

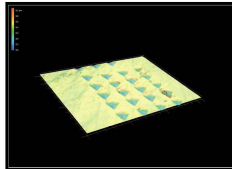
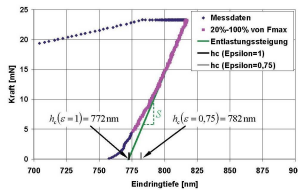
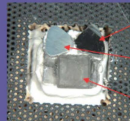
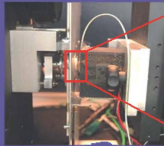


Holger Worrack (Autor)

# Miniaturmessverfahren insbesondere Nanoindentation zur Bestimmung von Materialparametern bei kleinen Werkstoffmengen

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



Cuvillier Verlag Göttingen  
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/6206>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen, Germany  
Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: [info@cuvillier.de](mailto:info@cuvillier.de), Website: <https://cuvillier.de>

## 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.

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

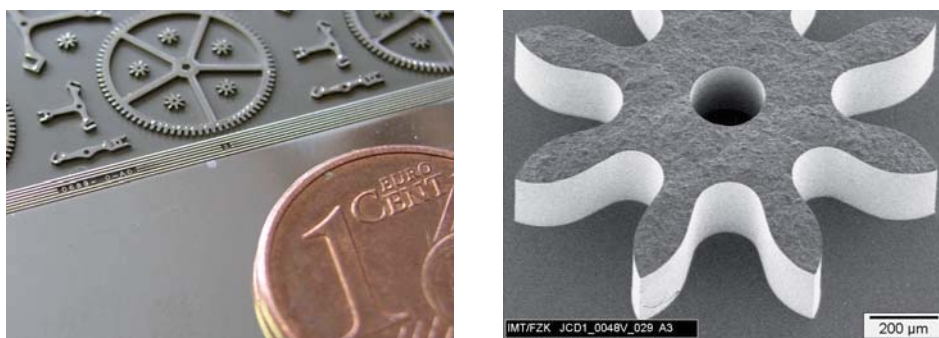
Anwendungsbereiche	Beispiele
Verfahrenstechnik	Durchfluss- und Drucksensoren (Prozessmesstechnik, elektromagnetische Stelleinrichtungen)
Kfz-Technik	Silizium-Drehratensensoren, Kleinmotoren, piezoelektrische Einspritzventile
Fahrzeugtechnik (Nutzfahrzeuge, Schienenfahrzeuge, Schiffe, Flugzeuge)	Aktive Schalldämpfer, hydraulische Koppelsysteme, Dünnfilm-Drucksensoren
Maschinenbau	Piezoelektrische Pneumatikventile, elektrodynamische Positioniersysteme, Schwingungsdämpfer, elektrodynamische Schwingungserreger
Kommunikationstechnik	Mikrofone, Kopfhörer, Lautsprecher, Laser-Drucker, Festplattenlaufwerke, Tintendrucker, Beamer, Kameraobjektive
Hausgerätetechnik	Füllstandssensoren, Kleinmotoren, Heizungsregler
Medizintechnik	Ultraschallwandler, miniaturisierte Druck- und Kraftsensoren, Mikropumpen, Prothetik

Die Weiterentwicklungen bestehender Miniatursysteme sowie Neuentwicklungen technischer Anwendungen im  $\mu\text{m}$ -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 Mikrozahnradern 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.

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

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



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 ( $\text{Sn}_{42}\text{Bi}_{58}$ ) und Zinn-Zink ( $\text{Sn}_{91}\text{Zn}_9$ ), 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 Datenauswertungsmethoden 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-



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 ROCKWELL (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 Materialprüfung 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 mN- bzw.  $\mu\text{m}$ -Bereich wurden auf Basis der Universal-Härte entwickelt und sind ein modernes Werkzeug für die Charakterisierung kleiner und dünner Strukturen.



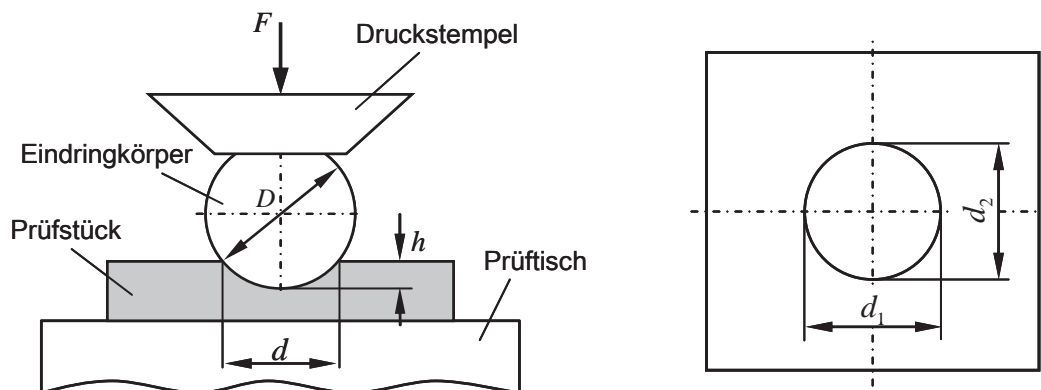
## 2.2 Prüfgeometrien

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  $D = 1 \text{ mm}$  und  $D = 10 \text{ mm}$  variiert. Die Verwendung größerer Kugeln ermöglicht jedoch eine genauere Vermessung der Durchmesser  $d_1$  und  $d_2$  des verbleibenden Härteeindrucks. Dessen gemittelter Wert  $d$  ist für die Bestimmung des Härtewertes erforderlich. Die Berechnung des BRINELL-Härtewertes  $HBW$  erfolgt nach Gleichung (1):





$$HBW = 0,102 \frac{2 F}{\pi D \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)} \quad (1)$$

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  $\text{kp}/\text{mm}^2$  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 ( $1 \text{ N} = 0,102 \text{ kp}$ ).

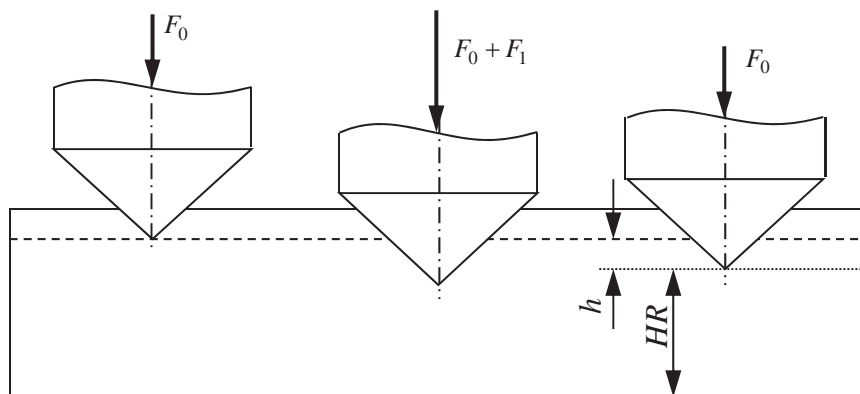
Bei mehrmaliger Messung der Härte an einem Werkstück zur statistischen Untersuchung sind die Mindestabstände sowie die Mindestabstände zwischen den Härteindrücken einzuhalten. Der Abstand der Eindruckmitte zum Werkstückrand muss mindestens den 2,5-fachen Wert des gemittelten Eindruckdurchmessers  $d$  betragen. Der Mindestabstand zweier benachbarter Härteindrücke 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.

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

<b>Eindringkörper</b>	Hartmetallkugel mit dem Durchmesser $D = 1; 2,5; 5$ oder $10 \text{ mm}$
<b>Prüfkraft</b>	richtet sich nach dem Beanspruchungsgrad $0,102 F/D^2$
<b>Einwirkdauer</b>	2..8 s Aufbringzeit und 10...15 s Haltezeit
<b>Anwendung</b>	Metallische Werkstoffe mit maximal 650HBW, vor allem Gusseisen, große Schmiedestücke, mehrphasige inhomogene Legierungen
<b>Beispiel Härteangabe</b>	240 HBW 5/750/30: BRINELL-Härte 240 gemessen mit 5 mm Kugeldurchmesser, 750 kp ( $\approx 7,355 \text{ kN}$ ) Belastung und einer Einwirkzeit von 30 s. Die Einwirkzeit muss nur angegeben werden, wenn sie von der Standardhaltezeit (10...15 s) abweicht.

### 2.2.2 Härteprüfung nach ROCKWELL

Bei der Härteprüfung nach ROCKWELL wird die Prüfkraft über einen Diamantkegel mit einem Kegelwinkel von  $120^\circ$  auf das Werkstück aufgebracht. Unterschieden wird dabei zwischen der Prüfvorkraft  $F_0$  und der Prüfüzusatzkraft  $F_1$ . Die Prüfvorkraft wird aufgebracht und der Diamantkegel sinkt in das Material ein. Erst jetzt beginnt die eigentliche Messung mit der zusätzlichen Beaufschlagung der Prüfüzusatzkraft. Der Diamant sinkt weiter in den zu untersuchenden Werkstoff ein und nach Ablauf der definierten Haltezeit wird die Prüfüzusatzkraft zurückgenommen. Es liegt erneut nur die Prüfvorkraft  $F_0$  an. Die Differenz  $h$  zwischen der Eindringtiefe vor und nach Aufbringen der Prüfüzusatzlast 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:

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

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.

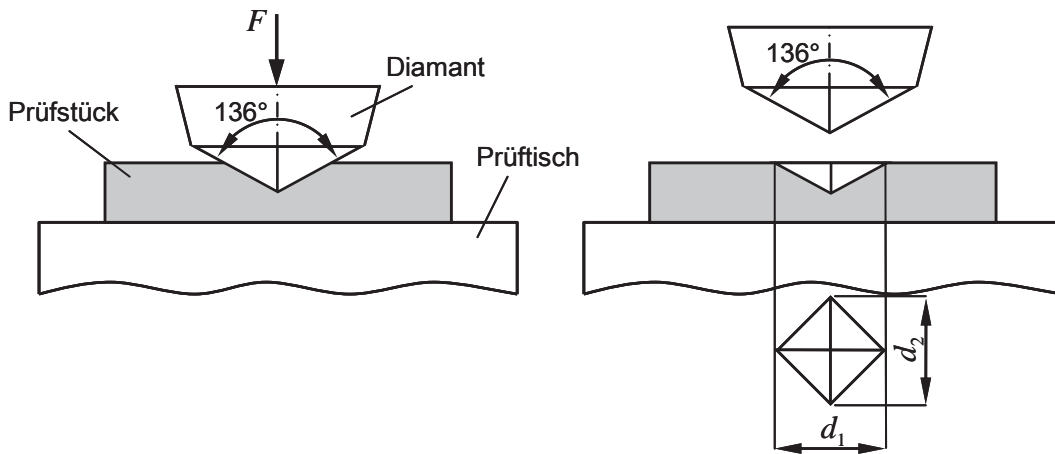
Beim Verfahren nach ROCKWELL erfolgt demnach keine Vermessung der verbleibenden Eindruckfläche. Die Durchführung und Auswertung kann somit schneller und leichter automatisierbar erfolgen. Die Prüfparameter zur ROCKWELL-Prüfung sind in Tabelle 4 zusammengestellt.

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

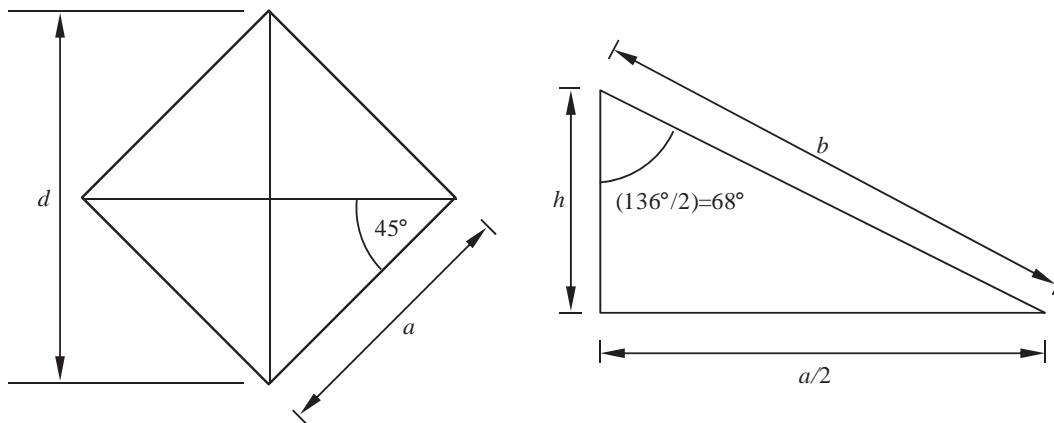
<b>Eindringkörper</b>	Diamantkegel, Kegelwinkel von $120^\circ$
<b>Prüfkraft</b>	Prüfvorkraft $F_0 = 98,07 \text{ N}$ Prüfzusatzkraft $F_1 = 1,373 \text{ kN}$
<b>Einwirkdauer</b>	1...8 s Aufbringzeit der Prüfzusatzkraft 2...6 s Haltezeit für die Gesamtkraft $F_0 + F_1$
<b>Anwendung</b>	Überprüfung von Wärmebehandlungseigenschaften and gehärteten/vergüteten Stählen oder für höherfeste Baustähle
<b>Beispiel Härteangabe</b>	59 HRC: ROCKWELL-Härte von 59 gemessen mit der Skala C

### 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:

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

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 aufgebrauchte Prüfkraft, untergliedert (vgl. Tabelle). Eine Zuordnung erfolgt über die zusätzliche Angabe der Prüfkraft beim Härtewert.

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

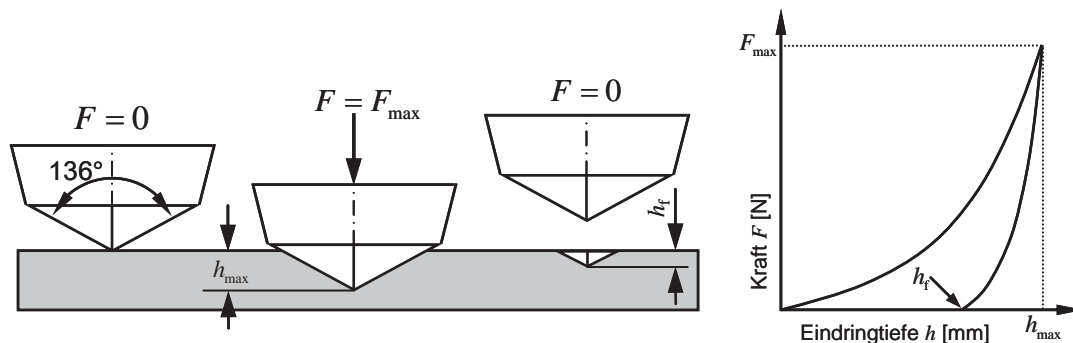
<b>Eindringkörper</b>	Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche, Spitzenwinkel 136°
<b>Prüfkraft</b>	Drei Härtebereiche: Konventioneller Härtebereich: HV5 - HV100 Kleinkraftbereich: HV0,2 - HV3 Mikrohärtebereich: HV0,01 – HV0,1
<b>Einwirkdauer</b>	2...8 s Aufbringzeit 10...15 s Haltezeit
<b>Anwendung</b>	nahezu alle metallischen Werkstoffe, Aufnahme von Härteverläufen, Prüfung dünner Bauteile
<b>Beispiel Härteangabe</b>	640 HV 30: VICKERS-Härte von 640 gemessen mit einer Prüfkraft von 30 kp ( $\approx 294,2$ N)

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.  $\text{kp}/\text{mm}^2$  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 Umrechnen- 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  $h_{\max}$  übt der Indenter die maximale Kraft  $F_{\max}$  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  $h_f$ . 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  $F_{\max}$  und der aktuellen in Kontakt befindlichen Eindruckoberfläche  $A_{\text{KON}}$ . Die Fläche  $A_{\text{KON}}$



ist wiederum eine Funktion der aktuellen Eindringtiefe  $h$  und ermöglicht demnach eine direkte Umrechnung von Eindringtiefe in aktuelle Eindruckoberfläche:

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

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

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

Über den Sinuswert des eingeschlossenen Winkels von  $68^\circ$  lässt sich nun ein Verhältnis für die beiden Seitenlängen  $a$  und  $b$  aufstellen:

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

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

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

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  $h$ :

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

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.





gen 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  $\mu\text{m}$ - und teilweise sogar im nm-Bereich prinzipiell als zerstörungsfreie Materialprüfung eingesetzt werden. Die Parameter zur Härteprüfung nach MARTENS zeigt Tabelle 5.

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

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

### 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):

$$\text{ferritische Stähle:} \quad R_m \approx 3,5 HB \quad (9)$$

$$\text{Al und Al-Legierungen:} \quad R_m \approx 3,7 HB . \quad (10)$$