

DIN EN ISO 14577-1



ICS 77.040.10

Ersatz für
DIN EN ISO 14577-1:2003-05

**Metallische Werkstoffe –
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer
Werkstoffparameter –
Teil 1: Prüfverfahren (ISO 14577-1:2015);
Deutsche Fassung EN ISO 14577-1:2015**

Metallic materials –
Instrumented indentation test for hardness and materials parameters –
Part 1: Test method (ISO 14577-1:2015);
German version EN ISO 14577-1:2015

Matériaux métalliques –
Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des
matériaux –
Partie 1: Méthode d'essai (ISO 14577-1:2015);
Version allemande EN ISO 14577-1:2015

Gesamtumfang 54 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14577-1:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 164 „Mechanical testing of metals“, Unterkomitee SC 3 „Hardness testing“ erarbeitet (Sekretariat: DIN, Deutschland) und von ECISS/TC 101 „Prüfverfahren für Stahl (andere als chemische Analysen)“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) im Rahmen der Wiener Vereinbarung übernommen.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-01-41 AA „Härteprüfung für Metalle“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

EN ISO 14577 mit dem Haupttitel, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter*, besteht aus:

- Teil 1: Prüfverfahren
- Teil 2: Prüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen
- Teil 3: Kalibrierung von Referenzproben
- Teil 4: Prüfverfahren für metallische und nichtmetallische Schichten

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 4287	siehe DIN EN ISO 4287
ISO 14577-2	siehe DIN EN ISO 14577-2
ISO 14577-3	siehe DIN EN ISO 14577-3
ISO 14577-4	siehe DIN EN ISO 14577-4

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14577-1:2003-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) detaillierte Festlegungen zur Probenreinigung aufgenommen;
- b) Einführung der differentiellen Martenshärte als Materialparameter;
- c) normative Festlegungen zur Bestimmung und Verwendung eines variablen Epsilon aufgenommen;
- d) normative Festlegungen zur Berechnung und Verwendung der radialen Wegkorrektur ergänzt;
- e) Einfügung von Festlegungen zur Bestimmung und Korrektur der Drift;
- f) Bestimmung der Messunsicherheit sowohl der Flächenfunktion als auch des Nullpunkt intergiert;
- g) Integration von Festlegungen zur Bestimmung der Messunsicherheit sowohl der Flächenfunktion als auch des Nullpunkts;

- h) Aufnahme von Festlegungen zur Bestimmung der Messunsicherheit von Eindringhärte H_{IT} und Eindringmodul E_{IT} ;
- i) redaktionelle Änderungen.

Frühere Ausgaben

DIN 50359-1: 1997-10

DIN EN ISO 14577-1: 2003-05

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4287, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) — Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren — Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit*

DIN EN ISO 14577-2, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 2: Prüfung und Kalibrierung der Prüfmaschine*

DIN EN ISO 14577-3, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 3: Kalibrierung von Referenzproben*

DIN EN ISO 14577-4, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 4: Prüfverfahren für metallische und nichtmetallische Schichten*

Deutsche Fassung

Metallische Werkstoffe —
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte
und anderer Werkstoffparameter —
Teil 1: Prüfverfahren
(ISO 14577-1:2015)

Metallic materials —
Instrumented indentation test for hardness
and materials parameters —
Part 1: Test method
(ISO 14577-1:2015)

Matériaux métalliques —
Essai de pénétration instrumenté pour la détermination
de la dureté et de paramètres des matériaux —
Partie 1 : Méthode d'essai
(ISO 14577-1:2015)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 16. April 2015 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Symbole und Bezeichnungen.....	5
4 Kurzbeschreibung.....	8
5 Prüfmaschine.....	8
6 Probe	9
7 Durchführung	10
8 Unsicherheit der Ergebnisse	13
9 Prüfbericht	14
Anhang A (normativ) Werkstoffparameter, bestimmt aus den Kraft-Eindringtiefe Datensätzen	16
Anhang B (informativ) Arten der Regelung des Eindringprozesses	29
Anhang C (normativ) Prüfmaschinennachgiebigkeit und Flächenfunktion des Eindringkörpers.....	30
Anhang D (informativ) Anmerkungen zu Diamant-Eindringkörpern	32
Anhang E (normativ) Einfluss der Oberflächenrauheit der Probe auf die Genauigkeit der Ergebnisse	33
Anhang F (informativ) Zusammenhang zwischen der Eindringhärte H_{IT} und der Vickershärte.....	34
Anhang G (normativ) Bestimmung der Drift- und Kriechgeschwindigkeit	36
Anhang H (informativ) Abschätzung der Unsicherheit der berechneten Härtewerte und Werkstoffparameter	38
Anhang I (normativ) Berechnung der radialen Wegkorrektur	47
Literaturhinweise	49

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14577-1:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 164 „Mechanical testing of metals“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 101 „Prüfverfahren für Stahl (andere als chemische Analysen)“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2016 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 14577-1:2002.

ISO 14577, *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters* besteht aus folgenden Teilen:

- *Part 1: Test method*
- *Part 2: Verification and calibration of testing machines*
- *Part 3: Calibration of reference blocks*
- *Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings*

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14577-1:2015 wurde vom CEN als EN ISO 14577-1:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Härte wird üblicherweise definiert als der Widerstand eines Werkstoffs gegenüber dem permanenten Eindringen durch einen anderen härteren Werkstoff. Die erhaltenen Ergebnisse der Härteprüfverfahren nach Rockwell, Vickers und Brinell werden jeweils nach der Rücknahme der Prüfkraft bestimmt. Daher wurde der Einfluss der elastischen Verformung unterhalb des Eindringköpers nicht berücksichtigt.

ISO 14577 (alle Teile) wurde erstellt, damit der Anwender den Eindringvorgang in Werkstoffe erfassen kann, indem sowohl Kraft als auch Weg während der plastischen und elastischen Verformung gemessen werden. Bei der Auswertung des vollständigen Prüfzyklus, der Zu- und Rücknahme der Prüfkraft, können auch Härtewerte ermittelt werden, die traditionellen Härtewerten äquivalent sind. Wesentlich ist, dass auch andere Eigenschaften des Werkstoffs, wie dessen Eindringmodul und elastisch-plastische Härte, bestimmt werden können. Alle diese Größen können ohne die Erforderlichkeit einer optischen Ausmessung des Eindrucks ermittelt werden. Außerdem gestattet die instrumentierte Eindringprüfung durch eine Vielzahl von Verfahren, Härte und Modul-Tiefenprofile während des möglicherweise komplexen Eindringzyklus aufzuzeichnen.

ISO 14577 (alle Teile) wurde erarbeitet, um die erhaltenen Messwerte in vielfältiger Weise analysieren zu können.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 14577 legt das Verfahren für die instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter für die drei folgenden Bereiche fest:

- Makrobereich: $2 \leq F \leq 30 \text{ kN}$;
- Mikrobereich: $2 > F; h > 0,2 \text{ }\mu\text{m}$;
- Nanobereich: $h \leq 0,2 \text{ }\mu\text{m}$.

Im Nanobereich hängt die mechanische Verformung stark von der realen Geometrie der Eindringkörperspitze ab und die berechneten Werkstoffparameter werden wesentlich durch die Kontaktflächenfunktion des in der Prüfmaschine verwendeten Eindringkörpers beeinflusst. Deshalb ist eine sorgfältige Kalibrierung von sowohl der Prüfmaschine als auch der Eindringkörpergeometrie erforderlich, um eine akzeptable Vergleichpräzision der Werkstoffparameter, die mit verschiedenen Prüfmaschinen bestimmt wurden, zu erhalten.

Der Makro- und Mikrobereich unterscheiden sich durch die Prüfkraft in Bezug auf die Eindringtiefe.

Es ist zu beachten, dass der Mikrobereich nach oben durch die Prüfkraft (2 N) und nach unten durch eine Eindringtiefe von 0,2 μm begrenzt ist.

Die Bestimmung der Härte und der anderen Werkstoffparameter ist in Anhang A enthalten.

Bei hohen Kontaktdrücken sind Beschädigungen des Eindringkörpers möglich. Aus diesem Grunde werden im Makrobereich häufig Eindringkörper aus Hartmetall verwendet. Bei Proben mit sehr hoher Härte und sehr großem Elastizitätsmodul kann eine bleibende Verformung des Eindringkörpers auftreten und kann mit Hilfe geeigneter Referenzmaterialien nachgewiesen werden. Es ist notwendig, dass der entsprechende Einfluss auf das Prüfergebnis berücksichtigt wird.

Dieses Prüfverfahren kann außerdem für dünne metallische und nichtmetallische Überzüge und für Nichtmetalle angewendet werden. In diesem Fall wird empfohlen, dass die in den entsprechenden Normen enthaltenen Festlegungen beachtet werden (siehe auch 6.3 und ISO 14577-4).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 14577-2:2015, *Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 2: Verification and calibration of testing machines*

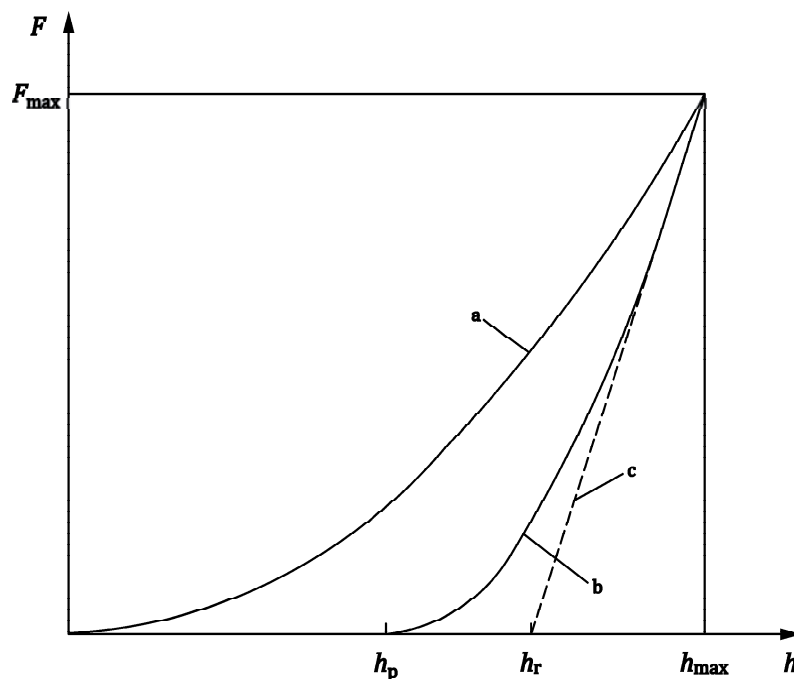
ISO IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement* (GUM:1995)

3 Symbole und Bezeichnungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole und Bezeichnungen nach Tabelle 1 (siehe auch Bild 1 und Bild 2).

Tabelle 1 — Symbole und Bezeichnungen

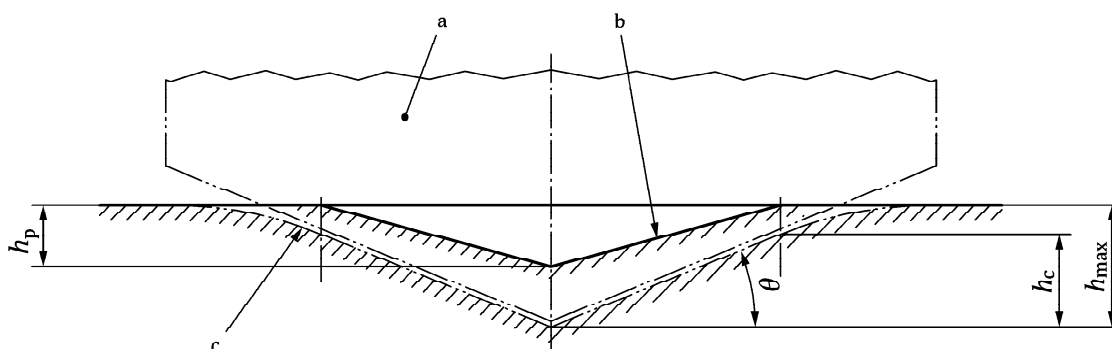
Symbol	Bezeichnung	Einheit
$A_p(h_c)$	Projizierte Kontaktfläche des Eindringkörpers beim Abstand h_c von der Spitze	mm ²
$A_s(h)$	Oberfläche des Eindringkörpers beim Abstand h von der Spitze	mm ²
C_{IT}	Eindringkriechen	%
C_T	Gesamte gemessene Kontaktnachgiebigkeit (dh/dF Tangente an die Krafterücknahmekurve bei maximaler Prüfkraft))	nm/mN
C_F	Prüfmaschinennachgiebigkeit	nm/mN
C_S	Kontaktnachgiebigkeit nach der Korrektur mit der Prüfmaschinennachgiebigkeit	nm/mN
E_{IT}	Eindringmodul der Probe	GPa
E_r	Reduzierter zweiachsiger Dehnungsmodul des Kontakts (Kombination der zweiachsigen Dehnungsmodule von Probe und Eindringkörper)	GPa
F	Prüfkraft	N
F_{max}	Maximale Prüfkraft	N
h	Eindringtiefe bei wirkender Prüfkraft	mm
h_c	Tiefe des Kontakts des Eindringkörpers mit der Probe bei F_{max}	mm
h_{max}	Maximale Eindringtiefe bei F_{max}	mm
h_p	Bleibende Eindringtiefe nach Rücknahme der Prüfkraft	mm
h_r	Schnittpunkt der Tangente c an die Kurve b bei F_{max} mit der Achse der Eindringtiefe, wie in Bild 1 beschrieben	mm
H_{IT}	Eindringhärte	GPa
HM	Martenshärte	GPa
HM _S	Martenshärte, bestimmt aus der Steigung der ansteigenden Kraft-Eindringtiefe-Kurve	GPa
HM _{diff}	Martenshärte, bestimmt aus der ersten Ableitung von h nach $\sqrt{F}$	GPa
ν_s	Poissonzahl der Probe	
r	Radius des kugeligen Eindringkörpers	mm
R_{IT}	Eindringrelaxation	%
W_{elast}	Elastische Rückverformungsarbeit beim Eindringen	N·m
W_{total}	Gesamte mechanische Arbeit beim Eindringen	N·m
α	Halbkegelwinkel oder Facettenwinkel zur Eindringachse bei pyramidenförmigen Eindringkörpern	°
θ	Größter Winkel zwischen der Kontaktfläche und dem Eindringkörper zur Berechnung der radialen Wegkorrektur	°
η_{IT}	Verhältnis W_{elast}/W_{total}	%
ANMERKUNG 1 Zur Vermeidung sehr langer Zahlenangaben ist die Verwendung dezimaler Vielfacher oder Teile der Einheiten erlaubt.		
ANMERKUNG 2 Die weitere Nutzung der Einheit N/mm ² ist erlaubt. 1 MPa = 1 N/mm ² .		



Legende

- a Prüfkraftaufbringung
- b Prüfkraftrücknahme
- c Tangente an die Kurve b bei $F_{\max}$

Bild 1 — Schematische Darstellung des Prüfvorgangs



Legende

- a Eindringkörper
- b Oberfläche des verbleibenden plastischen Eindrucks in einer Probe mit einem „perfekt plastischen Verhalten“
- c Oberfläche des Eindrucks bei maximaler Eindringtiefe und Prüfkraft
- θ größter Winkel zwischen der Probenoberfläche und dem Eindringkörper

Bild 2 — Schematische Schnittdarstellung des Eindrucks im Falle des „Einsinkens“ des Werkstoffs

4 Kurzbeschreibung

Die kontinuierliche Aufzeichnung von Kraft und Eindringtiefe erlaubt die Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter (siehe Bild 1 und Bild 2). Es muss ein Eindringkörper verwendet werden, der aus einem härteren Werkstoff als der zu prüfende Werkstoff besteht. Die folgenden Formen und Werkstoffe können verwendet werden:

- a) Eindringkörper aus Diamant in Form einer orthogonalen Pyramide mit einer quadratischen Grundfläche und einem Winkel $\alpha = 68^\circ$ zwischen der Achse der Diamantpyramide und einer der Seitenflächen (Vickers-Pyramide, siehe Bild A.1);
- b) Diamantpyramide mit dreieckiger Grundfläche (z. B. modifizierte Berkovich-Pyramide mit einem Winkel $\alpha = 65,27^\circ$ zwischen der Achse der Diamantpyramide und einer der Seitenflächen, siehe Bild A.1);
- c) Hartmetallkugel (besonders für die Bestimmung des elastischen Verhaltens von Werkstoffen);
- d) Diamantkegel mit kugliger Spitze.

Dieser Teil von ISO 14577 schließt die Verwendung anderer Eindringkörpergeometrien nicht aus, trotzdem sollten Ergebnisse, die mit solchen Eindringkörpern erhalten werden, sorgfältig interpretiert werden. Andere Werkstoffe, wie Saphir, können auch verwendet werden.

ANMERKUNG Durch die Kristallstruktur des Diamanten sind Eindringkörper, die kugelig sein sollen, üblicherweise Vielflächer und haben keine ideal kugelige Form.

Der Prüfvorgang kann entweder kraft- oder eindringtiefengeregt durchgeführt werden. Die Prüfkraft F , die entsprechende Eindringtiefe h und die Zeit werden während des gesamten Prüfzyklus aufgezeichnet. Das Ergebnis der Prüfung ist der Datensatz aus Prüfkraft und der entsprechenden Eindringtiefe als Funktion der Zeit (siehe Bild 1 und Anhang B).

Für eine reproduzierbare Bestimmung der Kraft und der entsprechenden Eindringtiefe muss der Nullpunkt für die Kraft-Eindringtiefe-Messung für jede Prüfung einzeln bestimmt werden (siehe 7.3).

Wenn zeitabhängige Effekte gemessen werden

- wird beim kraftgeregelten Verfahren die Prüfkraft über eine festgelegte Zeitspanne konstant gehalten und die Änderung der Eindringtiefe als Funktion der Haltezeit der Prüfkraft gemessen (siehe Bilder A.3 und B.1), und
- wird beim eindringtiefengeregelten Verfahren die Eindringtiefe über eine festgelegte Zeitspanne konstant gehalten und die Änderung der Prüfkraft als Funktion der Haltezeit der Eindringtiefe gemessen (siehe Bilder A.4 und B.2).

Die beiden vorgenannten Arten der Regelung ergeben wesentlich unterschiedliche Ergebnisse im Kurvenbereich b in Bild B.1 a) und Bild B.2 b) oder in Bild B.1 b) und Bild B.2 a).

5 Prüfmaschine

5.1 Die Prüfmaschine muss die Möglichkeit besitzen, vorgegebene Prüfkrafts oder Eindringtiefen innerhalb des erforderlichen Anwendungsbereichs aufzubringen und muss die Anforderungen nach ISO 14577-2 erfüllen.

5.2 Die Prüfmaschine muss die Möglichkeit besitzen, die wirkende Prüfkraft, Eindringtiefe und Zeit während des gesamten Prüfzyklus zu messen und aufzuzeichnen.

5.3 Die Prüfmaschine muss die Möglichkeit besitzen, die Maschinennachgiebigkeit zu kompensieren und die entsprechende Flächenfunktion des Eindringkörpers zu nutzen (siehe Anhang C und ISO 14577-2:2015, 4.5 und 4.6).

5.4 Eindringkörper für die Verwendung mit der Prüfmaschine können verschiedene Formen aufweisen, die in ISO 14577-2 festgelegt sind (für weitere Informationen zu Diamanteindringkörpern siehe Anhang D).

5.5 Die Prüfmaschine muss bei einer Temperatur innerhalb des in 7.1 festgelegten zulässigen Temperaturbereichs arbeiten und ihre Kalibrierung muss innerhalb der in ISO 14577-2:2015, Abschnitt 4, festgelegten Grenzen erhalten bleiben.

6 Probe

6.1 Die Prüfung ist in einem Bereich der Prüffläche durchzuführen, der die Bestimmung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve für den vorgesehenen Eindringtiefenbereich mit der erforderlichen Messunsicherheit erlaubt. Die Kontaktfläche muss frei von Flüssigkeiten oder Schmierstoffen sein, ausgenommen, es ist für die Durchführung der Prüfung erforderlich; in diesem Fall muss das im Prüfbericht genau beschrieben werden. Es ist darauf zu achten, dass keine Fremdkörper (z. B. Staubteilchen) in die Kontaktfläche gelangen.

Grundsätzlich sollten unter der Voraussetzung, dass die Oberfläche frei von offensichtlicher Oberflächenverschmutzung ist, Reinigungsprozesse vermieden werden. Wenn eine Reinigung erforderlich ist, ist diese auf die folgenden Verfahren zu beschränken, um Schädigungen zu minimieren:

- Anwendung eines trockenen, ölfreien und gefilterten Gasstroms;
- Anwendung eines Stroms sublimierter CO₂-Teilchen (wobei die Oberflächentemperatur jedoch über dem Taupunkt gehalten wird);
- Spülen mit einem Lösungsmittel (welches chemisch inert gegenüber der Probe ist) und anschließendes Trocknen;

Wenn diese Verfahren versagen und die Oberfläche ausreichend robust ist, wird die Oberfläche mit einem fusselfreien Tuch, das in Lösungsmittel getränkt wurde, abgewischt, um anhaftende Staubteilchen zu entfernen. Im Anschluss muss die Oberfläche in einem Lösungsmittel, wie oben beschrieben, abgespült werden.

Ultraschallverfahren sind dafür bekannt, dass sie Schäden an Oberflächen und Überzügen erzeugen oder verstärken und sollten nur mit Vorsicht angewendet werden.

Für eine Erläuterung hinsichtlich des Einflusses der Probenrauheit auf die Messunsicherheit der Ergebnisse siehe Anhang E. Die Oberflächenbearbeitung hat einen signifikanten Einfluss auf die Prüfergebnisse.

Die Prüffläche muss senkrecht zur Richtung der Prüfkraft sein. Es wird empfohlen, dass die Oberflächenneigung weniger als 1° beträgt. Neigungen sollten in die Unsicherheitsberechnung einbezogen werden.

6.2 Die Vorbereitung der Prüffläche muss so erfolgen, dass die Härte und/oder die Eigenspannungen an der Oberfläche (z. B. durch Erwärmung oder Kaltverformung) minimiert werden.

Wegen der geringen Eindringtiefen im Mikro- und Nanobereich müssen besondere Vorkehrungen bei der Probenvorbereitung getroffen werden. Es ist ein Polierverfahren anzuwenden, das für die jeweiligen Werkstoffe geeignet ist.

6.3 Die Probendicke muss groß genug sein (oder die Eindringtiefe ausreichend klein), so dass die Prüfergebnisse durch die Probenaufgabe nicht beeinflusst werden. Die Probendicke sollte mindestens das Zehnfache der Eindringtiefe oder das Dreifache des Eindruckdurchmessers betragen (siehe 7.7), je nachdem, welcher Wert größer ist.

Bei der Prüfung von Überzügen sollte die Dicke des Überzugs als Probendicke betrachtet werden. Für die Prüfung von Überzügen siehe ISO 14577-4.

ANMERKUNG Die oben genannten Grenzwerte beruhen auf experimentellen Erfahrungen. Die exakten Grenzwerte für den Einfluss der Auflage auf die Probe sind abhängig von der Geometrie des verwendeten Eindringkörpers und von den Werkstoffeigenschaften der Probe und der Auflage.

7 Durchführung

7.1 Die Prüftemperatur muss aufgezeichnet werden. Üblicherweise werden Prüfungen im Bereich der Umgebungstemperatur zwischen 10 °C und 35 °C durchgeführt.

Die Stabilität der Temperatur während einer Prüfung ist wichtiger als die tatsächliche Prüftemperatur. Jede durchgeführte Kalibrierkorrektur muss gemeinsam mit der zusätzlichen Kalibrierunsicherheit aufgezeichnet werden. Es wird empfohlen, dass Prüfungen, insbesondere im Nano- und Mikrobereich, unter kontrollierten Bedingungen im Bereich von (23 ± 5) °C und bei (45 ± 10) % relativer Luftfeuchte durchgeführt werden.

Die einzelnen Prüfungen müssen jedoch wegen der geforderten hohen Genauigkeit bei der Messung der Eindringtiefe bei stabilen Temperaturbedingungen durchgeführt werden. Das bedeutet, dass

- die Probe vor Beginn der Prüfung die Umgebungstemperatur erreicht haben muss,
- die Prüfmaschine eine stabile Arbeitstemperatur erreicht haben muss (die Bedienungsanleitung sollte beachtet werden),
- die Umgebungs-, Geräte- und Prüftemperatur muss innerhalb des Bereichs, für den die Prüfmaschinenkalibrierung gültig ist, liegen und
- andere äußere Einflüsse, die Temperaturänderungen während eines einzelnen Prüfvorgangs hervorrufen, kontrolliert werden müssen.

Um die thermisch induzierte Drift der Eindringtiefe so gering wie möglich zu halten, muss die Temperatur der Prüfmaschine über die Dauer eines Prüfzyklus angemessen aufrechterhalten werden oder die Drift der Eindringtiefe muss gemessen und korrigiert werden. In Bild 3 ist ein Entscheidungsablauf dargestellt, der bei der Abschätzung der während der Prüfung auftretenden Drift unterstützen soll. Wenn die Driftgeschwindigkeit signifikant ist, müssen die Wegdaten korrigiert werden, indem die Driftgeschwindigkeit unter Beibehalten einer aufgebrachten Kraft, die möglichst nahe am Nullpunkt der Kraft liegt, wenn praktikabel, oder unter Beibehalten einer Kraft an einer geeigneten Stelle in der Krafrücknahmekurve (siehe ISO 14577-2:2015, Anhang G und 4.3.3) gemessen wird. Wenn ein Kontakt im vollelastischen Bereich erreicht werden kann, ist ein Beibehalten der Kraft beim Anfangskontakt zu bevorzugen. Auf diese Art können Werkstoffeinflüsse (Kriechen, Viskoplastizität, Rissbildung) minimiert werden. Die Unsicherheit aufgrund der Drift oder in der angewendeten Driftkorrektur muss angegeben werden.

ANMERKUNG Zur Bestimmung der Drift bei Instrumenten, die sich auf eine Oberflächenreferenz beziehen, ist ein elastischer Kontakt zwischen der Referenz und der Oberfläche ausreichend; ein Kontakt des Eindringkörpers mit der Oberfläche ist nicht erforderlich und ist nicht zu empfehlen.

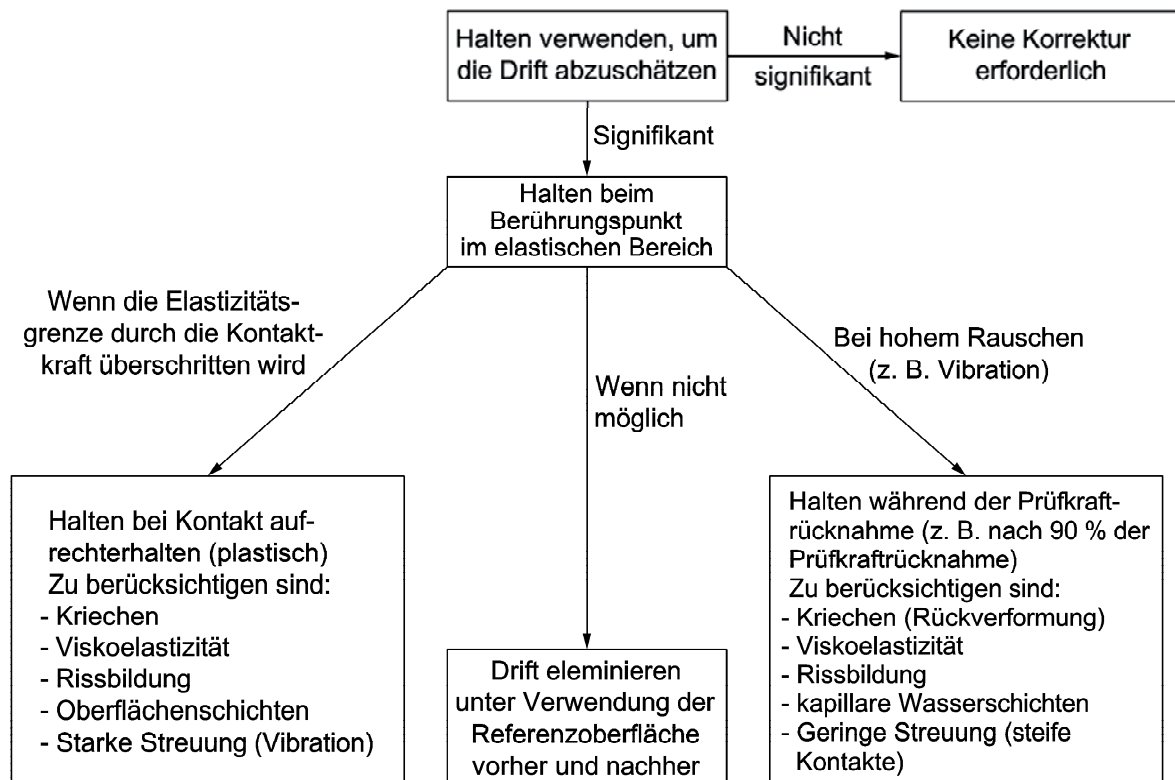


Bild 3 — Entscheidungsablauf zur Unterstützung bei der Abschätzung der thermischen Drift unter Verwendung einer Zeitspanne mit konstanter Kraft

7.2 Die Probe muss so fest auf der Aufnahmevorrichtung liegen, dass kein signifikanter Anstieg in der Prüfmaschinennachgiebigkeit auftritt. Die Probe muss entweder auf einer in Richtung des Eindrucks starren Aufnahmevorrichtung oder in einem geeigneten Probenhalter befestigt werden. Die Kontaktflächen zwischen Aufnahmevorrichtung für die Probe und Probenhalter müssen frei von fremden Stoffen sein, die die Nachgiebigkeit der Aufnahmevorrichtung vergrößern (die Steifheit verringern) können.

ANMERKUNG Wenn die Probe von Werkstoffen oder mit Hilfe von Befestigungstechniken gestützt wird, die sich von denen unterscheiden, die bei der Bestimmung der Prüfmaschinennachgiebigkeit verwendet wurden, können das unterschiedliche elastische Verhalten dieser Werkstoffe und die Befestigungstechniken eine zusätzliche Nachgiebigkeit verursachen.

7.3 Der Nullpunkt für die Messung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve muss jeder Reihe von Messdaten individuell mit einem der folgenden Verfahren zugeordnet werden. Er repräsentiert die erste Berührung des Eindringkörpers mit der Probenoberfläche. Die Messunsicherheit des Nullpunktes muss angegeben werden. Die Messunsicherheit des zugeordneten Nullpunktes sollte für den Makro- und Mikrobereich 1 % der maximalen Eindringtiefe nicht überschreiten. Die Messunsicherheit des Nullpunktes für den Nanobereich kann 1 % überschreiten; für diesen Fall muss sie abgeschätzt werden.

- a) Verfahren 1: Der Nullpunkt wird durch Extrapolation einer an die Kraftaufbringungskurve angepassten Ausgleichsfunktion (siehe Kurve a in Bild 1) berechnet; es wird eine Anpassung nach dem Potenzgesetz mit einem Exponenten als Anpassungsparameter, der zwischen $1 \leq m \leq 2$ liegt, empfohlen. Die Anpassung ist für Werte im Bereich vom ersten aufgezeichneten Messpunkt bis zu maximal 10 % der maximalen Eindringtiefe durchzuführen. Der erste aufgezeichnete Messpunkt muss kleiner als 2 % von $F_{\max}$ oder kleiner als 5% der maximalen Eindringtiefe sein und die angepassten Werte dürfen keine Änderung im Eindringverhalten, wie das Eintreten von plastischer Verformung, aufweisen. Es wird empfohlen, dass der erste erfasste Messpunkt so nah wie möglich am Nullpunkt liegt. Die Unsicherheit des berechneten Nullpunkts ergibt sich aus den Anpassungsparametern, der Anpassungsfunktion und

der Länge der Extrapolation. Die Unsicherheit wird als Standardfehler des Schnittpunkts der Anpassung mit der Wegachse, bei dem die aufgebrachte Kraft gleich Null ist, berechnet.

ANMERKUNG 1 Der erste Teil der Kraft-Eindringtiefe-Kurve (z. B. bis zu 5 % von $h_{\max}$) kann durch Schwingungen oder andere Rauschanteile beeinflusst werden.

- b) Verfahren 2: Der Nullpunkt ist der mit Hilfe des ersten Anstiegs der Kraft oder der Kontaktsteifheit ermittelte Berührungspunkt. Die Schrittweite der Kraft oder des Wegs muss an diesem Berührungspunkt gering genug sein, so dass die Unsicherheit des Nullpunkts kleiner als der geforderte Grenzwert ist.

ANMERKUNG 2 Typische kleine Werte für Kraftschritte im Makrobereich sind $10^{-4} F_{\max}$ und im Nano- und Mikrobereich weniger als 5 μN .

7.4 Der Prüfzyklus kann entweder kraft- oder weggeregelt erfolgen. Die Regelung kann kontinuierlich oder schrittweise erfolgen. Im Prüfbericht muss eine vollständige Beschreibung aller Phasen des Prüfzyklus erfolgen, die Folgendes enthält:

- a) Art der Regelung (d. h. kraft- oder weggeregelt und ob eine schrittweise oder kontinuierliche Änderung der Regelparameter erfolgt);
- b) maximale Prüfkraft (oder Weg);
- c) Funktion der Kraftaufbringung (oder des Wegs);
- d) Dauer und Lage jeder Halteperiode;
- e) Datenerfassungsfrequenz (oder Anzahl der Messpunkte).

ANMERKUNG Ein beispielhafter Zyklus für den Nano- und Mikrobereich ist der Folgende: Aufbringungszeit der Prüfkraft 30 s; Halten bei maximaler Prüfkraft $F_{\max}$ 30 s; Rücknahme der Prüfkraft 10 s. Zur Messung der thermischen Drift kann auch eine Haltezeit von 60 s erforderlich sein (siehe Anhang G).

Die für eine Prüfung benötigte Zeit kann die gewonnenen Ergebnisse beeinflussen. Um vergleichbare Prüfergebnisse zu erhalten, ist die Dauer der Prüfung zu berücksichtigen.

7.5 Die Prüfkraft ist ohne Stoß und Erschütterungen, die die Prüfergebnisse signifikant beeinflussen können, aufzubringen, bis entweder die aufgebrachte Prüfkraft oder die Eindringtiefe den festgelegten Wert erreicht hat. Kraft und Weg müssen in den Zeitintervallen aufgezeichnet werden, die im Prüfbericht angegeben sind.

Während der Bestimmung des Berührungspunktes des Eindringkörpers mit der Probe sollte die Annäherungsgeschwindigkeit gering sein, um zu verhindern, dass die mechanischen Eigenschaften der Oberfläche durch einen Stoß verändert werden. Für Eindringprüfungen im Mikrobereich sollte sie 2 $\mu\text{m/s}$ nicht überschreiten. Typische Annäherungsgeschwindigkeiten während der endgültigen Annäherung für den Mikro- bzw. Nanobereich sind 10 nm/s bis 20 nm/s oder darunter.

ANMERKUNG Gegenwärtig ist der genaue Grenzwert für die Annäherungsgeschwindigkeit für den Makrobereich nicht bekannt. Es wird empfohlen, dass Anwender die Annäherungsgeschwindigkeit angeben.

Kraft-Eindringtiefe-Zeit Datensätze sind nur dann direkt vergleichbar, wenn der gleiche Eindringkörper und der gleiche Prüfzyklus (Profil) verwendet werden. Das Prüfprofil muss entweder als zeitabhängige Funktion der aufgebrachten Prüfkraft oder der Eindringtiefe festgelegt werden. Die zwei am häufigsten verwendeten Prüfzyklen sind:

- a) konstante Geschwindigkeit der Zunahme der aufgebrachten Prüfkraft, und
- b) konstante Geschwindigkeit der Zunahmeder Eindringtiefe.

Die Rücknahmegeschwindigkeit der aufgetragenen Prüfkraft unterliegt den Anforderungen, dass: während der Rücknahme der aufgetragenen Prüfkraft eine ausreichende Anzahl von Messwerten für anschließende Analysen aufgezeichnet werden und dass das gesamte Kriechen und die restliche Kriechgeschwindigkeit innerhalb zulässiger Grenzen liegen (siehe Anhang G).

Wenn die Driftgeschwindigkeit signifikant ist (siehe 7.1 und Anhang G), muss eine Korrektur der Werte von Kraft und Eindringtiefe unter Verwendung der gemessenen Driftgeschwindigkeit vorgenommen werden.

7.6 Während der gesamten Prüfung muss die Prüfmaschine vor Stößen, Erschütterungen, Luftbewegungen und Temperaturschwankungen, die das Prüfergebnis wesentlich beeinflussen können, geschützt sein.

7.7 Es ist wichtig, dass die Prüfergebnisse nicht durch vorhandene Grenzflächen, freie Oberflächen oder durch plastische Verformung, die bei einer Prüfreihe durch vorangegangene Eindrücke hervorgerufen wurde, beeinflusst werden. Diese Effekte sind abhängig von der Eindringkörpergeometrie und den Werkstoffeigenschaften der Probe. Eindrücke müssen mindestens das Dreifache des Eindruckdurchmessers von Grenzflächen und freien Oberflächen entfernt sein und der Mindestabstand zwischen einzelnen Eindrücken muss mindestens das Fünffache des größten Eindruckdurchmessers betragen.

Der Eindruckdurchmesser ist der Durchmesser des kreisförmigen Abdrucks des Eindrucks, der durch einen kugeligen Eindringkörper in der gleichen Ebene mit der Probenoberfläche erzeugt wird. Für Eindrücke, die nicht kreisförmig sind, ist der Eindruckdurchmesser der Durchmesser des kleinsten Kreises, der den Eindruck umschließen kann. An den Rändern des Eindrucks können gelegentlich Risse auftreten. Wenn diese auftreten, sollte der Eindruckdurchmesser die Risse umschließen.

Die festgelegten Mindestabstände lassen sich am besten anwenden bei keramischen Werkstoffen und Metallen, wie z. B. Eisen und Eisenlegierungen. Für andere Werkstoffe wird empfohlen, dass die Mindestabstände mindestens das Zehnfache des Eindruckdurchmessers betragen.

Im Zweifel wird empfohlen, dass die Werte des ersten Eindrucks mit den folgenden Eindrücken einer Serie verglichen werden. Wenn es einen deutlichen Unterschied gibt, könnten die Eindrücke zu dicht sein und die Abstände sollten vergrößert werden. Es wird vorgeschlagen den Abstand zu verdoppeln.

Es kann bei dünnen Überzügen wünschenswert sein, sie im Querschnitt zu messen (z. B. um Probleme aufgrund der Oberflächenrauheit zu vermeiden). Es ist möglich, dass in diesem Fall die Dicke des Überzugs nicht ausreicht, um die oben erwähnten minimalen Anforderungen an die Abstände zu erfüllen. Kleinere Abstände können verwendet werden, wenn experimentell nachgewiesen ist, dass dadurch die Werte für Kraft-Eindringtiefe-Zeit Datensätze im Hinblick auf Eindrücke mit korrektem Abstand auf ähnlichen Proben mit dickeren Überzügen nicht signifikant beeinflusst werden.

8 Unsicherheit der Ergebnisse

Eine vollständige Bestimmung der Unsicherheit entsprechend ISO/IEC Guide 98-3 muss erfolgen. Zwei Methoden zur Beurteilung der Messunsicherheit sind in Anhang H detailliert beschrieben.

Methode 1: Dieser Ansatz zur Bestimmung der Unsicherheit berücksichtigt nur die Unsicherheiten, die mit dem Verhalten der gesamten Prüfmaschine während der Messung bezogen auf eine Referenzprobe (nachfolgend mit CRM abgekürzt) verbunden sind. Diese Messunsicherheiten reflektieren die kombinierte Wirkung aller einzelnen Unsicherheiten (indirekte Überprüfung). Bei Verwendung dieses Ansatzes ist es wichtig, dass die einzelnen Bauteile der Prüfmaschine während der Prüfung auf exakt die gleiche Weise und innerhalb der Toleranzen der indirekten Überprüfung arbeiten, die zur Abschätzung der Unsicherheiten angewendet worden ist.

Methode 2: Dieser Ansatz berechnet eine kombinierte Unsicherheit aus einzelnen Beiträgen. Diese können zu zufälligen Unsicherheiten und systematischen Unsicherheiten zusammengefasst werden. Einzelne Parameter können einen oder beide Typen der Messunsicherheit zur Gesamtunsicherheit beitragen.