

# Bestimmung der Härte und des Elastizitätsmoduls als Funktion der Eindringtiefe

*Die Härte (technische Härte) beschreibt den Widerstand eines Körpers gegen das Eindringen eines Körpers aus einem härteren Werkstoff. (Martens 1898)*

Dabei ist die Härte keine physikalische Größe, sondern eine Kenngröße der Werkstoffe. Eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist stets nur innerhalb eines Verfahrens unter Angabe folgender Versuchsbedingungen möglich:

- eine Definition des Härtewertes
- die Geometrie und der Werkstoff des Eindringkörpers
- Größe, Einwirkdauer und Art der Prüfkraftaufbringung
- die Beschaffenheit der Probe

In der Regel wird die Eindringkörpergeometrie so gewählt, dass bei vergleichsweise kleinen Kräften hohe Drücke erzeugt werden. Die Bestimmung der Härte erfolgt also durch eine definierte Beanspruchung der Probe unter hoher lokaler Belastung.

## 1 Grundlagen

### 1.1 Einteilung der Härteprüfverfahren

Die in der Technik verwendeten Verfahren lassen sich in drei Hauptrichtungen unterteilen:

#### I. Härteprüfverfahren mit statischer Krafteinwirkung

in Abhängigkeit von der Prüfkraft  $P$  und Eindringtiefe  $h$  wird unterschieden nach:

Makrobereich	$2\text{N} < P < 30\text{ kN}$
Mikrobereich	$2\text{N} > P$ und $h > 20\text{ nm}$
Nanobereich	$h < 20\text{ nm}$

#### II. Härteprüfverfahren mit dynamischer Krafteinwirkung

#### III. Sonderverfahren der Härteprüfung

## 1.2 Bestimmung der Härte

Die Martenshärteprüfung nach ISO 14577 (vormals: Universalhärteprüfung HU oder registrierende Härtemessung) ist ein Verfahren mit statischer Krafteinwirkung. Hierbei wird der Härtewert mit Hilfe der Eindruckoberfläche des Prüfkörpers **unter wirkender Prüfkraft P** bestimmt. Als Eindringkörper wird eine Vickers- oder Berkovich-Pyramide verwendet. Die Martenshärte berechnet sich aus dem Quotienten der Prüfkraft P und der aus der Eindringtiefe h berechneten Fläche A(h):

$$H = \frac{P_{\max}}{A(h)} = \frac{P_{\max}}{26,43 \cdot h_{\max}^2} \quad (1)$$

Die zu berechnende Fläche A(h) wird durch die in das Material eingedrungene Mantelfläche des Indenters (Eindringkörper) festgelegt. Dabei gilt für den Vickers- und Berkovich-Indenter die gleiche Flächenfunktion A(h). Zu beachten ist, dass beim Berkovich-Indenter die Projektion in Kraftrichtung auf die Probenoberfläche verwendet wird.

Der Eindringvorgang kann prüfkraft- oder eindringtiepengesteuert durchgeführt werden. Während des gesamten Vorganges wird die Prüfkraft P und die Eindringtiefe h gemessen. Das Ergebnis ist der in Abb. 1 dargestellte Zusammenhang. Der Teil der Kurve zwischen (h=0,P=0) und (h<sub>max</sub>,P<sub>max</sub>) widerspiegelt den Belastungsvorgang. Er wird bestimmt durch das plastische und elastische Verhalten des Werkstoffs. Aus der Entlastungskurve, zwischen (h<sub>max</sub>,P<sub>max</sub>) und (h<sub>f</sub>,P=0) können Rückschlüsse auf die elastische Rückfederung des Materials gezogen werden.

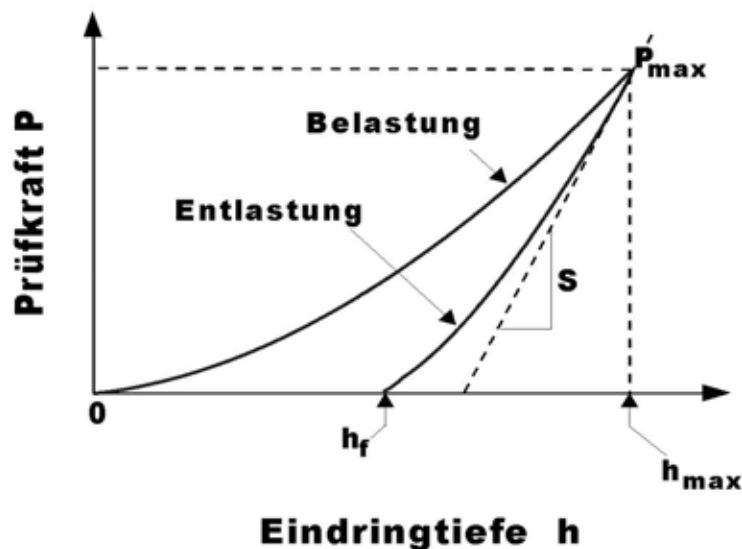


Abb.1: Schematische Darstellung einer Kraft-Eindringtiefe-Kurve und deren wichtigste Parameter.

Durch die Messung der Eindringtiefe unter Kraft vermeidet dieses Verfahren den Fehler, der durch die elastische Rückfederung bei der optischen Vermessung des Eindrucks im konventionellen Verfahren entsteht. Damit weicht dieser Wert, besonders bei spröden Materialien, erheblich von dem Messwert aus dem konventionellen Messverfahren ab.

Das Verfahren der Martenshärteprüfung im Nanobereich wurde im Verlauf des letzten Jahrzehnts entwickelt um die mechanischen Eigenschaften von sehr kleinen Materialvolumina zu erforschen. Die Methode wird verwendet, um dünne Schichten und Oberflächen zu charakterisieren. Da Eindrücke mit bis zu 1  $\mu\text{m}$  Genauigkeit positioniert werden können, kann außerdem die räumliche Verteilung der mechanischen Eigenschaften (z.B. in der Nähe einer Schweißstelle) mit hoher Auflösung ermittelt werden. Sogar wenn die Materialprobe ausreichend groß ist, um mit anderen Methoden getestet zu werden, bleibt dieses Verfahren oftmals die Methode der Wahl, da sie wenig Probenvorbereitung erfordert.

### 1.3 Bestimmung des Elastizitätsmoduls

Wie bereits erwähnt, lassen sich aus den Last-Eindringtiefe-Daten auch Rückschlüsse auf das elastische Verhalten (Elastizitätsmodul  $E$ ) des Materials ziehen. Dazu ist eine genaue Kenntnis der elastischen Kontaktsteifigkeit ( $S$ ) und der Kontaktfläche ( $A$ ) notwendig.

Die am häufigsten verwendete Methode um die Kontaktfläche zu berechnen wurde von Oliver und Pharr entwickelt [1]. Hierbei werden die Last-Eindringtiefe-Daten aus der Entlastungskurve, mit folgender Potenzgesetzbeziehung angepasst:

$$P = B(h - h_f)^m \quad (2)$$

$B$  und  $m$  sind empirisch bestimmte Anpassungs-Parameter und  $h_f$  die endgültige Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung. Die Kontaktsteifigkeit,  $S$ , wird dann durch analytisches Differenzieren von (2) und Auswerten an der maximalen Eindringtiefe  $h = h_{\max}$  gewonnen oder:

$$S = \frac{Bm(h - h_f)^{m-1}}{h - h_{\max}} \quad (3)$$

Die Erfahrung hat gezeigt das (2) nicht immer eine adäquate Beschreibung der gesamten Entlastungskurve darstellt. Das gilt vor allen Dingen für Schichtsysteme. Daher genügt in erster Näherung eine Anpassung des Anfangsbereiches (10%) der Entlastungskurve.

Mit Kenntnis der Kontaktsteifigkeit  $S$  lässt sich der reduzierte Elastizitätsmodul  $E_r$  wie folgt berechnen:

$$E_r = \frac{(\sqrt{\pi} \cdot S)}{2\beta\sqrt{A}} \quad (4)$$

wobei  $\beta$  eine Konstante ist, die nur von der Geometrie des Indenters abhängt. Der Elastizitätsmodul des Materials wird über die Beziehung

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (5)$$

berechnet, wobei  $\nu$  die Poissonzahl des Testmaterials und  $E_i$  der elastische Modul und  $\nu_i$  die Poissonzahl für den Indenter, ist. Für Diamant werden die elastischen Konstanten  $E_i = 1141$  GPa und  $\nu_i = 0,07$  benutzt.

## 1.4 Dynamische Kontaktsteifigkeitsbestimmung

Es ist wichtig festzuhalten, dass im Allgemeinen die Kontaktsteifigkeit  $S$ , für die Bestimmung von E-Modul und Härte vorausgesetzt wird. Die „Kontinuierliche Steifigkeitsmessung“ (CSM)-Option erlaubt die fortlaufende Messung der Kontaktsteifigkeit während der Belastung, und nicht nur am Punkt der anfänglichen Entlastung. Dieses wird durch Überlagerung einer kleinen Oszillation (ca. 2nm) auf das Ausgangslastsignal und der Analyse der entstehenden Antwort des Systems mittels eines frequenzspezifischen Verstärkers erreicht. Mit einer fortlaufenden Messung von  $S$  erhält man die Härte und den E-Modul als eine kontinuierliche Funktion der Tiefe aus einem einzigen Eindruck-Experiment.

## 1.5 Messungen an Schichtsystemen

Bei Messungen der Härte von Schichtsystemen wird im allgemeinen (Bückle-Regel) [2] davon ausgegangen, dass bei Eindringtiefen  $h \leq \frac{d}{10} \dots \frac{d}{7}$  ( $d$ ...Schichtdicke) das Substrat keinen Einfluss auf das Ergebnis mehr nimmt. Vielfältige Messungen haben jedoch gezeigt, dass auch bei Eindringtiefen  $h \leq \frac{d}{10}$  eine Verbundhärte bestimmt werden kann. Die Verbundhärte ist eine Überlagerung der Härte der Schicht mit der des Substrates und deren Wechselwirkung untereinander. Mit Hilfe der CSM- Option können durch die Bestimmung der Härte und des Elastizitätsmoduls als Funktion der Eindringtiefe der Übergang Schicht-Substrat in einem einzigen Eindrucktest deutlich gemacht werden. Damit wird es möglich, die Eigenschaften der Schicht von denen der Verbundhärte zuverlässiger zu separieren.

Bei der Härtemessung an Schichtsystemen werden die Ergebnisse durch das Verhältnis der Härten der Einzelschichten und durch die Eigenschaften des Interfaces Schicht/Substrat beeinflusst.

Bei einem weichen Film auf hartem Substrat verformt sich der Film vor dem Substrat Abb.2a.

Umgekehrt wird sich bei einem harten Film auf weichem Substrat zuerst dieses verformen Abb.3.

Kommt es durch Versagen der Schichthftung auf dem Substrat zu Abplatzungserscheinungen, kann der Härtewert verfälscht werden Abb. 4.

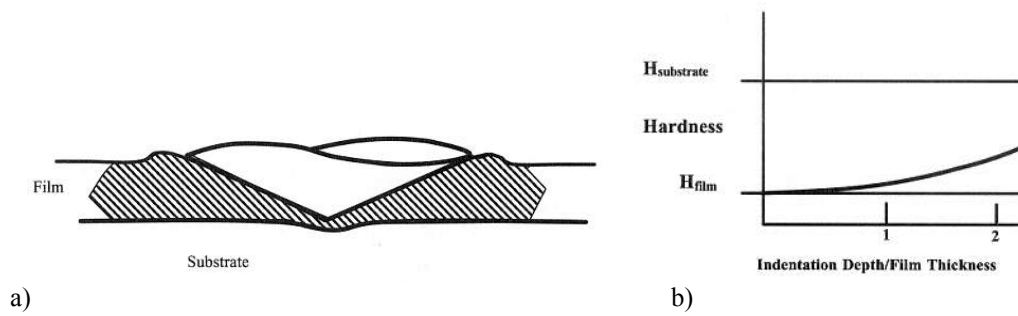


Abb. 2: Schematische Darstellung des Verformungsverhaltens eines Schichtsystems mit einem Härte-Verhältnis Film/Substrat  $<1$ ; a) Querschnitt des Eindrucks, b) Verlauf der Härtekurve

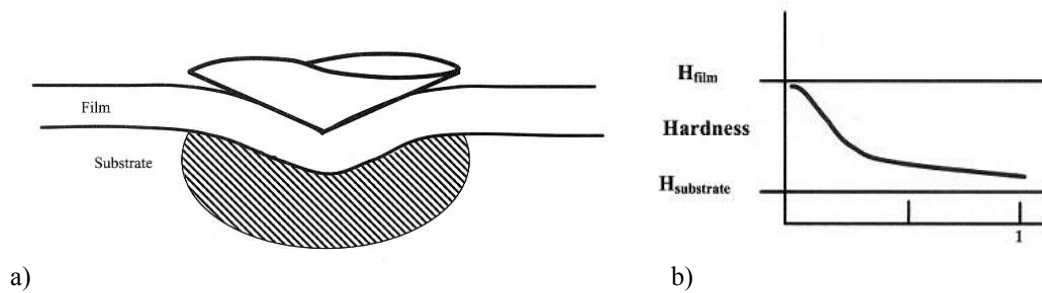


Abb. 3: Schematische Darstellung des Verformungsverhaltens eines Schichtsystems mit einem Härte-Verhältnis Film/Substrat  $>1$ ; a) Querschnitt des Eindrucks, b) Verlauf der Härtekurve

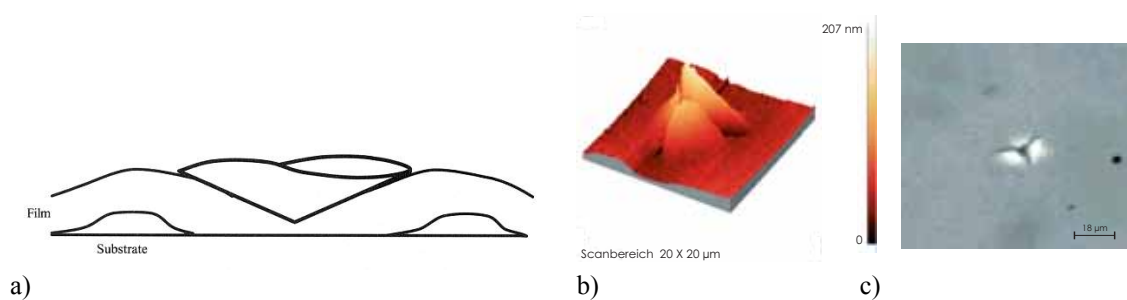


Abb. 4: Schematische Darstellung des Abplatzungsverhaltens an einem Schichtsystem; a) Querschnitt des Eindrucks, b) rasterkraftmikroskopische Aufnahme c) lichtmikroskopische Aufnahme

Der Film legt sich teilweise um den Eindringkörper und erhöht somit die reale Kontaktfläche. Dabei entsteht ein Fehler bei der Berechnung der Kontaktfläche  $A(h)$ , da die Höhe der Schichtaufwölbung nicht bekannt ist und nur mit der gemessenen Eindringtiefe  $h$  gerechnet wird.

Der gleiche Fehler kann auch bei Kompaktmaterialien auftreten. Besonders bei duktilen Metallen kommt es während des Eindrucks zu einer Aufwölbung (Wallbildung) des Materials an den Seitenflächen des Indenters. Diese Wälle erhöhen ebenfalls die reale Kontaktfläche. Der berechnete Härtewert ist in beiden Fällen dann größer als die tatsächliche Härte des Materials.

Finden dagegen eher Einsinkeffekte, wie es z.B. bei vielen Gläsern und Polymeren beobachtet wird, statt, ist die reale Kontaktfläche kleiner als die berechnete. Der erhaltene Härtewert ist daher kleiner als der tatsächliche.

## 2 Der Nanoindenter XP

Der Nanoindenter XP ist eine mechanische Mikrosonde und ermöglicht durch induktive und kapazitive Messtechnik die Bestimmung der mechanischen und tribologischen Eigenschaften von Festkörpern und Verbundsystemen in oberflächennahen Bereichen. Als Meßmethoden stehen dafür der Eindruck- sowie der Ritzversuch mit kontinuierlicher Eindringtiefen- und Tangentialkraftmessung zur Verfügung. Beide Versuchsarten erfolgen kraftgesteuert. Damit stellt dieses System einen wesentlichen Unterschied zu den Geräten dar, die in einem geschlossenen Kraftkreis arbeiten, in dem der Eindringvorgang über die Probenbewegung gesteuert wird.

Die Anlage selbst besteht im wesentlichen aus drei Hauptkomponenten – dem Indenterkopf, der optischen Messeinrichtung sowie einem Präzisionsprobentisch, der den Transport der Proben zwischen Kraft- und Wegmesseinrichtung und Mikroskop mit einer Genauigkeit  $< 0,5 \mu\text{m}$  ermöglicht. Die Tangentialkraftmessung ist als Zusatzoption an dem Indenterkopf befestigt.

Die Hauptkomponenten sind durch einen Aluminiumrahmen miteinander verbunden, der sich wiederum auf einem schwingungsisolierendem Tisch befindet. Zur Gewährung der thermischen Stabilität wird die gesamte Anordnung von der Umgebung isoliert.

Als Indenteranordnung wurde ein Indenterkopf mit einer Eindringtiefenauflösung von  $0,04 \text{ nm}$  und einer Kraftauflösung von  $50 \text{ nN}$  verwendet. Den prinzipiellen Aufbau der Kraft- und Wegmesseinrichtung zeigt Abb. 5.

Die Anordnung besteht aus einer Stab-Röhren-Kombination. In der Mitte des äußeren Rohres ist die Zwischenplatte eines 3-Plattenkondensators angebracht, welcher das Wegmeßsystem für die Normalenauslenkung des Indenters darstellt. Die maximale Auslenkung ist auf  $40 \mu\text{m}$  beschränkt. Der Innenstab stellt das Kraftübertragungselement dar. Somit stehen Kraft- und Wegmesselement nicht in Verbindung. Am unteren Ende des Innenstabes befindet sich der auswechselbare Diamanteindringkörper. Das obere Ende des Dualrohres besteht aus einem Eisenkern, der von einer Spule umgeben ist.

Diese wird durch eine regelbare Stromquelle gespeist. Das dadurch innerhalb der Spule entstehende Magnetfeld übt eine Kraft auf den Eisenkern und mithin auf den Indenter aus. Der Spannungsabfall über einen der Spule nachgeschalteten Widerstand dient zur direkten Normalkraftmessung.

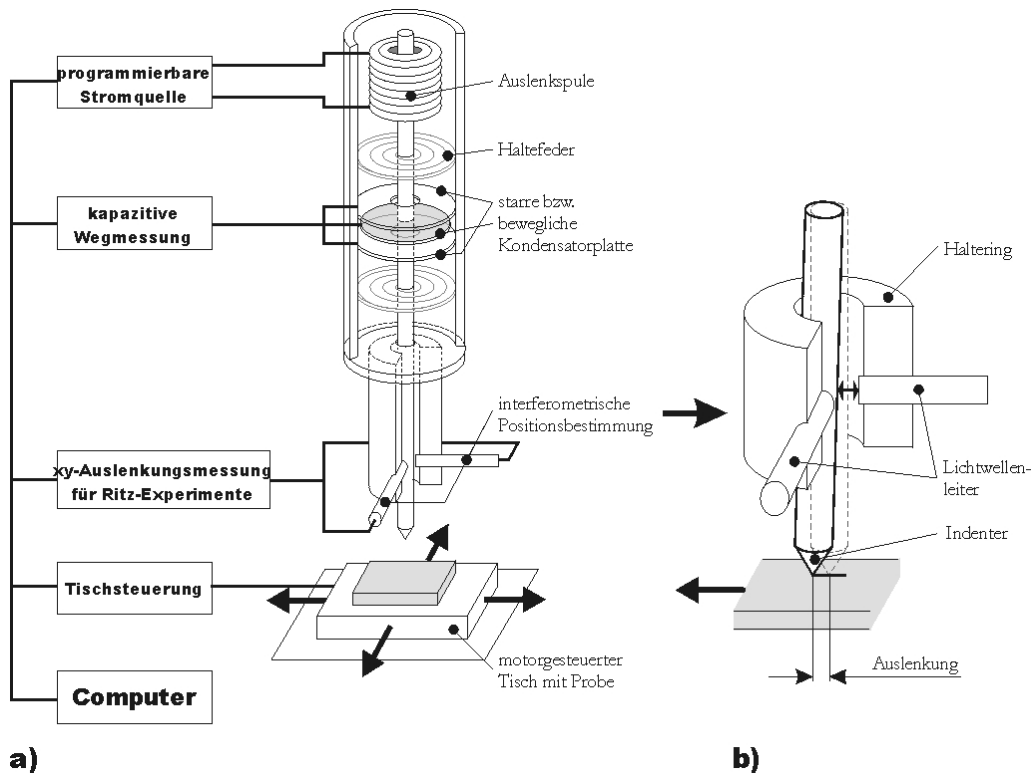


Abb. 5: Kraft- und Wegmesseinrichtung des Nanoindenter XP  
a) induktive Krafterzeugung und -messung sowie kapazitive Wegmessung;  
b) interferometrische Lateralkraftmessung

Ohne Kontakt zwischen Indenter und Probe erfolgt die Wegauslenkung des Indenters in Normalenrichtung (z-Achse) durch das krafterzeugende System gegen eine Federaufhängung mit einer geringen vertikalen Federkonstante von ca. 80 N/m, aber einer hohen horizontalen Steifigkeit. Die vertikale Dämpfung des Wegmesselements wird bestimmt durch die Viskosität der Luft im Zwischenraum des Kondensators. Da in der Kraft- und Wegmessung nur Spannungsdifferenzen gemessen werden, ist es notwendig, einen probenspezifischen Bezugswert zu finden. Dazu wird eine aufwendige Oberflächenfindungsprozedur durchlaufen.

Die Zusatzanordnung für die Tangentialkraftmessung besteht hauptsächlich aus Hardware, die dazu dient, die lokale Auslenkung des Indenterschafes in horizontaler Richtung aus seiner senkrechten Position aufzuzeichnen.

Nach Teststart transportiert der Tisch die Probe vom Mikroskop zum Indenter. Vor Beginn des eigentlichen Messvorganges wird die thermische Drift des Systems überprüft und die Stellung der Oberfläche zum Indenter justiert. Dies geschieht rechnergesteuert nach den Vorgaben des Benutzers.

Das Messprogramm ist in einzelne Segmente unterteilt, wobei das erste und letzte Segment durch das Annäherungs- bzw. Entlastungssegment festgelegt sind. Das Annäherungssegment dient zur Bestimmung des Kraft- und Wegnullpunktes. Hierbei wird der Indenter kraftgesteuert auf die Probe abgesenkt. Die Werte für Kraft und Auslenkung (Spannungswerte) werden kontinuierlich gemessen und zur Berechnung der Steifigkeit der Federaufhängung (ca. 80 N/m) des krafterzeugenden Systems verwendet. Solange kein Kontakt mit der Probenoberfläche erfolgt, muss dieser Wert konstant bleiben, da nur gegen die Steifigkeit der Federn gearbeitet wird.

Bei jedem letzten Segment eines Messvorganges erfolgt eine völlige Entlastung des Systems. Dabei wird der Indenter bis zu dem Spannungswert angehoben, an dem während der Annäherung an die Probenoberfläche der Kontakt erreicht wurde.

Zwischen diesen beiden Programmschritten findet der eigentliche Messvorgang statt.

## **2.1 Verwendete Indentergeometrie - Berkovich**

Verwendet wird eine dreiseitige Pyramide die ein ähnliches Seitenverhältnis wie die vierseitige Vickers-Pyramide besitzt. Die Seiten der Pyramide schließen mit der Höhe der Pyramide einen Winkel von  $65.3^\circ$  ein. Der Indenter besteht aus Diamant.

## **2.2 Umgebungskontrolle**

Um den vollen Vorteil aus der zur Verfügung stehenden feinen Auflösung in der Eindringtiefe zu ziehen, müssen einige Vorsichtsmaßnahmen bezüglich der Auswahl und Präparation der Testumgebung ergriffen werden. Unsicherheiten und Fehler in den gemessenen Eindringtiefen stammen von zwei separaten Umgebungsquellen: Vibration und Abweichungen der Temperatur, die thermische Ausdehnung und Kontraktion der Probe und des Testsystems bedingt.

## **2.3 Oberflächenpräparation**

Oberflächenglätte ist wichtig da Kontaktflächen aus der Kontakttiefe und der Flächenfunktion berechnet und nicht direkt beobachtet werden. Also hängt der Grad der benötigten Glätte von der Größenordnung der gemessenen Eindringtiefe und der Toleranz der Standardabweichung der Kontaktfläche ab. In der Regel sind die meisten Schichten ausreichend glatt.

## **2.4 Testprozedur und Korrektur der Messdaten**

Um gegenseitige Beeinflussung zu vermeiden, sollten sukzessive Eindrücke voneinander mindestens durch 20 bis 30mal der maximalen Eindringtiefe getrennt sein, wenn ein Berkovich-Indenter benutzt wird.

Die Korrektur bezüglich thermischer Drift wird für jedes Eindruckexperiment durchgeführt. Darin wird die gemessene Eindringtiefe um kleine Anteile an thermischer Expansion oder Kontraktion im Testmaterial und/oder des Gerätes korrigiert. Gegen Ende des Eindruckexperimentes wird der Indenter bei einer kleinen Last für mindestens 50 Sekunden gehalten. Änderungen der Eindringtiefe, die in diesem Zeitraum gemessen werden, können der thermischen Expansion oder Kontraktion im Testmaterial oder dem Gerät zugeschrieben werden. Alle Eindringtiefen werden dann je nach der Zeit, in der sie erhalten wurden, korrigiert. Zum Beispiel, wenn der Indenter in das Material mit einer Geschwindigkeit von  $0,05 \text{ nm/sec}$  eindringt während die Last konstant gehalten wird, dann wird die Eindringtiefe, die nach 10 Sekunden des Experimentes gemessen wurde, um  $-0,5 \text{ nm}$  korrigiert. Diese



Änderung kann oder kann nicht signifikant sein, je nach der Größenordnung der Eindringtiefe. Typische Werte für die thermische Drift sind  $<0,05$  nm/sec für den Nanoindenter XP. Die thermische Drift-Korrektur beeinflusst in erster Linie die berechnete Kontaktfläche indem sie Kontakttiefe beeinflusst. Sie beeinflusst auch die Berechnung der Kontaktsteifigkeit, die aus der Steigung der Entlastungskurve berechnet wird.

## 2.5 Kompensation der Deformation des Lastrahmens

Diese Art von Analyse ist für nahezu alle mechanischen Tests gebräuchlich. Der Großteil der gemessenen Eindringtiefe tritt in der Testprobe auf, aber der Lastrahmen (Testzubehör, Probengestell, Gerüst, etc.) wird ebenfalls unvermeidlich zu einem kleinen Anteil verformt. Der Lastrahmen und die Probe können als zwei Federn in Serie modelliert werden, mit jeweils den Steifigkeiten  $K_f$  und  $S$ . Die Steifigkeit des Lastrahmens ( $K_f$ ) wird durch Kalibrierung bestimmt und ist als Parameter bereits in der Software vorhanden. Ist dieser Parameter einmal bekannt, kann man den Anteil der im Lastrahmen gemessenen Eindringtiefe bestimmen und die Eindringtiefe-Daten damit korrigieren. Die Eindringtiefe in das Gerät ist gegeben durch  $P/K_f$ . Die Ausgangslastdaten müssen für die Kraft, die die unterstützenden Federn aufwenden kompensiert werden. Die Steifigkeit der unterstützenden Federn wird in der Fabrik bestimmt und kann durch  $K_S$  repräsentiert werden. Dann ist die Kraft der unterstützenden Federn abhängig von ihrer Auslenkung,  $x$ , und gegeben durch  $x \cdot K_S$ .

## 3 Aufgabenstellung

Die genaue Aufgabenstellung wird am Versuchstag besprochen. Im Rahmen dieses Versuchs sollen die Härte und der Elastizitätsmodul eines Kompaktmaterials und eines Schichtsystems bestimmt werden. Bei den Proben handelt es sich um Si (100) und einer Cu-Schicht auf Si (100).

Ihnen stehen 2 Methoden zur Verfügung

- 1) „CSM - Praktikum“
- 2) „Standard-Praktikum“

Vergleichen Sie die Messwerte beider Methoden. Bestimmen Sie für beide Methoden die kritische Eindringtiefe  $h_{krit}$ , ab der das Si-Substrat Einfluss auf die Verbunddaten nimmt. Vergleichen Sie die erhaltenen Werte für die Härte und den Elastizitätsmodul (für Si, Cu und den Verbund Cu/Si) mit Literaturwerten und diskutieren Sie diese.

### Testatvorbereitung

Neben dem gründlichen Studium der Versuchsbeschreibung, bereiten Sie sich bitte auf folgende Fragestellungen vor:

- Informieren Sie sich über die Methode der konventionellen Härteprüfung.
- Wie werden Härte und Elastizitätsmodul definiert und wie können sie bestimmt werden?
- Wie beeinflussen Wallbildung und Einsinkeffekte die gemessenen Werte?

- Welche Besonderheiten sind bei der Messung an Schichtsystemen zu beachten?

## **4 Literatur**

- [1] W.C.Oliver, G.M.Pharr: J.Mat.Res. 7, 1564, (1992)
- [2] H.Bückle: Mikrohärteprüfung und ihre Anwendung, Stuttgart, Berliner Union, 1965

## **5 Sicherheitshinweise**

Das Labor darf nur nach der Freigabe durch den Betreuer betreten werden. Bei allen während der Versuchsdurchführung auftretenden Problemen ist der Betreuer zu verständigen.