

Kapitel 1

Einleitung

Diese Arbeit verifiziert numerisch konventionelle Methoden zur Bestimmung von Härte und E-Modul und stellt ein Verfahren zur Identifikation von Spannungs-Dehnungs-Beziehungen aus instrumentierter Eindringprüfung, auch als Indentation bezeichnet, an Miniaturproben vor.

Für die beanspruchungsgerechte Konstruktion und Bemessung eines Bauteiles gegen mechanische Einwirkungen ist es unerlässlich, seine mechanischen Eigenschaften zu beschreiben bzw. die angenommenen Eigenschaften nachweisen zu können. Ein Werkstoff wird im Allgemeinen charakterisiert durch seine elastischen Eigenschaften, sein Verhalten bei zeitunabhängigen, irreversiblen Verformungen und sein zeitabhängiges Verhalten.

Neben diesen Parametern dient auch der Widerstand gegen das Eindringen eines anderen (zumeist härteren) Körpers dazu, das Material zu beschreiben. Diese allgemein beschriebene Kennzahl, zu deren Ermittlung es verschiedene Ausführungen und Definitionen gibt, wird als *Härte* bezeichnet.

Andere, in dieser Arbeit aber nicht weiter thematisierte HärteKennwerte beschreiben das Verhalten beim Ritzen. Dieses kann qualitativ beschrieben werden, also welcher Stoff ritzt den anderen. Die resultierende Kennzahl solch einer qualitativen Beschreibung kann die Einordnung in eine Rangskala (z.B. von 1 bis 10 nach der Härteskala von MOHS, eingeführt in den 1820er) sein oder die quantitative Beschreibung des Widerstandes gegen Einritzen (*scratch hardness*).

Diese Verfahren kommen sowohl im makroskopischen als auch im mikroskopischen Bereich zur Anwendung. Makroskopisch dienen sie der zerstörungswarmen Prüfung. So kann z.B. an einem Stahlträger mit einer Kugel aus Hartmetall der Widerstand gegen das Eindringen bestimmt werden. Der Stahlträger wird danach eine kleine Delle aufweisen, die seine Tragfähigkeit aber nicht beeinflusst. Das quantitative Maß des Widerstandes, für dessen Bestimmung je nach dem Bedarf späterer Verwendung des Kennwer-

1 Einleitung

tes unterschiedliche Definitionen und Methoden existieren, korreliert dann mit Eigenschaften wie der Fließgrenze oder dem Verschleiß bei mechanischer Beanspruchung.

Um eine analoge Vorgehensweise auf der mikroskopischen Skala zu ermöglichen, muss eine Probe des Werkstoffes herausgetrennt und durch Einbetten in Trägermaterialien und Präparation der zu prüfenden Oberfläche aufgearbeitet werden. Dann wird ein kleiner Diamant, der in Form einer Pyramide zu den am weitesten verbreiteten Prüfkörpern gehört, in das zu prüfende Material gedrückt. Das Werkstück wird dabei im Allgemeinen unbrauchbar, weswegen die Prüfmethode nicht zu den zerstörungsfreien oder zerstörungsarmen Prüfverfahren zählt.

Obwohl es sich bei der Prüfung im Mikrobereich um eine zerstörende Prüfung handelt, kommt dem Verfahren besondere Bedeutung zu, da es mit kleinsten Probemengen und Abmessungen auskommt. Die Beschränkung auf kleine Mengen und Abmessungen und die Möglichkeit das Material *in situ*, also unter Einfluss seiner Umgebung zu testen, sind die wichtigsten Vorteile dieses Verfahrens.

So können Materialien, wie z.B. intermetallische Verbindungen (*IMC*) geprüft werden, die sich aus den zu verbindenden Grundstoffwerkstoffen an Lötstellen bilden und an dem Ort, an dem sie entstehen, lediglich in Dicken um ein bis zwei Mikrometer vorkommen. Die intermetallischen Verbindungen weisen oftmals mechanische Eigenschaften auf, deren Kennwerte wie Elastizitätsmodul und Härte weit über denjenigen der Grundstoffwerkstoffe liegen, aus denen sie hervorgegangen sind. Infolge dessen kommt es an den Grenzflächen dann zu Spannungsspitzen, deren Auftreten unter zyklischer Last die Lebensdauer herabsetzt.

Abb. 1.1 zeigt Aufnahmen, die im Rahmen des BMBF-Projektes *LIVE* am *LKM*¹ entstanden sind. Die optische Vergrößerung nimmt von links oben nach rechts unten von 16- bis 1000fach zu. Links oben ist ein Stück einer in Epoxidharz eingebetteten Platine in der Mitte einer Fixierung zu erkennen. Rechts unten in der höchsten Vergrößerungsstufe ist ein Raster von neun mal neun bleibenden Eindrücken aus Indentationen zu sehen. Die drei Spalten auf der linken Seite haben die Schicht der Leiterbahn aus Kupfer getroffen, während einige der Prüfungen der fünften Reihe eine Nadel aus Ag_3Sn getroffen haben. Die Indente der Spalten sieben bis neun treffen ein bleifreies Lot aus $\text{SnAg}_{5,5}\text{Cu}_{1,0}\text{In}_{1,0}$. Die intermetallische Verbindung liegt zwischen den Spalten drei und vier.

¹Lehrstuhl Kontinuumsmechanik und Materialtheorie (*LKM*) der *TU Berlin*

1 Einleitung

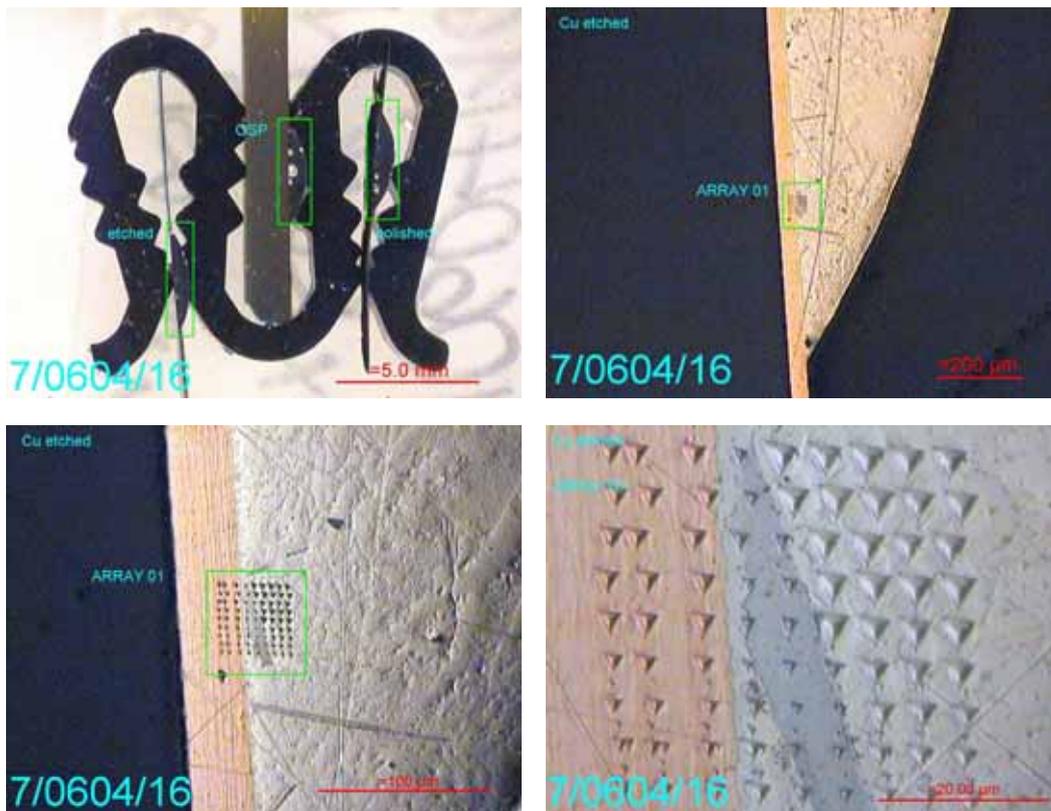


Abbildung 1.1: Links oben: In Epoxidharz eingebettete Platine mit Halter
Von links oben nach rechts unten: von 16- bis 1000fach zunehmende Vergrößerung

Weiterhin können mit diesen Prüfverfahren auf der Mikroebene auch dünne Schichten und Filme im Mikrometerbereich getestet werden, um so eine Größe zu erhalten, die mit der zu erwartenden Abriebfestigkeit korreliert.

Die Anwendung der makroskopischen Verfahren gehört zur klassischen Härteprüfung, wie sie Anfang des 20. Jahrhunderts von MEYER [51] und BRINELL² eingeführt wurde. In 1950er Jahren wurde sie von TABOR in [69] eingehend untersucht und weiter entwickelt. Den klassischen Verfahren ist gemeinsam, dass man als Ergebnis lediglich einen Quotient aus einer Prüfkraft und einer je nach Definition anders zu bestimmenden Kontaktfläche erhält, wodurch der Informationsgehalt eingeschränkt ist.

Im Gegensatz dazu werden bei den modernen Verfahren der instrumentierten Eindringprüfung Messwerte von Kraft, Eindringtiefe des Prüfkörpers und der Zeit über einen Versuchsverlauf, der sich aus dem Absenken und dem Anheben des Prüfkörpers zusammensetzt, protokolliert. Diese Messreihen weisen hinsichtlich der zu bestimmenden Werkstoffkennwerte, wie sie im

²BRINELL war der erste, der eine Kugel als Prüfkörper vorstellte, die zu geringeren Schädigungen der zu prüfenden Oberfläche führte.

konstruktiven Bereich relevant sind, einen sehr viel größeren Informationsgehalt auf. Dieser bleibt bei der Bestimmung der Härte ungenutzt, da sie sich im Wesentlichen nur auf den Punkt bei Erreichen der maximalen Last bezieht. Ein größerer Teil der Informationen, nämlich die Weg- und Kraft-Daten des Entlastungsvorganges werden für die Bestimmung des E-Moduls genutzt, der durch einfaches Auswerten von Beziehungen, die erstmalig von *Bulychev* et al. in [18] angegeben wurden, zugänglich ist. Während weitere Größen, deren Bestimmung mit hohem Rechenaufwand für numerische Simulationen verbunden ist, in den Messwerten verborgen bleiben.

Wie bereits von MEYER experimentell belegt, besteht ein Zusammenhang zwischen der im klassischen Zugversuch bestimmten Spannungs-Dehnungs-Beziehung und der Härte. Der Verlauf einer gemessenen Kraft-Weg-Kurve einer Indentation muss dann auch von diesen Materialeigenschaften abhängig sein. Die grundlegende Idee zur Aufdeckung weiterer, nicht direkt zugänglicher Informationen, die in den Messdaten einer Indentation enthalten sind, besteht darin, die Indentation mit einer geeignet zu bestimmenden Spannungs-Dehnungs-Beziehung numerisch zu simulieren. Sollte die Simulation mit diesen angenommenen Materialeigenschaften den Messwerten vergleichbare Ergebnisse liefern, so ist ein notwendiges Kriterium dafür erfüllt, dass es sich um die gesuchte Beschreibung des Materials aus dem Experiment handelt. Dieses Konzept, das als Ergebnis die vollständige Spannungs-Dehnungs-Beziehung liefert, wird in der vorliegenden Arbeit verfolgt.

Diese Arbeit behandelt vorrangig Versuche der instrumentierten Eindringprüfung auf der Mikroebene, die auch als „Nanoindentation“ bezeichnet werden. Nach Erläuterung der in der gängigen Literatur beschriebenen Auswertemethodik beschreibt die Arbeit die Verifikation der auf „Handrechnungen“ basierenden Auswertemethoden mit numerischen Simulationen. Anhand von gemessenen und simulierten Indentationen wird dann exemplarisch dargestellt, wie man eine Lösung, die das notwendige Kriterium befriedigt, mittels eines Optimierungsverfahrens auffindet. Es wird geprüft, inwieweit diese Forderung auch hinreichend ist. Weiter wird untersucht, ob die unter Berücksichtigung unvermeidbarer Messunsicherheiten gefundenen Materialeigenschaften durch den Versuch eindeutig beschrieben sind, also der Versuch für die zu bestimmenden Größen ausreichend sensitiv ist. Aufgrund der im Verlauf der Arbeit gefundenen größeren Sensitivität des kugelförmigen Indenters werden mit diesem abschließend Indentationen und Mikrozugversuche an denselben Proben durchgeführt und die identifizierten Parameter miteinander verglichen.