie sie u. a. in [Sterthaus, 2008, S. 20] diskutiert und in der vorliegenden Arbeit in Kap. 6.1 ausführlicher erwähnt werden.



Abbildung 14: Veranschaulichung der Vorgehensweise zur Bestimmung der Auswerteparameter anhand einer exemplarisch ausgewählten Indentationsmessung.

4 Materialtheoretisch begründete Stoffgesetze

Die Verformung eines Materials durch eine äußere Belastung, wie sie auch bei der Indentation zu verzeichnen ist, besteht im Allgemeinen aus einer Überlagerung reversibler elastischer sowie irreversibler plastischer Verformungsanteile. Die theoretische Beschreibung dieser Verformungszustände im Kontext materialtheoretischer Ansätze ist Inhalt dieses Kapitels.

4.1 Elastizitätstheorie

4.1.1 Lineare Elastizität

Das nach Robert HOOKE benannte HOOKEsche Gesetz beschreibt den linearen Zusammenhang zwischen aufgebrachter Spannung σ und gemessener Dehnung ε bei einem einfachen einachsigen Zugversuch (Abbildung 15) [Müller, Ferber, 2008, S. 128].

$$\sigma = E \varepsilon . \tag{49}$$



Abbildung 15: Typische Zugprobengeometrie (links) und schematische Darstellung des linear elastischen Bereiches der Spannungs-Dehnungs-Kurve (rechts) nach [Müller, Ferber, 2008, S. 118].

Das HOOKEsche Gesetz besitzt seine Gültigkeit im linear elastischen Bereich vom Ursprung bis zur Fließspannung σ_F . Eine Entlastung des Materials, ohne vorheriges Überschreiten von σ_F , führt zu einer vollständigen Rückverformung der Zugprobe in den Ausgangszustand. Man spricht von reversiblem Materialverhalten. Die Verallgemeinerung vom gezeigten HOO-KEschen Gesetz im 1D-Fall auf den 3D-Fall erfolgt durch kontinuumsmechanische Betrachtungen des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens. Auf Grundlage des allgemeinen dreidimensionalen Spannungszustandes, welcher in der Abbildung 16 als ein repräsentatives Volumenelement eines belasteten Körpers gezeigt ist, kann eine für den 3D-Fall gültige Formulierung des HOOKEschen Gesetzes erfolgen.



Abbildung 16: Repräsentatives Volumenelement mit eingetragenen Spannungs- und Normalenvektoren nach [Mang, Hofstetter, 2000, S. 42].

Die folgenden Ausführungen des Kapitels 4.1.1 entstammen den Seiten 81-94 des Buches "Festigkeitslehre" von Mang und Hofstetter [Mang, Hofstetter, 2000].

Die Erweiterung des im Zugversuch für den 1D-Fall formulierten HOOKEschen Gesetzes liefert die allgemeine räumliche Formulierung

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl}, \tag{50}$$

wobei σ_{ij} den Spannungstensor und ε_{kl} den Dehnungstensor beschreibt. Die Indizes *ijkl* laufen jeweils von 1 bis 3 und beschreiben die drei räumlichen kartesischen Koordinaten. Die Materialeigenschaft geht über den Steifigkeitstensor 4. Stufe C_{ijkl} in die Gleichung (50) ein. Im allgemeinen Fall besteht ein Tensor 4. Stufe aus 3⁴=81 Komponenten und ist in Gleichung (51) ausformuliert gezeigt.

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{21} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} C_{1111} & C_{1122} & C_{1113} & C_{1121} & C_{1122} & C_{1123} & C_{1131} & C_{1132} & C_{1133} \\ C_{1211} & C_{1212} & C_{1213} & C_{1221} & C_{1222} & C_{1223} & C_{1231} & C_{1232} & C_{1233} \\ C_{1311} & C_{1312} & C_{1313} & C_{1321} & C_{1322} & C_{1323} & C_{1331} & C_{1322} & C_{1333} \\ C_{2111} & C_{2112} & C_{2113} & C_{2121} & C_{2122} & C_{2123} & C_{2131} & C_{2132} & C_{2133} \\ C_{2311} & C_{2312} & C_{2313} & C_{2321} & C_{2322} & C_{2323} & C_{2331} & C_{2322} & C_{2333} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{131} \\ \varepsilon_{211} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{312} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{312} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{321} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{321} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{321} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{321} \\ \varepsilon_{331} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{321} \\ \varepsilon_{331} \\ \varepsilon_{311} \\ \varepsilon_{322} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{331} \\ \varepsilon_{332} \\ \varepsilon_{333} \\ \varepsilon_{331} \\ \varepsilon_{332} \\ \varepsilon_{333} \\$$

Die Symmetrieeigenschaften von σ_{ij} und ε_{kl} bewirken, dass sich die Anzahl der unabhängigen Einträge des Steifigkeitstensors verringert. Dabei gilt, dass

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji} \quad \rightarrow \quad C_{ijkl} = C_{jikl} \,, \tag{52}$$

sowie

$$\varepsilon_{kl} = \varepsilon_{lk} \quad \to \quad C_{ijkl} = C_{jilk} \,. \tag{53}$$

Durch die Gleichheit der Formänderungsenergiedichte w und der komplementären Formänderungsenergiedichte w^* im linear elastischen Bereich kann zudem gezeigt werden, dass

$$C_{ijkl} = C_{klij} \tag{54}$$

gilt. Unter Berücksichtung von (52)-(54) kann der Steifigkeitstensor auf 21 unabhängige Einträge reduziert werden und nimmt nach Umformung und unter Anwendung der sog. Superindizes $1-6^{1}$ folgende Form an:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{1} \\ \sigma_{2} \\ \sigma_{3} \\ \sigma_{4} \\ \sigma_{5} \\ \sigma_{6} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{1} \\ \varepsilon_{2} \\ \varepsilon_{3} \\ 2\varepsilon_{4} \\ 2\varepsilon_{5} \\ 2\varepsilon_{6} \end{pmatrix}$$
(55)

¹ Zur Anwendung der Superindizes gilt: (11)=1, (22)=2, (33)=3, (12)=4, (23)=5, (13)=6

33



Durch die Symmetrie der Steifigkeitsmatrix, verbleiben 21 unabhängige Einträge (rot umrandet) für ein voll anisotropes Materialverhalten und das HOOKEsche Gesetz kann in folgende Form übertragen werden:

$$\sigma_I = C_{IJ} \varepsilon_J \,. \tag{56}$$

Die Superindizes I und J beschreiben nun die erweiterte Summation von 1 bis 6.

Zur anschaulicheren Darstellung der Steifigkeitsmatrix mit dem Ziel die Einträge durch gängigere Werkstoffparameter zu beschreiben, beschränken wir uns im Folgenden auf ein isotropes Material. Die Materialeigenschaften eines isotropen Werkstoffes sind unabhängig vom gewählten Koordinatensystem. Man spricht in diesem Zusammenhang auch von Invarianz. Die Isotropie führt zu einer Reduzierung der zunächst 21 unabhängigen Komponenten auf nun verbleibende 2 Komponenten. Gleichung (55) vereinfacht sich zunächst zu

$$\begin{pmatrix} \sigma_{1} \\ \sigma_{2} \\ \sigma_{3} \\ \sigma_{4} \\ \sigma_{5} \\ \sigma_{6} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E & -E/\nu & -E/\nu & 0 & 0 & 0 \\ E & -E/\nu & 0 & 0 & 0 \\ E & 0 & 0 & 0 \\ G & 0 & 0 & 0 \\ G & 0 & 0 \\ C & C & C \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{1} \\ \varepsilon_{2} \\ \varepsilon_{3} \\ 2\varepsilon_{4} \\ 2\varepsilon_{5} \\ 2\varepsilon_{6} \end{pmatrix},$$
(57)

mit dem Elastizitätsmodul E, dem Schubmodul G und der Querkontraktionszahl v in den Einträgen der Steifigkeitsmatrix. Sind zwei Materialkonstanten (z. B. E und v) bekannt, kann über den folgenden Zusammenhang (57), [Mang, Hofstetter, 2000, S. 85], jeweils die dritte Größe bestimmt werden

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)}.$$
(58)

Es verbleiben demnach zwei unabhängige Einträge in der Steifigkeitsmatrix. Somit ergibt sich eine weitere Möglichkeit zur Schreibweise des HOOKEschen Gesetztes unter Anwendung der LAMÉschen Konstanten λ und μ nach [Gross, 1992, S. 14]. Die Steifigkeitsmatrix mit der Form

$$C_{ijkl} = \lambda \,\delta_{ij} \,\delta_{kl} + \mu \Big(\delta_{ik} \,\delta_{jl} + \delta_{il} \,\delta_{jk} \Big), \tag{59}$$

wird in die allgemeine Form des HOOKEschen Gesetztes (50) eingesetzt und liefert

$$\sigma_{ij} = \lambda \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij}, \qquad (60)$$

mit der Einheitsmatrix δ_{ij} . λ und μ können in diesem Zusammenhang über die gängigen Materialparameter ausgedrückt werden:

$$\lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}, \ \mu = G \tag{61}$$

4.1.2 Viskoelastizität

Eine Überlagerung von rein elastischer und zeitabhängiger viskoser Materialverformung wird als Viskoelastizität bezeichnet. "Sie [ist] dadurch gekennzeichnet, daß das Materialverhalten zeitabhängig bzw. eine Funktion der Belastungs- oder Deformationsgeschichte ist" [Gross, 1992, S. 17]. Die anschauliche Beschreibung viskoelastischen Materialverhaltens im Zusammenhang mit der Erläuterung der wichtigen Formelzusammenhänge beschreiben u. a. Becker und Bürger [Becker, Bürger, 1972, S. 151-156] in ihrem Buch zur Kontinuumsmechanik anhand eines geläufigen mechanischen Ersatzmodells, dem Poyting-Thomson-Körper. Auch thermodynamische Ansätze zur Viskoelastizität sind in der Lage das Verformungsverhalten zu beschreiben, wie u. a. in [Müller, Müller, 2009. S. 366-374] geschehen. Die Veranschaulichung dieses zeitabhängigen Materialverhaltens wird in der Literatur durch Verwendung rheologischer Ersatzmodelle ermöglicht. Für die Viskoelastozität ist ein derartiger Ansatz u. a. in [Mālmeisters et al., 1977, S. 162-168] dargestellt. Die Beschreibung verschiedener rheologischer Elemente und der resultierenden Schaltungen wird ausführlich im Kapitel 8 behandelt. Die hier gezeigten Ausführungen des viskoelastischen Materialmodells sollen an dieser Stelle der Arbeit die Verbindung zwischen Elastizität und Plastizität herstellen.

Betrachtet wird der ZENER_{K(ELVIN)}-Körper in der Abbildung 17.





Das Modell besteht aus der Reihenschaltung einer HOOKEschen Feder (Elastizität γ_2) und eines dämpfenden sog. KELVIN-Körpers, welches durch eine äußere angreifende Spannung σ belastet ist. Als KELVIN-Körper ist die Parallelschaltung einer HOOKEschen Feder (Elastizität γ_1) und eines Dämpferelementes (Viskosität η) bezeichnet. Unter Anwendung des eindimensionalen HOOKEschen Gesetzes auf die beiden Federelemente folgt

$$\sigma_1 = \gamma_1 \varepsilon_1, \text{ bzw. } \sigma_2 = \gamma_2 \varepsilon_2.$$
 (62)

Das Dämpfungsverhalten ist zeitabhängig und wird über die folgende Gleichung beschrieben:

$$\sigma_{\eta} = \eta \, \dot{\varepsilon}_{\eta} = \eta \, \dot{\varepsilon}_{1}. \tag{63}$$

Der Index η soll dabei verdeutlichen, dass mit der Gleichung (63) das Verhalten des Dämpfers beschrieben wird und die Dehnung, bzw. die Dehnrate des Dämpfers, mit der Dehnung der Feder mit dem Index 1 identisch sein muss.

Die von außen angreifende Spannung σ kann nach der Abbildung 17 additiv zerlegt werden in

$$\sigma = \sigma_2 = \sigma_1 + \sigma_{\eta}, \tag{64}$$

da Feder 2 und KELVIN-Körper mit der gleichen Spannung belastet werden. Die Teilspannungen σ_1 und σ_{η} ergeben aufsummiert die angreifende Spannung σ . Auf Basis der Gleichung (64) und unter Verwendung der Gleichungen (62) und (63) kann das Spannungs-Dehnungs-Verhalten des ZENER_K-Körpers über folgende Differentialgleichung beschrieben werden:

$$\sigma + \frac{\eta}{\gamma_1 + \gamma_2} \dot{\sigma} = \frac{\gamma_1 \gamma_2}{\gamma_1 + \gamma_2} \varepsilon + \frac{\eta \gamma_2}{\gamma_1 + \gamma_2} \dot{\varepsilon} \,. \tag{65}$$

Der Ausdruck $\gamma_1 \gamma_2 / (\gamma_1 + \gamma)$ beschreibt den Elastizitätsmodul *E* des durch das Ersatzmodel beschriebenen Materials. Anhand derartiger eindimensionaler Modelle können z. B. elastische Kriechvorgänge beschrieben werden. Gängigstes Beispiel ist die spontane Aufbringung einer dann zeitlich konstanten Spannung σ_0 . Die anfängliche Verformung genügt den Gesetzmäßigkeiten des allgemeinen HOOKEschen Gesetzes, wonach die entstehende Deformation ε_0 über

$$\mathcal{E}_0 = \frac{\sigma_0}{\gamma_2} \tag{66}$$

beschrieben wird. Die anschließende zunehmende Verformung unter konstanter Last ist durch den Grenzwert $\varepsilon_{\infty} = \sigma_0/E$ eingeschränkt, vgl. Abbildung 18.



Abbildung 18: Zeitabhängiges elastisches Materialverhalten nach [Müller, Müller, 2009, S. 370].

Die Modellansätze zur Viskoelastizität bei Festkörpern eignen sich nach [Lemaitre, Chaboche, 1994, S. 103] zur Beschreibung des Materialverhaltens von organischen Kunststoffen, Kautschuk und Holz bei geringen Belastungen.

4.2 Plastizitätstheorie

Beim Überschreiten der im Spannungs-Dehnungs-Diagramm (Abbildung 15) gezeigten Fließspannung $\sigma_{\rm F}$ erfährt das Material eine Verformung, welche im Diagramm durch die Abweichung der Kurve vom linear elastischen Materialverhalten zu erkennen ist. Nach Rücknahme der Last wird sich das Material nicht vollständig in den Ausgangszustand zurückverformen. Dadurch entsteht eine bleibende irreversible Verformung $\varepsilon_{\rm pl}$. Der Abbildung 19 ist zu entnehmen, dass bei einer Kraftrücknahme nach Überschreiten von $\sigma_{\rm F}$ eine Entlastung annähernd parallel zur HOOKE'schen Geraden erfolgt.



Abbildung 19: Schematische Spannungs-Dehnungs-Kurve bis zum Bruch der Probe nach [Gummert, Reckling, 1986, S. 270].

Die Geschwindigkeit der Belastung im Zugversuch spielt nur bei viskoelastisch-plastischen Materialien eine Rolle, z. B. Polymerwerkstoffen. Diese reagieren bei schnellen Belastungen steifer, was zu einem abweichenden Spannungs-Dehnungs-Verhalten führt. Bei gängigen Metall- und Aluminiumwerkstoffen treten derartige Effekte nur bei sehr hohen Belastungsraten auf.

4.2.1 Vergleichsspannungshypothese nach VON MISES

Ein wichtiges Kriterium zur Charakterisierung von Werkstoffen und deren Anwendbarkeit in stark beanspruchten technischen Konstruktionen ist die Fließspannung des Materials. Diese kann durch die Auswertung des in Kapitel 4.1.1 gezeigten einachsigen Zugversuches experimentell ermittelt werden. Allgemeine Beanspruchungen eines Materials unterliegen jedoch in der Regel nicht den Gesetzmäßigkeiten einer einachsigen Belastung. Es ist somit eine Berechnungsvorschrift gefordert, welche den Vergleich eines allgemeinen dreidimensionalen Spannungszustandes eines unter Krafteinwirkung stehenden Materials mit dem aus dem einachsigen Zugversuch ermittelten skalaren Wert der Fließspannung erlaubt. Die Bestimmung dieser sog. Vergleichspannung $\sigma_{\rm F}$ aus dem dreidimensionalen Spannungszustand ist das Ziel der Vergleichsspannungshypothese nach von MISES für metallische Werkstoffe.

Die Grundidee bei der Aufstellung einer formelmäßigen Beschreibung ist nach den Ausführungen in [Mang, Hofstetter, 2000, S. 314-320] und [Gross et al., 2002, S. 78-80] die allgemeine Beobachtung, dass ein rein hydrostatischer Druckspannungszustand im Allgemeinen nicht zum Plastifizieren eines Materials führt und somit zur Bestimmung einer Fließspannung



keinen Einfluss hat [Gross et al., 2002, S. 319]. Nach [Gross et al., 2002, S. 78] besteht ein hydrostatischer Druckzustand nur aus drei gleichen Normalspannungen und lässt sich somit wie folgt schreiben:

$$\sigma_{\rm HY} = \begin{pmatrix} \sigma_0 & 0 & 0\\ 0 & \sigma_0 & 0\\ 0 & 0 & \sigma_0 \end{pmatrix} \quad \text{bzw.} \quad \sigma_{ij} = \sigma_0 \,\delta_{ij} \,. \tag{67}$$

Die allgemein gültige additive Aufteilung des dreidimensionalen Spannungszustandes in einen deviatorischen und hydrostatischen Anteil führt zu folgender Beschreibung für die Spannung σ_{ii} mit dem Spannungsdeviator S_{ii} :

$$\sigma_{ij} = S_{ij} + \sigma_0 \,\delta_{ij} \,. \tag{68}$$

Umstellen der Gleichung (68) nach S_{ij} liefert die Beschreibung des Spannungszustandes in der Form:

$$S_{ij} = \sigma_{ij} - \sigma_0 \,\delta_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_{kk} \,\delta_{ij} \,. \tag{69}$$

Der Betrag von S_{ij} , also von einem symmetrischen Tensor 2. Stufe, liefert demnach einen skalaren Wert für die Spannung. Der Betrag von S_{ij} kann berechnet werden durch:

$$\left|S_{ij}\right| = \sqrt{S_{ij} S_{ij}} \ . \tag{70}$$

Zur genauen Beschreibung der Fließspannungsformel nach VON MISES muss der Betrag des Spannungsdeviators als Maß für die Vergleichsspannung $\sigma_{\rm F}$ auch auf den eindimensionalen Zugversuch anwendbar sein. Eine genaue Betrachtung der beim 1D-Zugversuch vorliegenden Spannungszustände soll die Anwendbarkeit von Gleichung (70) überprüfen und ggf. eine Korrektur ermöglichen.

Nach Abbildung 15 greift beim einachsigen Zugversuch nur eine Kraft F bzw. Spannung σ in Längsrichtung der Probe (hier die x_1 -Achse) an. Der Spannungstensor lässt sich demnach formulieren zu

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma = F/A & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}.$$
 (71)

Der Spannungsdeviator S_{ii} berechnet sich für diesen Fall zu

$$S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3}\sigma_{kk}\delta_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \sigma/3 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma/3 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma/3 \end{pmatrix} = \sigma \begin{pmatrix} 2/3 & 0 & 0 \\ 0 & -1/3 & 0 \\ 0 & 0 & -1/3 \end{pmatrix}.$$
 (72)

Der Betrag von S_{ij} muss in diesem Fall dem Wert der Fließspannung $\sigma_{\rm F}$ aus dem Zugversuch entsprechen:

$$\sqrt{S_{ij}S_{ij}} = \sigma \sqrt{\left(\frac{2}{3}\right)^2 + \left(-\frac{1}{3}\right)^2 + \left(-\frac{1}{3}\right)^2} = \sigma \sqrt{\frac{2}{3}} = \sigma_{\rm F}.$$
(73)

Beim Erreichen der Fließspannung $\sigma_{\rm F}$ während des Zugversuches gilt $\sigma = \sigma_{\rm F}$ und aus Gleichung (73) folgt für die Bestimmung einer Vergleichspannung $\sigma_{\rm V}$ nach VON MISES:

$$\sigma_{\rm V} = \sigma_{\rm F} = \sqrt{\frac{3}{2} S_{ij} S_{ij}} \,. \tag{74}$$

Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass ein Übergang vom elastischen zum plastischen Materialverhalten je nach Beschaffenheit des Werkstoffs nicht immer eindeutig bestimmt werden kann. Um dennoch eine Fließspannung ermitteln zu können "[wählt man] als Materialkennwert dann eine Spannung, die zu einem bestimmten Wert der plastischen Dehnung gehört. So ist z. B. $\sigma_{0,2}$ die Spannung, die zur plastischen Dehnung $\varepsilon_{PL} = 0,2\%$ gehört." [Gross et al., 2002, S. 325]. Dieser Spannungswert, auch als $R_{P0,2}$ bezeichnet, wird oftmals als Ersatz für den direkten Fließspannungswert angegeben.

4.2.2 Zeitunabhängige Plastizität

Folgen wir weiter den Ausführungen in [Gross et al., 2002, S. 326]. Die in der Abbildung 19 dargestellte Spannungs-Dehnungs-Kurve bezieht sich bei der Bestimmung von Spannung und Dehnung jeweils zu allen Zeiten auf die Ausgangsgrößen der Zugprobe. So wird die Spannung σ aus dem Quotienten von aktueller Kraft F(t) und Ausgangsquerschnitt A_0 berechnet (sog. Ingenieursspannung), die Dehnung ε als Quotient von Längenänderung Δl und Ausgangslänge l_0 . Die Bestimmung der tatsächlichen Spannung im Werkstück erfordert die Messung der jeweils aktuellen Querschnittsfläche A(t). Dies ist in der Messwertaufzeichnung jedoch schwer zu realisieren und man benutzt daher oft nur die Ingenieursspannung. Die Abbildung 20 zeigt sowohl die Ingenieursspannung als auch die wahre Spannung als Funktion der plastischen Dehnung. Die Steigung E_T wird als plastischer Tangentenmodul bezeichnet.



Abbildung 20: Ingenieursspannung und wahre Spannung als Funktion der plastischen Dehnung nach [Häse, 2006, S. 18].

Eine doppeltlogarithmische Darstellung der wahren Spannung über der natürlichen Dehnung ε_l ($\varepsilon_l = \ln(1 + \varepsilon)$) führt zu einem fast vollständigen linearen Verlauf. Dies veranlasste LUDWIK dazu, den Spannungs-Dehnungs-Verlauf unter Berücksichtigung der wahren Spannung σ_w über das folgende Potenzgesetz zu beschreiben. Dies ist möglich, falls das Material einen sehr geringen elastischen Bereich aufweist und großen Deformationen unterliegt

$$\sigma_{\rm W} = C \,\varepsilon_l^n \,. \tag{75}$$

Die Materialparameter C und n können durch Anpassung von Gleichung (75) an die experimentell ermittelten Messdaten aus dem Zugversuch bestimmt werden.

Ist der elastische Anteil der Verformung nicht vernachlässigbar, wie z. B. in der schematischen Spannungs-Dehnungs-Kurve aus Abbildung 19, findet das erweiterte Potenzgesetz nach RAMBERG-OSGOOD mit den dimensionslosen Konstanten α , *m* und einer Bezugsspannung σ_0 Anwendung:

$$\varepsilon_l = \frac{\sigma_{\rm W}}{E} = \alpha \, \frac{\sigma_0}{E} \left(\frac{\sigma_{\rm W}}{\sigma_0} \right)^m. \tag{76}$$

Die Beschreibungen der plastischen Verformungen nach den Gleichungen (75) und (76) zielen bereits auf eine relativ exakte Beschreibung des nichtlinearen Verformungsverhaltens ab. Oft genügen auch simplere Ansätze, um das plastische Dehnungsverhalten abzubilden. Dazu zählen das sog. elastisch-ideal plastische sowie das elastische linear plastische Materialverhalten. Eine ausführliche Diskussion der verschiedenen elasto-plastischen Materialmodelle findet man u. a. in [Sterthaus, 2008, S. 76-83].

4.2.3 Isotrope und kinematische Verfestigung

Die Zunahme der Spannung beim Auftreten plastischer Verformung wird als Verfestigung bezeichnet. Unterschieden werden in diesem Zusammenhang i. d. R. zwei Verfestigungsprinzipien. Zum einen die sog. isotrope Verfestigung und zum anderen die kinematische Verfestigung, vgl. u. a. [Lemaitre, Chaboche, 1994, S. 108 und 109]. Abbildung 21 zeigt schematisch die beiden Verfestigungsprinzipien.



Abbildung 21: Veranschaulichung der isotropen und kinematischen Verfestigung [Doege, Behrens, 2010, S. 160].

Bei der isotropen Verfestigung nimmt bei steigender Belastung der Inhalt der Fließfläche stetig zu. Spannungen die sich innerhalb dieser Fläche befinden führen zu rein elastischem Materialverhalten. Der Mittelpunkt verbleibt jedoch weiterhin im Koordinatenursprung des von σ_{I}, σ_{II} und σ_{III} beschriebenen Hauptspannungsraums. Beim Ansatz der kinematischen Verfestigung bleibt der Inhalt der Fließfläche konstant, jedoch verändert sich deren Position in der gezeigten Hauptspannungsebene. Mittelpunkt der Fläche und Koordinatenursprung stimmen nicht mehr überein.



Abbildung 22: Spannungs-Dehnungs-Diagramme zur isotropen (links) und kinematischen Verfestigung (rechts) [Esocaet, 2012].

4.2.4 Zeitabhängige Plastizität (Kriechen)

Rösler, Harders und Bäker befassen sich in [Rösler et al., 2008, S. 383 ff] umfassend mit der zeitabhängigen Plastizität von Metallen. Ihre Ausführungen sind in diesem Teilkapitel zusammengefasst beschrieben.

Die dimensionslose homologe Temperatur T_{HOM} eines Materials dient als Kennwert zur Beschreibung der Kriechneigung eines Materials. Sie ist definiert als Quotient aus aktueller Einsatztemperatur T_E und Schmelztemperatur T_S angegeben in der Maßeinheit Kelvin:

$$T_{\rm HOM} = \frac{T_{\rm E} \left[{\rm K} \right]}{T_{\rm S} \left[{\rm K} \right]}.$$
(77)

Ab einem Wert von ca. $T_{\text{HOM}} \ge 0,4$ nimmt der Anteil der zeitabhängigen Plastizität an der Gesamtverformung ein nicht mehr zu vernachlässigendes Maß an, welches bei steigenden Werten von T_{HOM} zunehmend dominanter wird. Dies bedeutet für den Fall einer Zugprüfung, dass unter konstant angreifender Last F bzw. σ eine mit der Zeit stetige Zunahme der Dehnung zu verzeichnen ist. Diese Beobachtungen werden auch im Zusammenhang mit viskoelastischem Materialverhalten (vgl. Kapitel 4.1.2) gemacht, was dazu führt, dass viskoelastisches Materialverhalten oftmals ebenfalls als Kriechen bezeichnet wird. Um Irritationen zu vermeiden, ist hier unter Kriechen grundsätzlich zeitabhängig-plastisches Materialverhalten zu verstehen. Viskoplastische Materialien sind nach [Lemaitre, Chaboche, 1994, S. 108] u. a. Metalllegierungen unter erhöhter Temperatur und Holz bei größeren Belastungen. Direkt nach Aufbringung einer Last σ_0 wird ein sprunghafter Anstieg der Dehnung auf einen Wert ε_0 beobachtet. Im Folgenden führt die konstante Last zu einer stetigen Zunahme der Dehnung. Diese Zunahme verläuft je nach Stadium des Kriechvorganges unterschiedlich schnell, also mit einer sich ändernden Dehnrate $\dot{\varepsilon}$, ab, wodurch die Kriechkurve allgemein in drei Teilbereiche unterteilt werden kann (Abbildung 23). Man unterscheidet dabei nach [Rösler et al., 2008, S. 383]

- (a) primäres Kriechen (Übergangskriechen)
- (b) sekundäres Kriechen (stationäres Kriechen)
- (c) tertiäres Kriechen.



Abbildung 23: Kriechstadien unter konstanter Last nach [Rösler et al., 2008, S. 384].

Die Dehnrate $\dot{\varepsilon}_b$ im Bereich des stationären Kriechens wird in der Regel annähernd gut über folgendes Gesetzmäßigkeit [Rösler et al., 2008, S. 384] ausgedrückt:

$$\dot{\varepsilon}_b = B \,\sigma^n \exp\!\left(-\frac{Q}{RT}\right). \tag{78}$$

In die Gleichung gehen u. a. der Spannungsexponent n, eine Materialkonstante B und die Aktivierungsenergie Q ein. Zudem ist die sich ergebende Dehnrate, wie bereits durch die Einführung der homologen Temperatur ersichtlich ist, stark temperaturabhängig. In [Rösler et al., 2008, S. 385] wird eine Faustformel angegeben, welche die maximale Einsatztemperatur eines Werkstoffes auf eine homologe Temperatur von 0,5 beziffert, so dass der sichere Einsatz trotz Kriechneigungseinflusses gewährleistet werden kann. Abhängig von der Temperatur sind zudem auch die auftretenden Verformungsmechanismen, welche zur zeitabhängigen Deformation des Materials führen. Zu ihnen zählen nach [Rösler et al., 2008, S. 388ff]:



- Versetzungskriechen
- Diffusionskriechen
- Korngrenzengleiten.

44

0/

5 Nanoindentationssystem NanoTestTM

Die in dieser Arbeit vorgestellten und diskutierten Mikro- bzw. Nanohärtemessungen werden nach dem Prinzip der instrumentierten Eindringprüfung mit dem Nanoindentationssystem NANOTESTTM der Firma MICRO MATERIALS LTD. durchgeführt. Der Aufbau des Systems kann anhand der schematischen Abbildung 24 nachvollzogen werden.



Abbildung 24: Schematischer Aufbau des Systems NanoTestTM nach [Narain, 2003].

Die Beschreibung des Funktionsprinzips erfolgt nach den Ausführungen in [Beake et al., 2002]. Ein über vier Blattfedern reibungsfrei, drehbar gelagertes Pendel wird bei angelegtem Magnetspulenstrom am oberen Ende leicht gegen den Uhrzeigersinn bewegt. Das System kann auf diese Weise eine maximale Prüfkraft von 500 mN aufbringen. Durch die Federlagerung des Pendels ist das System jedoch sehr anfällig für Stoßbelastungen, wie sie z. B. beim unsachgemäßen Austauschen der Indenterspitze auftreten können. Der Diamant-Prüfkörper ist im unteren Bereich des Pendels direkt unterhalb des Drehpunktes befestigt und wird durch die leichte Drehbewegung des Pendels nach rechts bewegt. Diese Auslenkung führt zum Eindringen des Diamanten in die auf den Probenhalter befestigte zu untersuchende Probe. Die Verschiebung des Indenters durch die Kraftaufbringung in der Spule wird über einen Plattenkondensator gemessen, wobei eine Kondensatorplatte direkt mit der Diamanthalterung verbunden ist. Die Änderung der Kapazität durch das Vergrößern des Plattenabstandes beim Bewegen des Pendels wird direkt in eine Wegstrecke (Eindringtiefe) umgerechnet. Die Funktionsweise des Kondensators als Teil einer Wheatstoneschen Brückenschaltung wird in Kapitel 5.1.2 beschrieben. Bei einer maximalen Messtiefe von ungefähr 1500 nm beträgt der Plattenabstand ca. 0,3-0,5 mm. Der Begrenzungsanschlag des Pendels verhindert eine Bewegung des Pendels, und somit des Indenters, über eine definierte Auslenkung hinaus.

Die Einführung der instrumentierten Eindringprüfung erfolgte in Kapitel 2.2.3 unter Verwendung der vorgestellten VICKERS-Diamantengeometrie. Weitere Indentergeometrien sind möglich. Dazu zählen eine dreiseitige Diamantpyramide (BERKOVICH-Pyramide), eine Hartmetallkugel und ein kugeliger Diamanteneindringkörper. Der BERKOVICH-Eindringkörper (Abbildung 25) eignet sich besonders für die Anwendungen im Mikrobereich. Vgl. dazu auch die Ausführungen zum Problem einer fertigungsbedingten Schneidkante bei VICKERS-Eindringkörpern in [Häse, 2006, S. 8]. Die Berechnung der Nanohärte *HN* erfolgt analog zur Bestimmung der MARTENS-Härte. Jedoch wird anstelle der Eindruckoberfläche $A_{\rm E}$ die projizierte Eindruckfläche $A_{\rm PRO}$ verwendet, vgl. Gleichung (39).



Abbildung 25: BERKOVICH-Indenter [Fischer-Cripps, 2004, S. 191].

Zur Durchführung temperaturabhängiger Eindringprüfungen wird das bestehende Grundsystem um eine Hot-Stage ergänzt. Im erweiterten Aufbau befindet sich anstelle des ursprünglichen Probenhalters ein Heizblock, der im eigentlichen Versuch die Temperaturerhöhung erzeugt. Zudem wird der vorhandene Diamant durch einen ebenfalls heizbaren Diamanten ausgetauscht sowie ein Hitzeschild zum Schutz der Elektronik angebracht. Die schematische Darstellung der Hot-Stage im Zusammenhang mit einem Übersichtsfoto des modernisierten Aufbaus ist in der Abbildung 26 gezeigt.



Abbildung 26: Erweiterter Nanoindenter (links) und schematischer Aufbau der Hot-Stage (rechts) [Müller, Worrack, 2009, S. 65].

Über einen Widerstanderhitzer wird der Aluminium-Nitrid-Block auf die über einen Computer voreingestellte Solltemperatur erhitzt. Diese kann Werte zwischen Raumtemperatur (RT) und +500°C betragen. Die aktuell anliegende Temperatur wird vom Thermoelement im Inneren des Heizblockes gemessen und mit dessen Hilfe geregelt. Der Prüfdiamant wird ebenfalls auf die definierte Solltemperatur erhitzt, um einen Einfluss direkter Temperaturunterschiede der Prüfmaterialien (Indenter und Probe) auf die Messung zu unterbinden. Zur Stabilisierung der Temperatur und zum Schutz vor Umwelteinflüssen in Form von Staub ist der gesamte Aufbau zudem durch eine Kammer geschützt. Die Probe selbst wird mit einem temperaturbeständigen und wasserlöslichen Zement (FortaFix FC6) auf einer dafür vorgesehenen Fläche (ca. 20×20 mm) des Heizblockes befestigt. Durch den fixierten Aufbau des Pendels, samt Indenter und Temperaturschild, wird die Probe mittels dreier Gleichstrommotoren in x-, yund z-Richtung in die Messposition gebracht. Zur Orientierung des Anwenders wird die Probenoberfläche beim Verfahren der Probe mit Hilfe eines Mikroskopes auf einem außerhalb der Schutzkammer positionierten zweiten Bildschirm angezeigt. Auf diese Weise ist es möglich, die gewünschten Positionen zur Indentierung im eingebauten Zustand ausfindig zu machen. Außerhalb der Kammer ist neben dem Mikroskopbildschirm ein Computerarbeitsplatz eingerichtet. An diesem erfolgt über die "NanoTest Materials Testing Platform" u. a. die Kalibrierung des Systems sowie die Einrichtung der Messprozeduren und die Datenauswertung. Die Vorgehensweise zur Kalibrierung ist im folgenden Kapitel 5.1 beschrieben.

5.1 Kalibrierungsprozedur des Nanoindenters

Die Kalibrierung des Nanoindenters setzt sich aus zwei Grundkalibrierungsabläufen zusammen. Diese beziehen sich auf die beiden Messgrößen *Kraft* und *Weg*. In einem dritten zusätzlichen Schritt werden noch die Rahmennachgiebigkeiten sowie die Abweichung der realen BERKOVICH-Indentergeometrie von der idealen Form angepasst. Die jeweiligen Vorgehensweisen sind in [Beake et al., 2002] kurz beschrieben und werden darauf basierend in den folgenden Unterkapiteln ausführlich erläutert.

5.1.1 Kraftkalibrierung

Die generelle Kraftaufbringung auf das Pendel erfolgt durch einen Spulenstrom, der am oberen Ende auf das Pendel einwirkt. Um diese Kraft zu kalibrieren, wird eine Pendelauslenkung φ erzeugt, indem am unteren Teil des Pendels ein definiertes Gewicht (s. u.) manuell angebracht wird (Abbildung 27). An dieser Stelle sei direkt angemerkt, dass die Auslenkungen des Pendels grundsätzlich im Vergleich zur Pendellänge sehr klein sind. Die hier skizzierten Auslenkungen sind zur besseren Veranschaulichung stark überzeichnet. In der Spule fließt zu diesem Zeitpunkt kein Strom und der Auslenkung wirkt somit keine Kraft entgegen. Der Plattenkondensator, welcher im eigentlichen Versuch für die Messung der Eindringtiefe verwendet wird, wird durch die Pendelauslenkung zusammengedrückt. Der Plattenkondensator ist Teil einer Wheatstoneschen Messbrücke und gibt für eine Änderung des Plattenabstandes eine Änderung der Spannung aus.



Abbildung 27: Schematische Vorgehensweise bei der Kraftkalibrierung.

Im zweiten Schritt durchläuft ein Spulenstrom I_s die Magnetspule und erzeugt somit eine Kraft F_s auf das obere Ende des Pendels, welches sich daraufhin gegen den Uhrzeigersinn in eine vertikale Position bewegt. Durch das Auseinanderbewegen der Platten ändert sich ebenfalls die gemessene Spannung. Der Spulenstrom wird hierbei so lange erhöht, bis die Brückenschaltung eine definierte Spannung von 0 V ausgibt und Gleichgewicht herrscht. Die Kraft F_G erzeugt ein Moment bzgl. des Pendeldrehpunktes und kann über ein Momentengleichgewicht mit der aufgebrachten Spulenkraft Fs korreliert werden (Abbildung 28 links). Für den eigentlichen Indentationsvorgang werden die Extragewichte entfernt und die am oberen Ende des Pendels aufgebrachte Spulenkraft $F_{\rm S}$ gibt direkte Information über die wirkende Kraft am Diamanten $F_{\rm D}$. Die Bestimmung dieser Eindruckkraft erfolgt wieder intern über ein Momentengleichgewicht (Abbildung 28 rechts). Der erforderliche Spulenstrom $I_{\rm S}$ und die korrelierende Prüfkraft $F_{\rm D}$ können als Wertepaar für eine grafische Darstellung genutzt werden. Der identische Vorgang wird weitere zwei Mal durchgeführt, wobei jeweils unterschiedliche Gewichte und unterschiedliche Spulenströme benötigt werden. Die Massen der drei Gewichte betragen 1,2133 g, 2,1223 g und 3,0730 g. Die grafische Darstellung der ermittelten Wertepaare liefert beispielhaft Abbildung 29.



Abbildung 28: Schematische Darstellung der Kraftwirkungen bei der Kalibrierung (links) und beim Indentationsvorgang (rechts).



Abbildung 29: Schematische Darstellung von Kraft über Spulenstrom bei der Kraftkalibrierung.



5.1.2 Wegkalibrierung

Die schematische Vorgehensweise bei der Wegkalibrierung zeigt Abbildung 30.



Abbildung 30: Schematische Vorgehensweise bei der Wegkalibrierung.

Zu Beginn der Wegkalibrierung befindet sich das Pendel im Ruhezustand und liegt am Begrenzungsanschlag an. Die Spule erzeugt keine Kraft auf das Pendel und der Indenter ist nicht in Kontakt mit einem Probenwerkstoff (Abbildung 30). Die Probe wird nun so lange über die Gleichstrommotoren an die Diamantspitze angefahren, bis das System einen Kontakt misst. Durch den Kontakt verändert sich der Abstand der Plattenkondensatoren und führt zu einer Spannungsänderung. Auf diese Weise kann der Kontakt identifiziert werden. Die Kalibrierungsprozedur beginnt jetzt mit dem langsamen, schrittweisen Verfahren der Probenhalterung. Das Pendel wird auf diese Weise leicht im Uhrzeigersinn gedreht und die Kondensatorplatten Schritt für Schritt zusammen geschoben (Abbildung 30, a) und b)). Der Vorschub der Probenhalterung wird dabei über eine Stellschraube gesteuert. Eine Umdrehung dieser Schraube kann vom System über die Gewindesteigung direkt in einen Vorschubweg umgerechnet werden. Die Schrittweiten des Steppermotors betragen dabei mehrere 100 Inkremente (bit) pro Schraubenumdrehung. Die Ausgangsspannung von 8 V wird durch das Zusammenschieben der Kondensatorplatten so lange verringert, bis eine Spannung von 0 V gemessen wird (Abbildung 30 b)). Der Motor kehrt nun die Bewegungsrichtung um und die Platten des Kondensators bewegen sich wieder auseinander. Im zweiten Bereich der Messung, vom 0-Volt-Punkt bis zur Endspannung von 8 V, startet die eigentliche Kalibrierung (Abbildung 30 c)). Einem bekannten Vorschubweg kann somit ein Wert der Spannungsänderung zugeordnet werden (Abbildung 31). Bei der Durchführung von Härtemessungen zeichnet dann das Messgerät eine Änderung der Spannung auf und kann diese über die kalibrierte Wegmessung in eine Eindringtiefe umrechnen. Bei einem kalibrierten Kraftbereich bis zu 70 mN maximaler Kraft beträgt der Tiefenkalibrierungsfaktor ca. 0,05-0,06 nm/bit ($\pm 5 \cdot 10^{-4}$).



Abbildung 31: Spannungssignal zur Wegkalibrierung.

Beim Kontakt der Diamantenspitze mit der Probenoberfläche wird bei dieser Vorgehensweise bereits ein Eindruck auf der Probe erzeugt, welcher zu Abweichungen bei der exakten Kalibriermessung führt. Daher wird ein Kugelindenter zur Kalibrierung empfohlen. Dies würde jedoch einen Austausch des Kugelindenters mit der BERKOVICH-Spitze nach der Kalibrierung zur Folge haben. Die Wahrscheinlichkeit, dass die erfolgte Kalibrierung somit nicht mehr gültig ist, ist jedoch so groß, dass auf die Kalibrierung mittels eines kugeligen Prüfkörpers verzichtet und direkt ein BERKOVICH-Diamant eingesetzt wird.

Die in Abbildung 31 aufgetragene Spannung wird an der in Abbildung 32 gezeigten Brückenschaltung ausgegeben. Im Vergleich zur klassischen Wheatsoneschen Messbrücke ist hier der vierte Widerstand durch den Plattenkondensator ersetzt worden.



Abbildung 32: Aufbau der Wheatstoneschen Messbrücke nach [Hoffmann, 1987, S. 140].



Die beim Nanoindenter verwendete Brückenschaltung besteht grundsätzlich aus drei veränderlichen Widerständen (Potentiometern) $R_1 - R_3$ und einem Kondensator mit der Kapazität C. Zudem wird die Schaltung mit einer Eingangsspannung $U_{\rm E}$ versorgt. Die Messgröße, welche für die Korrelation mit der Eindringtiefe h genutzt wird, ist die Ausgangsspannung $U_{\rm A}$. Im Rahmen der Wegkalibrierung wurde bereits gezeigt, dass sich die gemessene Spannung zwischen den Werten 0 V und 8 V befindet. Die Aufgabe ist es demnach, die drei Potentiometer manuell so einzustellen, dass für den maximalen Abstand des Plattenkondensators, vgl. Abbildung 30 a), eine Spannung von 8 V ausgegeben wird. Ist dieser Wert gefunden, wird ein sog. Pendelhub durchgeführt. Auf diese Weise wird der Plattenkondensator zusammengedrückt, im Anschluss wieder auseinander bewegt und die Spannung U_A ausgegeben. Es entsteht ein Diagramm ähnlich der Abbildung 31, nur ist das Spannungssignal zum Zeitpunkt 2 noch nicht auf 0 V gefallen. Dies muss durch das manuelle Verändern eines einzelnen Potentiometers noch erreicht werden. Der Pendelhub wird dazu mehrere Male durchgeführt. Dieser Brückenabgleich muss prinzipiell vor der eigentlichen Wegkalibrierung durchgeführt werden. Die Abbildungen der Wegkalibrierung dienen hier jedoch zum besseren Verständnis des Brückenabgleichs. Daher wurde die Reihenfolge bei den Erklärungen vertauscht.

5.1.3 Bestimmung von Rahmennachgiebigkeit und Diamantengeometrie

Durch das Zusammenwirken mehrerer Systemkomponenten beim Vorgang der Indentation spielen die Steifigkeiten der Teilkörper eine wichtige Rolle bzgl. der exakten Berechnung der Materialeigenschaften des getesteten Werkstoffes. Die Eindringtiefe wird über einen Plattenkondensator am Nanoindenter gemessen, vgl. Abbildung 24 auf Seite 45. Die hier aufgezeichneten Verformungswege beinhalten neben der eigentlichen Eindringtiefe des Diamanten auch Verformungsanteile des Messaufbaus (Rahmens) wie z. B. Pendel und Diamantenhalterung. Der Aufbau kann demnach idealisiert als Reihenschaltung von Federn interpretiert werden, vgl. [Fischer-Cripps, 2004, S. 65], wobei aus einer unkorrigierten Messung die Eindringtiefe als Summe der beiden Teilverschiebungen von Feder 1 (Rahmen) und Feder 2 (Werkstoff) ausgegeben wird.

Die Analyse der Systemnachgiebigkeiten wird in [Oliver, Pharr, 1992] erarbeitet und im Folgenden zusammengefasst beschrieben.

Wie bereits gezeigt, liefert die Kalibriermessung am Referenzmaterial Fused Silica zunächst zwar eine charakteristische Kraft-Eindringtiefe-Kurve, jedoch mit fehlerbehafteten Werten für die Eindringtiefe. Diese Fehler werden durch die Berücksichtigung der Rahmennachgiebigkeit auf die gemessenen Eindringtiefen korrigiert. Um eine Korrektur dieser Daten vorzunehmen, gilt es die Steifigkeit bzw. die Nachgiebigkeit des gesamten Systems zu analysieren.

Die in der Kalibriermessungen ausgewiesene Nachgiebigkeit C setzt sich prinzipiell aus zwei Anteilen zusammen: der Nachgiebigkeit des Probenwerkstoffes $C_{\rm P}$ und des Indenterrahmens $C_{\rm R}$ selbst, wobei nach [Oliver, Pharr, 1992, S. 1576] gilt

$$C = C_{\rm P} + C_{\rm R} \,. \tag{79}$$

Die Nachgiebigkeit der Probe $C_{\rm p}$ kann auch als Kehrwert der Probensteifigkeit *S* aufgefasst werden, welche nach Gleichung (37) gegeben ist. Eingesetzt in Gleichung (79) folgt

$$C = \frac{1}{2E^*} \sqrt{\frac{\pi}{A_{\rm PRO}}} + C_{\rm R} \,. \tag{80}$$

Durch die fehlerbehafteten Eindringtiefedaten, welche es zu korrigieren gilt, kann ein Wert für $C_{\rm p}$ nicht direkt aus den Messwerten ermittelt werden. Die mathematisch bestimmte Steifigkeit, welche sich durch die Auswertung der Kalibriermessung ergibt, entspricht vielmehr der Gesamtsteifigkeit $S_{\rm GES}$, welche in Gleichung (80) durch die Beziehung

$$C = \frac{1}{S_{\text{GES}}}$$
(81)

einfließt. Es ergibt sich demnach folgender mathematischer Zusammenhang der einzelnen Teilnachgiebigkeiten, bei dem die Rahmennachgiebigkeit zu bestimmen ist:

$$\frac{1}{S_{\rm GES}} = \frac{1}{2E^*} \sqrt{\frac{\pi}{A_{\rm PRO}}} + C_{\rm R} \,. \tag{82}$$

Bei einer bekannten Indentergeometrie kann Gleichung (82) direkt unter Verwendung der Messergebnisse für S_{GES} und des reduzierten E-Moduls E^* für Fused Silica (= 69,6 GPa, [Beake, Smith, 2002, S. 2184]) ausgewertet werden. In der Regel ist diese Indentergeometrie $A(h_c)$ jedoch nicht bekannt und dessen Bestimmung ebenfalls ein Teil der Kalibrierungsprozedur.

Nach Gleichung (82) ergibt sich eine lineare Abhängigkeit zwischen der Gesamtnachgiebigkeit *C* und dem Term $1/\sqrt{A_{PRO}}$, welche unter der Annahme einer idealen Indentergeometrie bei großen Eindringtiefen in der Abbildung 33 für Messungen an Fused Silica dargestellt ist.



Abbildung 33: Steifigkeit aufgetragen über der Wurzel der projizierten Eindringfläche für eine ideale Indentergeometrie.

Der Schnittpunkt der ermittelten Geraden mit der Ordinate liefert nach Gleichung (82) einen Richtwert für die Rahmennachgiebigkeit $C_{\rm R}$, welcher in dem gezeigten Beispiel in Abbildung 33 0,0635 beträgt. In [Fischer-Cripps, 2004, S. 66] wird jedoch ein iteratives Verfahren zur Bestimmung der Rahmennachgiebigkeit empfohlen. Diese Prozedur ist auch in der Nanoindentationssoftware implementiert und dient dem Anwender zur Bestimmung der Kalibrierdaten. Voraussetzung ist die jeweils erfolgreich durchgeführte Kraft- und Wegkalibrierung, wie sie bereits in den vorherigen Kapiteln beschrieben wurden. Dieses iterative Vorgehen wertet dazu einen festen Satz an Gleichungen in einer Schleife aus, bis Konvergenzen für die Werte der Rahmennachgiebigkeiten erreicht werden. Die einzelnen Schritte werden auf Basis einer an Fused Silica aufgezeichneten Auswertedatei gezeigt (Tabelle 7).

Tabelle 7: Unkorrigierte Messergebnisse für acht Messungen an Fused Silica

Nr.	max. Eindringtiefe hmax	Kontaktiefe hc	maximale Kraft Fmax	Härte HN	reduzierter E-Modul Er	Nachgiebigkeit C
1	1207.029865	885.051085	140.099985	7.30021	66.018501	3.064276
2	1249.821793	924.307091	148.671411	7.102787	66.353484	2.919321
3	1300.599044	961.271199	157.242838	6.945651	64.733428	2.877315
4	1312.463341	967.626241	165.814264	7.228373	66.730354	2.772878
5	1347.579312	987.639473	174.38569	7.297059	65.872728	2.752059
6	1330.788852	928.96527	182.957132	8.653351	65.816928	2.928362
7	1365.016154	960.689765	191.528558	8.470346	66.212723	2.814734
8	1397.888193	983.610241	200.099985	8.441797	65.940974	2.760473
Bei der in der Messdatei ausgewiesenen Nachgiebigkeit *C* handelt es sich um die Gesamtnachgiebigkeit, welche es zu korrigieren gilt. Für die Messung Nr. 1 kann über die Kontakttiefe h_c die projizierte Eindringfläche A_{PRO} für einen idealen BERKOVICH-Indenter berechnet werden, vgl. Gleichung (40). Im Anschluss kann Gleichung (80) für die bestimmte projizierte Fläche A_{PRO} , die gemessene Nachgiebigkeit *C* und den bekannten reduzierten Elastizitätsmodul E^* für Fused Silica weiter ausgewertet werden. Als Ergebnis erhält man einen Wert für die Rahmennachgiebigkeit C_R . Auf Basis dieses ersten Ergebnisses erfolgen die weiteren Iterationsschritte, welche hier weiter beschrieben werden. Mit der bestimmten Rahmennachgiebigkeit können die gemessenen Eindringtiefewerte korrigiert werden. Dieser Rechenschritt ist exemplarisch in Abbildung 34 grafisch veranschaulicht. Durch die Korrektur wird die ursprünglich gemessene Kraft-Eindringkurve um die korrigierten Eindringtiefewerte verschoben. Die korrespondierenden Kraftwerte bleiben unverändert und es entsteht eine im Vergleich zur Ausgangskurve gestauchte modifizierte Kraft-Eindringkurve.



Abbildung 34: Ursprüngliche und korrigierte Kraft-Eindringkurve [Micro-Materials, 2011, S. 5].

Anhand dieser korrigierten (roten) Kurve wird eine neue Entlastungssteigung *S* bestimmt. Durch die Korrektur der Kurve entspricht diese Entlastungssteigung nur noch der Materialantwort des getesteten Werkstoffs. Im Anschluss kann auf Basis der korrigierten Werte eine neue korrigierte Kontakttiefe h_c berechnet werden. Erneut kann die projizierte Eindringfläche auf Basis des neuen h_c -Wertes bestimmt werden und eine weitere Auswertung der Gleichung (80) erfolgen. Dabei ist zu beachten, dass in die umgestellte Gleichung (80)

$$C_{\rm R} = C - \frac{1}{2E^*} \sqrt{\frac{\pi}{A_{\rm PRO}}}$$
(83)

in jedem neuen Iterationsschritt stets die ursprünglich gemessene Gesamtnachgiebigkeit C (vgl. Tabelle 7) eingesetzt werden muss. Man erhält erneut einen Wert für die Rahmennachgiebigkeit C_R . Diese Rechenoperationen werden solange durchgeführt bis Konvergenz für C_R erreicht wird. Ist nach dieser Prozedur ein Wert der Rahmennachgiebigkeit für die Messung Nr. 1 berechnet worden, wird Messung Nr. 2 ausgewertet. Die Berechnung erfolgt nach den gleichen gezeigten Rechenschritten, mit dem einzigen Unterschied, dass der zuvor berechnete Wert für C_R als Startwert für den sich anschließenden zweiten Iterationsprozess verwendet wird. Nach Abschluss der Auswertung aller (in diesem Fall acht) Messungen wird aus den acht pro Messung iterativ ermittelten Rahmennachgiebigkeiten ein Mittelwert gebildet und dieser dann von der Software als Ergebnis ausgegeben (Abbildung 35).



Abbildung 35: Softwareanzeige nach Bestimmung der Rahmennachgiebigkeit.

Die Anzahl der Iterationen pro Messung ist dabei relativ überschaubar und bewegt sich zwischen drei und sechs Rechenschleifen. Eine manuelle Überprüfung der Auswertung mittels gängiger Tabellenkalkulationssoftware ist demnach mit geringem Zeitaufwand möglich.

Der Wert für die Rahmennachgiebigkeit wird nun dazu verwendet, die aufgezeichneten Messdaten zu korrigieren und erlaubt im Anschluss die Bestimmung der Funktion für die Diamantengeometrie. Dazu werden Indentationen über eine große Spanne von Eindringtiefen durchgeführt. Nach der mathematischen Berücksichtigung der Rahmennachgiebigkeit wird für jede Messung ein "tatsächlicher" Wert für die Kontakttiefe h_c ausgegeben. Aus der Grunddefinition der Nanoindentationshärte in (39) kann auf Grundlage des bekannten Härtewertes *HN* des Kalibrierwerkstoffes und der gemessenen Maximalkraft F_{max} die zu jeder Kontakttiefe zugehörige projizierte Fläche A_{PRO} berechnet werden. Trägt man die projizierte Eindruckfläche A_{PRO} nun über der Kontakttiefe h_c auf (Abbildung 36), kann man die tatsächliche Diamantengeometrie über einen Fit dieser Daten bestimmen.



Abbildung 36: Projizierte Fläche als Funktion der korrigierten Kontakttiefe [Micro-Materials, 2011, S. 9].

Dazu wird die A_{PRO} - h_c -Kurve über die Funktion

$$A_{\rm PRO}(h_{\rm c}) = D_1 h_{\rm c}^2 + D_2 h_{\rm c} + D_3 \tag{84}$$

angenähert, wobei $D_1 - D_3$ als konstante Faktoren zu bestimmen sind. Die so gefundene Diamantengeometrie berücksichtigt durch die ermittelten Konstanten die Abweichungen von der idealen Geometrie, die z. B. durch das Abrunden der Indenterspitze entstehen. Zur exakten Auswertung von aufgezeichneten Messwerten ist somit die Verwendung einer aktuellen Funktion der Diamantengeometrie unerlässlich. Oliver und Pharr [Oliver, Pharr, 1992, S. 1576] verwenden einen Fit-Ansatz mit acht zu bestimmenden Konstanten. Es hat sich jedoch gezeigt, vgl. [Oliver, Pharr, 1992, S. 33], dass die in Gleichung (84) gezeigte Funktion die Diamantengeometrie ausreichend genau beschreibt. Es ist vom Anwender jedoch sicherzustellen, dass in die Bestimmung der Diamantengeometrie der gesamte spätere Messbereich eingeht. Darüber hinaus ist zu beachten, dass, wie bereits gezeigt [Oliver, Pharr, 1992, S. 1576], die ermittelte Diamantengeometrie nicht extrapoliert werden darf.

5.2 Problematik der anliegenden Oberflächentemperatur

5.2.1 Temperaturmessung mittels Thermoelement

Zur Bestimmung materialspezifischer Kennwerte als Funktion der Temperatur ist die korrekte Ermittlung der am Eindringpunkt anliegenden Temperatur wichtiger Bestandteil der Messprozedur. Wie der Abbildung 26 zu entnehmen ist, befindet sich ein Thermoelement (PT10) im Inneren der Heizvorrichtung. Es dient der Regulierung der am Computer-Arbeitsplatz voreingestellten Solltemperatur. Durch die physikalischen Phänomene des Wärmetransportes sowie der Wärmestrahlung wird die Indentationsprobe jedoch auf einen Wert kleiner der vorgegebenen Solltemperatur erhitzt. Es muss bei den Untersuchungen somit klar zwischen Soll- bzw. Einstelltemperatur und der lokal vorliegenden Ist-Temperatur auf der Probenoberfläche unterschieden werden. Erste Messungen dienen der Untersuchung des vorherrschenden Temperaturgradienten und der möglichen Temperaturmessungen im eigentlichen Indentationsversuch. Zur Messung der Oberflächentemperatur auf der Probe werden auf der Probenhalterung der Hot-Stage zwei Materialien mit dem temperaturbeständigen Zement befestigt. Zum einen wird die Temperaturentwicklung am Kalibrierquarz Fused Silica (SiO₂) untersucht und zum anderen wird an einem Kupferwerkstoff gemessen. Bei dem Kupfer mit der Bezeichnung Cu-HCP handelt es sich um ein "hochreines und desoxidiertes Kupfer mit einem niedrigen Restphosphorgehalt, [...]" [Kupferinstitut, 2005, S. 2]. Der Versuchsaufbau ist der Abbildung 37 zu entnehmen.



Abbildung 37: Messaufbau zur Temperaturmessung (links) mit Foto der Bohrung auf der Stirnseite (rechts) zur Befestigung des zusätzlichen Thermoelements [Müller, Worrack, 2009, S. 65].

Auf der ca. 20×20 mm großen Auflagefläche der Hot-Stage sind zwei Proben befestigt. Das hier gezeigte Foto wurde nach der Aufheizen und Abkühlen der Probe gemacht. Aus diesem Grund ist die Kupferoberfläche der bereits stark oxidiert. Die dargestellte Konfiguration zeigt zudem das Thermoelement, dass auf der oberen Stirnseite der Kupferprobe angebracht ist. Diese gewählte Position ergibt sich aus der Anwendbarkeit der Temperaturmessung mittels eines zusätzlichen Thermoelementes (PT100) während der Indentation. Es muss gewährleistet sein, dass bei einer späteren Messung insbesondere die Positionierung des Indenters nicht durch das Anliegen eines Thermoelementes beeinträchtigt wird. Aus diesem Grund scheidet die Temperaturmessung direkt auf der Messoberfläche aus. Ein identischer Aufbau, mit der Befestigung des Thermoelements am Fused Silica, wird ebenfalls untersucht. Dieser ist hier jedoch nicht in der Abbildung dargestellt. Die Soll- und gemessenen Ist-Temperaturen sind in der Tabelle 8 gezeigt.

	Ist-Temperatur [°C]		
Son-Temperatur [C]	Fused Silica	Cu-HCP	
30	29	29	
50	50	48	
100	90	n. v.	
150	134	n. v.	
200	175	186	
230	201	215	
250	215	234	
300	255	n. v.	
350	293	n. v.	
400	334	365	
430	361	397	
450	368	n. v.	
500	405	452	

Tabelle 8: Soll- und Ist-Temperatur gemessen an Fused Silica und Cu-HCP.

Bei Betrachtung der Messwerte werden auch die großen materialspezifischen Abweichungen bei höheren Temperaturen ersichtlich. Abbildung 38 und Abbildung 39 veranschaulichen diese durch die grafische Darstellung der Messwerte sowie Abbildung 40 in der Darstellung der prozentualen Temperaturabweichungen. Bei den Temperaturkurven in Abbildung 40 ist zu beachten, dass bei einigen Soll-Temperaturen teilweise zwei gemessene Werte eingetragen sind. Dies ist mit den Messungen der Ist-Temperatur sowohl während der Aufheizperiode $(30^{\circ}C \rightarrow 500^{\circ}C)$ als auch beim Abkühlen $(500^{\circ}C \rightarrow 30^{\circ}C)$ zu begründen. Vereinzelt sollten



somit die Werte verifiziert werden. In der Tabelle 8 sind jeweils nur die Werte aus der Aufheizperiode angegeben, da dies der gängigen Prozedur beim späteren Versuch entspricht.



Abbildung 38: Soll-Ist-Temperaturvergleich an Fused-Silica-Probe.



Abbildung 39: Soll-Ist-Temperaturvergleich an Cu-HCP-Probe.



Abbildung 40: Temperaturabweichungen zwischen Soll und Ist für Fused Silica und Cu-HCP in % [Müller, Worrack, 2009, S. 65].

Vor allem die Darstellung der prozentualen Abweichungen zeigt die deutlichen Unterschiede zwischen Soll- und Ist-Temperatur. Generell kann aus den Messungen geschlussfolgert werden, dass mit steigender Soll-Temperatur eine höhere prozentuale Abweichung zwischen Sollund Ist-Temperatur einhergeht, welche näherungsweise jeweils über eine quadratische Funktion angenährt werden kann. Ist die Temperaturabweichung für ein Material einmal bestimmt, kann für zukünftige Messungen selbstverständlich auf die Daten zurückgegriffen werden. Für ein neues Material muss jedoch die Temperaturabweichung erneut untersucht werden. Die Bestimmung dieser Abweichungen, wie hier für Fused Silica und Cu-HCP geschehen, ist somit bei jeder Indentationsprobe unerlässlich. Um den enormen Zeitaufwand jedoch einzugrenzen, ist eine Indentation inklusive gleichzeitiger Messung der Oberflächentemperatur sinnvoll. Zu diesem Zweck ist eine weiterführende Untersuchung des Temperaturverhaltens notwendig. Es muss analysiert werden, inwiefern die am Rand der Probe gemessene Ist-Temperatur mit der anliegenden Ist-Temperatur am Indentationspunkt übereinstimmt. Zu diesem Zweck wurde die Temperaturverteilung eines erweiterten Messaufbaus mit einer Wärmebildkamera und per Finiter Elemente Methode (FEM) untersucht. Die Details werden in den beiden folgenden Unterkapiteln 5.2.2 und 5.2.3 erläutert.

Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.



5.2.2 Temperaturmessung mittels Wärmebildkamera

Den Probenaufbau zur Messung der Temperaturverteilung anhand einer Wärmebildkamera liefert Abbildung 41. Auf der Probenhalterung sind vier unterschiedliche Materialien befestigt. Neben den bereits eingeführten Materialien Fused Silica und Cu-HCP sind zwei Lotwerkstoffe aufgebracht. Die Fotoaufnahme des gezeigten Aufbaus erfolgte nach der thermischen Beanspruchung der Materialien, welche bis zu einer Soll-Temperatur von 300°C erfolgte. Der Schmelzpunkt von Sn42Bi58 beträgt 139°C [Abtew, Selvaduray, 2000, S. 109] und wurde bei den Messungen deutlich überschritten, was die Form des Werkstoffes nach der erneuten Erstarrung erklärt. Für die Bestimmung der Oberflächentemperatur durch die Wärmebildkamera ist der Emissionsgrad des untersuchten Werkstoffes als Eingabeparameter für die Kameraeinstellungen erforderlich. Die Emissionsgradwerte für die Lotwerkstoffe sind nicht bekannt. Für das Kupfer hängt der Wert von der Oberflächenbeschaffenheit ab. Die zu Beginn blanke und rötlich schimmernde Kupferoberfläche beginnt während der Temperaturbelastung schnell zu oxidieren. Dies führt zu einer sich fortlaufend ändernden Oberflächenbeschaffenheit bzgl. des gültigen Emissionsgrades. Demnach ist es nicht möglich, den Emissionsgrad für die sich ständig verändernde Kupferoberfläche anzugeben. Nur der Emissionsgrad für Quarzglas ist exakt bekannt und wird in [VDI, 2006, S. KA5] mit 0,93 angegeben. Die Einstellmöglichkeiten der Wärmebildkamera erlauben keine Variation in der zweiten Nachkommastelle, woraufhin der Wert für die Messungen mit 0,90 angenommen und verwendet wird. Aus den zuvor genannten Gründen stehen nur die Messungen an Fused Silica im Focus der Wärmekamerauntersuchungen. Der zudem in Abbildung 41 eingezeichnete blaue Rahmen kennzeichnet den von der Wärmebildkamera aufgenommenen Bereich, welcher bei den jeweils variierten Soll-Temperaturen in der Abbildung 42 zu sehen ist. Der grüne Rahmen in Abbildung 42 zeigt die Position der Fused Silica Probe.



Abbildung 41: Messaufbau zur Untersuchung der Oberflächentemperatur mittels Wärmebildkamera.

Für die weitere Betrachtung ist lediglich der Messwert am Messpunkt T1 innerhalb der grünen Umrandung relevant. Die Messpunkte T2 und T3 messen die Oberflächentemperatur am Kupfer bzw. am Sn42Bi58-Lot. Die ausgegebenen Temperaturwerte an diesen beiden Positionen entsprechen aufgrund des voreingestellten Emissionsgrades von 0,90 nicht dem tatsächlichen vorherrschenden Temperaturniveau.

Die Wahl des Messpunktes T1 fällt in etwa auf die Mitte der Oberfläche der Fused Silica Probe. Die Messung in der Oberflächenmitte repräsentiert den Ort der späteren Indentationen, welche in der Regel im Zentrum der befestigten Proben erfolgen. Die Analyse der möglichen Abweichung zwischen dem gemessenen Temperaturwert der Wärmebildkamera an der Indentationsposition und dem Wert des Thermoelementes an der Seite soll die Anwendbarkeit der Messung mittels Thermoelement überprüfen.



Abbildung 42: Temperaturmessungen mit Wärmebildkamera bei verschiedenen Solltemperaturen für Fused Silica (grün eingerahmter Bereich, Messpunkt T1).



Abbildung 43: Vergleich der gemessenen Oberflächentemperaturen von Thermoelement und Wärmebildkamera an Fused Silica [Müller, Worrack, 2009, S. 66].

Die Analyse der Wärmekamerabilder zeigt, dass sich bei steigender Soll-Temperatur eine Temperaturverteilung einstellt, welche ihren Maximalwert im Mittelpunkt der Probenhalterung besitzt (HotSpot). Dies hat für die Fused Silica Probe zur Folge, dass der Oberflächenbereich im linken unteren Ende stets das höchste Temperaturniveau aufweist. Die Messung der Oberflächentemperatur in der Mitte der Probe behält dennoch ihre Gültigkeit, da bei der Durchführung der Indentationen der jeweilige Probenwerkstoff nicht in der Mitte der Halterung befestigt wird. Neben dem zu indentierenden Material werden zusätzlich immer die Kalibrierprobe sowie ggf. weitere Probenkörper mit befestigt. Dies ist in der Abbildung 41 zu sehen. Die gemessenen Temperaturen am Messpunkt T1 werden in der Abbildung 43 mit den Werten des Thermoelementes bis zu einer Soll-Temperatur von 300°C verglichen. Es zeigt sich über den gesamten Temperaturbereich eine geringe Abweichung zwischen den Werten aus beiden Messverfahren. Im Fall des größten Temperaturunterschiedes zwischen beiden Verfahren bei 300°C Soll-Temperatur liegt die Abweichung bei 3,4%. Im Rahmen der Messungenauigkeiten und der Tatsache, dass der gewählte Messpunkt der Wärmebildkamera exemplarisch gewählt ist, kann prinzipiell auf eine Übereinstimmung zwischen beiden Verfahren geschlussfolgert werden. Die Messung der Temperatur am Rand der Probe ist demnach gültig und wird bei der späteren Bestimmung der Indentationstemperatur angewendet.



Die Analyse des Temperaturverhaltens bei den Nanoindentationsproben war auch Inhalt einer vom Autor betreuten Bachelorarbeit [El-Tarchichi, 2011]. Dabei wird als dritte Möglichkeit zur Temperaturbestimmung die Simulation mittels FEM angewendet. Im Folgenden werden die Ergebnisse der Simulationen aus [El-Tarchichi, 2011] zusammengefasst präsentiert. Abbildung 44 zeigt den Aufbau für die Messungen an den in dieser Arbeit diskutierten Lotwerkstoffen, welche nicht mit der Wärmebildkamera untersucht werden konnten.



Abbildung 44: Messaufbau zur Durchführung von Indentationen an den Lotwerkstoffen [Müller et al., 2010, S. 292].

Auf Basis dieser Probenanordnung und der vorliegenden Probenabmessungen wird das FE-Modell im Programmpaket ABAQUS erstellt. Das Modell zeigt Abbildung 45.



Abbildung 45: Frontansicht (links) und Seitenansicht (rechts, verzerrt) des FE-Modells (Abmaße in mm) [El-Tarchichi, 2011, S. 18].

Wie bereits in der Beschreibung der Hot-Stage-Funktionsweise erläutert, überträgt die Hot-Stage die eingestellte Temperatur über den Heizblock an die mit Zement befestigten Proben. Für die Durchführung der Simulation wird angenommen, dass an der Unterseite des Modells eine konstante Temperatur wirkt, welche der Solltemperatur der Hot-Stage entspricht. Aus diesem Grund genügt es, nicht den vollständigen Heizblock zu simulieren. Die simulierten Temperaturniveaus entsprechen den späteren Messtemperaturen von 30°C, 70°C, 110°C und 135°C vorgegebener Temperatur. Die einfachen und symmetrischen Formen der bei der Modellerstellung verwendeten Geometrien ermöglichen eine strukturierte Vernetzung mit 48360 Knoten bzw. 41829 Elementen. Das vernetzte Modell zeigt Abbildung 46. Die eingetragenen und durch gelbe Pfeile markierten Punkte verweisen auf die Positionen, an denen die Temperaturauswertung erfolgt. Sie ergeben sich aus der Befestigungsposition des Thermoelementes im realen Messaufbau, welcher grundsätzlich mittig an der Seitenfläche erfolgt.



Abbildung 46: Vernetztes Modell in verschiedenen Ansichten [El-Tarchichi, 2011, S. 37].



Die in der Bachelorarbeit für die Simulation verwendeten Materialdaten zeigt Tabelle 9.

Material	Wärmeleitfähigkeit [mW/(Kmm)]	Emissionsgrad
AlN	180	0,9
Si0 ₂	1,38	0,87
Sn42Bi58	19	0,049
Sn91Zn9	61	0,04
Zement (Fortafix)	0,75	0,96

Tabelle 9: Materialdaten der Simulation [El-Tarchichi, 2011, S. 9].

Die in der Simulation berechneten Temperaturwerte im Vergleich zur Solltemperatur und der mittels Thermoelement gemessenen Werte sind in der Tabelle 10 gezeigt.

Tabelle 10: Temperaturwerte aus Messung (TE) und Simulation (FEM) an Fused Silica, SnBi und
SnZn nach [El-Tarchichi, 2011, S. 41 und 42].

	Ist-Temperatur [°C]					
Soll-Temperatur [°C]	Fused Silica		SnBi		SnZn	
	ТЕ	FEM	TE	FEM	TE	FEM
30	29	29	29	30	29	30
70	n. v.	67	68	69	68	69
110	n. v.	104	106	109	106	109
135	n. v.	127	130	133	130	133

Die mittels Thermoelement gemessenen Werte stimmen sehr gut mit den simulierten Temperaturen überein. Die größte Abweichung zwischen den beiden Methoden zur Bestimmung der anliegenden Temperatur beträgt jeweils 3°C bei 110°C und 135°C Soll-Temperatur. Die Abweichung kann mit max. 2,8% als sehr gering aufgefasst werden. Der Vergleich zwischen den Ergebnissen aus Thermoelement und Simulation begründet noch einmal den Einsatz der Thermoelemente bei den späteren Indentationsvorgängen. Es muss jedoch weiterhin berücksichtigt werden, dass das Thermoelement stets seitlich an die Probe angebracht werden muss, um während der eigentlichen Messung das Eindringen des Diamanten nicht zu behindern. Anhand der simulierten Temperaturverteilung auf den Probenoberflächen soll somit abschließend die Frage beantwortet werden, ob eine Messung der Temperatur mittels Thermoelement an der Probenseite eine Aussage über die Temperatur am Punkt der Indentation machen kann bzw. welche Abweichungen hier zu erwarten sind. Zu diesem Zweck ist in Abbildung 47 die berechnete Temperaturverteilung für eine Soll-Temperatur von 135°C gezeigt.



Abbildung 47: Temperaturverteilung bei 408 K (135°C) Soll-Temperatur. [El-Tarchichi, 2011, S. 39].

Der gezeigten Temperaturverteilung ist zu entnehmen, dass beide Lotwerkstoffe einen über die gesamte Probenoberfläche nahezu konstanten Temperaturwert erreichen. Die Abweichungen liegen hier im Bereich von 2-3°C, was bei Berücksichtigung der Messungenauigkeit des Thermoelementes als vernachlässigbar klein angesehen werden kann. Bei der Fused Silica Probe zeigt sich eine Temperaturverteilung, welche ausgehend von der Mitte der Befestigungsfläche nach außen hin abnimmt. Bei den gezeigten Aufnahmen der Wärmebildkamera ist dieses Verhalten ebenfalls zu beobachten. Durch die jeweils unterschiedliche Position der Probe auf der Befestigungsfläche ist diese beobachtete Temperaturverteilung nicht vollständig auf die Simulationsergebnisse übertragbar. Für Fused Silica zeigen die Seitenansichten in der Abbildung 47, dass hier ebenfalls eine stetige Abnahme der Temperatur von der Befestigungsseite nach außen hin erfolgt. Das Thermoelement ist bei den Messungen jeweils mittig an der Probe angebracht. Die Verteilung zeigt deutlich, dass hier das gleiche Temperaturniveau herrscht wie in der Probenmitte auf der Indentationsfläche. Die mittels Thermoelement gemessenen Werte an der Seite lassen demnach zu, das Temperaturniveau am Indentationspunkt zu bestimmen. Der Vollständigkeit halber sei noch einmal angemerkt, dass das Eindringen des Diamanten immer in der Probenmitte erfolgt.

6 Nanoindentation (Messdurchführung und Ergebnisse)

Im folgenden Kapitel wird zu Beginn die allgemeine praktische Versuchsdurchführung bei den Nanoindentationsmessungen beschrieben. Anschließend folgt die Präsentation der Ergebnisse aus den verschiedenen Messreihen im Kontext mit einer kritischen Diskussion der ermittelten Werte, u. a. durch den Vergleich mit publizierten Ergebnissen aus verschiedenen Literaturquellen.

6.1 Allgemeine Versuchsdurchführung

Zu Beginn einer neuen Messreihe ist die Durchführung der Kalibrierungsprozedur, wie in Kapitel 5.1 beschrieben, unerlässlich. Die Erhöhung der Temperatur durch das Aufheizen der Hot-Stage führt zu einer thermischen Ausdehnung der an der Messung beteiligten Materialien, z. B. der Probe. Aus diesem Grund muss vor jeder neuen Messreihe, welche in der Regel auf einem neuen Temperaturniveau stattfindet, eine neue Wegkalibrierung durchgeführt werden.

Zur statistischen Absicherung werden die Messungen bei verschiedenen Eindringtiefen durchgeführt. Dabei handelt es sich durchschnittlich um 20 Indentationen bei jeder einzelnen Messreihe, sprich pro Temperatur und Material. In der Abbildung 53 ist exemplarisch ein Ausschnitt einer Messreihe von 20 Indentationen mit kontinuierlich veränderter Eindringtiefe dargestellt. Je nach Größe und Form der Teststruktur werden auch linienförmige Messreihen durchgeführt. Der Grund für die veränderte Eindringtiefe ist in Abbildung 48 und Abbildung 49 zu sehen.



Abbildung 48: Messergebnisse von Fused Silica.



Abbildung 49: Messergebnisse von EN31.

Unabhängig von der Eindringtiefe des Indenters ergeben die Messungen bei Fused Silica (Abbildung 48) konstante Werte für E-Modul und Härte. Auf Basis dieses Werkstoffes wird die Kalibrierung durchgeführt und das gezeigte Ergebnis ist zu erwarten. Für den Stahl-Werkstoff EN31 zeigen die Ergebnisse eine deutliche Abhängigkeit von der Eindringtiefe. Die verwendeten Kalibierdaten sind so eingestellt, dass sie den für Fused Silica gezeigten



Verlauf aufweisen. Ab ca. 400 nm kann man auch bei EN31 im Rahmen der Messungenauigkeiten von reproduzierbaren Ergebnissen sprechen. Jedoch sind auch im Bereich höherer Eindringiefen gewisse Schwankungen in den Messungen zu verzeichnen. Es ist nicht auszuschließen, dass dieser Fehler durch die Kalibrierung entsteht. Evtl. handelt man sich bei Messungen, welche immer bei einer konstanten Eindrintiefe durchgeführt werden, einen konstanten Fehler ein. Um diese Fehlerquelle zu minimieren, wurde bei den durchgeführten Messungen die Eindringtiefe variiert.

Nachdem Probe und Indenter manuell in Kontakt gebracht wurden, startet das vom Anwender definierte Messprozedere. Prinzipiell ist eine kraft- oder weggesteuerte Indentation denkbar. Das genutzte Nanoindentersystem erlaubt jedoch nur die Durchführung einer kraftgesteuerten Messung. Mit einer definierten Kraftrate, welche sich bei Standardmessungen jeweils in der Größenordnung von 0,2-5,0 mN/s bewegt, dringt der Diamant in das Probenmaterial ein. Dabei richtet sich die Wahl der Eindringrate nach dem indentierten Material. Nach Herstellerangaben soll die Summe aus Belastungszeit und Entlastungszeit für eine durchgeführte Standardmessung ca. 30 s betragen. Dieser Wert wird für die Messungen als Richtwert verwendet und demnach auch die materialabhängigen Belastungsraten gewählt.

Für jede der durchschnittlich 25 Indentationen wird eine Eindringtiefe definiert, ab welcher die dort aktuell anliegende Eindringkraft konstant gehalten wird und der Übergang von der Belastungsphase in die Haltephase erfolgt. Diese Zielgröße, welche den Beginn der Haltephase definiert kann auch über die Indentationskraft definiert werden. In diesem Fall würde der Anwender eine Sollkraft vorgeben, ab der die Kraft konstant gehalten werden soll. Dieses Verfahren wurde im Rahmen der Arbeit jedoch nicht angewendet, um die Anzahl der Messreihen überschaubar zu halten.

Die Variation der Eindringtiefen erfolgt über einen materialabhängigen Prüfbereich von ca. 400 nm-1000 nm. Die zu definierenden Eindringtiefen werden je nach Anzahl der Indentationen über diesen Bereich gleichmäßig verteilt. Die Dauer der Haltephase ist ein wichtiger Einstellparameter für die Auswertung der aufgezeichneten Messdaten und nimmt in dieser Arbeit Werte bis zu 240 s an. Nach der Haltephase wird die Indenterkraft mit der identischen Kraftrate wie bei der Belastung wieder zurückgenommen, was zur Entlastung des Materials führt, indem sich der Indenter wieder aus der Probe herausbewegt. Ein Kraftverlauf sowie der zugehörige Verlauf der Eindringtiefe ist jeweils als Funktion der Zeit in der Abbildung 50 beispielhaft dargestellt. Die römischen Ziffern I-III bezeichnen die drei Phasen des Indentationsvorganges: Belastung, Haltephase und Entlastung.



Abbildung 50: Beispielhafter Kraft- bzw. Wegverlauf als Funktion der Zeit.

Die gewählten Werte der Eindringtiefe sind dem sog. "indentation size effect" geschuldet, vgl. [Nix et al., 2007]. So zeigen beispielsweise die Messungen der Härte und des E-Moduls in [Nix et al., 2007, S. 3153] an Gold und Magnesiumoxid mittels Nanoindentation einen Einfluss der Eindringtiefe auf die ermittelten Materialparameter (Abbildung 51), obwohl der BERKOVICH-Indenter als "selbstähnlich" aufgefasst werden kann.



Abbildung 51: Härte und E-Modul als Funktion der Eindringtiefe für Gold (links) und Magnesiumoxid (rechts) [Nix et al., 2007, S. 3153].

Nach den Ausführungen in [Fischer-Cripps, 2002, S. 6] werden Körper als selbstähnlich bezeichnet, wenn das Verhältnis aus Eindringtiefe h und Eindruckdurchmesser d stets einen konstanten Wert ergibt. Folglich sollte der ermittelte Härtewert auch konstant und somit unabhängig von der Eindringtiefe sein, vgl. Abbildung 52.



Abbildung 52: Veranschaulichung der Ähnlichkeit bei einem spitzen Indenter nach [Fischer-Cripps, 2002, S. 7].

In [Nix, Gao, 1998, S. 412] wird als Grund für den "indentation size effect" ein lokales Aufhärten des Werkstoffes genannt. Dieses Aufhärten ist das Resultat von Versetzungsbewegungen und macht sich besonders bei Indentationen im Bereich <100 nm bemerkbar.

Um Einflüsse einer möglicherweise zu geringen Eindringtiefe grundsätzlich auszuschließen, wird während der Messungen berücksichtigt, dass bereits zu Beginn der Haltephase eine Eindringtiefe von 400 nm erreicht ist. Ab dieser Eindringtiefe sind annähernd konstante Werte für E-Modul und Härte zu erwarten, was durch die Variation der Eindringtiefe bei den Messungen berücksichtigt wird.

Die vor Beginn der Messung in der Steuerungssoftware definierte Eindringtiefe ist der Grenzwert ab dem die Kraftrate der Belastung auf null gesetzt wird und die Haltephase beginnt. Während der Haltephase liegt nun die beim Erreichen der definierten Eindringtiefe vorherrschende Kraft an und bewirkt ein weiteres Eindringen des Indenters in die Probe unter konstanter Last. Eine zeitabhängige Materialverformung, sog. Kriechen, ist die Folge. Je nach Länge der Haltezeit, der anliegenden Temperatur und des Probenmaterials variiert die Zunahme der Eindringtiefe in der Haltephase. Es können auf diese Weise schnell Eindringtiefen von mehr als 1400 nm erreicht und der kalibrierte Tiefenbereich des Nanoindenters somit überschritten werden.

Zudem sind für eine korrekte Messdurchführung ausreichende Mindestabstände zwischen den einzelnen Indenten einzuhalten, um eine gegenseitige Beeinflussung der Eindrücke auszuschließen, vgl. Abbildung 53.



N

Abbildung 53: Exemplarische Darstellung von Indentationen bei variierten Eindringtiefen.



6.2 Übersicht über Versuchsreihen

Die Übersicht der getesteten Materialien soll den Überblick bei der Präsentation der Messergebnisse erleichtern. Die Reihenfolge der Auflistung in der Tabelle 11 entspricht der anschließenden Reihenfolge der Unterkapitel bei der Präsentation der gemessenen Materialparameter. Alle Messungen werden sowohl bei Raumtemperatur als auch bei erhöhter Oberflächentemperatur durchgeführt.

Nr.	Werkstoff	Zusammensetzung (chem. Bezeichnung)
1	Fused Silica	Si0 ₂
		$Cu \ge 99,95$ %; P: 0,002-0,007%
		Zulässige Beimengungen:
2	Cu-HCP	Bi: 0,0005%, Pb: 0,005%, sonstige Bei-
		mengungen zusammen 0,03% [Kupfer-
		institut, 2005, S. 2]
3	SnBi (eutektisch)	Sn42Bi58
4	SnZn (eutektisch)	Sn91Zn9

Tabelle 11: Übersicht der Probenwerkstoffe.

6.3 Messergebnisse

6.3.1 Messungen an Fused Silica

Bei Fused Silica handelt es sich um den Kalibrierwerkstoff des Nanoindenters. Messungen an diesem Referenzmaterial haben daher den Vorteil, dass die im Interesse stehenden Materialdaten (E-Modul und Härte) bei Raumtemperatur bekannt sind und der Werkstoff auch in verschiedenen Literaturquellen, inkl. der Temperaturabhängigkeit, untersucht wurde. Für die Bestimmung des elastischen Moduls E nach den gezeigten Methoden von Oliver und Pharr und dessen Berechnung aus dem reduzierten E-Modul E^* mit Gleichung (28) ist die Kenntnis der Querkontraktionszahl ν erforderlich, welche nach [Bamber et al., 2001, S. 302] 0,17 beträgt. Die Durchführung der Messungen erfolgt mit den in Tabelle 12 gezeigten Messparametern. Die Messtemperaturen zeigt Tabelle 13.

Tabelle 12: Parameter für die Messungen an Fused Silica.

Belastungsrate	4,6 mN/s
Haltezeit	35 s



Tabelle 13: Messtemperaturen für Fused Silica.

Soll [°C]	Ist [°C]
30	29
230	201
430	361

Aus Gründen der Übersichtlichkeit ist in der Abbildung 54 und Abbildung 55 jeweils nur eine Messung aus dem Indentationsraster, welches pro Temperatur 20 Indentationen beinhaltet, dargestellt, wodurch die klassische Darstellung der Prüfkraft als Funktion der Eindringtiefe entsteht. Darüber hinaus veranschaulicht die Darstellung von Prüfkraft bzw. Eindringtiefe in Abbildung 56 den zeitlichen Ablauf des Versuches.



Abbildung 54: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Fused Silica bei verschiedenen Temperaturen.



Abbildung 55: Detailansicht der Haltephase und Beginn der Entlastung aus Abbildung 54.



Abbildung 56: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm (links) und Eindringtiefe-Zeit-Diagramm (rechts) für Fused Silica bei verschiedenen Temperaturen.

Die aufgezeichneten Messdaten zeigen bei allen drei Messtemperaturen einen als ideal zu bezeichnenden Verlauf, welcher besonders in der Abbildung 54 ersichtlich ist. Durch die deutliche Erhöhung der Prüftemperaturen fällt die zum Erreichen der vorgegebenen Eindringtiefe erforderliche Prüfkraft um ca. 13% von 72 mN auf 62 mN ab. Die Zunahme der Eindringtiefe durch das Kriechverhalten infolge der konstant anliegenden Last kann prinzipiell vernachlässigt werden. Selbst bei einer Temperatur von 361°C beträgt der Zuwachs lediglich 20 nm über die gesamte Haltezeit von 35°s. Die geringe Kriechneigung lässt sich auch an den homologen Temperaturen T_{HOM} von Fused Silica bei den verschiedenen Indentationstempera-

turen erkennen. Die homologen Temperaturen betragen bei einem Schmelzpunkt von 1665°C [Vass et al., 2004, S. 2452] 0,16 bei 29°C, 0,24 (201°C) sowie 0,32 (361°C) und liegen damit deutlich unter dem kritischen Wert von 0,4.

In der Abbildung 55 ist bei den beiden Messungen bei erhöhter Temperatur eine Verlängerung der Haltephase über den Beginn der Entlastung hinweg zu erkennen. Durch die zeitunabhängige Darstellung werden in dieser Abbildung die maximalen Eindringtiefen lediglich mit den zugehörigen Kräften korreliert. Bei steigender Temperatur zeigt Fused Silica im Bereich der Haltephase, vgl. Abbildung 57, Schwankungen in den gemessenen Eindringtiefen bei der anliegenden konstanten Haltekraft. Durch dieses Verhalten wird die maximale Eindringtiefe nicht zwangsläufig beim Ende der Haltephase erreicht. Durch das geringe Kriechverhalten des Werkstoffes Fused Silica wird das Problem der Stabilität in der Haltephase noch verstärkt und führt zu den in Abbildung 55 gezeigten Verlängerungen während der Haltephase. Auf die Bestimmung des E-Moduls hat dieser Effekt im Übrigen keinen Einfluss.



Abbildung 57: Kriechkurven für Fused Silica.



Abbildung 58: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Fused Silica [Müller, Worrack, 2009, S. 67].



Abbildung 59: Gemessene E-Modul-Werte von Fused Silica im Vergleich zur Literatur [Müller, Worrack, 2009, S. 67].

In Abbildung 58 und Abbildung 59 sind nun die ausgewerteten Materialparameter E-Modul und Härte aufgezeigt. Es ist noch wichtig anzumerken, dass die Temperaturabhängigkeit der Querkontraktionszahl nicht berücksichtigt wurde. Zum einen ist der Einfluss einer sich verändernden Querkontraktionsazahl auf den berechneten Wert relativ gering und kann in Bezug auf die allgemeinen Messungenauigkeiten vernachlässigt werden. Zum anderen sind diese temperaturabhängigen Werte schwer zu recherchieren. Bei dem Verlauf der Härtewerte als



Funktion der Zeit zeigen die Ergebnisse die erwartete Tendenz. Eine Temperaturerhöhung von 29°C auf 361°C um den Faktor 12,5 führt zu einer Abnahme der Härte von 9,1 GPa auf 6,6 GPa um ca. 27%. Der Verlauf des Elastizitätsmoduls weist jedoch einen ungewöhnlichen Verlauf auf. Die Steigerung der Temperatur führt zu einer leichten Erhöhung von 71,8 GPa auf 73,9 GPa um 2,8%. Die Form der Entlastungskurven lässt die Tendenz der E-Modulwerte bereits an diesen Daten erkennen. Die Steigung der Entlastungskurve zu Beginn der Kraftrücknahme kann, bei gedachter angelegter Tangente, als größer abgelesen werden. Das Material liefert demnach bei der Rücknahme der Kraft eine geringere elastische Antwort. Die Eindringtiefe geht um einen kleineren Betrag auf die finale Eindringtiefe zurück. Der Vergleich zu E-Modul-Werten aus der Literatur zeigt, dass die gemessenen Werte unter der Berücksichtigung kleiner Messungenauigkeiten den publizierten Werten entsprechen. Durch die Verifizierung der Messwerte kann demnach angenommen werden, dass die Messungen korrekt durchgeführt und ausgewertet worden sind. Da es sich aber bei Fused Silica um das Kalibriermaterial handelt, sind weitere Messungen temperaturabhängiger Materialparameter an anderen Materialien erforderlich. Durch die wirtschaftliche Bedeutung von Kupfer und der zu erwartenden größeren Abhängigkeit der Materialparameter von der Temperatur wird der Werkstoff Cu-HCP für die Indentierung gewählt.

6.3.2 Messungen an Cu-HCP

Die Messparameter für die Messungen an Cu-HCP zeigen Tabelle 14 und Tabelle 15.

Tabelle 14: Parameter für die Messungen an Cu-HCP.

Belastungsrate	1,7 mN/s
Haltezeit	35 s

Tabelle 15: Messtemperaturen für Cu-HCP.

Soll [°C]	Ist [°C]
30	29
230	215
430	397

Die exemplarisch ausgewählten und in der Abbildung 60 sowie Abbildung 61 dargestellten Messkurven für Cu-HCP zeigen sehr anschaulich den Einfluss der Temperatur auf den Kurvenverlauf, der einen besonderen Einfluss auf die Datenauswertung hat, speziell in Bezug auf den Elastizitätsmodul.



Abbildung 60: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Cu-HCP bei verschiedenen Temperaturen.

Im Allgemeinen kann die Form der Kurven auf allen drei Temperaturniveaus als ideal bezeichnet werden. Die Vergleichbarkeit mit der charakteristischen Kraft-Eindringtiefe-Kurve aus der Abbildung 8, welche als Voraussetzung zur Bestimmung der korrekten Materialparameter angesehen werden kann, ist gegeben. Für jede Temperatur erfolgt der Beginn der Haltephase bei einer wohl definierten Indentationstiefe. Bei den hier gewählten Beispielen liegt diese bei ca. 780 nm, vgl. dazu die Ausführungen in Kapitel 6.1. Mit steigender Messtemperatur wird das Material weicher und es ist eine geringere Kraft nötig um die definierte Eindringtiefe zu erreichen. Von den erforderlichen 23 mN bei 29°C Probentemperatur fällt der Kraftwert auf 17 mN bei 397°C ab. Die Veränderungen des Materials bei steigender Temperatur sind darüber hinaus in der Haltephase deutlich zu erkennen. Obwohl bei höheren Temperaturen die Haltekraft aus den oben genannten Gründen geringer wird, dringt der Indenter in dieser Haltezeit tiefer in das Material ein als bei der geringen Temperatur von 29°C. Dieses Kriechverhalten zeigt Abbildung 62 in Form der Darstellung des Haltebereiches. Durch die Erhöhung der Temperatur steigt auch die homologe Temperatur des Cu-HCP-Werkstoffes mit einer Schmelztemperatur T_s von 1083°C [Kupferinstitut, 2005, S. 2] von 0,22 bei 29°C über 0,35 (215°C) auf 0,49 (397°C) an.





Abbildung 61: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm (links) und Eindringtiefe-Zeit-Diagramm (rechts) für Cu-HCP bei verschiedenen Temperaturen.



Abbildung 62: Kriechkurven für Cu-HCP.



Abbildung 63: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Cu-HCP [Müller, Worrack, 2009, S. 67].



Abbildung 64: Gemessene E-Modul-Werte von Cu-HCP im Vergleich zur Literatur [Müller, Wo-rack, 2009, S. 67].

In der Abbildung 63 sind die Messergebnisse für Elastizitätsmodul und Härte der Nanoindentationen an Cu-HCP als Funktion der Indentationstemperatur dargestellt. Der E-Modul fällt dabei von 139,9 GPa (29°C) auf 37,9 GPa (397°C) um ca. 73% annähernd linear ab. Ein vergleichbares Verhalten zeigt auch die ermittelte Härte mit einem Abfall von 1,9 GPa auf 0,9 GPa und somit auf 53% ihres Ausgangswertes bei 29°C. Die Tendenz des fallenden E-Moduls kann wie schon bei Fused Silica direkt aus den aufgetragenen Messdaten abgeleitet werden. Die mit steigender Temperatur geringere Entlastungssteigung führt nach der exakten Auswertung auf geringere Werte für E.

Zur Verifizierung der Messergebnisse werden diese mit der Literatur verglichen. Das Deutsche Kupferinstitut bietet auf seiner Internetseite (www.kupfer-institut.de) Datenblätter verschiedenster Kupferlegierungen zum Download an, darunter auch Cu-HCP. Der Vergleich der E-Modul-Werte in Abbildung 64 zeigt die sehr gute Übereinstimmung zwischen den Messwerten und den Literaturwerten über den gesamten angegebenen Temperaturbereich bis 250°C. Eine Extrapolation der Literaturwerte bis zur Messtemperatur von 397°C lässt auf die annähernd exakte Bestimmung des Materialkennwertes auch bei diesem Temperaturniveau schließen.

6.3.3 Messungen an SnBi-Lot (Sn42Bi58)

Die Messparameter und der Soll-Ist-Vergleich der mittels Thermoelement bestimmten Messtemperaturen sind in der Tabelle 16 und Tabelle 17 zusammengestellt. Zudem ist in der Abbildung 65 das binäre Phasendiagramm für SnBi aufgezeigt.

Tabelle 16: Parameter für die Messungen an Sn42Bi58.

Belastungsrate	0,4 mN/s
Haltezeit	40 s

Tabelle 17: Messtemperaturen für Sn42Bi58.

Soll [°C]	Ist [°C]
30	29
70	68
110	106
135	130



Abbildung 65: Binäres SnBi-Phasendiagramm [Chen et al., 2007, S. 27].

Die Schmelztemperatur von eutektischem Sn42Bi58 beträgt 139°C [Abtew, Selvaduray, 2000, S. 109] und liegt damit deutlich unter den Schmelzpunkten der bisher indentierten Materialien Fused Silica und Cu-HCP. Die daraus resultierenden hohen homologen Temperaturen T_{HOM} gilt es, bei der Analyse der Messergebnisse zu berücksichtigen.

Schon bei Messungen bei einer Ist-Temperatur von 29°C liegt T_{HOM} bei 0,73 und somit bereits deutlich im Bereich der zeitabhängigen Plastizität. Die weiteren Werte betragen 0,83 (68°C), 0,92 (106°C) und 0,98 (130°C). Die daraus abgeleitete starke Kriechneigung des Materials ist auch direkt in den dargestellten exemplarischen Messkurven ersichtlich (Abbildung 66-Abbildung 68).



Abbildung 66: Jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn42Bi58 bei verschiedenen Temperaturen.



Abbildung 67: Jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm (links) und Eindringtiefe-Zeit-Diagramm (rechts) für Sn42Bi58 bei verschiedenen Temperaturen.



Abbildung 68: Kriechkurven für Sn42Bi58.

Anhand exemplarisch gewählter Daten werden erneut Messkurven verglichen, denen ein nahezu gleicher Wert der Eindringtiefe zu Beginn der Haltephase gemeinsam ist. Auf diese Weise wird der Temperatureinfluss auf die Ausprägung der Messkurven ersichtlich und ein Vergleich der Kurven möglich. Die Steigerung der Temperatur hat, wie schon bei den zuvor diskutierten Messungen zur Folge, dass auf jedem neuen und demnach höheren Temperaturniveau eine geringere Indentationskraft F_{\max} benötigt wird, um die definierte Eindringtiefe h(in diesem Beispiel 800 nm) zu erreichen. Die Steigerung von 29°C auf 130°C (Faktor 4,5) führt zu einer Redzierung der Eindringkraft von 4,9 mN auf 1,7 mN (Faktor -2,9). Zudem dringt der Indenter während der Haltephase von 40 s mit steigender Temperatur tiefer in das getestete Material ein. Auf allen Temperaturniveaus ist die Zunahme an Eindringtiefe sehr viel größer als bei den Proben aus Kupfer bzw. Fused Silica. Die homologe Temperatur als Kennwert für die zeitabhängige plastische Verformung während der Haltephase wird hier besonders deutlich. Bei 130°C Messtemperatur dringt der Indenter so weit in das Material ein, dass die Messwertaufzeichnung der Verschiebung von der Software gestoppt wird. Daraus folgt u. a die konstante Eindringtiefe der grauen Kurve in der Abbildung 68 ab ca. 22°s Haltezeit. In diesem Fall kann vom System auch keine Auswertung mehr durchgeführt werden. Ein Wert für die Härte bzw. den Elastizitätsmodul wird nicht ausgegeben. Die deutliche Zunahme der Eindringtiefe ist nicht bei jeder Messung aufgetreten. Eine geringe Anzahl an Messungen zeigt eine (im Vergleich zum präsentierten Beispiel) deutlich kleinere Zunahme der Eindringtiefe, bei der die Maximalwerte mit ca. 1600 nm den Kalibrierbereich nur knapp überschreiten. Als wahrscheinlicher Grund für diesen enormen Zuwachs der Eindringtiefe ist die hohe Messtemperatur von 130°C zu nennen. Die Messtemperatur liegt lediglich 9°C unter der Schmelztemperatur von 139°C [Abtew, Selvaduray, 2000, S. 109]. Es ist durchaus möglich, dass durch die vorhandenen Messungenauigkeiten des Thermoelementes und durch kurze Heizphasen zur Aufrechterhaltung des Temperaturniveaus die 139°C Schmelztemperatur an der Oberfläche erreicht werden. Es wurde auch bereits diskutiert, dass das zusätzliche Thermoelement nicht an der Eindrückstelle positioniert werden kann und zwischen Temperaturnesspunkt und der tatsächlichen Messposition ebenfalls ein geringer Temperaturunterschied besteht. Zudem ist es durchaus auch möglich, dass die Zusammensetzung des Lotes evtl. nicht zu 100% der idealen Zusammensetzung entspricht und man beim Überschreiten der Schmelztemperatur an der Oberfläche Mischphasen erhält, in welche dann indentiert wurde. Messungen derart nah an der Schmelztemperatur unterliegen demnach vielen Einflüssen, welche sich meist negativ auf die ermittelten Parameter E-Modul und Härte auswirken.



Abbildung 69: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Sn42Bi58 [Müller, Worrack, 2009, S. 68].



Abbildung 70: Gemessene E-Modul-Werte von Sn42Bi58 im Vergleich zur Literatur [Müller, Worrack, 2009, S. 68].

Die ausgewerteten Materialparameter Härte und E-Modul als Funktion der Temperatur sind in der Abbildung 69 gezeigt. Die Ergebnisse bestätigen die Vermutung abfallender Werte bei steigender Temperatur. Härte und E-Modul nehmen linear ab und fallen bei 130°C, also unmittelbar vor Erreichen der Schmelztemperatur, auf jeweils nahezu 0 GPa. Diese auf den ersten Blick nachvollziehbaren Ergebnisse werden in der Abbildung 70 mit Werten aus [Lau et al., 2008, S. 14] verglichen. Die publizierten Werte für E(T) zeigen zwar die gleiche Tendenz zu niedrigeren Werten, jedoch fallen sie nicht auf null GPa ab. Über den betrachteten Temperaturbereich ist in der Literatur lediglich ein Abfall von ca. 30% verzeichnet. Die Tatsache, dass die gemessene Lotlegierung Sn42Bi58 eine eutektische Zusammensetzung aufweist, legt nahe, dass bei Erreichen der Schmelztemperatur der Übergang von den festen in die flüssige Phase erfolgt und demnach auch kein E-Modul mehr gemessen werden kann.

Der Vergleich zwischen den gemessenen Werten und der Referenz zeigt vielmehr, dass anscheinend durch das starke Kriechverhalten und den daraus resultierenden Problemen die automatisierte Auswertung über die Entlastungssteigung *S* zu fehlerhaften Ergebnissen führt. Die Kriechkurven in der Abbildung 68 zeigen außerdem, dass mit einer Haltedauer von 40 s dem Material nicht genügend Zeit gegeben ist, einen Kriechzustand mit konstanter Eindringrate zu erreichen. Lediglich die unterste Kurve bei 29°C hat sich in diesem Zeitintervall einer konstanten und vergleichweise geringen Eindringrate angenährt. Der berechnete Zahlenwert für den Elastizitätsmodul stimmt hier relativ gut mit dem Literaturwert überein. Die Haltedauer, besonders für Messungen bei erhöhter Temperatur, muss demnach verlängert und an das sich verändernde Materialverhalten angepasst werden. Ein Vergleich mit den Messungen an Fused Silica und Kupfer bestätigt diesen Eindruck. Der Einfluss einer veränderten Haltedauer auf das Kriechverhalten, auf die Form der Entlastungskurve und auf die daraus resultierenden Materialparameter wird in Kapitel 6.4 detailliert behandelt.

6.3.4 Messungen an SnZn-Lot (Sn91Zn9)

Die Messparameter und der Soll-Ist-Vergleich der mittels Thermoelement bestimmten Messtemperaturen sind für die Messungen an eutektischem SnZn der Tabelle 18 und Tabelle 19 zu entnehmen.

Tabelle 18: Parameter für die Messungen an Sn91Zn9.

Belastungsrate	0,4 mN/s
Haltezeit	40 s

Tabelle 19: Messtemperaturen für Sn91Zn9.

Soll [°C]	Ist [°C]
30	29
70	68
110	106
135	130

Ebenso wie eutektisches SnBi gehört die eutektische SnZn-Lotlegierung mit einem Schmelzpunkt von 198°C [Abtew, Selvaduray, 2000, S. 110] zu den niedrig schmelzenden blei- und silberfreien Weichlotwerkstoffen. Bei den anliegenden Oberflächentemperaturen hat sich kein Unterschied zwischen den beiden Werkstoffen ergeben, so dass ein direkter Vergleich der homologen Temperaturen möglich ist. Für Sn91Zn9 betragen diese 0,64 bei 29°C, 0,72 (68°C), 0,80 (106°C) und 0,85 (130°C). Die Kriechneigung liegt demnach bei den jeweiligen Messtemperaturen leicht unter dem Niveau von Sn42Bi58. Abbildung 71 zeigt das binäre Phasendiagramm von SnZn.


Abbildung 71: Binäres SnZn-Phasendiagramm [Chen et al., 2007, S. 26].

In der Abbildung 72 sind erneut exemplarische Messkurven mit jeweils konstanter Eindringtiefe zu Beginn der Haltezeit (Sollwert 800 nm) dargestellt. Die Tendenz der sinkenden Haltekraft bei steigender Temperatur ist auch diesem Diagramm zu entnehmen. Prinzipiell sind die Ergebnisse mit den gemessenen Daten beim eutektischen SnBi-Lot vergleichbar. Bei den Messtemperaturen 29°C, 68°C und 106°C erreichen die Haltekräfte Werte, die sich auf dem gleichen Niveau bewegen. Auch die erreichten Eindingtiefen am Ende der Haltephase liefern annähernd die gleichen Werte, immer unter Berücksichtigung, dass es sich bei den dargestellten Kurven um einzelne ausgewählte Datenreihen handelt. Die leicht geringeren homologen Temperaturen bei Sn91Zn9 zeigen keinen signifikanten Einfluss auf die Messkurven. Unterschiede lassen sich jedoch bei einer Oberflächentemperatur von 130°C verzeichnen. Der extreme Zuwachs der Eindringtiefe während der Haltephase ist in dieser Beispielmessung von SnZn-Lot nicht zu erkennen. Es sei an dieser Stelle jedoch noch einmal ausdrücklich auf den Beispielcharakter der präsentierten Messkurven hingewiesen. Aus Gründen der besseren Vergleichbarkeit zeigen die Ergebnisse der Werkstoffe Sn42Bi58 und Sn91Zn9 jeweils Messkurven mit einer Solleindringtiefe zu Beginn der Haltezeit von 800 nm. Generell wurde bei den Messungen die Solleindringtiefe in einem Bereich von ca. 400 nm bis teilweise 1000 nm variiert. Wie bei der Präsentation der Einzelkurven von SnBi-Lot bereits erwähnt, fällt auch für Sn91Zn9 ein Teil der Messungen mit deutlich zu großer Eindringtiefe aus der Analyse heraus.

Die Kurvenverläufe sind in diesen Fällen miteinander vergleichbar. Teilweise erlaubt das System dennoch eine Auswertung der aufgezeichneten Daten, welche in der Abbildung 75 gezeigt sind. Die Messwerte bei einer Oberflächentemperatur von 130°C sind bei beiden Lotmaterialien aufgrund der genannten Umstände jedoch nicht verlässlich.



Abbildung 72: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn91Zn9 bei verschiedenen Temperaturen.



Abbildung 73: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm (links) und Eindringtief-Zeit-Diagramm (rechts) für Sn91Zn9 bei verschiedenen Temperaturen.

Mit Ausnahme der diskutierten Messreihe bei 130°C Indentationstemperatur zeigen die Kriechkurven in der Abbildung 74 einen nahezu indentischen Verlauf im Vergleich zum Werkstoff Sn42Bi58. Da für beide Materialien die Eindringtiefe zu Beginn der Haltephase konstant ist und die Haltekräfte auch auf einem vergleichbaren Niveau liegen, ist ein Vergleich der Kriechkurven in der Tabelle 20 möglich und sinnvoll.



Abbildung 74: Kriechkurven für Sn91Zn9.

Temperatur	Werkstoff	Haltekraft	Zunahme der Eindringtiefe (Faktor)
29°C	Sn42Bi58	4,94 mN	1,35
	Sn91Zn9	5,06 mN	1,41
68°C	Sn42Bi58	4,40 mN	1,57
	Sn91Zn9	4,08 mN	1,60
106°C	Sn42Bi58	2,41 mN	1,96
	Sn91Zn9	2,71 mN	1,78

Tabelle 20: Vergleich der Kriechkurven für Sn42Bi58 und Sn91Zn9 (Haltezeit 40 s ab 800 nm).

Obwohl sich die Schmelztemperaturen mit 139°C (Sn42Bi58) und 198,5°C (Sn91Zn9) um knapp 60°C unterscheiden, fällt dieser Schmelztemperaturunterschied bei der jeweiligen homologen Temperatur nur gering aus. Die aufgezeichneten Messdaten aus den Haltezeiten verdeutlichen dies. Vor allem die Zunahme der Eindringtiefe bei den drei ausgewerteten Temperaturniveaus resultiert jeweils in einem nahezu konstanten Faktor, welcher sich als Quotient aus finaler Eindringtiefe am Ende der Haltezeit zur Eindringtiefe am Beginn der Haltezeit berechnet. So nimmt die Eindringtiefe bei 29°C für Sn42Bi58 und Sn91Zn9 jeweils um das ca. 1,4-fache zu, bei 68°C um ca. das 1,6-fache. Bei der Messtemperatur i. H. v. 106°C ist diese Zunahme nicht mehr so konstant wie bei den beiden Temperaturen zuvor. Die berechneten Faktoren von 1,96 (Sn42Bi58) bzw. 1,78 (Sn91Zn9) weichen um ca. 10% voneinander ab. Wichtig ist dieser Vergleich der Messungen vor allem hinsichtlich der gemessenen Werkstoffparameter. Durch die fehlenden Literaturangaben für Härte und Elastizitätsmodul als Funktion der Temperatur bei Sn91Zn9-Lot können durch den Vergleich der Messungen mit dem SnBi-Lot dennoch Schlussfolgerungen aus den Messungen gezogen werden. Für RT kann ein gemittelter Literaturwert von 52,8 GPa angenommen werden, vgl. Tabelle 23.



Abbildung 75: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Sn91Zn9 [Müller, Worrack, 2009, S. 68].

Der Verlauf des E-Moduls und der Härte über die Temperatur in Abbildung 75 zeigt ein linear abnehmendes Verhalten mit relativ hohen Standardabweichungen. Wie bereits beim zuvor diskutierten SnBi-Lot tendiert der Verlauf des E-Moduls und der Härte jeweils gegen einen Wert von 0 GPa bei der Schmelztemperatur von 198°C. Durch die eutektische Zusammensetzung ist jedoch auch in diesem Fall nicht mit einem kontinuierlich auf null abnehmenden Elastizitätsmodul zu rechnen. Bei Erreichen der Schmelztemperatur und der direkten Umwandlung der festen in die flüssige Phase sollte hier ein Sprung des E-Moduls und der Härte erfolgen.

Durch das identische Messverhalten der beiden untersuchten blei- und silberfreien Weichlote ist der Messfehler auch hier in der hohen Kriechneigung des Materials zu erwarten. Die bereits im vorherigen Kapitel erwähnte Verlängerung der Haltezeit zur Verringerung des Kriecheinflusses auf die ermittelten Materialparameter wird auch beim Sn91Zn9-Lot untersucht.

6.4 Variation der Haltezeit und Analyse des Kriechverhaltens

Die Messergebnisse im vorherigen Kapitel 6.3 haben gezeigt, dass das Materialverhalten unter konstant anliegender Indenterlast während der Haltephase einen deutlichen Einfluss auf die Messungen und die daraus resultierenden Messergebnisse für die Materialparameter hat. Besonders bei steigender homologer Temperatur nimmt das Kriechverhalten stark zu und erschwert besonders die Bestimmung des E-Moduls. Diesen Einfluss, jedoch unabhängig von der Temperatur, diskutieren auch Chudoba und Richter [Chudoba, Richter, 2001] und geben materialspezifische Empfehlungen für die Haltezeiten, welche in der Tabelle 21 gezeigt werden.

Material	Empfohlene Haltezeit [s]
Fused Silica	8
M2 Stahl	12
Nickel	14
DLC (Diamond Like Carbon)	16
BK7 Glas	25
Aluminiumoxid	51
Wolfram	67
Gold	185
Aluminium	187

Tabelle 21: Empfohlene Haltezeiten für verschiedene Materialien [Chudoba, Richter, 2001, S. 195].

Ihre Untersuchungen an den verschiedenen Werkstoffen haben Abweichungen in den Messergebnissen beim E-Modul von mehr als 50% gezeigt, wenn die Haltezeit der Materialien zu kurz gewählt wird. Auf Basis dieser Untersuchungen erfolgen nun erneute Messungen an den Werkstoffen Sn42Bi58 und Sn91Zn9, bei denen die Haltezeiten zwischen 25 s und 240 s variiert werden. Zudem wird der Einfluss einer längeren Haltezeit bei Messungen unter erhöhter Temperatur untersucht und die Messergebnisse präsentiert. Die Messparameter zeigt Tabelle 22.

Tabelle 22: Messtemperaturen und Haltezeiten für die 2. Messreihe an Sn42Bi58 und Sn91Zn9.

Messtemperaturen				Haltezeiten bei jeder	
Soll [°C] Ist [°C] T_{HOM} [SnBi] T_{HOM} [SnZn]		T _{HOM} [SnZn]	Messtemperatur [s]		
30	29	0,73	0,64	25, 50, 120, 240	
80	76	0,85	0,74	30, 60, 120, 240	
130	125	0,97	0,84	30, 60, 120, 240	



6.4.1 Ergebnisse der Haltezeitvariation an Sn42Bi58-Lot

Im Folgenden werden die temperaturabhängigen Ergebnisse für das niedrig schmelzende eutektische Zinn-Wismut-Lot präsentiert. Bei der Darstellung der Messkurven werden jeweils exemplarische Kurven gezeigt, deren Haltezeit bei der gleichen Solleindringtiefe (600 nm) beginnt, um die Vergleichbarkeit untereinander zu gewährleisten.

6.4.1.1 Messkurven für Sn42Bi58-Lot bei 30°C Solltemperatur

Abbildung 76 und Abbildung 77 zeigen exemplarisch ausgewählte Messkurven für SnBi-Lot, gemessen bei 29°C Oberflächentemperatur. Den Messkurven ist das Entlastungsverhalten nur schwer zu entnehmen und daher wird in der zweiten Abbildung ein vergrößerter Ausschnitt dieses Teils der Messdaten gezeigt.



Abbildung 76: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn42Bi58-Lot bei 29°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten.



Abbildung 77: Detailansicht aus Abbildung 76.

Aus der Detailansicht in Abbildung 77 ist deutlich der Einfluss einer verlängerten Haltezeit auf die Charakteristik der Kraft-Eindingtiefe-Kurve und in diesem Zusammenhang besonders auf die Form der Entlastungskurve zu erkennen. Mit einer Haltezeit von 25 s zeigt die Messkurve zu Beginn der Entlastung einen "nasenförmigen" Verlauf, bei der trotz erfolgter Kraftrücknahme noch ein Zuwachs der Eindringtiefe zu verzeichnen ist. Dieser Verlauf ist jedoch grundlegend verschieden von der charakteristischen Kraft-Eindringtiefe-Kurve, welche in dieser Arbeit in der Theorie und bei den ersten Messergebnissen diskutiert wird. Hier liegt auch die Ursache für die Abweichung der ausgewerteten Materialparameter für die stark kriechenden Lotmaterialien. Betrachtet man im Folgenden die Entlastungskurven der weiteren Messungen zeigt sich, dass, mit einer Verlängerung der Haltezeit bis auf den fast zehnfachen Wert der Ausgangslänge, der "nasenförmige" Verlauf der Entlastungskurve kontinuierlich reduziert werden kann. Bei 240 s Haltezeit ist dieser komplett verschwunden. Die verlängerte Haltezeit gibt dem Material die Gelegenheit, während der konstant angreifenden Kraft in einen Bereich mit konstanter Kriechrate zu gelangen. Abbildung 78 soll dies anhand der Darstellung der Kriechkurven veranschaulichen. Eine konstante Kriechrate resultiert in einer linearen Zunahme der Eindringtiefe, welche durch die manuell angelegte rote Gerade an die 240 s-Kriechkurve in Abbildung 78 deutlich gemacht wird.



Abbildung 78: Kriechkurven für Sn42Bi58 bei 29°C mit variierten Haltezeiten.

Prinzipiell lässt sich anhand der Kriechkurven erkennen, dass bei einer deutlich zu niedrig gewählten Haltezeit die Entlastung bereits zu Beginn der charakteristischen Kriechkurve beginnt. An der grauen 240 s Haltezeitkurve ist zu erkennen, dass bei ca. 150 s – 160 s der Übergang in einen Bereich konstanter Kriechrate erfolgt. Die Frage, ob das Erreichen einer konstanten Kriechrate einen Einfluss auf die bestimmten Materialparameter besitzt, wird im Rahmen dieses Kapitels weiter unten diskutiert.

6.4.1.2 Messkurven für Sn42Bi58-Lot bei 80°C Solltemperatur

Eine Erhöhung der Messtemperatur führt zu einer steigenden Kriechverformung der Lotmaterialien. Diese Tatsache zeigt sich deutlich bei der Analyse der Messdaten bei variierter Haltezeit und erhöhter Temperatur. Abbildung 79 und Abbildung 80 zeigen, wie bereits im vorherigen Kapitel durchgeführt, exemplarische Messkurven bei 80°C Solltemperatur.



Abbildung 79: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn42Bi58-Lot bei 76°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten.



Abbildung 80: Detailansicht aus Abbildung 79.

Die ausgewählten Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 76°C Messtemperatur zeigen einen ähnlichen Verlauf wie bei den präsentierten Messkurven bei 29°C. Eine zu gering gewählte Haltezeit führt zu einem bogenförmigen Beginn der Entlastungskurve und entspricht demnach nicht mehr der idealen charakteristischen Entlastungskurve (vgl. Abbildung 8). Mit Verlängerung der konstanten Krafteinwirkungszeit wird die Ausformung geringer und ist bei 240 s im Prinzip nicht mehr vorhanden, verläuft in diesem Beispiel jedoch sehr steil nach unten und zeigt nicht den charakteristischen Verlauf. Eine längere Haltezeit scheint erforderlich. Bei einer höheren Messtemperatur erfolgt das Erreichen einer konstanten Kriechrate nach annähernd gleicher Haltezeit. Der Abbildung 81 kann man entnehmen, dass dieser Bereich nach ca. 170 s





Abbildung 81: Kriechkurven für Sn42Bi58 bei 76°C mit variierten Haltezeiten.

6.4.1.3 Messkurven für Sn42Bi58-Lot bei 130°C Solltemperatur

Es folgen die Diagramme der exemplarischen Messkurven bei 125°C Messtemperatur für eutektisches Zinn-Wismut-Lot. Abbildung 82 und Abbildung 83 zeigen die Kraft-Eindringtiefe-Kurven und in Abbildung 84 sind die Kriechkurven dargestellt.



Abbildung 82: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn42Bi58-Lot bei 125°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten.



Abbildung 83: Detailansicht aus Abbildung 82.



Abbildung 84: Kriechkurven für Sn42Bi58 bei 125°C mit variierten Haltezeiten.

Prinzipiell zeigen auch die Messkurven bei einer Probenoberflächentemperatur von 125°C eine Abnahme des bogenförmigen Beginns der Entlastungskurve mit Verlängerung der Haltezeit. Die Messungen bei 125°C, und in diesem Zusammenhang vor allem die Kriechkurven, zeigen jedoch eine andere Schwierigkeit bei der Durchführung und Auswertung der Versuche. An der Kriechkurve bei 240 s Haltezeit wird bei einer Eindringtiefe von 1577 nm die Aufzeichnung der Eindringtiefe gestoppt. Durch die sehr hohe homologe Temperatur von 97% dringt der Indenter alleine in den ersten 80 s der Haltephase ca. 1000 nm in das Material ein. Die gezeigten Messkurven bei 29°C und 76°C lassen darauf schließen, dass eine Haltezeit >180 s erforderlich gewesen wäre, um eine konstante Eindringrate zu erhalten. Diese konnte jedoch aufgrund des Messbereiches des Indenters in diesem Fall nicht erreicht werden. Aus diesem Grund ist in den gezeigten Abbildungen jeweils noch eine Kurve mit einer Solleindringtiefe von 400 nm gezeigt. Bei dieser Messkurve beginnt die Haltezeit demnach bei einer geringeren Tiefe und die Tiefenzunahme während der Haltezeit erreicht in diesem Fall nicht die kritische Tiefe, welche zum Abbruch der Messwertaufzeichnung führt. Der Bereich konstanter Kriechrate wird auch bei 125°C Messtemperatur anscheinend nach ca. 170 s erreicht.

6.4.1.4 Ergebnisse für den E-Modul als Funktion von Temperatur und Haltezeit (SnBi)

Abbildung 85 zeigt die ausgewerteten Zahlenwerte für den E-Modul in Abhängigkeit der Messtemperatur und der gewählten Haltezeit.



Abbildung 85: Gemessener E-Modul für SnBi in Abhängigkeit von Messtemperatur und Haltezeit [Müller et al., 2010, S. 294].

Die gezeigten Werte für den Elastizitätsmodul sind das Ergebnis der automatisierten Auswertemethode des Nanoindenters unter Anwendung der Gleichungen von Oliver und Pharr. Die Werte bei 29°C Messtemperatur und einer Haltezeit von 30 s ergeben einen E-Modul von 50 GPa, welcher somit um 22% über dem in der Literatur angegebenen Wert von 41 GPa liegt. Sowohl Messwert als auch Literaturwert sinken mit steigender Messtemperatur. Bei 76°C beträgt der Messwert 23 GPa und liegt somit bei 62% des bei diesem Temperaturwert publizierten Wertes von 37 GPa. Die Messwerte bei einer Messtemperatur von 125°C führen zu einem mittleren E-Modul von 6 GPa. Das sehr tiefe Eindringen des Indenters während der Haltezeit bei dieser Messtemperatur führt dazu, dass die ausgewerteten Messungen als sehr ungenau eingestuft werden müssen. Bei nahezu allen Messungen wird hier der kalibrierte Messbereich überschritten. Teilweise wird sogar die Aufzeichnung der Eindringtiefe voll-



kommen abgebrochen. Daher sind bei der höchsten Messtemperatur nur sehr wenige zuverlässige Messkurven vorhanden. Die Ergebnisse bei 125°C sind der Vollständigkeit halber zwar angegeben, können aber wegen der genannten Gründe keine verlässlichen Aussagen über die Auswertung der Messkurven geben. Daher liegt der Hauptfokus auf den Messungen bei 29°C und 76°C. Wie bereits erwähnt, zeigen die ermittelten E-Modul-Werte bei einer Haltezeit von 25 s bzw. 30 s relativ hohe Abweichungen vom Literaturwert. Zudem weisen die Messungen durch das auftretende Kriechen eine sehr hohe Standardabweichung auf. Die Verlängerung der Haltezeit auf bis zu 240 s zeigt eine deutliche Annäherung zwischen den Messwerten und den Literaturwerten. Der gemessene E-Modul liegt bei 29°C nur noch ca. 11% über dem Literaturwert von 41 GPa und weist mit einer Standardabweichung von ±5,5 GPa ebenfalls einen im Rahmen der Messungenauigkeiten relativ geringen Wert auf. Zudem liegt der Literaturwert ebenfalls innerhalb dieses geringen Fehlerbalkens. Durch die Verlängerung der Haltezeit konnte demnach die Reproduzierbarkeit der Messungen deutlich verbessert werden. Diese Tendenz ist ebenfalls bei 76°C Messtemperatur zu erkennen. Bei 30 s liegen Messung und Literatur noch weit auseinander und es ist zusätzlich noch eine sehr hohe Standardabweichung zu erkennen. Eine Verlängerung der Haltezeit führt zu einer kontinuierlichen Annäherung dieser beiden Werte. Die Standardabweichung verringert sich im Vergleich zu den geringeren Haltezeiten ebenfalls deutlich, so dass bei einer Haltezeit von 240 s zwischen Mess- und Literaturwert eine Abweichung von 21% zu verzeichnen ist. An dieser Stelle kann man jedoch trotz der Verbesserungen noch nicht von einer zufriedenstellenden Messung sprechen. Eine Verlängerung auf 350-400 s für Messungen bei 76°C Oberflächentemperatur wäre hier sinnvoll. Eine Verlängerung der Haltezeit auf beispielsweise 400 s hätte jedoch zur Folge, dass der Messbereich überschritten und somit die Auswertung nur mit deutlichem Fehler erfolgen würde.



6.4.1.5 Analyse der Kriechkurven für SnBi-Lot

Abbildung 86: Kriechkurven aller Indentationen für SnBi-Lot, 29°C, 240 s Haltezeit.

Ausgehend vom jeweiligen Beginn der Haltephase, zeigen die 25 Kriechkurven, bis auf vereinzelte Ausnahmen, einen annähernd identischen Verlauf. Die anhand der Abbildung 78 formulierte Aussage, dass sich eine konstante Kriechrate für die gezeigte Kombination von Temperatur und Haltezeit nach ca. 150 s einstellt, kann anhand der Abbildung 86 auch auf die restlichen 24 Messungen übertragen werden. Eine Abhängigkeit dieses Wertes von der Eindringtiefe und somit von der Haltekraft ist demnach bei den untersuchten Messungen nicht zu erkennen. Die in der Abbildung 86 gezeigten Kriechkurven beginnen immer bei einer unterschiedlich definierten Eindringtiefe zu Beginn der Haltephase. Diese definierten Eindringtiefen sind in dem gezeigten Fall über einen Bereich von 400-800 nm gleichmäßig verteilt. Höhere Eindringtiefen führen bei den gleichen Randbedingungen zu höheren benötigten Kräften. Die Haltekraft vergrößert sich demnach stetig von 1,9 mN bei 400 nm auf 5,9 mN bei 800 nm.

Im Rahmen der Analyse der Kriechkurven bei erhöhter Temperatur soll nun noch die Temperaturabhängigkeit eines möglichen charakteristischen Haltezeitwertes bis zum Erreichen einer konstanten Eindringrate diskutiert werden. Abbildung 87 zeigt die Kriechkurven bei 76°C Messtemperatur. Der enorme Zeitaufwand bei der Durchführung von temperaturabhängigen Messungen erklärt in diesem Zusammenhang die Reduzierung der Messungen auf 20 Indentationen. 25 Messungen bei erhöhter Temperatur benötigen ca. 30 Minuten reine Messzeit. In-



klusive der Heizzeit der HotStage und den grundlegenden Kalibrierungsprozeduren muss man ca. 3 Tage veranschlagen.

Abbildung 87: Kriechkurven aller Indentationen für SnBi-Lot, 76°C, 240 s Haltezeit.

Im Vergleich zu den Kriechkurven bei 29°C in Abbildung 86 zeigen die Kriechkurven in Abbildung 87 bei erhöhter Temperatur ein ähnliches Verhalten. Zwischen 150 s und 180 s wird in der Regel eine konstante Eindringrate erreicht. Der Bereich, in der die konstante Eindringrate erreicht wird, ist im Verhältnis zu den Messungen bei 29°C jedoch größer geworden, so wie sich auch die Kriechkurven untereinander stärker unterscheiden.

Verringert man die Messdatensätze, welche zur Bestimmung des E-Moduls verwendet werden, um diejenigen Kurven, die keinen oder nur einen geringen Bereich konstanter Eindringrate aufweisen (u. a. die markierten Kurven Nr. 2 und Nr. 19), ist dennoch keine Verbesserung des gemittelten elastischen Moduls nachzuweisen. Eine Abhängigkeit des Materialkennwertes von einer konstanten Eindringrate ist nach der Analyse aller Kriechkurven demnach nicht zu beobachten.

6.4.2 Ergebnisse der Haltezeitvariation an Sn91Zn9-Lot



6.4.2.1 Messkurven für Sn91Zn9-Lot bei 30°C Solltemperatur

Abbildung 88: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn91Zn9-Lot bei 29°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten.



Abbildung 89: Detailansicht aus Abbildung 88.

Die exemplarisch gewählten Messkurven bei 29°C Oberflächentemperatur (Eindringtiefe zu Beginn der Haltephase beträgt ebenfalls 600 nm) der Probe zeigen im Allgemeinen ein identisches Verhalten der Entlastung wie die SnBi-Proben. Eine Haltezeit von nur 25 s führt zu einer bogenförmigen Entlastung, welche die Auswertung mit der Theorie nach Oliver und Pharr erschwert. Um hier Abhilfe zu verschaffen, wird die Haltezeit ebenfalls auf 240 s verlängert, was zum Abbau dieser Ausformung zu Beginn der Entlastung führt. Der Vollständig-



keit halber sind in der Abbildung 90 die Kriechkurven der exemplarischen Messdatenreihen gezeigt.



Abbildung 90: Kriechkurven für Sn91Zn9 bei 29°C mit variierten Haltezeiten.

6.4.2.2 Messkurven für Sn91Zn9-Lot bei 80°C Solltemperatur



Abbildung 91: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn91Zn9-Lot bei 76°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten.



Abbildung 92: Detailansicht aus Abbildung 91.

Die Messkurven in Abbildung 91 und Abbildung 92 bei 76°C zeigen ebenfalls den positiven Einfluss einer längeren Haltezeit auf die Ausformung der Entlastungskurve. Bei 240 s ist das Verhalten jedoch noch nicht als ideal zu betrachten. Das "Zappeln" zum Beginn der Entlastung deutet darauf hin, dass die Haltezeit noch nicht ausreichend war, vergleichbar mit den Beobachtungen bei Sn42Bi58.

Bei den Messungen mit einer Messtemperatur von 125°C tritt erneut das Problem der Überschreitung des Kalibrierbereiches des Nanoindenters auf. Die Messungen sind demnach stark fehlerbehaftet und werden an dieser Stelle nicht diskutiert.



6.4.2.3 Ergebnisse für den E-Modul als Funktion von Temperatur und Haltezeit (SnZn)



Abbildung 93: Gemessener E-Modul für Sn91Zn9 in Abhängigkeit von Messtemperatur und Haltezeit [Müller et al., 2010, S. 294].

Abbildung 93 zeigt die Werte des Elastizitätsmoduls für eutektisches SnZn-Lot in Abhängigkeit von Messtemperatur und Haltezeit. Der Literaturmittelwert ist aus mehreren Quellen berechnet, welche teilweise sehr unterschiedliche Zahlenwerte angeben, vgl. Tabelle 23.

Quelle	E-Modul-Wert [GPa]
[Kamal, Gouda, 2006, S. 1213]	37,2
[Svetly, 2010]	51,6
[Vnuk et al., 1980, S.2578]	60,9
[Vnuk et al., 1980, S.2578]	69,1
[Ohoka et al., 2004, S.4380]	ca. 45
Mittelwert	52,8
Standardabweichung	±12,6

Tabelle 23: Berechnung des E-Modul-Mittelwertes aus den Literaturangaben

Die Werte bei 125°C sind hier wiederum nur der Vollständigkeit halber aufgeführt, da sie erneut aus aufgezeichneten Messdaten resultieren, bei denen die Eindringtiefen den kalibrierten Messbereich deutlich überschritten haben und somit stark fehlerbehaftet sind. Diskutiert werden daher nur die Ergebnisse für 29°C und 76°C Messtemperatur. Bei der Analyse der gemittelten E-Modulwerte zeigen sich identische Einflüsse einer verlängerten Haltezeit auf die Güte der Messwerte wie bereits beim Zinn-Wismut-Lot. Bei 29°C ist zu beobachten, dass sich mit längerer Haltedauer auch der Fehlerbalken deutlich reduziert und die Messung somit



reproduzierbare Ergebnisse liefert. Durch die unterschiedlichen Angaben in der Literatur ist ein Vergleich jedoch schwierig. Für die weiteren Messtemperaturen sind aus der vorhandenen Literatur keine Werte für den Elastizitätsmodul bekannt. Anhand der Messergebnisse ist jedoch auch bei 76°C erneut zu erkennen, dass mit längerer Haltezeit der Fehlerbalken der Mittelwerte reduziert werden kann. Die Analyse der Einzelkurven zuvor hat bereits gezeigt, dass eine Haltezeit >240 s notwenig ist. Allerdings führt auch in diesem Fall die Verlängerung der Haltezeit bei 76°C zur Überschreitung des kalibrierten Messbereiches des Indenters.

6.5 Kritische Bewertung der Einsetzbarkeit der Nanoindentation zur Bestimmung des temperaturabhängigen E-Moduls bei niedrig schmelzenden Loten

Die Durchführungen und Analysen von Nanoindentationen an den blei- und silberfreien Lotwerkstoffen Sn42Bi58 und Sn91Zn9 sowie dem Referenzmaterial Fused Silica und Cu-HCP zeigen die Möglichkeiten, aber auch die Schwierigkeiten, der temperaturabhängigen Messung. Ein wichtiger Kennwert für die erfolgreiche Durchführung der Messungen ist die homologe Temperatur eines Materials und somit dessen Neigung zu einem zeitabhängig plastischen Materialverhalten. Bei den durchgeführten Messungen an Fused Silica bzw. Cu-HCP beträgt der höchste Wert der homologen Temperatur 0,49. Kriecheffekte in den Materialien haben demnach nahezu keinen Einfluss auf das Verformungsverhalten der Werkstoffe. Die Nanoindentation liefert, wie gezeigt, für beide Materialien reproduzierbare Ergebnisse, welche mit den Literaturwerten übereinstimmen. Die Messungen an den niedrig schmelzenden Lotwerkstoffen werden hingegen bereits bei einer Messtemperatur von 29°C bei homologen Temperaturen von 0,73 (SnBi) bzw. 0,64 (SnZn) durchgeführt. Durch Verlängerung der Haltezeiten auf bis zu 240 s können auch hier gute und reproduzierbare Ergebnisse ermittelt werden. Eine Erhöhung der Messtemperatur auf 76°C führt zu einer damit einhergehenden Erhöhung der homologen Temperaturen auf 0,85 (SnBi) bzw. 0,74 (SnZn). Die Datenauswertung wird zunehmend erschwert und durch die deutlich höheren Eindringtiefen während der Haltephase der kalibrierte Messbereich schnell überschritten. Die Verlängerung der Haltezeiten als Reaktion auf steigende homologe Temperaturen ist demnach nicht mehr möglich. Die präsentierten Mittelwerte für den Elastizitätsmodul zeigen deutlichere Abweichungen im Vergleich zur Literatur und in den Standardabweichungen als bei einer Messtemperatur von 29°C.

Diese Ergebnisse zeigen, dass mit einer homologen Temperatur im Bereich von 0,75 offenbar ein kritischer Wert erreicht wurde. Am hier verwendeten Nanoindenter sind Messungen bei



homologen Temperaturen > 0,75 stark fehlerbehaftet. Da Messungen bei $T_{\rm HOM}$ > 0,75 anscheinend nur bei deutlicher Erhöhung der Haltezeit durchgeführt werden können, wird zudem die kalibrierte Eindringtiefe von ca. 1400 nm sehr schnell überschritten. Bei Messungen an Sn42Bi58 und Sn91Zn9 unterhalb dieses kritischen homologen Temperaturwertes wird nach Auswertung der Messergebnisse eine Haltedauer von mindestens 220 s empfohlen.

7 Erweiterte Auswertung der Nanoindentation – Bestimmung zeitunabhängiger plastischer Materialparameter

Wie in den vorherigen Kapiteln gezeigt, ist es mit der Nanoindentation möglich, reproduzierbare Ergebnisse für temperaturabhängige Härtewerte und Elastizitätsmoduli zu ermitteln. Zu einer erweiterten Charakterisierung eines Werkstoffes werden neben den elastischen Eigenschaften auch plastische Kennwerte benötigt. Inwieweit die Nanoindentation hier Werte liefern kann, welche standardmäßig durch Zugprüfungen ermittelt werden, wird im folgenden Kapitel diskutiert.

7.1 "Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation" [Dao et al., 2001]

Die in der Kapitelüberschrift genannte Arbeit beschäftigt sich mit der Ermittlung elastoplastischer Materialkennwerte aus gemessenen Kraft-Eindrigtiefe-Kurven. Zum besseren Verständnis der in der genannten Veröffentlichung aufgestellten Gleichungen und Auswertemethoden werden an dieser Stelle die von Dao gemachten Annahmen und theoretischen Überlegungen beschrieben. Die gezeigten Formelzusammenhänge und Annahmen sollen einen Eindruck über den Ursprung und die Hintergründe der später genutzten Auswerteformeln liefern. Die detaillierte Erarbeitung der Gleichungen ist in der genannten Quelle nachzulesen.

7.1.1 Theoretische Untersuchung der Nanoindentation

Dao [Dao et al., 2001] verfolgt in seiner Arbeit das Ziel, das Kraft-Eindringverhalten bei der Nanoindentation anhand linearer und nichtlinearer Materialgesetze per FEM zu beschreiben und eine Auswerteprozedur zu entwickeln, welche es erlaubt, elastoplastische Materialparameter zu identifizieren. Zur realitätsnahen Simulationsdurchführung müssen zunächst theoretische Betrachtungen des Indentationsvorganges und nichtlinearer Werkstoffgesetze unternommen werden. Erst auf Basis dieser Erkenntnisse kann eine Modellbildung erfolgen.

Die charakteristische Kraft-Eindringtiefe-Kurve, vgl. Abbildung 8, liefert den Grundansatz. Dao [Dao et al., 2001, S. 3900] nutzt die Beschreibung des Eindringverhaltens während der Belastungsphase für selbstähnliche Körper, welche eine proportionale Abhängigkeit zwischen dem Quadrat der Eindringtiefe h^2 und der Prüfkraft *F* für selbstähnliche Eindrinkörper, vgl. S. 74 und [Sterthaus, 2008, S. 15] aufweist:

$$F = Bh^2 \tag{85}$$

Die eingeführte Proportionalitätskonstante B ist in der hier wiedergegebenen Arbeit mit C bezeichnet. Um jedoch Irritationen mit den Eintragungen des Steifigkeitstensors in Kapitel 4.1.1 zu vermeiden, wird in der vorliegenden Arbeit ein B verwendet. Der Proportionalitätsfaktor B ist eine Materialkonstante und wird als eine wichtige Einflussgröße bei der späteren Auswertung benötigt.

Bekannterweise lässt sich allgemeines Materialverhalten bei Festkörpern in zwei Bereiche unterteilen. Zum einen in den linear elastischen (HOOKEschen) Bereich und zum anderen in einen plastischen Bereich. Für die Modellierung beider Bereiche der Materialverformung, vgl. Abbildung 19, müssen geeignete Materialgesetze angewendet werden. Dies geschieht bei Dao über das HOOKEsche Gesetz für den linear elastischen Bereich und über ein allgemeines Potenzgesetz für den plastischen Bereich, welches unter anderem die Materialverfestigung berücksichtigt. Den Spannungs-Dehnungs-Zusammenhang bei der Materialverformung beschreibt Dao [Dao et al., 2001, S. 3901] anhand der getroffenen Annahmen daher über

$$\sigma = \begin{cases} E \varepsilon, & \text{wenn } \sigma \le \sigma_{\rm F} \\ R \varepsilon^n, & \text{wenn } \sigma \ge \sigma_{\rm F} \end{cases}.$$
(86)

Neben der Konstanten R ergeben sich die vier resultierenden Parameter (E, σ_F, n, v) , welche das Spannungs-Dehnungs-Verhalten eines Materials vollständig beschreiben können. Diese genügen jedoch nicht, um das Verhalten eines identierten Materials zu charakterisieren. Durch das Kraft-Eindringtiefe-Verhalten und die notwendige Berücksichtigung des Indenterwerkstoffes vergrößert sich die Zahl der Materialparameter auf sieben. Es zeigt sich, dass die Eindringkraft F eine Funktion der sieben Konstanten ist, woraus folgt

$$F = F(E, \sigma_{\rm F}, n, \nu, h, E_i, \nu_i). \tag{87}$$

Über den bereits diskutierten Zusammenhang zwischen Indenter- und Probenmaterial in Gleichung (28) lässt sich diese Anzahl unbekannter bzw. zu ermittelnder Werte wiederrum auf vier reduzieren. Demnach ergibt sich aus (87):

$$F = F(E^*, \sigma_{\rm F}, n, h,) \tag{88}$$

Dao verfolgt in seiner Arbeit das primäre Ziel, mathematische Beziehungen aufzustellen, welche es ermöglichen, aus wenigen bekannten Materialparametern die übrigen Parameter zu identifizieren. Aus der Gleichung (87) und weiteren ananolgen Formulierungen gelingt ihm dies anhand der Anwendung des sog. BUCKINGHAMschen Π -Theorems in der Dimemsionsa-



nalyse. Dessen Grundlagen können u. a. in [Buckingham, 1914] sowie in Kombination mit Anwendungsbeispielen u. a. in [Yarin, 2012] nachgelesen werden. In Kurzform bedeutet dies, dass es durch die Anwendung des Theorems prinzipiell möglich ist, die Anzahl der unbekannten Parameter in den Gleichungen zu reduzieren. Als Folge der Reduktion entstehen bei dieser Prozedur dimensionslose Funktionen, welche in die reduzierten Gleichungen einfließen. Das Aufstellen dieser reduzierten Gleichungen und die Ermittlung der dimensionslosen Π -Funktionen für die Beschreibung der Nanoindentation ist der inhaltliche Schwerpunkt in Daos Veröffentlichung. Das Prinzip der dimensionslosen Funktionen wurde u. a. auch in [Sterthaus, 2008, S. 20 ff.] im Rahmen der dort durchgeführten Dimensionsanalyse angewendet.

Druckversuche an Aluminiumwerkstücken liefern wichtige Materialparameter, welche als benötigte Datensätze in die ersten Simulationen der Indentation eingehen. Die simulierten Kraft-Eindringtiefe-Kurven werden mit den experimentell bestimmten Kraft-Eindring-Kurven aus zusätzlichen Nanoindentationen verglichen und zeigen zufriedenstellenden Übereinstimmungen. Die anschließende Bestimmung der Π-Funktionen erfordert ein breites Spektrum unterschiedlicher Materialparameterkombinationen, welche in das Modell eingebracht werden. So variiert z. B. der Elastizitätsmodul zwischen 10 und 210 GPa und die Fliesspannung $\sigma_{\rm F}$ kann Werte zwischen 0,3 und 3 GPa annehmen. Insgesamt 76 verschiedene Materialparameterkombinationen werden simuliert. Diese komplexen und zeitintensiven Simulationen ergeben schließlich sechs unabhängige dimensionslose Π -Funktionen, welche zurück in die reduzierten Gleichungen eingesetzt werden können. Aus diesen Analysen resultiert jeweils ein Auswerteschema für eine direkte und eine indirekte Auswertung. Die direkte analytische Auswertemethode ("Forward Analysis Algorithmus", [Dao et al., 2001, S. 3908]) erlaubt dem Anwender, aus den bekannten Materialparametern $E, n, \sigma_{\rm F}$ und ν Größen wie die Indentationsenergien W_{r}/W_{t} , die Entlastungssteigung S oder auch die Proportionalitätskonstante B zu bestimmen. Die indirekte Methode ("Reverse Analysis Algorithmus", [Dao et al., 2001, S. 3910]) dient u. a. zur Bestimmung der Fließspannung $\sigma_{\rm F}$ und des Verfestigungsexponenten n, welche von großem technischen Interesse sind und mit den bisher genutzen Auswertemethoden nach Oliver und Pharr nicht bestimmt werden konnten.

7.1.2 Anwendung des indirekten Auswerteschemas - Vorgehensweise



Abbildung 94 zeigt das Ablaufschema der indirekten Prozedur.

Abbildung 94: Indirekte Auswertemethode nach Dao [Dao et al., 2001, S. 3910].

Prinzipiell kann dieses Schema für die aufgezeichneten experimentellen Nanoindentationsdaten konsequent abgearbeitet werden. Mit Blick auf die dritte Arbeitsebene zeigt sich jedoch, dass sowohl der dort eingehende Proportionalitätsfaktor C, welcher in der vorliegenden Arbeit als B bezeichnet wird, als auch der reduzierte Elastizitätsmodul E^* aus den Messwerten bestimmt werden können. Somit kann die Auswertung, nach Bestimmung von B und E^* , direkt auf Ebene drei beginnen. Neben der zeitlichen Einsparung der ersten beiden Auswerteschritte hat diese Herangehensweise einen weiteren prinzipiellen Vorteil. Die von Dao [Dao et al., 2001] erstellten Gleichungen sind Resultate aus Experiment und FE-Simulation. Dies bedeutet, dass für allgemein gültige Gleichungen gewisse Fehlerwerte in Kauf genommen werden müssen, welche sich in den ermittelten Werten, z. B. für das Verhältnis h_r/h_m , widerspiegeln. Erste Auswerteversuche haben gezeigt, dass zwischen den nach Daos Formeln berechneten Werten für h_r/h_m und den direkt aus den Messergebnissen bestimmten Werten Abweichungen von ca. 8-10% auftreten. Der Einfluss dieses Fehlerwertes kann durch das Auslassen der ersten beiden Auswerteschritte vermieden werden.

Ausgangspunkt ist demnach die Gleichung der dritten Ebene des Auswerteschemas, welche angepasst nach den in dieser Arbeit gewählten Bezeichnungen folgende Form annimmt:

$$B = \sigma_{0,033} \Pi_1 \left(\frac{E^*}{\sigma_{0,033}} \right).$$
(89)

Die eingehende dimensionslose Gleichung Π_1 ist nach den Untersuchungen von Dao bekannt. Es gilt daher nach [Dao et al., 2001, S. 3918]

$$\Pi_{1} = -1.131 \left[\ln \left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0.033}} \right) \right]^{3} + 13.635 \left[\ln \left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0.033}} \right) \right]^{2} - 30.594 \left[\ln \left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0.033}} \right) \right] + 29.267.$$
(90)

Die Spannung $\sigma_{0,033}$ bezeichnet einen charakteristischen plastischen Spannungswert bei einer plastischen Dehnung von 0,033. Dazu schreibt Dao: "For a given value of E^* , all power law plastic, true stress-true strain responses that exhibit the same true stress at 3,3% true plastic strain give the same indentation loading curvature C" [Dao et al., 2001, S. 3918]. Um aus der Gleichung (89) $\sigma_{0,033}$ zu berechnen, müssen zunächst B und E^* bekannt sein.

Im Rahmen der erweiterten Auswertung werden der Aluminiumwerkstoff AA6016T4 und die bereits in den vorherigen Kapiteln behandelte bleifreie eutektische Lotlegierung Sn42Bi58 diskutiert. In der weiteren Beschreibung der Auswerteprozedur wird an einigen Stellen bereits auf diese Materialien Bezug genommen.

Die Proportionalitätskonstante B wird über einen Fit der Gleichung (85) mit den experimentell ermittelten Messdaten für jede Einzelmessung ermittelt. Angewendet wird in dieser Arbeit zur Ermittlung des Fitparameters B die RGP-Funktion in Microsoft Excel, welche auf Basis der Summe der kleinsten Fehlerquadrate Parameter identifizieren kann. Zudem ist es möglich, mit dieser Funktion nur den quadratischen Anteil einer allgemeinen quadratischen Funktion zu berücksichtigen, also ohne den linearen und konstanten Anteil. Anhand einer exemplarischen Indentationsmesskurve, von der zur Bestimmung von B nur die Belastungsphase benötigt wird, wird das Vorgehen näher erläutert. In Abbildung 95 ist beispielhaft die Belastungskurve für den Aluminium-Werktoff AA6016T4 inklusive der ermittelten Fitfunktion aus der Gleichung (85) gezeigt.



Abbildung 95: Exemplarische Messkurve und Fit zur für den Belastungsbereich bei AA6016T4.

In der Abbildung 95 ist zu erkennen, dass die angepasste Fit-Funktion den realen Verlauf nicht exakt nachbilden kann. Zwei Gründe sind dafür zu nennen. Zum einen zeigen die aufgezeichneten Messwerte zu Beginn der Kraftaufbringung ein von der idealen Messkurve deutlich abweichendes Verhalten, welches bei allen Messungen, mit Ausnahme von Fused Silica, zu erkennen ist. Nach dem Schleifen und Polieren der Proben bilden sich sehr schnell Oxidschichten auf der Oberfläche, welche zu Beginn der Indentation erst durchdrungen werden müssen. In dem hier gezeigten Beispiel entspricht dieser Bereich in etwa den ersten 50 nm. Zur besseren Übersicht ist der Anfangsbereich in der folgenden Abbildung 96 noch einmal vergrößert gezeigt.



Abbildung 96: Detailansicht der exemplarischen Belastungskurve für AA6016T4.

Eine exakte Beschreibung des gemessenen Eindringverhaltens müsste demnach mit einer Funktion erfolgen, welche bei ca. 20 nm einen Wendepunkt aufweisen würde, was mit einer reinen quadratischen Funktion nicht erfüllt werden kann. Aus diesem Grund werden neben der gesamten Belastungskurve in einem zusätzlichen Ansatz nur die oberen 40% der aufgezeichneten Belastungsdaten für den Fit berücksichtigt. Zum anderen muss beim Fit des Eindringverhaltens berücksichtigt werden, dass die Anwendbarkeit der Gleichung (85) zur Beschreibung des Eindringverhaltens fragwürdig ist. So diskutiert u. a. Attaf in [Attaf, 2004] ausführlich die Gültigkeit des quadratischen Ansatzes im Vergleich zu diversen Anpassungen der Gleichung (85). Aus diesem Grund werden für die Ermittlung der Konstanten *B* insgesamt vier verschiedene Ansätze verfolgt und miteinander verglichen.

- 1. Fit der gesamten Belastungskurve (0-100%) mit $F = B h^2$
- 2. Fit des oberen Teils der Belastungskurve (60-100%) mit $F = B h^2$
- 3. Fit der gesamten Belastungskurve (0-100%) mit $F = Bh^2 + K$
- 4. Fit des oberen Teils der Belastungskurve (60-100%) mit $F = Bh^2 + K$

Mit den Ansätzen 3 und 4 soll u. a. die Tatsache berücksichtigt werden, dass durch das abweichende Eindringverhalten am Anfang der Kraftaufbringung eine vertikale Verschiebung der Kraft-Eindringtiefe erfolgt. An der zuvor bereits gezeigten exemplarischen Messkurve werden zum besseren Verständnis alle vier Ansätze gezeigt und auch jeweils die resultierenden Werte für B angegeben.



Abbildung 97: Exemplarische Messung und Fit für die Belastung mit rein quadratischem Ansatz.



Abbildung 98: Exemplarische Messung und Fit für die Belastung mit quadratischem und konstantem Anteil.

Aus Abbildung 97 und Abbildung 98 lässt sich entnehmen, dass die verschiedenen Ansätze zu teilweise deutlich unterschiedlichen Werten für die Materialkonstante B führen. Die Auswirkungen der verschiedenen Werte für B werden in den Ergebnissen der erweiterten Auswertung im Verlauf dieses Kapitels diskutiert.

Der zweite Eingangsparameter bei der Auswertung nach den Gleichungen (89) bzw. (90) ist der reduzierte Elastizitätsmodul E^* . Grundsätzlich ist der Wert für E^* aus der Nanoindentationsmessung und der anschließenden Auswertung nach der Oliver und Pharr-Methode bestimmt worden. Der somit aus jeder Einzelmessung berechnete Wert für E^* wird dementsprechend bei der erweiterten Auswertung der zugehörigen Messung verwendet. Außerdem sind für die behandelten Werkstoffe die Werte für E bzw. E^* aus der Literatur bekannt. Folglich kann die Bestimmung der plastischen Materialparameter auch auf Basis der Literaturwerte durchgeführt werden. Zusätzlich kann beim Werkstoff AA6016T4 noch ein dritter Wert für den Elastiztätsmodul in die Auswertung einfließen. In der Dissertation von Sterthaus [Sterthaus, 2008, S. 129-139] wurden an dem genannten Werkstoff Miniaturzugversuche durchgeführt und es wurden Zahlenwerte für E ermittelt. Durch die Variation der Eingangswerte für E^* soll der Fall berücksichtigt werden, dass der E-Modulwert für einen unbekannten Werkstoff nicht bekannt ist und die Werte aus der Oliver und Pharr-Methode verwendet werden müssen. Inwieweit die Veränderung des E-Moduls einen Einfluss auf die bestimmten plastischen Materialparameter hat wird im Rahmen der Ergebnispräsentation diskutiert. Die genauen Zahlenwerte, die in die Gleichungen zur Bestimmung der plastischen Kennwerte einfließen, sind im folgenden Teilkapitel 7.2 zu finden.

B und E^* können nun als bekannt vorausgesetzt und die Gleichungen (89) bzw. (90) hinsichtlich der Bestimmung von $\sigma_{0,033}$ ausgewertet werden. Zur Veranschaulichung ist in der folgenden Abbildung 99 die Gleichung (89) mit eingesetzter dimensionloser Funktion Π_1 für die bereits gezeigte exemplarische Messung des Werkstoffes AA6016T4 als *x* - *y* -Diagramm gezeigt.



Abbildung 99: Darstellung der exemplarischen Spannungsfunktion (89) zur Bestimmung von $\sigma_{0.033}$.

Bei einem Wert der Proportionalitätskonstanten *B* von 40546 MPa (vgl. Abbildung 97 links) und einem reduzierten Elastizitätsmodul E^* von 74039 MPa (E = 70000 MPa, [Doege, Behrens, 2010, S. 16]) ergibt sich eine Referenzspannung von $\sigma_{0,033} = 541$ MPa. Mit diesem Wert kann der nächste Schritt der Auswertung erfolgen.

Auf der vierten Ebene des Auswerteschemas, vgl. Abbildung 94, wird der Verfestigungsexponent *n* berechnet. Folgende Gleichung und dimensionslose Funktion Π_2 werden dazu nach [Dao et al., 2001, S. 3910]

$$\frac{1}{E^* h_{\max}} S = \Pi_2 \left(\frac{E^*}{\sigma_{0,033}}, n \right),$$
(91)

und [Dao et al., 2001, S. 3918] benötigt:

$$\Pi_{2}\left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0,033}},n\right) = \left(-1,40577\,n^{3}+0,77526\,n^{2}+0,15830\,n-0,06831\right) \left[\ln\left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0,033}}\right)\right]^{3} \\ + \left(17,93006\,n^{3}-9,22091\,n^{2}-2,37733\,n+0,86295\right) \left[\ln\left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0,033}}\right)\right]^{2} \\ + \left(-79,99715\,n^{3}+40,55620\,n^{2}+9,00157\,n-2,54543\right) \left[\ln\left(\frac{E^{*}}{\sigma_{0,033}}\right)\right] \\ + \left(122,65069\,n^{3}-63,88418\,n^{2}-9,58936\,n+6,20045\right)$$
(92)

Durch die Kombination der Formeln (91) und (92) entsteht ein Ausdruck, welcher zur Bestimmung des Verfestigungsexponenten n genutzt werden kann. Eingangsparameter sind neben den bereits bekannten bzw. ermittelten Werten E^* und $\sigma_{0,033}$ die maximale Eindringtiefe h_{max} und die Steigung S der Kraft-Eindring-Tiefe-Kurve unmittelbar zu Beginn der Entlastung. Während h_{max} direkt aus den aufgezeichneten Messdaten zu identifizieren ist, muss die Steigung S bestimmt werden. In der Abbildung 100 ist das Kraft-Eindringtiefe-Diagramm der exemplarisch ausgewählten AA6016T4-Messung mit eingetragener Entlastungssteigung gezeigt.



Abbildung 100: Exemplarische Kraft-Eindringtiefe-Kurve für AA6016T4 mit Entlastungssteigung.

Analog zur ersten gezeigten Auswertung wird die Funktion der Gleichung, welche durch Kombination von (91) und (92) entsteht, als x-y-Diagramm in der Abbildung 101 dargestellt. Es ergibt sich ein berechneter Verfestigungsexponent n von 0,199.



Abbildung 101: Darstellung der exemplarischen Funktion (91) zur Bestimmung des Verfestigungsexponenten.

Es folgt die dritte Stufe der Auswertung, welche gleichbedeutend ist mit der fünften und letzten Ebene im Schema der Abbildung 94. Die Fließspannung σ_F kann unter Berücksichtigung der grundsätzlich bekannten und bisher berechneten Werte ermittelt werden [Dao et al., 2001, S. 3910]:

$$\sigma_{0,033} = \sigma_{\rm F} \left(1 + \frac{E}{\sigma_{\rm F}} 0,033 \right)^n.$$
(93)

Es ist zu beachten, dass in den Ausdruck (93) nicht der reduzierte E-Modul E^* sondern der tatsächliche Wert E einzusetzen ist. Abbildung 102 zeigt die resultierende x - y-Kurve, welche der Berechnung von σ_F zugrunde liegt. Die sich für dieses Beispiel ergebende Fließspannung beträgt 372 MPa.



Abbildung 102: $\sigma_{0.033}$ als Funktion der Fließspannung σ_F , Gleichung (93).

Es sei an dieser Stelle noch einmal ausdrücklich gesagt, dass es sich bei den hier bisher gezeigten Diagrammen und Zahlenwerten um eine einzige exemplarische Auswertung mit einer einzigen Kombination der verschiedenen Eingangsparameter B und E^* handelt. Lediglich die Auswerteschritte sollen an dieser Stelle nachvollzogen werden. Die Güte der Auswertemethode zeigt sich erst bei der Auswertung aller möglichen Kombinationen und vor allem auch erst bei der Auswertung mehrere Messungen zur statistischen Untersuchung der gefun-



denen Zahlenwerte. Die später gezeigten Mittelwerte und Standardabweichungen in Kapitel 7.2 beruhen auf jeweils zehn Einzelmessungen.

7.2 Auswertung der Methode nach Dao

Die in Kapitel 7.1 gezeigte Auswerteprozedur wird jetzt für die aufgezeichneten Messdaten der Werkstoffe AA6016T4 und Sn42Bi58 angewendet. Die Auswertung erfolgt jeweils an zehn Einzelmessungen bei Raumtemperatur. Die verschiedenen Variationsmöglichkeiten des Eingangsparameters E^* sind jetzt noch einmal zu besseren Übersicht für beide Materialien in der Tabelle 24 zusammengestellt. Der Index 1 bzw. 2 kennzeichnet dabei den jeweiligen Werkstoff und der Buchstabe im Index berücksichtigt die Herkunft des Zahlenwertes (Oliver und Pharr, Literatur oder aus den Zugversuchen von Sterthaus [Sterthaus, 2008, S. 138]). Die verschiedenen Methoden zur Bestimmung von B wurden bereits in Kapitel 7.1.2 diskutiert und erläutert.

Werkstoff 1	AA6016T4		
F^*	jeweiliger Wert nach der Oliver und Pharr-		
L_{1a}	Methode aus der Messauswertung		
$E^* = 74020 \text{ MD}_{2}$	umgerechneter Literaturwert nach [Doege,		
$E_{1b} = 74039$ MPa	Behrens, 2010, S 16]		
$E^* = (2224) MD_{2}$	umgerechneter Mittelwert der Zugversuche		
$E_{1c} = 63334$ MPa	aus [Sterthaus, 2008, S. 138]		
Werkstoff 2	Sn42Bi58		
— *	jeweiliger Wert nach der Oliver und Pharr-		
E_{2a}	Methode aus der Messauswertung		
E* 44269 MDo	umgerechneter Literaturwert nach		
$E_{2b} = 44308$ MPa	[Lau et al., 2008, S. 14]		

Tabelle 24: Für die Auswertung genutzte Werte des reduzierten E-Moduls.

Zur Einschätzung der Güte des Verfahrens werden noch Literaturwerte für die zu bestimmenden Werte des Verfestigungsexponenten und der Fließspannung benötigt, vgl. Tabelle 25 und Tabelle 26. Auf diese Weise können die selbst bestimmten Werte mit den Werten aus der Literatur verglichen werden.



Tabelle 25: Literaturwerte für AA6016T4.

AA6016T4				
Quelle	$\sigma_{_{ m F}}$ [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	n [-]	
[Leitao et al., 2009, S. 108]	104	<i>k</i> . <i>A</i> .	<i>k. A</i>	
[Sterthaus, 2008, S. 138]	98	136	<i>k</i> . <i>A</i> .	
[Laukant et al., 2005, S. 220]	<i>k. A</i> .	131	<i>k</i> . <i>A</i> .	
[Hirsch, 1997, S. 34]	<i>k</i> . <i>A</i> .	120	0,270	
[Butuc et al., 2006, S.418 bzw. S 419]	127 [S. 418]	<i>k</i> . <i>A</i> .	0,245 [S. 419]	
Mittelwert	110	129	0,258	
Standardabweichung	15,3	8,2	0,018	

Tabelle 26: Literaturwerte für Sn42Bi58.

Sn42Bi58						
Quelle	$\sigma_{_{ m F}}$ [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	n [-]			
[Gonya et al., 1994, Spalte 5 (S. 4)]	57	<i>k</i> . <i>A</i> .	<i>k. A</i> .			
[Qualitek, 2012]	49,1	<i>k</i> . <i>A</i> .	<i>k. A</i> .			
Mittelwert	53					
Standardabweichung	5,6					

Es ergibt sich in der Tabelle 27 und Tabelle 28 jeweils eine Matrix, welche die verschiedenen Kombinationsmöglichkeiten der in die Auswertung (vgl. Abbildung 94) eingehenden Parameter aufzeigt. So wird beispielsweise bei der Kombination Nr. 1 auf Basis der Fit-Funktion $P = Bh^2$ der Eingangsparameter *B* für die gesamte Belastungskurve (0-100%) bestimmt. Darüber hinaus liegt der Auswertung dann der reduzierte Elastizitätsmodul E_{1a}^* aus der Oliver und Pharr-Methode zu Grunde.



 Tabelle 27: Eingangsparameterkombinationen f
 ür AA6016T4.

Tabelle 28: Eingangsparameterkombinationen für Sn42Bi58.

Kombinations- nummern für Sn42Bi58	Fit-Funktion für die Belastungskurve		Fit-Bereich		verrechneter E-Modul	
	$P = Bh^2$	$P = Bh^2 + K$	0-100%	60-100%	E_{2a}^{*}	E_{2b}^{*}
Α						
В						
С						
D						
E						
F						
G						
Н						
128



7.2.1 Ergebnisse und Diskussion der erweiterten Auswertung für AA6016T4

Zu Beginn der Ergebnisdarstellung sind in der Tabelle 29 die ermittelten Werte des Proportionalitätsfaktors *B* zusammengetragen. Allen gezeigten Mittelwerten, auch denen in den weiteren Unterkapiteln, liegen jeweils zehn Einzelmessungen zu Grunde.

AA6016T4										
Fit-Funktion	Bereich	B [MPa]	Standardabweichung [MPa]							
$P = Bh^2$	0-100%	33738	±2318 (6,9%)							
$P = Bh^2$	60-100%	33263	± 2263 (6,8%)							
$P = Bh^2 + K$	0-100%	30082	±1946 (6,5%)							
$P = Bh^2 + K$	60-100%	27516	± 1973 (7,2%)							

Tabelle 29: Ermittelte Werte für *B* für AA6016T4.

Die vier Fit-Ansätze zur Bestimmung von *B* liefern vier unterschiedliche Zahlenwerte zwischen 27516 und 33738 MPa. Die Abweichung zwischen dem kleinsten und größten Wert beträgt somit 6222 MPa, was bezogen auf den Maximalwert einer Abweichung von 18% entspricht. Mit Blick auf die beiden Abbildungen 92 und 93 können die Abweichungen jedoch als relativ gering eingeschätzt werden. Die Diagramme zeigen, dass die vier Funktionen unterschiedlich gut geeignet sind, um das Eindringverhalten zu beschreiben. Zur Einschätzung der Güte der erzielten Werte bietet sich ein Vergleich mit den Ergebnissen in [Dao et al., 2011, S. 3909] an. Es werden *B*-Werte für die Aluminiumlegierungen Al6061-T6511 und Al7075-T651 angegeben. Diese betragen im Mittel 27400 bzw. 42700 MPa und erlauben eine positive Beurteilung der eigenen Werte trotz der unterschiedlichen Materialien. Welchen Einfluss die 18% Abweichung zwischen den Zahlenwerten für *B* auf die resultierenden Materialparameter hat, wird nach der Darstellung der Ergebnisse in den folgenden Abbildungen diskutiert.

In Abbildung 103 bis Abbildung 110 sind die Ergebnisse der Auswertung für die verschiedenen Kombinationen der Eingangsparameter für den Werkstoff AA6016T4 gezeigt. Die Kombinationen 9-12 sind nicht dargestellt. Grund dafür ist, dass die Auswertungen auf Basis des E-Moduls E_{1c}^* fast ausschließlich zu unrealistischen Werten geführt haben. So ergibt sich bei diesen Eingangsparametern der berechnete Verfestigungsexponent bei 85% der Messungen mit einem negativen Vorzeichen. Die wenigen Ergebnisse mit einem positiven Verfestigungs-



exponenten liefern keine statisch relevante Aussage und werden aus diesem Grund nicht gezeigt.



Abbildung 103: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 1.



Abbildung 104: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 2.

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.



Abbildung 105: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 3.



Abbildung 106: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 4.

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.



Abbildung 107: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 5.



Abbildung 108: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 6.



Abbildung 109: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 7.



Abbildung 110: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 8.



Die ermittelten Werte für die Fließspannung σ_F und den Verfestigungsexponenten *n* zeigen generell eine starke Abhängigkeit von den für die Auswertung gewählten Eingangsparametern. Mehrere Vergleiche sind hier durchzuführen. Um die Übersicht zu bewahren und direkte Einflüsse erkennen zu können, werden die Abweichungen der Messwerte auf Basis der Variation eines einzelnen Parameters diskutiert. Bei gleichzeitiger Variation mehrerer Einflussgrößen kann man keine aussagekräftigen Erkenntnisse erlangen.

Der Vergleich zwischen Kombination 1 und 2 zeigt den direkten Einfluss des reduzierten E-Moduls auf die berechneten Materialparameter. Die zehn nach der Oliver und Pharr-Methode ermittelten reduzierten E-Modulwerte bewegen sich zwischen 86084 und 79852 MPa und ergeben einen Mittelwert von 83087 MPa mit einer Standardabweichung von $\pm 2,1\%$. Diese klassisch ausgewerteten Versuche ergeben demnach sehr reproduzierbare Ergebnisse, jedoch mit einem mittleren E-Modul, der um etwa 9000 MPa über dem Literaturwert von E^* = 74039 MPa liegt. Für die ausgewerteten Kombinationen 1 und 2 bedeutet dies, dass sie jeweils nicht geeignet sind, um beide Materialparameter σ_F und *n* gleichzeitig ausreichend genau zu ermitteln. Es ist jedoch anzumerken, dass bei der Kombination 1 der Wert für σ_F und bei der Kombination 2 der Wert für *n* relativ gut bestimmt werden.

Die Kombinationen 3 und 4 zeigen nahezu identische Tendenzen. Auf Basis des Oliver und Pharr-Wertes für E^* lässt sich die Fließspannung relativ sicher bestimmen, wohingegen der Literaturwert für E^* zu einer guten Abschätzung von *n* führt. Es bleibt festzuhalten, dass für die Kombinationen 1-4 jeweils die Fit-Funktion ohne eine zusätzliche Konstante verwendet worden ist. Auf die Fit-Funktion mit zusätzlicher Konstante lassen sich die bisher getroffenen Aussagen dieses Unterkapitels nicht übertragen. Weiterhin sind die Ergebnisse stark vom gewählten reduzierten E-Modul abhängig.

Die beiden Blöcke der Parameterkombinationen 1, 3, 5, 7 und 2, 4, 6, 8 unterscheiden sich grundsätzlich nur durch den jeweils gewählten Wert des Elastizitätsmoduls. In den jeweiligen Blöcken selbst ist der E-Modul konstant und der Wert von B nimmt aufgrund der verschiedenen Fit-Funktionen unterschiedliche Werte an. Nach der Auswertung für die erstgenannte Kombination der ungeraden Nummern ergeben sich in allen vier Fällen sehr konstante Werte. Die Fließspannung wird stets mit einem Wert deutlich unter 100 MPa berechnet. Die zugehörigen Verfestigungsexponenten sind mit Werten zwischen 0,50 und 0,51 ebenfalls nahezu konstant. Doch gerade die n-Werte liegen mit Werten von ca. 0,5 deutlich über der Literaturangabe. Konstante Ergebnisse sind mit Blick auf den Kombinationsblock 2, 4, 6, 8 direkt zu



erkennen. Für $\sigma_{\rm F}$ werden in allen vier Auswertungen Werte ermittelt, die über der Literaturangabe liegen, jedoch mit größeren Standardabweichungen als bei den ungeraden Auswertungen. So liegt bei der Kombination 8 der Literaturwert innerhalb der eingezeichneten Standardabweichung. Die gezeigten Verfestigungsexponenten stimmen in allen vier Variationen, trotz relativ hoher Standardabweichung, mit dem Literaturmittelwert überein. Der Einfluss des Proportionalitätsfaktors *B* auf die zu bestimmenden Materialparameter kann für den Aluminiumwerkstoff als vernachlässigbar betrachtet werden.

7.2.2 Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58

Analog zum Werkstoff AA6016T4 werden nun die Auswertergebnisse für die Lotverbindung Sn42Bi58 präsentiert. Tabelle 30 zeigt die ermittelten Werte des Proportionalitätsfaktors *B*.

Sn42Bi58			
Fit-Funktion	Bereich	B [MPa]	Standardabweichung [MPa]
$P = Bh^2$	0-100%	14558	± 3007 (20,7%)
$P = Bh^2$	60-100%	13917	± 2797 (20,1%)
$P = Bh^2 + K$	0-100%	10807	±1800 (16,7%)
$P = Bh^2 + K$	60-100%	8669	±1008 (11,6%)

 Tabelle 30:
 Ermittelte Werte für B für Sn42Bi58

Auffällig ist, dass mit einem Unterschied von ca. 6000 MPa zwischen dem kleinsten und größten Wert für B, was bezogen auf den Maximalwert einem Anteil von 41% entspricht, größere Abweichungen in den Ergebnissen zu verzeichnen sind als im Vergleich zum Aluminium. Die Möglichkeit des Vergleiches der B-Werte aus der Berechnung mit der Literatur ist an dieser Stelle jedoch nicht möglich, da keine Referenzwerte zu finden sind.

Abbildung 111 bis Abbildung 118 zeigen die Ergebnisse der Auswertungen für den Werkstoff Sn42Bi58 und die verschiedenen Eingangsparameterkombinationen A-H, vgl. Tabelle 28.



Abbildung 111: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination A.



Abbildung 112: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination B.



Abbildung 113: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination C.



Abbildung 114: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination D.



Abbildung 115: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination E.



Abbildung 116: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination F.



Abbildung 117: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination G.



Abbildung 118: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination H.



Bei genauerer Betrachtung der Ergebnisse für den eutektischen Lotwerkstoff Sn42Bi58 ist zu erkennen, dass sich bei den acht berechneten Verfestigungsexponenten relativ geringe Unterschiede ergeben, unabhängig von den gewählten Auswerteparametern. So bewegen sich die n-Werte zwischen 0,163 für den Höchstwert und 0,060 für den niedrigsten ausgegebenen Wert. Dies ergibt im Mittel einen Wert für n von 0,131 mit einer Standardabweichung von ±0,042 (ca. 32%). Die Verfestigungswerte innerhalb einer Materialparameterkombination unterliegen teilweise ebenfalls recht hoher Standardabweichungen. Zudem ist nach intensiver Recherche keine Literaturangabe für n als Vergleichswert angegeben, was die Einschätzung der Auswerteergebnisse deutlich erschwert. Jedoch sind alle gefundenen Werte aufgrund des geringen Wertebereiches und im Verglich zu den AA6016T4-Werten durchaus realistisch. Vergleichbare Streuungen in den berechneten Werten zeigen sich ebenfalls bei den ausgewiesenen Fließspannungen. Hier liegt der Höchstwert mit 152 MPa bei der Kombination B und der niedrigste Wert mit 52 MPa bei der Kombination G. Dies entspricht einem Mittelwert von 96 MPa mit einer Standardabweichung von 32 MPa (ca. 34%). Für die Kombination G wird mit einem Wert von $\sigma_{\rm F}$ = 52 MPa der Literaturwert der Fließspannung sehr genau erreicht. Die Kombination G scheint hier die besten Ergebnisse zu liefern.

7.2.3 Diskussion der Auswertemethode nach Dao für die hier verwendeten Werkstoffe

Die Ausführungen in den beiden vorherigen Teilkapiteln haben gezeigt, dass die angewendete Methode sehr gut geeignet ist, um zeitunabhängige plastische Materialparameter aus dem Nanoindentationsversuch zu bestimmen. Im Unterschied zu Dao ist in der durchgeführten indirekten Auswertemethode die Konstante B kein Wert der Auswertung, sondern das Ergebnis des aus den Messdaten nach unterschiedlichen Ansätzen jeweils direkt bestimmten Wertes. Die Verringerung der Auswerteschritte und somit eine geringere erwartete Akkumulation der mitgerechneten Fehlerwerte ist der Hintergrund dieser Vorgehensweise. Die erzielten Ergebnisse zeigen, dass sowohl für AA6016T4 als auch für Sn42Bi58 die Auswertungen auf Basis des Fit-Ansatzes mit einer Konstante für den Bereich von 60%-100% genauere Werte liefern. Der in die Auswertung eingehende reduzierte Elastizitätsmodul hat generell den größten Einfluss. Bei der Aluminiumlegierung führt die Verwendung des konstanten Literaturwertes zu besseren Werten. Beim Lot ergeben sich gute Ergebnisse für die jeweils nach der klassischen Oliver und Pharr-Methode bestimmten Werte. Für das Lot sind die Fließspannungsergebnisse auf Basis des mit der Konstante K bestimmten B-Wertes (60%-100%) für die beiden eingehenden E-Modulwerte im Prinzip auch vergleichbar. Für eine gute Abschät-



zung der Materialparameter n und σ_F bei Sn42Bi58 eignet sich demnach auch die Kombination H, welche mit der Kombination 8 für den Werkstoff AA6016T4 identisch ist.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass sich auf Basis der in [Dao et al., 2001] präsentierten erweiterten Nanoindentationsauswertung für die hier verwendeten Werkstoffe AA6016T4 und Sn42Bi58 gute Ergebnisse für die plastischen Materialkennwerte Fließspannung σ_F und Verfestigungsexponent *n* erzielen lassen. Im Unterschied zur Originalmethode nach Dao zeigt sich, dass eine Ermittlung der Proportionalitätskonstante *B* mit einer modifizierten Fitfunktion zu besseren und konstanteren Ergebnissen führt. Wichtig ist, den Wert des reduzierten Elastizitätsmoduls sehr genau zu kennen. Nur dann kann die erweiterte Auswertung gute Ergebnisse liefern. Dementsprechend muss sicher öfters auf zusätzliche Zugversuche zurückgegriffen werden.

An dieser Stelle sei außerdem angemerkt, dass das Verfahren auch auf einen Stahlwerkstoff (1.3505) angewendet wurde, jedoch mit geringem Erfolg. Hier konnten keine zufriedenstellenden Ergebnisse erzielt werden. Als Grund sind hier die von Dao bestimmten dimensionslosen Π -Funktionen zu nennen. Diese Funktionen wurden bestimmt, indem in die FE-Simulationen eine große Anzahl verschiedener Materialparameterkombinationen eingesetzt wurden. So wurde z. B. der E-Modul in einem Bereich von 10 GPa – 210 GPa variiert. Die Stahlwerkstoffe liegen mit einem *E*-Richtwert von 210 GPa gerade genau am oberen Ende dieses Variationsbereiches. Allgemein gültige Formulierungen, wie sie von Dao für die Π -Funktionen angegeben werden, scheinen demnach gerade für die Materialien, die diese Randbereiche abdecken, nicht zu funktionieren. Die beiden hier behandelten Materialien AA6016T4 und Sn42Bi58 liegen mit Ihren E-Modulwerten deutlich innerhalb dieses Bereiches, was eine Erklärung für die guten und reproduzierbaren Ergebnisse ist.



8 Analyse des Kriechverhaltens von Indentationsvorgängen anhand rheologischer Modelle

In den vorherigen Kapiteln wurde bereits das zeitabhängige plastische Materialverhalten bei der Nanoindentation während der Haltephase diskutiert. Eine zu gering gewählte Haltephase führt zu einem bogenförmigen Beginn der Entlastungsphase und somit zu einer erschwerten Auswertung hinsichtlich der gesuchten Materialparameter. Auf experimenteller Ebene kann man diesem Problem, wie in Kap. 6 gezeigt, mit einer Anpassung der Haltezeit an den zu testenden Werkstoff entgegenwirken. Genauere und reproduzierbarere Messergebnisse sind das Resultat dieser Anpassung. Es wurde ebenfalls gezeigt, dass mit steigender Messtemperatur das angesprochene Kriechverhalten stark ansteigt und die Auswertung weiter stetig erschwert. Manche Materialien zeigen auch von Grund auf eine sehr starke Kriechneigung und sind schwer mit der Nanoindentation messtechnisch zu erfassen und korrekt auszuwerten. Zudem kann die Haltezeit systembedingt nicht beliebig verlängert werden und weitere Analysemethoden werden gebraucht. Ziel ist es dabei, anhand mathematischer Formulierungen das Materialverhalten während der Haltephase zu beschreiben und eine Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation durch Anpassung der in die Gleichung eingehenden Parameter zu erhalten. Auf diese Weise sollen elastische und z. T. viskose Materialkonstanten mittels Optimierung bestimmt werden. Diese geben dann wiederum einen Rückschluss auf grundlegende Materialkonstanten wie z. B. dem Elastizitätsmodul.

Eine Beschreibung des Materialverhaltens über materialtheoretische Ansätze kann oftmals mittels einer FEM-Simulation erfolgen. Bezogen auf die in dieser Arbeit diskutierte Messmethode der Nanoindentation kann versucht werden, den gesamten Nanoindentationsversuch mittels einer 3D-Rechnung nachzustellen. Variationen hinsichtlich Testmaterialien, Messtemperaturen und Haltezeiten könnten in eine derartige Simulation ebenfalls einfließen. Unter dem Gesichtspunkt der zeitnahen Auswertung der aufgezeichneten Messkurven scheint diese Vorgehensweise jedoch wenig praktikabel. U. a. aus diesem Grund wurde von Sterthaus bereits in [Sterthaus, 2008] der Weg einer vereinfachten Simulation eingeschlagen. Die FEM-Simulation der Nanoindentation mittels eines symmetrischen 2D-Models wird in seiner Arbeit diskutiert. Die zeiteffektivste Modellierung erfolgt jedoch offensichtlich bei der Beschränkung auf ein 1D-Problem. Vor allem bei der beabsichtigten Simulation bzw. Beschreibung des Kriechverhaltens während der Haltephase kann man sich den Ansatz der Rheologie zu Nutzen machen. Dieses physikalische Teilgebiet beschreibt das Verhalten "[...] von Stoffen, die sich weder als HOOKEscher Festkörper noch als NEWTONsche Flüssigkeiten analysieren



lassen" [Reiner, 1969, Vorwort]. Neben dem zitierten Werk von Reiner gibt es eine Vielzahl von (hauptsächlich englischsprachiger) Fach- und Lehrliteratur, welche sich mit der Rheologie und dessen Praxisbezug auseinandersetzen. An dieser Stelle sei nur eine kleine Auswahl ([Eirich, 1968], [Macosko, 1994], [Malkin, Isayev, 2006], [Braun, Rosen, 2000]) genannt. Die Beschreibung des zeitabhängigen Materialverhaltens erfolgt anhand eindimensionaler Feder-Dämpfer-Kombinationen. Zusätzlich eingebrachte sog. ST.-VENANT-Elemente erlauben überdies die Berücksichtigung einer Fließspannung.

Die in diesem Kapitel gezeigte Materialparameterbestimmung erfolgt durch die Anwendung der in [Menčík et al., 2009] veröffentlichten Gleichungen auf Basis rheologischer Modelle. Das Thema der Anwendung der Rheologie auf die Nanoindentation ist ein sehr komplexes Thema und ist im Rahmen der vorliegenden Arbeit als ausführlicher Ausblick auf zusätzliche Möglichkeiten der Nanoindentationsauswertung zu verstehen. Die angegebenen Gleichungen werden als Werkzeug verwendet und ihre Eignung zur Materialparameterbestimmung diskutiert. Im nächsten Schritt werden die Grundbausteine rheologischer Schaltungen beschrieben und ihr Materialverhalten erläutert. Das Verformungsverhalten wird i. d. R. an Zugbelastungen beschrieben. Beim Härteversuch handelt es sich jedoch um eine Druckbelastung. Die verwendeteten idealen linearen Grundelemente, z. B. Feder und Dämpfer, verhalten sich im Zug- und Druckbereich jedoch identisch.

$\langle \! \! \! \! \rangle$

8.1 Rheologische Grundmodelle

Dowling [Dowling, 2007] gibt einen Überblick über die verschiedenen rheologischen Bauelemente, vgl. Abbildung 119.



Abbildung 119: Rheologische Grundmodelle mit Weg-Zeit- und Kraft-Weg-Antwort bei vorgegebener Belastung nach [Dowling, 2007, S. 173].

Zum besseren Verständnis der einzelnen Elemente wird das Verformungsverhalten in [Dowling, 2007, S. 173] anhand einer vorgegebenen Kraftfunktion F(t) erläutert. Es handelt sich dabei um eine Heaviside-Funktion bei der die Kraft zum Zeitpunkt t = 0 auf den Kraftwert F(t=1)=F' springt. Zwischen den Zeitpunkten t=1 und t=2 bleibt diese Kraft konstant, bis sie schließlich wieder sprungartig auf F(t=3)=0 abfällt. Zwischen den Zeitpunkten t=3und t=4 bleibt die Kraft dann unverändert bei null.

Elastisches Materialverhalten wird über ein Federelement mit der zugehörigen Federsteifigkeit c modelliert. Das sprunghafte Wirken der Kraft F' führt zu einer ebenfalls unmittelbar einsetzenden Auslenkung der Feder. Die gesamte Verformung der Feder verhält sich zeitunabhängig und bleibt demnach während der Phase konstanter Kraft ebenfalls konstant. Die Rücknahme der Kraft resultiert ebenfalls in einer direkten und unmittelbaren Rückverformung der Feder. Der gesamte Verformungsvorgang ist vollständig reversibel. Das Kraft-Weg-Verhalten wird über das bekannte Federgesetz

$$F = c x \tag{94}$$

beschrieben. Ersetzt man Kraft durch Spannung und Weg durch Dehnung erhält man für die Feder das HOOKE'sche Gesetz. In diesem Fall wäre die Federkonstante c durch den Elastizitätsmodul E zu ersetzen.

Zeitabhängiges Materialverhalten beschreiben die Dämpferelemente. Ein einzelner Dämpfer unter konstanter Belastung wird im zweiten Beispiel gezeigt. Die wirkende Kraft F steht in diesem Fall in linearem Zusammenhang zur zeitlichen Änderung des Weges, also zur Verformungsgeschwindigkeit \dot{x} . Die Proportionalitätskonstante k bezeichnet man als Dämpfungskonstante. k besitzt die Einheit [Ns/m] und hängt somit von der Belastungsdauer ab. Es gilt demnach für das stationäre Kriechverhalten (siehe Abbildung 23):

$$F = k \dot{x} \,. \tag{95}$$

Prinzipiell lässt sich durch die Kombination dieser beiden Elemente in Form von Reihen- und Parallelschaltungen das Verhalten zahlreicher Materialien modellieren. Das dritte Beispiel in der Abbildung 119 verbindet direkt die Eigenschaften von Feder und Dämpfer in Form einer Parallelschaltung und ist zur Beschreibung des primären Kriechverhaltens geeignet. Das Weg-Zeit-Verhalten unter konstanter Last ist nicht mehr linear.

Durch die Erweiterung der bisher diskutierten Modelle mit einem sog. ST-VENANT-Element kann auch plastisches Materialverhalten beschrieben werden. Dabei hat dieses Element die Aufgabe, eine bestimmte Verformung erst nach dem Erreichen einer kritischen Spannung σ_0 zuzulassen. Prinzipiell kann diese Spannung mit der Fließspannung eines Materials bezeichnet werden. Auf diese Weise wird z. B. ein Übergang zwischen linear elastischem und plastischem Materialverhalten mit einem einzigen Modell beschrieben. Ein derartiges Modell würde sich somit zur Modellierung des einachsigen Zugversuches eignen. In der Abbildung 120 sind zum besseren Verständnis drei grundlegende Plastizitätsmodelle anhand einer vorgegebenen Belastung in Form des definierten Dehnungsverhaltens beschrieben. Im ersten Fallbeispiel wächst die Auslenkung bzw. die Dehnung linear mit der Zeit an. Dies ist im zweiten Beispiel ebenfalls der Fall, jedoch wird zusätzlich die Dehnung wieder linear auf null zurückbewegt. Beispiel drei startet erneut mit einem linearen Anwachsen der Dehnung, welche zwischen den Zeitpunkten t = 1 und t = 2 wieder abfällt. Der Zeitpunkt t = 2 ist in diesem Fall dann erreicht, wenn die Spannung den Wert $\sigma = 0$ erreicht hat. Danach steigt die Dehnung wieder linear an bis zum Zeitpunkt t = 3.



Abbildung 120: Verformungsverhalten des ST.-VENANT-Elementes bei vorgegebenem Dehnungsverhalten nach [Dowling, 2007, S. 176].

Wie bereits oben angedeutet, lässt das ST-VENANT-Element nur eine Bewegung zu, wenn ein kritischer Belastungswert σ_F überschritten ist. Dieses Verhalten ist nun in der ersten Spannungs-Dehnungs-Antwort zu erkennen. Die Spannung σ nimmt kontinuierlich zu, ohne dass eine Bewegung in Form von Dehnung zu verzeichnen ist. Ist der kritische Spannungswert σ_F erreicht, beginnt der Körper sich unverzüglich zu bewegen. Da die vorgegebene Dehnung linear über der Zeit verläuft, wächst die wirkende Spannung nicht weiter an, sondern bleibt konstant. Im zweiten Fallbeispiel wird die Dehnung zum Zeitpunkt t = 1 wieder auf null zurückgefahren. Was bedeutet dies nun für die Spannung? Der ST.-VENANT-Körper hat sich im ersten Teil unter einer Zugbelastung (positives Vorzeichen) aus der Ausgangslage herausbe-



wegt. Um den Wert der Dehnung wieder auf null zu bringen, muss der Körper eine gegensinnige Belastung, also eine Druckbelastung (negatives Vorzeichen), erfahren. Um den Körper aber tatsächlich in die entgegengesetzte Richtung bewegen zu können, muss auch hier erst der Schwellwert überschritten werden. Das weitere Verhalten ist analog zur Zugbelastung, jedoch stets unter umgekehrten Vorzeichen. Im dritten Fall folgt nach dem Erreichen eines Maximalwertes für die Dehnung ebenfalls wieder eine Abnahme der Dehnung, jedoch nur bis die Spannung wieder auf null abgefallen ist. Um den Körper dann weiter dehnen zu können, muss erneut die kritische Spannung überschritten werden.

Einen ersten Schritt in die Richtung einer genaueren Materialbeschreibung kann mit Hilfe des zweiten Modells in Abbildung 120 erreicht werden. Durch die Kombination von ST.-VENANT-Körper und HOOKE'scher Feder wird mit diesem Modell sowohl der linear elastische als auch der ideal plastische Bereich abgebildet. Zu Beginn nimmt die Zugspannung, welche am System angreift und über das HOOKE'sche Gesetz mit der vorgegebenen Dehnung verknüpft ist, linear zu. Wird die Fließspannung σ_F erreicht, verhält sich der Körper rein plastisch. Der Einfluss des ST.-VENANT-Körpers bestimmt dann das Verformungsverhalten. Soll die Dehnung ebenfalls auf null zurückgebracht werden, muss analog zum ersten Fallbeispiel auch hier die Spannung umgekehrt werden. Die Feder sorgt auch hier für ein lineares Spannungs-Dehnungs-Verhalten. Die gleichen Überlegungen zum Einfluss der Feder helfen auch beim Verständnis des dritten Falls der Dehnungsbelastung. Unterhalb des Spannungsschwellwertes σ_F erzeugt das alleinige Wirken der Feder stets lineares Verhalten.

Beim Durchführen von Zugversuchen als klassisches Experiment zur Materialcharakterisierung beobachtet man beim Erreichen der Fließspannung in der Regel eine weitere Zunahme der Spannung. Man spricht in diesem Fall von einer Verfestigung des Materials. Dieser Fall der isotropen Verfestigung wird im dritten Beispiel betrachtet. Erneut steigt die Dehnung zu Beginn linear mit der Zeit an. Für die Spannung bedeutet dies, dass zu Beginn das elastische Verhalten der Feder 1 aufgezeichnet wird. Nach Erreichen von σ_F bestimmt die Parallelschaltung von ST.-VENANT-Körper und Feder 2 das Verformungsverhalten. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm verläuft demnach auch im plastischen Bereich weiterhin linear, jedoch mit einem geringeren Anstieg. Die Fallbeispiele 2 und 3 können auf Basis dieses Verhaltens leicht nachvollzogen werden. Die in Kapitel 8.1 beschriebenen Grundkörper dienen nun als Grundlage zur Beschreibung zeitabhängiger Verformung. Viskoelastisches und viskoplastisches Materialverhalten kann auf diese Weise jeweils über eine Differentialgleichung beschrieben werden. Neben dem Aufzeigen des Materialmodells sollen auch die zugehörigen Differentialgleichungen hergeleitet werden, welche das Spannungsverhalten und das Dehnungsverhalten miteinander in Verbindung setzen. Die Benennung der jeweiligen Grundkörper sowie die Bezeichnung der Materialparameter sind der Dissertation von Meinhard [Meinhard, 1999] entnommen. Verschiedene Quellen nutzen teils unterschiedliche Bezeichnungen der rheologischen Grundkörper. Die Bezeichnungen in [Meinhard, 1999] basieren selbst auf der Kennzeichnung von Reiner [Reiner, 1969]. Da sich die folgenden Schaltbilder aber an den Abbildungen von Meinhard orientieren, sei an dieser Stelle schon direkt auf seine Arbeit verwiesen.

8.2.1 MAXWELL-Körper

Der MAXWELL-Körper (Abbildung 121) besteht aus einer HOOKE'schen Feder, welche mit einem linearen Dämpfer in Reihe geschaltet ist.

Abbildung 121: MAXWELL-Grundkörper nach [Meinhard, 1999, S. 6].

Durch die mathematische Verknüpfung von Spannung und Dehnung wird anstelle der Federsteifigkeit c der Elastizitätsmodul E als Parameter für die lineare Feder verwendet. Daraus folgt dann auch die Verwendung der dynamischen Viskosität η für die Charakterisierung des Dämpferelementes.

Bei einer Reihenschaltung mehrerer Elemente (Anzahl n) gelten folgende Zusammenhänge für Spannung und Dehnung bei Verwendung der Laufvariablen i:

$$\sigma = \sigma_i \text{ und } \varepsilon = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i .$$
 (96)

Folglich lassen sich die Überlegungen aus Gleichung (96) auch auf die zeitlichen Ableitungen übertragen:

$$\dot{\sigma} = \dot{\sigma}_i \quad \text{und} \quad \dot{\varepsilon} = \sum_{i=1}^n \dot{\varepsilon}_i \,.$$
(97)

Bei Verwendung der in Abbildung 119 für beide Teilkörper angegebenen Formeln folgt mit (97) für die Gesamtdehnrate der gezeigten Reihenschaltung:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} + \frac{\sigma}{\eta} \,. \tag{98}$$

Die äquivalente Umformung durch Multiplikation mit der Viskosität η liefert die in [Meinhard, 1999, S. 6] gezeigte Differentialgleichung für den MAXWELL-Körper:

$$\sigma + \frac{\eta}{E}\dot{\sigma} = \eta\,\dot{\varepsilon}\,.\tag{99}$$

Das Fehlen eines ST-VENANT-Körpers lässt direkt erkennen, dass der Maxwell-Körper zur Beschreibung elastisch-viskosen Materialverhaltens verwendet wird. Dieses Verhalten tritt direkt bei Belastung durch eine von außen angreifende Spannung σ auf.

8.2.2 KELVIN-Körper

Statt in Reihe sind Feder und Dämpfer beim KELVIN-Körper parallel angeordnet (Abbildung 122).



Abbildung 122: KELVIN-Grundkörper nach [Meinhard, 1999, S. 6].

In Anlehnung an die bei der Reihenschaltung geltenden Beziehungen seien an dieser Stelle die mathematischen Formulierungen für die Parallelschaltung aufgezeigt. Es gilt:

$$\varepsilon = \varepsilon_i \text{ und } \sigma = \sum_{i=1}^n \sigma_i ,$$
 (100)

sowie

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_i \quad \text{und} \quad \dot{\sigma} = \sum_{i=1}^n \dot{\sigma}_i \,.$$
 (101)

Einsetzen des Hooke'schen Gesetzes und des Dämpfungsgesetzes folgt aus Gleichung (100) für die Differentialgleichung des KELVIN-Körpers (vgl. [Meinhard, 1999, S. 6]):

$$\sigma = E \varepsilon + \eta \dot{\varepsilon} \,. \tag{102}$$

8.2.3 BINGHAM-Körper

Der BINGHAM-Körper beinhaltet neben einem Dämpfer zur Beschreibung zeitabhängigen Materialverhaltens ein parallel geschaltetes ST.-VENANT-Element (Abbildung 123).



Abbildung 123: BINGHAM-Grundkörper nach [Meinhard, 1999, S.6].

Eine Deformation des Systems erfolgt demnach erst nach Überschreiten der kritischen Spannung $\sigma_{\rm F}$. Ein Einsetzen der Fließspannung $\sigma_{\rm F}$ und des Dämpfungsgesetzes in Gleichung (100) führt zur gesuchten Differentialgleichung (vgl. [Meinhard, 1999, S. 6]):

$$\sigma = \eta \,\dot{\varepsilon} + \sigma_{\rm F} \,. \tag{103}$$

8.2.4 JEFFREYS-Körper

Abbildung 124 zeigt den JEFFREYS-Körper. Dabei handelt es sich um eine Parallelschaltung eines Maxwell-Körpers und eines Dämpferelementes. Durch die Kombination dreier Grundkörper ist die Beschreibung komplexeren Werkstoffverhaltens möglich.



Abbildung 124: JEFFREYS-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 7].

Zur Herleitung der Differentialgleichung für das mit dem JEFFREYS-Körper modellierte Materialverhalten bietet es sich an, die beiden parallel geschalteten Schaltstränge unterschiedlich



zu bezeichnen (Index *a* für den MAXWELL-Teilkörper bzw. *b* für den Dämpfer). Zur besseren Übersicht sind diese Bezeichnungen in der Abbildung 125 noch einmal veranschaulicht.

 $\begin{array}{c} a \\ \eta_1 \\ \hline \\ \eta_2 \\ h \end{array} \xrightarrow{\sigma} \varepsilon$

Abbildung 125: JEFFREYS-Körper mit Kennzeichnung der parallel geschalteten Stränge.

Für den MAXWELL-Teilkörper mit dem Index *a* gilt nach Gleichung (99):

$$\sigma_a + \frac{\eta_1}{E} \dot{\sigma}_a = \eta_1 \dot{\varepsilon} \,. \tag{104}$$

Der Dämpfer mit dem Index *b* liefert:

$$\sigma_b = \eta_2 \dot{\varepsilon} \quad \text{bzw.} \quad \dot{\varepsilon} = \frac{\sigma_b}{\eta_2}. \tag{105}$$

Durch die Parallelschaltung von *a* und *b* können nach (100) die Teilspannungen σ_a und σ_b aufsummiert werden. Unter zusätzlicher Verwendung der Ausdrücke in (104) und (105) ergibt sich somit für die Gesamtspannung σ :

$$\sigma = \dot{\varepsilon} \eta_1 - \frac{\eta_1}{E} \dot{\sigma}_a + \eta_2 \dot{\varepsilon} \,. \tag{106}$$

Nun ist noch $\dot{\sigma}_a$ unter Anwendung der Gesetzmäßigkeit in (101) und (102) zu ersetzen. Demnach gilt

$$\dot{\sigma}_a = \dot{\sigma} - \dot{\sigma}_b = \dot{\sigma} - \eta_2 \ddot{\mathcal{E}}, \tag{107}$$

und es ergibt sich die gesuchte Differentialgleichung

$$\sigma = \dot{\varepsilon} \eta_1 - \frac{\eta_1}{E} (\dot{\sigma} - \eta_2 \, \ddot{\varepsilon}) + \eta_2 \, \dot{\varepsilon} \,, \tag{108}$$

welche sich zusammengefasst schreiben lässt als (vgl. [Meinhard, 1999, S. 7])

$$\sigma + \frac{\eta_1}{E}\dot{\sigma} = (\eta_1 + \eta_2)\dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1 + \eta_2}{E}\ddot{\varepsilon}.$$
(109)

Greift eine Kraft bzw. Spannung am gezeigten Modell an, verformen sich neben der Feder auch direkt beide Dämpfer. Man erhält direkt eine viskose Verformung. Somit unterscheidet sich diese Modellvorstellung von dem Verhalten eines Festkörpers, der zu Beginn einer Beanspruchung elastisches Verhalten zeigt. Folglich ist das beschriebene Modell nicht für Festkörper, sondern für Flüssigkeiten gedacht. Den Ausführungen in [Reiner, 1969, S. 162] zur Folge wurde das Modell ursprünglich zur Beschreibung des Materialverhaltens von Bitumen entwickelt.

8.2.5 LETHERISCH-Körper

Schaltet man einen KELVIN-Körper mit einem Dämpfer in Reihe, erhält man den LETHERISCH-Körper (Abbildung 126).



Abbildung 126: LETHERISCH-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 7].

Auch in diesem Fall werden zur besseren Übersicht für die Herleitung der Materialgleichung die beiden Grundkörper mit den Indizes c und d bezeichnet (siehe Abbildung 127).



Abbildung 127: LETHERISCH-Körper mit Kennzeichnung der in Reihe geschalteten Bereiche.

Ebenso wie der zuvor beschriebene JEFFREYS-Körper setzt sich das Schaltbild aus einer Feder und zwei Dämpfer zusammen. Das Modell ist ebenfalls für die Beschreibung von Flüssigkeiten geeignet. Im Übrigen sind die Differentialgleichungen beider Modelle ineinander über-



führbar. Zu der gegenseitigen Überführbarkeit der Modelle äußert sich Reiner ausführlicher in [Reiner, 1969]. Für die Spannungs-Dehnungs-Relation werden die beiden Teile c (KELVIN-Körper) und d zunächst einzeln betrachtet. Für den KELVIN-Grundkörper gilt nach (102)

$$\sigma_c = E \,\varepsilon_c + \eta_1 \,\dot{\varepsilon}_c \,. \tag{110}$$

Die bekannte Gleichung für den Dämpfer mit den gewählten Indizes lautet

$$\sigma_d = \eta_2 \, \dot{\mathcal{E}}_d \,. \tag{111}$$

Die vorliegende Reihenschaltung erlaubt die Aufsummierung der Einzeldehnungen ε_c und ε_d zur Gesamtdehnung ε bzw. die Aussummierung der zeitlichen Ableitungen. Demnach gilt nach (97) und unter Verwendung von (110) und (111):

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_c + \dot{\varepsilon}_d = \frac{\sigma_c}{\eta_1} - \frac{E}{\eta_1} \varepsilon_c + \frac{\sigma_d}{\eta_2}$$
(112)

Die Spannungsgleichheit bei Reihenschaltungen führt zu

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\sigma}{\eta_1} - \frac{E}{\eta_1} \varepsilon_c + \frac{\sigma}{\eta_2} \,. \tag{113}$$

Differenziert man nun die Gleichung (113) nach der Zeit

$$\ddot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_1} - \frac{E}{\eta_1} \dot{\varepsilon}_c + \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2}, \qquad (114)$$

und ersetzt $\dot{\varepsilon}_c$ durch den Ausdruck $\dot{\varepsilon}_c = \dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_d$, ist in der resultierenden Gleichung nur noch die Dehnrate des Dämpfers $\dot{\varepsilon}_d$ durch einen allgemeinen Ausdruck zu beschreiben.

$$\ddot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_1} - \frac{E}{\eta_1} \left(\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_d \right) + \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} \tag{115}$$

Dieser Zusammenhang ist über die Dämpfungsgleichung $\sigma = \eta \dot{\varepsilon}$ bekannt. Diesen Zusammenhang in (115) eingefügt und die Gleichung ausmultipliziert ergibt

$$\ddot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_1} - \frac{E}{\eta_1} \dot{\varepsilon} + \frac{E}{\eta_1} \frac{\sigma}{\eta_2} + \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} \,. \tag{116}$$

Stellt man nun die Gleichung (116) um, mit dem Ziel den Vorfaktor der Spannung σ auf eins zu bringen, erhält man die in [Meinhard, 1999, S. 7] gezeigte Differentialgleichung für den LETHERISCH-Körper:

$$\sigma + \frac{\eta_1 + \eta_2}{E} \dot{\sigma} = \eta_2 \dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1 + \eta_2}{E} \ddot{\varepsilon} . \tag{117}$$

8.2.6 ZENER_{M(AXWELL)}-Körper

Zur Beschreibung des Verformungsverhaltens viskoelastischer Festkörper werden die sog. ZENER-Modelle verwendet. Als erstes wird im Folgenden der ZENER_M-Körper inklusive der relevanten Materialgleichungen diskutiert (Abbildung 128).



Abbildung 128: ZENER_M-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 8].

Aufgebaut ist der Körper durch eine Parallelschaltung eines MAXWELL-Elementes (oberer Strang) mit einer zusätzlichen Feder (unterer Strang), worauf auch die Verwendung des Index im Namen zurückzuführen ist. Wie bei den beiden vorherigen Modellen ist zur besseren Nachvollziehbarkeit das Gebilde in Abbildung 129 namentlich in die zwei Bereiche aufgeteilt.



Abbildung 129: ZENER_M-Körper mit Kennzeichnung der parallel geschalteten Bereiche.

Nach dem HOOKE'schen Gesetz und den bereits aufgestellten Zusammenhängen für den MAXWELL-Körper gilt für die beiden Teile e und f:

$$e) \quad \dot{\varepsilon} \eta_1 = \sigma_e + \frac{\eta_1}{E_1} \dot{\sigma}_e, \tag{118}$$

$$f) \quad \sigma_f = E_2 \varepsilon \,. \tag{119}$$

Durch die parallele Anordnung von e und f ergibt sich die Gesamtspannung σ aus der Summe der Einzelspannungen σ_e und σ_f :

$$\sigma = \sigma_e + \sigma_f = \dot{\varepsilon} \eta_1 - \frac{\eta_1}{E_1} \dot{\sigma}_e + E_2 \varepsilon .$$
(120)

Unter Verwendung der Ausdrücke $\dot{\sigma} = \dot{\sigma}_e + \dot{\sigma}_f$ und $\dot{\sigma}_f = E_2 \dot{\varepsilon}$ in Gleichung (120) folgt

$$\sigma = \dot{\varepsilon} \eta_1 - \frac{\eta_1}{E_1} (\dot{\sigma} - E_2 \dot{\varepsilon}) + E_2 \varepsilon , \qquad (121)$$

was nach weiteren äquivalenten Umformungen (Ausmultiplizieren und Erweitern) auf die in [Meinhard, 1999, S: 8] gezeigte Form gebracht werden kann:

$$\sigma + \frac{\eta_1}{E_1} \dot{\sigma} = E_2 \,\varepsilon + \frac{\eta_1 (E_1 + E_2)}{E_1} \dot{\varepsilon} \,. \tag{122}$$

8.2.7 ZENER_{K(ELVIN)}-Körper

Auf den ZENER_M- folgt der ZENER_K-Körper welcher aus einer Reihenschaltung von KELVIN-Körper (g) und Feder (h) aufgebaut ist, vgl. Abbildung 130 und Abbildung 131.



Abbildung 130: ZENER_K-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 8].



Abbildung 131: ZENER_K-Körper mit Kennzeichnung der in Reihe geschalteten Bereiche.

Für die beiden gekennzeichneten Bereiche der Schaltung gilt nach der Gleichung (102), nach dem HOOKE'schen Gesetz und nach Berücksichtung der Spannungsgleichheit bei Parallelschaltungen:

$$g) \quad \sigma_g = E_1 \varepsilon_g + \eta_1 \dot{\varepsilon}_g = \sigma \,, \tag{123}$$

$$h) \quad \sigma_h = E_2 \,\varepsilon_h = \sigma \,. \tag{124}$$

Es gilt bei der Reihenschaltung bekanntermaßen $\varepsilon = \varepsilon_g + \varepsilon_h$. Unter Verwendung der Gleichungen (123) und (124) folgt:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_1} - \frac{\eta_1}{E_1} \dot{\varepsilon}_g + \frac{\sigma}{E_2} \,. \tag{125}$$

Da ebenfalls $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_g + \dot{\varepsilon}_h$ gilt, kann $\dot{\varepsilon}_g$ in (125) in einem ersten Schritt ersetzt und in einem zweiten Schritt die zeitliche Ableitung des HOOKE'schen Gesetztes $\dot{\varepsilon}_h = \dot{\sigma}/E_2$ eingesetzt werden. Es ergibt sich der differentielle Zusammenhang

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_1} - \frac{\eta_1}{E_1} \dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1}{E_1} \frac{\dot{\sigma}}{E_2} + \frac{\sigma}{E_2}.$$
(126)

Die angegebene Differentialgleichung in [Meinhard, 1999, S. 8] erhält man wieder durch Umstellen von (126) nach der Spannung σ :

$$\sigma + \frac{\eta_1}{E_1 + E_2} \dot{\sigma} = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2} \varepsilon + \frac{E_2 \eta_1}{E_1 + E_2} \dot{\varepsilon} .$$
(127)

8.2.8 BINGHAM-HOOKE-Körper

Als letztes rheologisches Schaltmodell aus [Meinhard, 1999] wird nun der BINGHAM-HOOKE-Körper diskutiert (Abbildung 132), welcher viskoplastisches Materialverhalten beschreibt. Im Gegensatz zum viskoelastischen Materialverhalten tragen in den gezeigten viskoplastischen Modellen manche Elemente erst nach Überschreiten der Fließspannung σ_F zur Gesamtverformung teil. Auf diese Weise wird der klassische Übergang von der Elastizität zu Plastizität bei der Beschreibung von Spannungs-Dehnungs-Verformungen berücksichtigt. Dementsprechend ist die Verformung des ST.-VENANT-Elementes irreversibel.



Abbildung 132: BINGHAM-HOOKE-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 8].

Ist der Betrag der am System angreifenden Spannung σ kleiner als die kritische Spannung σ_F des ST.-VENANT-Elementes, trägt nur die Feder zur Verformung bei und das System verhält sich rein elastisch nach dem HOOKE'schen Gesetz mit $\sigma = E \varepsilon$. Gilt $\sigma > \sigma_F$ tragen alle Elemente zum Verformungsverhalten bei. Zur Bestimmung der Differentialgleichung erfolgt wieder die Aufteilung in zwei Bereiche, in diesem Fall mit *m* und *n* gekennzeichnet, vgl. Abbildung 133.



Abbildung 133: BINGHAM-HOOKE-Körper mit Kennzeichnung der in Reihe geschalteten Bereiche.

Neben $\varepsilon = \varepsilon_m + \varepsilon_n$ bzw. $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_m + \dot{\varepsilon}_n$ gelten folgende Formelausdrücke für den BINGHAM-HOOKE-Körper, siehe (95):

$$m) \quad \sigma_m = \eta \, \dot{\varepsilon}_m + \sigma_F \Rightarrow \dot{\varepsilon}_m = \frac{\sigma_m - \sigma_F}{\eta}, \tag{128}$$

$$n) \quad \sigma_n = E \,\varepsilon_n \Rightarrow \dot{\varepsilon}_n = \frac{\dot{\sigma}_n}{E}. \tag{129}$$

Ein Aufsummieren der Ausdrücke in (128) und (129) und die Berücksichtung der Spannungsgleichheit bei einer Reihenschaltung ergibt schließlich die Differentialgleichung aus [Meinhard, 1999, S. 8] für den Fall $\sigma > \sigma_{\rm F}$:

$$\eta \dot{\varepsilon} + \sigma_{\rm F} = \sigma + \frac{\eta}{E} \dot{\sigma} \,. \tag{130}$$

8.3 Anwendung der rheologischen Modelle auf die Nanoindentation

8.3.1 Ansatz von Menčík

Auf Grundlage der zuvor gezeigten rheologischen Grundelemente liefert Menčík [Menčík et al., 2009] ein rheologisches Modell zur Beschreibung von viskoelastisch-viskoplastischem Materialverhalten von Festkörpern.



Abbildung 134: Rheologisches Modell zur Festkörperbeschreibung [Menčík et al., 2008, S. 320].

Das Modell besteht aus einem linearen Federanteil mit dem Elastizitätsmodul E_0 bzw. der Federnachgiebigkeit C_0 . Ein ST.-VENANT-Element (Fließspannung σ_F) soll veranschaulichen, dass die zeitabhängige Verformung, welche durch den Dämpfer und die beiden KELVIN-Körper erfolgt, erst nach Überschreiten der Fließspannung σ_F eintritt. Zur Beschreibung des Haltebereiches beim Nanoindentationsversuch wird die Fließspannung jedoch grundsätzlich überschritten und der Parameter σ_F geht in die eigentliche Auswertung nicht mit ein. Der lineare Dämpfer wird durch die Viskosität η_v bzw. dessen Kehrwert $c_v = 1/\eta_v$ beschrieben. Die Nachgiebigkeiten C_1 und C_2 sowie die Retardationszeiten τ_1 und τ_2 charakterisieren jeweils die KELVIN-Körper.

Anhand dieses Modells beschreibt Menčík das Kraft-Eindringverhalten für die Haltephase. Die Erarbeitung der mathematischen Formulierung basiert auf dem Ansatz, dass das Eindringverhalten des Indenters von den Einflussgrößen Indentergeometrie (K) und wirkender Belastung $\psi(F, J, t)$ abhängt. Die wirkende Belastung ψ selbst ist wiederum abhängig von der anliegenden Kraft F, der Belastungsgeschichte J und der Belastungsdauer t. So gilt nach [Menčík et al., 2009, S. 320]:

$$f[h(t)] = K\psi(F, J, t) .$$
(131)

Der Geometriefaktor *K* beträgt für die Berkovich-Pyramide nach [Menčík et al., 2009, S. 320]:

$$K = \frac{\pi}{4\tan(\alpha)} , \qquad (132)$$

und ist gültig für die Beschreibung von h^2 .

Die mathematische Formulierung der zeitabhängigen Verformung der KELVIN-Körper erfolgt durch das Integral [Menčík et al., 2009, S. 320]:

$$\psi(t) = R \int_{0}^{t_{R}} J(t-u) du .$$
(133)

Hierbei beschreibt R die notwendig konstante Kraftrate beim Eindringen des Indenters bis zu Beginn der Haltezeit zum Zeitpunkt t_R . Betrachtet werden sollte in diesem Zusammenhang auch die ausführlichere Diskussion des Problems in [Wang et al., 2003].

Für eine unmittelbare Belastung der KELVIN-Körper gibt Menčík auf Seite 320 folgende Gleichung an:

$$J(t) = C_0 + \sum_{j=1}^{2} C_j \left[1 - \exp\left(\frac{-t}{\tau_j}\right) \right].$$
 (134)

Dass eine reale Verformung jedoch nicht unmittelbar erfolgt und daher immer eine gewisse Belastungszeit t_R vorliegt, muss in der Gleichung berücksichtig werden. Dies geschieht durch den Faktor ρ_j :

$$\rho_{j} = \left(\frac{\tau_{j}}{t_{R}}\right) \left[\exp\left(\frac{t_{R}}{\tau_{j}}\right) - 1 \right].$$
(135)

Zusätzlich gilt es noch den linearen Dämpfer zu berücksichtigen. Dessen J(t)-Gleichung lautet nach [Menčík et al., 2009, S. 321]:

$$I(t) = c_v t . aga{136}$$

Folgt man Menčíks Ausführungen weiter, ergibt sich eine Gleichung, welche das Quadrat der Eindringtiefe mit der Haltezeit in Verbindung bringt. Dabei wirkt zur gesamten Haltezeit die konstant angreifende Kraft F. Die in [Menčík et al., 2009, S. 321] angegebene Formel lautet:

$$h(t)^{2} = F K \left\{ C_{0} + c_{v} \left(t - t_{R}/2 \right) + \sum_{j=1}^{2} C_{j} \left[1 - \rho_{j} \exp\left(\frac{-t}{\tau_{j}}\right) \right] \right\}.$$
(137)

Es wird in Gleichung (137) noch $B = C_0 - c_v t - (C_1 + C_2)$ und $D_{1;2} = C_{1;2} \rho_{1;2}$ eingeführt und die sich ergebene Grundgleichung für die anschließende Auswertung lautet:

$$h(t)^{2} = F K \left\{ B + c_{v} t - \sum_{j=1}^{2} D_{j} \left[\exp\left(\frac{-t}{\tau_{j}}\right) \right] \right\}.$$
(138)

Durch das Einführen von *B* und *D* reduzieren sich die unbekannten Größen in Gleichung (138) auf die Variablen B, c_v, D_1, D_2, τ_1 und τ_2 .

Die Auswertung der Messungen erfolgt anhand des in [Menčík et al., 2009, S. 322] angegebenen Schemas und gliedert sich in die folgenden vier aufeinander aufbauenden Punkte:

1) Anpassung der freien Materialparameter $B, c_v, D_1, D_2, \tau_1, \tau_2$ anhand der Gleichung (138) zur Erlangung einer Übereinstimmung aus den berechneten Werten und den experimentellen Daten.

Die Anpassung erfolgt mit Hilfe der Excel-Solver-Funktion zur numerischen Optimierung auf Basis des NEWTON-Verfahrens. Die für eine erfolgreiche Anpassung notwendigen Startwerte müssen zuvor manuell ermittelt werden. Es zeigt sich jedoch recht schnell, welchen Einfluss eine Parameter-Veränderung auf die Lage der Kurve hat, so dass ausreichend gute Startwerte relativ einfach gefunden werden können Ein Beispiel für diese Vorgehensweise liefert der Screenshot in der Abbildung 135.



17	A	в	C	D	E	F	G	н	ī	1	K L	M	N
1	Haltezeit t	Eindringtiefe zum Quadrat		berechnet	Fehlerquadrat	Abweichung %		Fhalt	18,639928				
2	2,076	172025,043		170229,78	0,00010891	1 -1,043605246			1.000				
3	2,576	173363,339		170629,73	0,00024863	2 -1,576806914		8	33600				
4	3,076	174024,4037		171004,99	0,00030104	1 -1,735053955		cv	10				
5	3,576	174214,1683		171357,26	0,00026892	2 -1,639882642		D1	700				
6	4,076	174430,2871		171688,15	0,00024713	-1,572051716		taul	6				
7	4,576	174488,9683		171999,14	0,00020361	1 -1,426923431		D2	800				
8	5,076	174784,0835		172291,61	0,00020335	6 -1,426030712		tau2	10				
9	5,576	175105,7495		172566,82	0,000210	495000						4	
10	6,076	174638,8011		172825,96	0,000107	105000						- 4	
11	6,576	174671,2465		173070,13	8,402388								
12	7,076	174546,0969		173300,35	5,093798	N			1.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2	in the second	*	- 3	
13	7,576	175183,1005		173517,56	9,039168	180000	-		- municipality			- 1	
14	8,076	175399,8201		173722,64	9,14338	<u>+</u>		harmon	MUTUT				
15	8,576	175774,7533		173916,4	0,000111	fe		-inter-				- 2	
16	9,076	176757,3673		174099,62	0,000226	. <u></u>		1					
17	9,576	176869,303		174272,99	0,000215	5 1/5000	1	N/				4	
18	10,076	176452,8106		174437,16	0,000130	.=		1				1.1	[%
19	10,576	176908,1707		174592,75	0,000171	50	1		1				2
20	11,076	176359,626		174740,33	8,430558	Ĕ ⊂ 170000	1		the market	the.		0	Ъ.
21	11,576	176656,3182		174880,41	0,000101	ΞE		All IN Low	un all man - 4	1 million			Ē
22	12,076	176794,65		175013,5	0,000101			A Martin					e .
23	12,576	176880,162		175140,05	9,678271	H	E	UN.					14
24	13,076	177336,0729		175260,48	0,000136	165000		1					
25	13,576	176734,0109		175375,19	5,911348	a	V				Magauna		
26	14,076	176819,5082		175484,55	5,700048	q					wessung	-	2
27	14,576	176957,9039		175588,9	5,98518	160000				-	 Optimierung 		
28	15,076	177228,6363		175688,56	7,551198	ă 10000					Echlor		3
29	15,576	177579,0295		175783,84	0,000102	S.C.					remen		
30	16,076	177108,7928		175875	4,85298								
31	16,576	177459,0684		175962,32	7,11388	155000	+						1
32	17,076	177041,8817		176046,03	3,164028		0		50	4	00	150	
33	17,576	177259,7468		176126,35	4,088288		0		Haltera	+ [e] '		150	
24	10.076	177107 2107		176303 51	1 602676				naiteze	LIS			1 41 0243 4

Abbildung 135: Excel-Screenshot zur Veranschaulichung der Optimierung.

In der Spalte A ist die gemessene Haltezeit eingetragen. Die Spalte B beinhaltet die korrespondierenden gemessenen Eindringtiefen während der Haltezeit, jedoch bereits quadriert. In der markierten Spalte D sind die zum jeweiligen Zeitpunkt mit Gleichung (138) berechneten Werte der Eindringtiefe eingetragen. Ziel des ganzen Verfahrens ist es, eine möglichst genaue Übereinstimmung zwischen den Werten in den Spalten B und D zu erzeugen. Dazu wird das Prinzip der Summe der kleinsten Fehlerquadrate angewendet. Die Summe der in der Spalte E eingetragenen einzelnen Fehlerquadratwerte soll somit möglichst klein werden, im idealen Fall theoretisch sogar null. Für eine erfolgreiche Berechnung sind geeignete Startwerte anzugeben. Dies geschieht mit Hilfe des Diagramms in der Abbildung 135. Die blaue Kurve beschreibt die quadrierten Eindringtiefewerte aus der Messung und die gestrichelte rote Linie zeigt die berechneten Werte. Die gelb hinterlegten veränderlichen Parameter werden so lange manuell verändert, bis eine ausreichend gute Übereinstimmung zwischen Messung (blau) und Optimierung (rot-gestrichelt) gefunden ist. Dies ist in der Abbildung 135 zu sehen. Es folgt die eigentliche Optimierung, welche eine exaktere Lösung für die Parameter berechnet und somit eine optimierte Kurvenform ausgibt. Der analog zur Abbildung 135 optimierte Verlauf ist inkl. der optimierten Werte (gelb hinterlegt) in der Abbildung 136 zu sehen.



Abbildung 136: Excel-Screenshot mit optimiertem Verlauf.

2) Im zweiten Auswerteschritt werden jetzt auf Grundlage der optimierten Parameter die Werte für ρ_1 und ρ_2 anhand des zuvor gezeigten mathematischen Ausdrucks berechnet. Anschließend können C_1 und C_2 bestimmt werden.

3) Durch Umstellen des Zusammenhanges $B = C_0 - c_v t - (C_1 + C_2)$ wird anschließend die Nachgiebigkeit C_0 der Feder ermittelt.

4) Der Zusammenhang zwischen der Nachgiebigkeit C_0 und dem Elastizitätsmodul der Feder E_0 wird über die folgende Formel [Menčík et al., 2009, S. 324] angegeben:

$$C_0 = \frac{4\tan(\alpha)}{\pi} \frac{1}{E^*} \left(\phi \sqrt{\frac{E^*}{H}} + \xi \sqrt{\frac{H}{E^*}} \right)^2.$$
(139)

Die Werte für die konstanten Faktoren betragen nach den Untersuchungen in [Malzbender et al., 2000, S. 1210] $\phi = 0,202$ bzw. $\xi = 0,638$. Unter Verwendung eines bekannten oder ermittelten Wertes für die Härte *H* ist somit im letzten Schritt der reduzierte E-Modul bestimmbar.

Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

8.3.2 Durchführung und Ergebnisse der Auswertung nach Menčík

Die Gleichung (138) stellt die Grundgleichung für dier hier vorgenommenen Auswertungen dar. Ein Einflussparameter ist u. a. die Belastungszeit t_R bis zum Erreichen der Haltephase. Eine schnelle Belastung entspricht am ehesten der idealisierten unmittelbaren Belastung und ist daher zu bevorzugen. Um den Einfluss der Belastungszeit in den Auswertungen zu berücksichtigen, werden erneut Nanoindentationsversuche an den drei bereits bekannten Materialien Fused Silica, Cu-HCP und Sn42Bi58 durchgeführt. Für jedes Material ergeben sich jeweils 5×10 Messungen. Die Belastungsraten nehmen fünf verschiedene Werte an, um den Einfluss eines langsam bzw. schnell eindringenden Indenters zu berücksichtigen. Die Belastungsraten betragen für die drei Materialien jeweils 0,2; 0,7; 2,5; 9,0 und 13,4 mN/s. Der angegebene Höchstwert von 13,4 mN/s ist die größtmögliche einzustellende Eindringrate am Nanoindenter und wird im Programm als "abrupt loading" bezeichnet. Die Haltezeit ist bei allen Messungen konstant und beträgt 100 s.

Neben den zusammengefassten Ergebnissen für E-Modul und Viskosität in Form von Säulendiagrammen, vgl. die Abbildungen 138, 139, 141, 142, 144 und 145, ist für jeden Werkstoff noch exemplarisch eine Optimierungskurve gezeigt, vgl. die Abbildungen 137, 140 und 143. Diese Kurven zeigen jeweils eine Messung mit einer Belastungsrate von 9,0 mN/s. Eine Diskussion erfolgt im Anschluss an die gezeigten Ergebnisse.



Abbildung 137: Beispiel für die Optimierung an Fused Silica mit 9,0 mN/s Belastungsrate.


Abbildung 138: Ermittelte E-Modul-Werte für Fused Silica aus der Optimierung. Literaturwert aus [Beake, Smith, 2002, S. 2184].



Abbildung 139: Ermittelte Viskositäts-Werte für Fused Silica aus der Optimierung.



Abbildung 140: Beispiel für die Optimierung an Cu-HCP mit 9,0 mN/s Belastungsrate.



Abbildung 141: Ermittelte E-Modul-Werte für Cu-HCP aus der Optimierung. Literaturwert aus [Kupferinstitut, 2005, S. 4].



Abbildung 142: Ermittelte Viskositäts-Werte für Cu-HCP aus der Optimierung.



Abbildung 143: Beispiel für die Optimierung an Sn42Bi58 mit 9,0 mN/s Belastungsrate.



Abbildung 144: Ermittelte E-Modul-Werte für Sn42Bi58 aus der Optimierung. Literaturwert aus [Lau et al., 2008, S. 14].



Abbildung 145: Ermittelte Viskositäts-Werte für Fused Silica aus der Optimierung.

Die exemplarischen Diagramme zeigen jeweils sehr gute Übereinstimmungen zwischen den Messkurven und den optimierten Funktionen. Die dargestellten Fehlerwerte bewegen sich i. d. R. in einem Bereich unter $\pm 1\%$ und sind daher zu vernachlässigen.



Es kann zusammenfassend festgehalten werden, dass das genutzte Verfahren das Kriechverhalten unterschiedlichster Werkstoffe sehr gut nachbilden kann. Die Güte der ermittelten E-Modul-Werte zeigt jedoch die Grenzen des Modellansatzes auf. Lediglich die *E*-Werte für Fused Silica bei sehr hohen Belastungsraten stimmen gut mit dem gezeigten Literaturwert überein. Für Cu-HCP und Sn42Bi58 sind enorme Abweichungen festzustellen, wodurch direkt erkennbar ist, dass das Verfahren auf die beiden letztgenannten Werkstoffe nicht anwendbar ist. Dies resultiert aus dem sehr unterschiedlichen Kraft-Eindringverhalten der Werkstoffe. Aus diesem Grund ist in der Abbildung 146 für jeden der drei Werkstoffe eine exemplarische Kraft-Eindringtiefe-Kurve gezeigt.

Gute Ergebnisse für alle drei Materialien werden bei der Bestimmung der dynamischen Viskosität erzielt, welcher als zeitabhängiger Verformungsparameter in die rheologische Gleichung eingeht. Angaben für die Viskosität von Festkörpern findet man jedoch nur bedingt in der Literatur, da dieser Materialkennwert im täglichen Gebrauch selten Verwendung findet. Lediglich für Quarzglas konnten Vergleichswerte gefunden werden. In diesem Zusammenhang ist zu erwähnen, dass in der Literatur [Vannoni et al., 2010, S. 5122] Werte von $5,7 \cdot 10^{20}$ mPas bzw. $9,2 \cdot 10^{20}$ mPas ermittelt wurden. Trotz einer Abweichung der Größenordnung 10^3 sind die in dieser Arbeit ermittelten Werte positiv zu bewerten. Vor allem hinsichtlich des sehr geringen Kriechverhaltens von Fused Silica ist dies anzumerken, da der ausgewertete Versuch mit einer Haltephase von 100 s in Bezug auf die hohe Zähigkeit sehr kurz ausfällt. Setzt man die Viskosität eines Werkstoffs mit dessen Schmelztemperatur in Verbindung, ist es zusätzlich möglich, die bestimmten Viskositätswerte der weiteren Werkstoffe zumindest einzuschätzen. Mit geringerer Schmelztemperatur ist eine geringere Viskosität bei Raumtemperatur zu erwarten, was den gezeigten Ergebnisdiagrammen auch zu entnehmen ist.



Abbildung 146: Exemplarische Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 9 mN/s Belastungsrate.

Die drei gezeigten Kurven haben ein sehr unterschiedliches Verformungsverhalten. Bei der Fused Silica Probe ist ein sehr großer Teil der gesamten Eindringtiefe der elastischen Verformung zuzuordnen. Dies zeigt sich vor allem an dem großen Rückgang der Eindringtiefe während der Entlastung. Dieser elastische Anteil ist bei den beiden anderen Materialien relativ gering. Die Berechnung der elastischen Parameter anhand des hier verwendeten Modellierungsansatzes eignet sich demnach nur für Materialien, deren elastisch-plastische Verformung vom elastischen Verhalten dominiert wird. Auswertungen nach diesem Ansatz sind daher für Lotwerkstoffe und generell für stark kriechende Materialien mit großen Unsicherheiten behaftet.

Die hier gezeigten Auswertungen basieren auf dem in der Abbildung 134 gezeigten Ersatzmodell mit zwei KELVIN-Körpern. Es bleibt zu diskutieren, inwiefern eine Modifikation dieses Modells exaktere Ergebnisse für Materialien mit einem erhöhten plastischen Verformungsanteil liefern kann. Die von Menčík [Menčík et al., 2009] bereits gezeigten möglichen Modelländerungen sind an dieser Stelle jedoch noch nicht in aller Ausführlichkeit getestet. Erste Ergebnisse zeigen für Cu-HCP und Sn42Bi58 jedoch keine Verbesserungen in den Werten.

Menčík's Modell ist zudem nicht in der Lage plastische Materialkonstanten, wie etwa die Fließspannung $\sigma_{\rm F}$, zu bestimmen. Die Berücksichtigung des ST.-VENANT-Elementes in der Abbildung 134 soll nur veranschaulichen, dass es sich bei der Materialverformung während





des Eindringverhaltens um eine plastische Verformung handelt. Beim Kontakt des Indenters mit der Probenoberfläche wird die Fließspannung direkt überschritten. Das ST.-VENANT-Element beeinflusst demnach nicht die rheologische Beschreibung des Materialverhaltens.

Zusammenfassung

Die Nanoindentation ist ein gängiges und weit verbreitetes Messprinzip in der Materialforschung. Dabei handelt es sich um eine modifizierte Variante der klassischen instrumentierten Eindringprüfung. Durch die geringen Kräfte und Abmessungen des Eindringkörpers kann dieses Verfahren auf kleinste Strukturen mit Abmessungen im Submikrobereich angewendet werden. Charakteristisch für die instrumentierte Eindringprüfung ist die Aufzeichnung des gesamten Belastungsverlaufes. Neben dem Härtewert, der als grundlegende Größe aus einem Eindringversuch ermittelt wird, erlaubt dieses Verfahren weitere Materialkenndaten zu bestimmen. Dazu zählt vor allem der Elastizitätsmodul. Am Lehrstuhl für Kontinuumsmechanik und Materialtheorie (LKM) der Technischen Universität Berlin ist der Nanoindenter bereits seit einigen Jahren erfolgreich im Einsatz. Zur Einführung in die Thematik und in die Anwendungsgebiete der Nanoindentation werden zu Beginn die Grundlagen der Härtemessungen ausführlich erläutert. In diesem Zusammenhang werden die gängigsten Härtemessverfahren anschaulich beschrieben und die zur Messdurchführung und Messdatenauswertung erforderlichen Annahmen und Gleichungen präsentiert.

Im Rahmen der gezeigten Arbeit wird jedoch ein weiterer Schritt bzgl. der Flexibilität des Nanoindentationssystems gemacht. Der vorhandene Grundaufbau wird um eine Heizvorrichtung erweitert und erlaubt dadurch, Messungen zwischen Raumtemperatur und +500°C durchzuführen. Messungen bei erhöhter Temperatur erfordern eine grundlegende Untersuchung der tatsächlichen Indentationstemperatur auf der Probenoberfläche. Dazu werden im Rahmen der Arbeit Temperaturmessungen mittels Wärmebildkamera und Thermoelementen gezeigt und diese zusätzlich mit Finite-Element-Simulationen verglichen. Auf diese Weise soll eine allgemeine materialspezifische Aussage über die Oberflächentemperaturen in Abhängigkeit der vom Benutzer vorgegebenen Werte getroffen werden.

Es schließen sich erste temperaturbeeinflusste Indentationen am Kalibriermaterial Fused Silica an. Auf diese Weise kann die Güte und Reproduzierbarkeit der Messungen analysiert werden. Die mittels der Nanoindentation als Funktion der Temperatur ermittelten Elastizitätsmodulwerte zeigen dabei sehr gute Übereinstimmungen mit mehreren Referenzangaben. Weiterhin folgen erfolgreiche temperaturabhängige Messungen am Werkstoff Cu-HCP. Da sich das LKM bereits seit Jahren mit der materialtheoretischen Untersuchung von Lotwerkstoffen aus der Elektronikbranche beschäftigt, wird das temperaturabhängige Nanoindentationsverfahren weiter auf die zwei blei- und silberfreien Lotwerkstoffe Sn42Bi58 und Sn91Zn9 angewendet. Diese niedrig schmelzenden Lotlegierungen neigen zu einer erhöhten zeitabhängigen plastischen Verformung. Dieses sog. stark temperaturabhängige Kriechverhalten wird bei den genannten Materialien jedoch auch schon bei Raumtemperaturmessungen beobachtet. Durch diese zeitabhängige Materialverformung verändert sich die Form der aufgezeichneten Messkurve und erschwert die automatisierte Auswertung des Nanoindenters, welche sich auf wich-



tige Annahmen hinsichtlich einer charakteristischen Kraft-Eindringtiefe-Kurve stützt. Zur Vermeidung dieser Effekte zeigt sich, dass u. a. eine Verlängerung der Haltezeit bei konstanter Eindringkraft, welche bei jeder Versuchsdurchführung zwischen Be- und Entlastung erfolgt, einen positiven Einfluss auf die Kurvenform und dementsprechend auf die Auswerteergebnisse besitzt. Auf Basis dieser Erkenntnisse werden die mittels des modifizierten Verfahrens ermittelten Materialdaten für die beiden Lote präsentiert und Richtwerte für die Haltezeiten bei der Messdurchführung angegeben.

Neben den Werten für Härte und Elastizitätsmodul geht die Forschung den Weg der erweiterten Auswertung von Nanoindentationsversuchen. Dabei wird die Frage diskutiert, inwieweit das Verfahren geeignet ist, neben den genannten elastischen Parametern auch plastische bzw. viskose Kennwerte zu ermitteln. Dazu wird in der Arbeit ein Verfahren aus der Literatur [Dao et al., 2001] auf die eigenen Messungen angewendet und bzgl. der Auswertungsvorgehensweise und Methodik teilweise modifiziert. Anhand dieser Auswertungsprozedur ist es möglich, für die Lotwerkstoffe neben den E-Modul und Härtewerten, gute Abschätzungen für die plastischen Kennwerte Fließspannung und Verfestigungsexponent zu erzielen. Darüber hinaus ergeben sich auch gute Werte für den industriell weit verbreiteten Aluminiumwerkstoff AA6016T4. Zukünftige Forschungsarbeiten in diese Richtung könnten dazu führen, die Auswertungsmöglichkeiten weiter zu optimieren sowie das gezeigte Verfahren evtl. zu automatisieren und auf eine größere Anzahl Werkstoffe auszuweiten.

Die bereits oben angesprochene Kriechneigung ist zum Abschluss Inhalt eines Ausblicks für eine ebenfalls erweiterte Auswertung mittels rheologischer Modelle. Feder-Dämpfer-Ersatzmodelle werden in der Materialforschung oft zur theoretischen Beschreibung von Materialverformungsverhalten verwendet. Aus diesem Grund werden die rheologischen Grundkörper übersichtlich präsentiert und die entstehenden differentiellen Spannungs-Dehnungs-Gleichungen für Schaltungen aus zwei und drei Grundkörpern hergeleitet. Die Anwendung dieser Ersatzsysteme auf die Nanoindentation wird u. a. in [Menčík et al., 2009] diskutiert. Die in der genannten Arbeit entwickelten Gleichungen und Analyseschritte setzten gewisse Ansprüche an die Belastungszeit voraus. Aus diesem Grund wird erneut eine Vielzahl an Messungen durchgeführt und ausgewertet. Die Auswertungen betrachten dabei ausschließlich die Haltephase, also den Kriechbereich der Messkurve. Die vorgestellten Gleichungen bzw. die in den Gleichungen einfließenden Materialparameter müssen im Rahmen der Auswertung variiert werden, bis die theoretische Beschreibung der Kriechkurve mit der experimentellen Messkurve möglichst gut übereinstimmt. Dieses Optimierungsproblem wird auch als inverse Analyse bezeichnet. Dabei ist u. a. der Elastizitätsmodul ein anzupassender Parameter. Bei der Auswertung zeigt sich, dass für Materialien mit einem hohen elastischen Anteil an der Gesamtverformung die inverse Rechnung sehr gute Ergebnisse hinsichtlich des E-Moduls liefert. Für Kupfer und SnBi-Lot, welche nur einen geringen elastischen Verformungsanteil aufweisen, ist das Verfahren mit dem hier genutzten Ersatzmodell ungeeignet. Der Kombina-





tion von Feder- und Dämpferelementen sind theoretisch jedoch keine Grenzen gesetzt. Es muss zukünftig erarbeitet werden, welche rheologischen Schaltungen am ehesten geeignet sind, ein erhöhtes plastisches Materialverhalten ausreichend genau zu beschreiben.



Verzeichnis der Formelsymbole

Formelzeichen	Maßeinheit	Bezeichnung
α	[-]	Materialkonstante in der Fit-Funktion der Eindringtiefe
β	[-]	Faktor der Indentergeometrie
γ_1, γ_2	[N/m ²]	Elastizität im rheologischen Modell zur Viskoelastizität
δ	[m]	Verschiebung bei der HERZ'schen Kontakttheorie
δ_{ij}	[-]	KRONECKER-Symbol
ε	[-]	Geometriefaktor
Ė	[1/s]	Dehnrate
\mathcal{E}_{ij}	[-]	Dehnungstensor
${\cal E}_{el},{\cal E}_{pl}$	[-]	elastische bzw. plastische Dehnung
λ	[N/m ²]	Lamé'sche Konstante
μ	[N/m ²]	Lamé'sche Konstante
η	[Pas]	dynamische Viskosität
π	[-]	Kreiszahl
ν	[-]	Querkontraktionszahl
$\sigma_{_{ij}}$	[N/m ²]	Spannungstensor
$\sigma_{ m F}$	[N/m ²]	Fließspannung
$\sigma_{\scriptscriptstyle 0,033}$	[N/m ²]	charakteristischer Spannungswert
$\sigma_{_0}$	[N/m ²]	konstant wirkende Spannung
$\sigma_{\scriptscriptstyle HY}$	[N/m ²]	hydrostatischer Druckanteil
$\sigma_{\scriptscriptstyle W}$	[N/m ²]	wahre Spannung
Π_i	[-]	dimensionslose Funktion
a	[m]	Kontaktradius beim HERZ'schen Kontakt



A_0	[m ²]	Ausgangsquerschnitt
$A_{\rm E}, A_{\rm KON}$	[m ²]	Eindruckoberfläche, Kontaktfläche
$A_{ m PRO}$	[m ²]	projizierte Eindruckfläche
В	[1/s]	Materialkonstante im Kriechgesetz
В	[N]	Fit-Parameter zur Beschreibung des Eindringverhaltens
С	[N/m]	Federkonstante
C _v	[1/Pas]	Kehrwert der Viskosität
С	[N/m]	Gesamtsteifigkeit des Nanoindentersystems
$C_0 - C_i$	[m ² /N]	Federnachgiebigkeit im rheologischen Modell bei Menčík
C_P, C_R	[N/m]	Probennachgiebigkeit, Rahmennachgiebigkeit
d, D	[m]	Kugeldurchmesser
D_1	[-]	Fitparameter zur Bestimmung der projizierten Fläche
D_2	[m]	Fitparameter zur Bestimmung der projizierten Fläche
D_3	[m ²]	Fitparameter zur Bestimmung der projizierten Fläche
E	[N/m ²]	Elastizitätsmodul, E-Modul
\overline{E}^{*}	[N/m ²]	reduzierter bzw. effektiver E-Modul
F	[N]	Kraft
$F_{\rm max}$	[N]	maximale Kraft
G	[N/m ²]	Schubmodul
HN	[N/m ²]	Nanoindentationshärte
h	[m]	Eindringtiefe
$h_{\rm e}$, $h_{\rm f}$, $h_{ m max}$	[m]	elastische, finale, maximale Eindringtiefe
k	[Ns/m]	Dämpferkonstante
n	[-]	Verfestigungsexponent



p(r)	[N/m ²]	Druckverteilung
p_0	[N/m ²]	konstanter Druck
Q	[J/mol]	Aktivierungsenergie
r	[m]	Ortsvariable
R	[J/(mol K)]	universelle Gaskonstante
R_m	[N/m ²]	Zugfestigkeit
R, R_1, R_2	[m]	Kugelradien beim HERZ'schen Kontakt
S	[N/m]	Steigung zu Beginn der Entlastungskurve
Т	[K, °C]	Temperatur
$T_{\rm HOM}$	[-]	homologe Temperatur
T_E, T_S	[K]	Einsatztemperatur, Schmelztemperatur
t	[s]	Zeit
t_R	[8]	Belastungszeit
<i>U</i> _i	[m]	Verschiebungsvektor
x	[m]	Wegkoordinate
<i>x</i>	[m/s]	Verformungsgeschwindigkeit



Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Anwendungsbeispiele für elektromechanische Mikrosystemtechnik [Ballas et al., 2009,
S. 6]
Tabelle 2: Kostenübersicht für Lotlegierungen pro kg [Abtew, Selvaduray, 2000, S. 101]
Tabelle 3: Parameter der Härteprüfung nach BRINELL [Seidel, 2007, S. 334-335]
Tabelle 4: Parameter der Härteprüfung nach ROCKWELL [Seidel, 2007, S. 339] 10
Tabelle 5: Parameter der Härteprüfung nach MARTENS [Seidel, 2007, S. 341]15
Tabelle 6: Geometriefaktor ε für verschiedene Eindringkörper [Fischer-Cripps, 2004, S. 6] 28
Tabelle 7: Unkorrigierte Messergebnisse für acht Messungen an Fused Silica
Tabelle 8: Soll- und Ist-Temperatur gemessen an Fused Silica und Cu-HCP
Tabelle 9: Materialdaten der Simulation [El-Tarchichi, 2011, S. 9]
Tabelle 10: Temperaturwerte aus Messung (TE) und Simulation (FEM) an Fused Silica, SnBi und
SnZn nach [El-Tarchichi, 2011, S. 41 und 42]68
Tabelle 11: Übersicht der Probenwerkstoffe
Tabelle 12: Parameter f Generation of the second
Tabelle 13: Messtemperaturen f Fused Silica. 77
Tabelle 14: Parameter f
Tabelle 15: Messtemperaturen für Cu-HCP. 81
Tabelle 16: Parameter f
Tabelle 17: Messtemperaturen für Sn42Bi58. 85
Tabelle 18: Parameter f í í
Tabelle 19: Messtemperaturen f ür Sn91Zn9. 91
Tabelle 20: Vergleich der Kriechkurven für Sn42Bi58 und Sn91Zn9 (Haltezeit 40 s ab 800 nm) 94
Tabelle 21: Empfohlene Haltezeiten für verschiedene Materialien [Chudoba, Richter, 2001, S. 195]. 96
Tabelle 22: Messtemperaturen und Haltezeiten für die 2. Messreihe an Sn42Bi58 und Sn91Zn9 96
Tabelle 23: Berechnung des E-Modul-Mittelwertes aus den Literaturangaben
Tabelle 24: Für die Auswertung genutzte Werte des reduzierten E-Moduls
Tabelle 25: Literaturwerte f ür AA6016T4. 126
Tabelle 26: Literaturwerte f ür Sn42Bi58. 126
Tabelle 27: Eingangsparameterkombinationen f ür AA6016T4. 127
Tabelle 28: Eingangsparameterkombinationen für Sn42Bi58 127
Tabelle 29: Ermittelte Werte für B für AA6016T4 128
Tabelle 30: Ermittelte Werte für B für Sn42Bi58 135

2

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Beispiele für Mikrosystembauteile [FI-SCH, 2012]
Abbildung 2: Prinzip der Härteprüfung nach BRINELL nach [Seidel, 2007, S. 334]7
Abbildung 3: Prüfprinzip der Härteprüfung nach ROCKWELL [Seidel, 2007, S. 338-339]9
Abbildung 4: Prinzip der Härteprüfung nach VICKERS [Seidel, 2007, S. 336] 11
Abbildung 5: VICKERS-Pyramide [Fischer-Cripps, 2004, S. 192]
Abbildung 6: Prinzipielles Vorgehen bei der MARTENS-Härtemessung (links) mit typischem
KraftEindringtiefe-Verlauf (rechts) [Seidel, 2007, S. 340]
Abbildung 7: Schematische Darstellung des elastischen Kontakts nach Hertz [Johnson, 1985, S. 88].16
Abbildung 8: Charakteristische Kraft-Eindringtiefe-Kurve mit gekennzeichneter Entlastungssteigung
nach [Oliver, Pharr, 1992, S. 1573]
Abbildung 9: Ideale Indentation mir Kugelindenter zur Beschreibung der projizierten Eindringfläche.
Abbildung 10: Schematische Darstellung des Indentationsvorgangs nach [Doerner, Nix, 1986, S. 602].
Abbildung 11: Model der plastischen a), elastischen b) und zusammengesetzten elastisch-plastischen
Indentation c) nach [Loubet et al., 1986, S. 80]
Abbildung 12: Kraft-Eindringkurven von Aluminium (links) und Silizium (rechts) [Doerner, Nix,
1986, S. 603]
Abbildung 13: Schematische Darstellung der Indentation mit charakteristischen Größen zur
Auswertung nach [Oliver, Pharr, 1992, S. 1573]27
Abbildung 14: Veranschaulichung der Vorgehensweise zur Bestimmung der Auswerteparameter
anhand einer exemplarisch ausgewählten Indentationsmessung
Abbildung 15: Typische Zugprobengeometrie (links) und schematische Darstellung des linear
elastischen Bereiches der Spannungs-Dehnungs-Kurve (rechts) nach [Müller, Ferber, 2008,
S. 118]
Abbildung 16: Repräsentatives Volumenelement mit eingetragenen Spannungs- und
Normalenvektoren nach [Mang, Hofstetter, 2000, S. 42]
Abbildung 17: Rheologisches ZENER _K -Materialmodell nach [Mālmeisters et al., 1977, S. 163] 34
Abbildung 18: Zeitabhängiges elastisches Materialverhalten nach [Müller, Müller, 2009, S. 370] 36
Abbildung 19: Schematische Spannungs-Dehnungs-Kurve bis zum Bruch der Probe nach [Gummert,
Reckling, 1986, S. 270]
Abbildung 20: Ingenieursspannung und wahre Spannung als Funktion der plastischen Dehnung nach
[Häse, 2006, S. 18]
Abbildung 21: Veranschaulichung der isotropen und kinematischen Verfestigung [Doege, Behrens,
2010, S. 160]

Abbildung 22: Spannungs-Dehnungs-Diagramme zur isotropen (links) und kinematischen
Verfestigung (rechts) [Esocaet, 2012]
Abbildung 23: Kriechstadien unter konstanter Last nach [Rösler et al., 2008, S. 384]
Abbildung 24: Schematischer Aufbau des Systems NanoTest TM nach [Narain, 2003]
Abbildung 25: BERKOVICH-Indenter [Fischer-Cripps, 2004, S. 191]
Abbildung 26: Erweiterter Nanoindenter (links) und schematischer Aufbau der Hot-Stage (rechts)
[Müller, Worrack, 2009, S. 65] 47
Abbildung 27: Schematische Vorgehensweise bei der Kraftkalibrierung
Abbildung 28: Schematische Darstellung der Kraftwirkungen bei der Kalibrierung (links) und beim
Indentationsvorgang (rechts)
Abbildung 29: Schematische Darstellung von Kraft über Spulenstrom bei der Kraftkalibrierung 50
Abbildung 30: Schematische Vorgehensweise bei der Wegkalibrierung
Abbildung 31: Spannungssignal zur Wegkalibrierung
Abbildung 32: Aufbau der Wheatstoneschen Messbrücke nach [Hoffmann, 1987, S. 140]
Abbildung 33: Steifigkeit aufgetragen über der Wurzel der projizierten Eindringfläche für eine ideale
Indentergeometrie
Abbildung 34: Ursprüngliche und korrigierte Kraft-Eindringkurve [Micro-Materials, 2011, S. 5] 56
Abbildung 35: Softwareanzeige nach Bestimmung der Rahmennachgiebigkeit
Abbildung 36: Projizierte Fläche als Funktion der korrigierten Kontakttiefe [Micro-Materials, 2011,
S. 9]
Abbildung 37: Messaufbau zur Temperaturmessung (links) mit Foto der Bohrung auf der Stirnseite
(rechts) zur Befestigung des zusätzlichen Thermoelements [Müller, Worrack, 2009, S. 65] 59
Abbildung 38: Soll-Ist-Temperaturvergleich an Fused-Silica-Probe
Abbildung 39: Soll-Ist-Temperaturvergleich an Cu-HCP-Probe
Abbildung 40: Temperaturabweichungen zwischen Soll und Ist für Fused Silica und Cu-HCP in %
[Müller, Worrack, 2009, S. 65]
Abbildung 41: Messaufbau zur Untersuchung der Oberflächentemperatur mittels Wärmebildkamera.63
Abbildung 42: Temperaturmessungen mit Wärmebildkamera bei verschiedenen Solltemperaturen für
Fused Silica (grün eingerahmter Bereich, Messpunkt T1)
Abbildung 43: Vergleich der gemessenen Oberflächentemperaturen von Thermoelement und
Wärmebildkamera an Fused Silica [Müller, Worrack, 2009, S. 66]
Abbildung 44: Messaufbau zur Durchführung von Indentationen an den Lotwerkstoffen [Müller et
al., 2010, S. 292]
Abbildung 45: Frontansicht (links) und Seitenansicht (rechts, verzerrt) des FE-Modells (Abmaße in
mm) [El-Tarchichi, 2011, S. 18]

179



Abbildung 47: Temperaturverteilung bei 408 K (135°C) Soll-Temperatur. [El-Tarchichi, 2011, S. 39].
Abbildung 48: Messergebnisse von Fused Silica
Abbildung 49: Messergebnisse von EN31
Abbildung 50: Beispielhafter Kraft- bzw. Wegverlauf als Funktion der Zeit 73
Abbildung 51: Härte und E-Modul als Funktion der Eindringtiefe für Gold (links) und Magnesiumoxid
(rechts) [Nix et al. 2007 S. 3153]
Abbildung 52: Veranschaulichung der Ähnlichkeit bei einem spitzen Indenter nach [Fischer-Cripps,
2002, S. 7]
Abbildung 53: Exemplarische Darstellung von Indentationen bei variierten Eindringtiefen
Abbildung 54: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Fused Silica bei verschiedenen Temperaturen
Abbildung 55: Detailansicht der Haltenbase und Beginn der Entlastung aus Abbildung 54 78
Abbildung 56: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm
(links) und Eindringtiefe-Zeit-Diagramm (rechts) für Fused Silica bei verschiedenen
Temperaturen
Abbildung 57: Kriechkurven für Fused Silica
Abbildung 58: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Fused
Silica [Müller, Worrack, 2009, S. 67]
Abbildung 59: Gemessene E-Modul-Werte von Fused Silica im Vergleich zur Literatur [Müller,
Worrack, 2009, S. 67]
Abbildung 60: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Cu-
HCP bei verschiedenen Temperaturen
Abbildung 61: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm
(links) und Eindringtiefe-Zeit-Diagramm (rechts) für Cu-HCP bei verschiedenen Temperaturen.
Abbildung 62: Kriechkurven für Cu-HCP
Abbildung 63: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Cu-HCP [Müller, Worrack, 2009, S. 67]
Abbildung 64: Gemessene E-Modul-Werte von Cu-HCP im Vergleich zur Literatur [Müller.
Worack, 2009, S. 67]
Abbildung 65: Binäres SnBi-Phasendiagramm [Chen et al., 2007, S. 27]
Abbildung 66: Jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für Sn42Bi58 bei verschiedenen
Temperaturen
Abbildung 67: Jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm (links) und Eindringtiefe-
Zeit-Diagramm (rechts) für Sn42Bi58 bei verschiedenen Temperaturen
Abbildung 68: Kriechkurven für Sn42Bi58



Abbildung 69: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Sn42Bi58 [Müller, Worrack, 2009, S. 68]
Abbildung 70: Gemessene E-Modul-Werte von Sn42Bi58 im Vergleich zur Literatur [Müller,
Worrack, 2009, S. 68]
Abbildung 71: Binäres SnZn-Phasendiagramm [Chen et al., 2007, S. 26]
Abbildung 72: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für
Sn91Zn9 bei verschiedenen Temperaturen
Abbildung 73: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewähltes Kraft-Zeit-Diagramm
(links) und Eindringtief-Zeit-Diagramm (rechts) für Sn91Zn9 bei verschiedenen Temperaturen.
Abbildung 74: Kriechkurven für Sn91Zn9
Abbildung 75: Ergebnisse für E-Modul und Härte als Funktion der Temperatur gemessen an Sn91Zn9
[Müller, Worrack, 2009, S. 68]
Abbildung 76: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für
Sn42Bi58-Lot bei 29°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten
Abbildung 77: Detailansicht aus Abbildung 76
Abbildung 78: Kriechkurven für Sn42Bi58 bei 29°C mit variierten Haltezeiten
Abbildung 79: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für
Sn42Bi58-Lot bei 76°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten
Abbildung 80: Detailansicht aus Abbildung 79
Abbildung 81: Kriechkurven für Sn42Bi58 bei 76°C mit variierten Haltezeiten
Abbildung 82: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für
Sn42Bi58-Lot bei 125°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten
Abbildung 83: Detailansicht aus Abbildung 82
Abbildung 84: Kriechkurven für Sn42Bi58 bei 125°C mit variierten Haltezeiten 102
Abbildung 85: Gemessener E-Modul für SnBi in Abhängigkeit von Messtemperatur und Haltezeit
[Müller et al., 2010, S. 294]
Abbildung 86: Kriechkurven aller Indentationen für SnBi-Lot, 29°C, 240 s Haltezeit 105
Abbildung 87: Kriechkurven aller Indentationen für SnBi-Lot, 76°C, 240 s Haltezeit 106
Abbildung 88: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für
Sn91Zn9-Lot bei 29°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten
Abbildung 89: Detailansicht aus Abbildung 88
Abbildung 90: Kriechkurven für Sn91Zn9 bei 29°C mit variierten Haltezeiten
Abbildung 91: Zu jeder Messtemperatur jeweils exemplarisch ausgewählte Indentationskurve für
Sn91Zn9-Lot bei 76°C Messtemperatur und verschiedenen Haltezeiten
Abbildung 92: Detailansicht aus Abbildung 91



Abbildung 93: Gemessener E-Modul für Sn91Zn9 in Abhängigkeit von Messtemperatur und Haltezeit
[Müller et al., 2010, S. 294]
Abbildung 94: Indirekte Auswertemethode nach Dao [Dao et al., 2001, S. 3910].
Abbildung 95: Exemplarische Messkurve und Fit zur für den Belastungsbereich bei AA6016T4 118
Abbildung 96: Detailansicht der exemplarischen Belastungskurve für AA6016T4 118
Abbildung 97: Exemplarische Messung und Fit für die Belastung mit rein quadratischem Ansatz 119
Abbildung 98: Exemplarische Messung und Fit für die Belastung mit quadratischem und konstantem
Anteil
Abbildung 99: Darstellung der exemplarischen Spannungsfunktion (89) zur Bestimmung von $\sigma_{0,033}$.
Abbildung 100: Exemplarische Kraft-Eindringtiefe-Kurve für AA6016T4 mit Entlastungssteigung.123
Abbildung 101: Darstellung der exemplarischen Funktion (91) zur Bestimmung des
Verfestigungsexponenten
Abbildung 102: $\sigma_{0.033}$ als Funktion der Fließspannung σ_F , Gleichung (93) 124
Abbildung 103: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 1.
Abbildung 104: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 2.
Abbildung 105: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 3.
Abbildung 106: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 4
130
Abbildung 107: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 5.
131
Abbildung 108: Frgebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 6
Abbildung 100: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA6016T4 und der Kombination Nr. 7
Abbildung 109. Ergebilisse der erweiterten Ausweitung für AA001014 und der Kombination Nr. 7.
Abbildung 110: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für AA601614 und der Kombination Nr. 8.
Abbildung 111: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination A 136
Abbildung 112: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination B 136
Abbildung 113: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination C 137
Abbildung 114: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination D 137
Abbildung 115: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination E 138
Abbildung 116: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination F 138
Abbildung 117: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination G 139

Abbildung 118: Ergebnisse der erweiterten Auswertung für Sn42Bi58 und der Kombination H 139
Abbildung 119: Rheologische Grundmodelle mit Weg-Zeit- und Kraft-Weg-Antwort bei
vorgegebener Belastung nach [Dowling, 2007, S. 173]
Abbildung 120: Verformungsverhalten des STVENANT-Elementes bei vorgegebenem
Dehnungsverhalten nach [Dowling, 2007, S. 176]146
Abbildung 121: MAXWELL-Grundkörper nach [Meinhard, 1999, S. 6]
Abbildung 122: KELVIN-Grundkörper nach [Meinhard, 1999, S. 6]
Abbildung 123: BINGHAM-Grundkörper nach [Meinhard, 1999, S.6]
Abbildung 124: JEFFREYS-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 7]
Abbildung 125: JEFFREYS-Körper mit Kennzeichnung der parallel geschalteten Stränge
Abbildung 126: LETHERISCH-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 7]152
Abbildung 127: LETHERISCH-Körper mit Kennzeichnung der in Reihe geschalteten Bereiche 152
Abbildung 128: ZENER _M -Körper nach [Meinhard, 1999, S. 8]
Abbildung 129: ZENER _M -Körper mit Kennzeichnung der parallel geschalteten Bereiche 154
Abbildung 130: ZENER _K -Körper nach [Meinhard, 1999, S. 8]
Abbildung 131: ZENER _K -Körper mit Kennzeichnung der in Reihe geschalteten Bereiche 156
Abbildung 132: BINGHAM-HOOKE-Körper nach [Meinhard, 1999, S. 8]
Abbildung 133: BINGHAM-HOOKE-Körper mit Kennzeichnung der in Reihe geschalteten Bereiche. 157
Abbildung 134: Rheologisches Modell zur Festkörperbeschreibung [Menčík et al., 2008, S. 320] 158
Abbildung 135: Excel-Screenshot zur Veranschaulichung der Optimierung
Abbildung 136: Excel-Screenshot mit optimiertem Verlauf
Abbildung 137: Beispiel für die Optimierung an Fused Silica mit 9,0 mN/s Belastungsrate 163
Abbildung 138: Ermittelte E-Modul-Werte für Fused Silica aus der Optimierung. Literaturwert aus
[Beake, Smith, 2002, S. 2184]
Abbildung 139: Ermittelte Viskositäts-Werte für Fused Silica aus der Optimierung
Abbildung 140: Beispiel für die Optimierung an Cu-HCP mit 9,0 mN/s Belastungsrate 165
Abbildung 141: Ermittelte E-Modul-Werte für Cu-HCP aus der Optimierung. Literaturwert aus
[Kupferinstitut, 2005, S. 4]
Abbildung 142: Ermittelte Viskositäts-Werte für Cu-HCP aus der Optimierung
Abbildung 143: Beispiel für die Optimierung an Sn42Bi58 mit 9,0 mN/s Belastungsrate 166
Abbildung 144: Ermittelte E-Modul-Werte für Sn42Bi58 aus der Optimierung. Literaturwert aus [Lau
et al., 2008, S. 14]
Abbildung 145: Ermittelte Viskositäts-Werte für Fused Silica aus der Optimierung
Abbildung 146: Exemplarische Kraft-Eindringtiefe-Kurven bei 9 mN/s Belastungsrate

Literaturverzeichnis

[Abtew, Selvaduray, 2000]	Abtew, M., Selvaduray, G., "Lead-free Solders in Microelec- tronics", Materials Science and Engineering, Vol. 27, No. 5-6, pp. 95-141, 2000
[Attaf, 2004]	Attaf, M. T., "Connection between the loading curve models in elastoplastic indentation", Materials Letters, No. 58, pp. 3491-3498, 2004
[Ballas et al., 2009]	Ballas, R., Pfeifer, G., Werthschützky, R., "Elektromechani- sche Systeme der Mikrotechnik und Mechatronik", Springer- Verlag, Berlin, 2009
[Bamber et al., 2001]	Bamber, M. J., Cooke, K. E., Mann, A. B., Derby, B., "Accurate determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by a combination of acoustic microscopy and nanoindentation", Thin Solid Films, Vol. 398-399, pp. 299-305, 2001
[Beake et al., 2002]	Beake, B., Goodes, S., Jones, S., Parkinson, R., Pickford, N., Roberts, L., Smith, J., "NanoTest User Manual Version 2.0", Micro Materials Ltd, 2002
[Beake, Smith, 2002]	Beake, B., Smith, J., "High-temperature nanoindentation test- ing of fused silica and other materials", Philiosophical Maga- zine, Vol. 82, No. 10, pp. 2179-2186, 2002
[Becker, Bürger, 1972]	Becker, E., Bürger, W., "Kontinuumsmechanik", Teubner Studienbücher Mechanik, Stuttgart, 1972
[BMBF, 2004]	Jahresbericht 2004, Rahmenprogramm Mikrosysteme, VDI/VDE Innovation + Technik GmbH im Auftrag des Bun- desministeriums für Bildung und Forschung (BMBF)
[Braun, Rosen, 2000]	Braun, D. B., Rosen, M. R., "Rheology Modifiers Handbook", William Andrew Publishing, Norwich, New York, 2000
[Britannica, 2011]	http://www.britannica.com/EBchecked/topic/79679/Johan- August-Brinell, abgerufen am 17.05.2011
[Buckingham, 1914]	Buckingham, E., "On physically similar systems; illustrations of the use of dimensional equations", Physical Review, Vol. 4, No. 4, pp. 345-376, 1914

[Butuc et al., 2006]	Butuc, M. C., Gracio, J. J., Barata da Rocha, A., "An experi- mental and theoretical analysis on the application of stress- based forming limit criterion", International Journal of Me- chanical Sciences, Vol. 48, No. 4, pp. 414-429, 2006
[Chen et al., 2007]	Chen, SW., Wang, CH., Lin, SK., Chiu, CN., "Phase diagrams of Pb-free solders and their related material systems", Lead-Free Electronic Solders, pp. 19-37, 2007
[Chudoba, Richter, 2001]	Chudoba, T., Richter, F., "Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results", Surface and Coatings Technology, Vol. 178, No. 2-3, pp.191-198, 2001
[Dao et al., 2001]	Dao, M., Chollacoop, N., van Vliet, K. J., Venkatesh, T. A., Suresh, S., "Computational modelling of the forward and re- verse problems in instrumented sharp indentation", Acta Ma- terialia, Vol. 49, pp. 3899-3918, 2001
[Doege, Behrens, 2010]	Doege, E., Behrens, BA., "Handbuch Umformtechnik", Springer Heidelberg Dordrecht London New York, 2. Au- flage, 2010
[Doerner, Nix, 1986]	Doerner, M. F., Nix, W. D., "A Method for Interpreting the Data from Depth-Sensing Indentation Instruments", Journal of Materials Research, Vol. 1, No. 4, pp. 601-609, 1986
[Dowling, 2007]	Dowling, N. E., Mechanical Behavior of Materials – Engi- neering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue", Pearson Prentice Hall, New Jersey, Third Edition, 2007
[Eirich, 1968]	Eirich, F. R., "Rheology – Theory and Applications", Volume 1, Academic Press Inc., London, Third Edition, 1968
[El-Tarchichi, 2011]	El-Tarchichi, A., "Untersuchung des Einflusses der bei der Befestigung von Indentationsproben für Temperaturversuche verwendeten Zementschichtdicke auf die Oberflächentempe- ratur", Bachelorarbeit TU Berlin, 2011
[Esocaet, 2012]	Bildquelle. Downloadlink http://www.esocaet.com/wikiplus/index.php/Verfestigung abgerufen am 23.05.2012.
[EU-Richtlinie, 2003]	Amtsblatt der Europäischen Union, "Richtlinie 2002/95/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 27. Januar 2003 zur Beschränkung der Verwendung bestimmter gefährli- cher Stoffe in Elektro- und Elektronikgeräten", L37/19- L37/23, 13.02.2003

			7

[FI-SCH, 2012]	http://www.fi-sch.de/de/mikrotechnik/index.php, abgerufen am 15.4.2012
[Fischer-Cripps, 2004]	Fischer-Cripps, A., "Nanoindentation", Mechanical Engineer- ing Series, Second Edition, Springer New York, 2004
[Fukuhara et al., 1997]	Fukuhara, M., Sanpei, A. Shibuki, K., "Low temperature- elastic moduli, Debye temperature and internal dilational and shear frictions of fused quartz", Journal of Materials Science, Vol. 32, No. 5, pp. 1207-1211, 1997
[Gonya et al., 1994]	Gonya, S. G., Lake, J. K., Long, R. C., Wild, R. N., "Lead free, tin bismuth solder alloys", United States Patent, Patent Number 5,368,814, 1994
[Gross, 1992]	Gross, D., "Bruchmechanik 1", Springer Berlin Heidelberg, 1992
[Gross et al., 2002]	Gross, H., Hauger, W., Schnell, W., Wriggers, P., "Techni- sche Mechanik 4", Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2002
[Gummert, Reckling, 1986]	Gummert, P., Reckling, KA., "Mechanik", Friedr. Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft, Braunschweig, 1986
[Häse, 2006]	Häse, A., "Miniaturmessverfahren zur Bestimmung mechani- scher Kennwerte von Lotwerkstoffen aus der Mikroelektro- nik", Dissertation Technische Universität Berlin, 2006
[Herrmann, 2007]	Herrmann, K., "Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen", Expert-Verlag Renningen, 2007
[Hirsch, 1997]	Hirsch, J., "Aluminium Alloys for Automotive Application", Materials Science Forum, Vol. 242, pp. 33-50, 1997
[Hoffmann, 1987]	Hoffmann, K., "Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnungsmeßstreifen", Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, 1987
[HTL, 2012]	http://www.htl-steyr.ac.at/~morg/htl/FET/haertepr.html, abge- rufen am 02.07.2012
[Johnson, 1985]	Johnson, K. L., "Contact Mechanics", Cambridge University Press, 1985
[Kamal, Gouda, 2006]	Kamal M. Cauda E.S. "Enhancement of colder momenties



[King, 1987]	King, R. B., "Elastic Analysis of Some Punch Problems for a Layered Medium", International Journal of Solids and Structures, 23 (2), pp. 1657-1664, 1987
[Kupferinstitut, 2005]	Deutsches Kupferinstitut, Werkstoff-Datenblatt für Cu-HCP, Stand 2005, Downloadlink: http://www.kupfer-institut.de/front_frame/pdf/Cu-HCP.pdf abgerufen 30.07.2009
[Lambracht, 2002]	Lambracht P., "Materialwissenschaftliche Aspekte bei der Entwicklung bleifreier Lotlegierungen", Dissertation TU Darmstadt, 2002
[Lau et al., 2008]	Lau, J., Gleason, J., Schroeder, V., Henshall, G., Dauksher, W., Sullivan, B., "Design, Materials, and Assembly Process of High-Densitiy Packages with a Low-Temperature Lead- Free Solder (SnBiAg), Soldering & Surface Mount Technol- ogy, Vol. 20, No. 2, pp. 11-20, 2008
[Laukant et al., 2005]	Laukant, H., Wallmann, C., Müller, M., Korte, M., Stirn, B., Haldenwanger, HG., Glatzel, U., "Fluxless laser beam join- ing of aluminium with zinc coated steel", Science and Tech- nology of Welding & Joining, Vol. 10, No. 2, pp. 219-226, 2005
[Leitao et al., 2009]	Leitao, C., Leal, R. M., Rodrigues, D. M., Loureiro, A., Vi- laça, P., "Mechanical behavior of similar and dissimilar AA5182H111 and AA6016-T4 thin friction stir welds", Mate- rials and Design, Vol. 30, No. 1, pp. 101-108, 2009
[Lemaitre, Chaboche, 1994]	Lemaitre, J., Chaboche, JL., "Mechanics of solid materials", Cambridge University Press, 1994
[Loubet et al., 1986]	Loubet, J. L., Georges J. M., Meille, G., "Vickers indentation curves of elastoplastic materials", Microindentation tech- niques in materials science and engineering, American society for testing and materials, pp. 72-89, 1986
[Macosko, 1994]	Macosko, C. W., "Rheology – Principles, Measurements, and Applications", VCH Publishers Inc., New York, 1994
[Malkin, Isayev, 2006]	Malkin, A. Y., Isayev, A. I., "Rheology – Concepts, Methods, & Applications., ChemTec Publishing, Toronto, 2006
[Mālmeisters et al., 1977]	Mālmeisters, A., Tamužs, V., Teters, G., "Mechanik der Po- lymerwerkstoffe", Akademie-Verlag Berlin, 1977
[Malzbender et al., 2000]	Malzbender, J., de With, G., den Toonder, J., "The P-h ² rela- tionship in indentation", Journal of Materials Research, Vol. 15, pp. 1209-1212, 2000



[Mang, Hofstetter, 2000]	Mang, H., Hofstetter, G., "Festigkeitslehre", Springer Wien New York, 2000
[McSkimin, 1953]	McSkimin, H. J., "Measurements of Elastic Constants at Low Temperatures by means of Ultrasonic Waves – Data for Sili- con and Germanium Single Crystals, and for Fused Silica", Journal of Applied Physics, Vol. 24, No. 8, pp. 988-997, 1953
[Meinhard, 1999]	Meinhard, H., "Rheologische Untersuchungen zu Härteein- druckexperimenten im Nanometerbereich", Dissertation Mar- tin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 1999
[Menčík et al., 2009]	Menčík, J., He, L. H., Swain, M. V. "Determination of viscoe- lastic-plastic material parameters of biomaterials by instru- mented indentation", Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, Vol. 2, No. 4, pp. 318-325, 2009
[Micro-Materials, 2011]	Präsentation der Fa. Micro-Materials, "frame compliance", per Email zur Verfügung gestellt von Herrn Paul Aden am 18.10.2011.
[Müller, Ferber, 2008]	Müller, W. H., Ferber, F.; "Technische Mechanik für Ingeni- eure", Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag, 2008
[Müller, Müller, 2009]	Müller, I., Müller, W. H., "Fundamentals of Thermodynamics and Applications" Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2009
[Müller, Worrack, 2009]	Müller, W. H., Worrack, H., "Experimental Studies of the Temperature Dependence of Mechanical Solder Material Pro- perties Using Nanoindentation", 11 th Electronics Packaging Technology Conference, pp. 64-69, 2009
[Müller et al., 2010]	Müller, W. H., Worrack, H., Sbeiti, M., "The Influence of Creep Effects on the Determination of Local Materia Parame- ters",12 th Electronics Packaging Technology Conference, pp. 292-297, 2010
[Narain, 2003]	Narain, K., "Introduction to NanoTest system", Micro Materi- als Ltd, July 2003, Download von http://www.micromaterials.co.uk/old%20files/thenanotestplatform.html abgerufen am 31.05.2011
[Nix, Gao, 1998]	Nix, W. D., Gao, H., "Indentation size effects in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity", Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Vol. 46, No. 3, pp. 411-425, 1998



[Nix et al., 2007]	Nix, W. D., Greer, J. R., Feng, G. Lilleodden, E. T., "Defor- mation at the nanometer and micrometer length scales: Effect of strain gradients and dislocation starvation", Thin Solid Films, No. 515, pp. 3152-3157, 2007
[Ohoka et al., 2004]	Ohoka, T., Nakamura, Y., Ono, T., "Dependence of frequency on Young's modulus and internal friction in Sn-9Zn and Sn- 3.5Ag eutectic lead-free solders", Journal of Materials Re- search, Vol. 39, No. 13, pp. 4379-4381, 2004
[Oliver, Pharr, 1992]	Oliver, W. C., Pharr, G. M., "An improved technique for de- termining hardness and elastic modulus using load and dis- placement sensing indentation experiments", Journal of Mate- rials Research, Vol. 7, No. 6, pp. 1564-1583, 1992
[Qualitek, 2012]	Sn42Bi58-Datenblatt. Downloadlink http://www.qualitek.com/sn42_bi58_solder_wire_tech_data.pdf abgerufen am 15.05.2012
[Reiner, 1969]	Reiner, M., "Rheologie in elementarer Darstellung", Carl Hanser Verlag München, 2. Auflage, 1969
[Roos, Maile, 2002]	Roos, E., Maile, K.; "Werkstoffkunde für Ingenieure - Grund- lagen, Anwendung, Prüfung", Springer-Verlag, Berlin Hei- delberg New York, 2002
[Rösler et al., 2008]	Rösler, J., Harders, H., Bäker, M., "Mechanisches Verhalten der Werkstoffe", Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2008
[Seidel, 2007]	Seidel, W., "Werkstofftechnik", Carl Hanser Verlag München Wien, 2007
[Sneddon, 1965]	Sneddon, I. N., "The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile", International Journal of Engineering Science", Vol. 3, No. 1, pp. 47-57, 1965
[Spinner, 1956]	Spinner, S., "Elastic Moduli of Glasses at Elevated Tempera- tures by a Dynamic Method", Journal of The American Ce- ramic Society, Vol. 39, No. 3, pp. 113-118, 1956
[Sterthaus, 2008]	Sterthaus, J., "Parameteridentifikation an metallischen Werk- stoffen basierend auf numerischen Simulationen und instru- mentierter Eindringprüfung", Dissertation Technische Univer- sität Berlin, 2008
[Svetly, 2010]	Persönliche Mitteilung von Herrn DiplIng. (FH) Arthur Svetly aus dem Kompetenzzentrum Mechatronik der Hoch- schule Augsburg

190				
[Tabor, 1951]	Tabor, D., "The hardness of metals", Oxford University Press, 1951			
[Vannoni et al., 2010]	Vannoni, M., Sordini, A., Molesini, G., "Long-term deforma- tion at room temperature observed in fused silica", Optics Ex- press, Vol. 18, No. 5, pp. 5114-5123, 2010			
[Vass et al., 2004]	Vass, Cs., Smausz, T., Hopp, B., "Wet etching of fused silica: a multiplex study", Journal of Physics D: Applied Physics 37, pp. 2449-2454, 2004			
[VDI, 2006]	VDI-Wärmeatlas, Verein Deutscher Ingenieure, VDI-Gesell- schaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen (GVC), Springer Verlag Berlin Heidelberg, 10. Auflage, 2006			
[Vnuk et al., 1980]	Vnuk, F., Sahoo, M., Baragar, D., Smith, R. W., "Mechanical Properties of the Sn-Zn eutectic alloys", Journal of Materials Science, Vol. 15, No. 10, pp. 2573-2583, 1980			
[Wang et al., 2003]	Wang, H. L., Ma, J., Huang, G., Viswanathan, H., "Measure- ment of Creep Compliance of Solid Polymers by Nanoinden- tation". Mechanics of Time-Dependent Materials 7, pp. 189- 207, 2003			
[Yarin, 2012]	Yarin, L. P., "The Pi-Theorem - Applications to Fluid Me-			

chanics and Heat and Mass Transfer, Springer Verlag Berlin

Heidelberg, 2012

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch.

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2

Dieses Werk ist copyrightgeschützt und darf in keiner Form vervielfältigt werden noch an Dritte weitergegeben werden. Es gilt nur für den persönlichen Gebrauch. 2