

DIN EN ISO 14577-4



ICS 77.040.10

**Metallische Werkstoffe –
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer
Werkstoffparameter –
Teil 4: Prüfverfahren für metallische und nichtmetallische Schichten
(ISO 14577-4:2007);
Deutsche Fassung EN ISO 14577-4:2007**

Metallic materials –
Instrumented indentation test for hardness and materials parameters –
Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings (ISO 14577-4:2007);
German version EN ISO 14577-4:2007

Matériaux métalliques –
Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des
matériaux –
Partie 4: Méthode d'essai pour les revêtements métalliques et non métalliques
(ISO 14577-4:2007);
Version allemande EN ISO 14577-4:2007

Gesamtumfang 31 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14577-4:2007) wurde vom Internationalen Komitee ISO/TC 164/SC 3 „Hardness Testing“, dessen Sekretariat vom Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN geführt wird, erarbeitet.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 14577-1 siehe DIN EN ISO 14577-1
ISO 14577-2 siehe DIN EN ISO 14577-2
ISO 14577-3 siehe DIN EN ISO 14577-3

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 14577-1, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 1: Prüfverfahren*

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*

Deutsche Fassung

**Metallische Werkstoffe —
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und
anderer Werkstoffparameter —
Teil 4: Prüfverfahren für metallische und nichtmetallische
Schichten
(ISO 14577-4:2007)**

Metallic materials —
Instrumented indentation test for hardness and materials
parameters —
Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings
(ISO 14577-4:2007)

Matériaux métalliques —
Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de
la dureté et de paramètres des matériaux —
Partie 4: Méthode d'essai pour les revêtements métalliques
et non métalliques
(ISO 14577-4:2007)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 13. April 2007 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 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	6
4 Prüfung und Kalibrierung von Prüfmaschinen.....	6
5 Proben.....	8
5.1 Allgemeines.....	8
5.2 Oberflächenrauheit.....	8
5.3 Politur.....	9
5.4 Reinheit der Oberfläche	9
5.5 Besondere Anforderungen an Farben und Lacke	10
6 Prüfverfahren	10
6.1 Prüfbedingungen	10
6.2 Durchführung.....	13
7 Auswertung der Daten und Bewertung der Ergebnisse für Eindrücke normal zur Oberfläche	16
7.1 Allgemeines.....	16
7.2 Eindringmodul der Schicht.....	17
7.3 Eindringhärte der Schicht.....	18
8 Prüfbericht.....	21
Anhang A (normativ) Kalibrierverfahren der Rahmennachgiebigkeit	22
Anhang B (normativ) Kontaktpunkt und völlig elastisches Regime.....	26
Literaturhinweise	28

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14577-4:2007) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 164 „Mechanical testing of metals“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 1 „Stahlprüfung“ 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 November 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2007 zurückgezogen werden.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14577-4:2007 wurde vom CEN als EN ISO 14577-4:2007 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Elastische und plastische Eigenschaften einer Schicht sind wesentliche Merkmale, die die Leistungsfähigkeit des beschichteten Produktes bestimmen. Tatsächlich werden viele Schichten speziell entwickelt, um den Verschleißwiderstand zu erhöhen, der in der Regel durch ihre höhere Härte erreicht wird. Die Messung der Schichthärte wird oft zur Qualitätskontrolle genutzt. Der Elastizitätsmodul ist wesentlich, sobald Spannungsberechnungen bei der Konstruktion beschichteter Bauteile gefordert werden. Beispielsweise ist die Ausdehnung, bis zu der die beschichteten Bauteile äußeren Kräften widerstehen, eine wichtige Eigenschaft für die Leistungsfähigkeit eines beschichteten Systems.

Vergleichsweise einfach ist die Bestimmung von Härte und Eindringmodul von unbeschichteten Werkstoffen. Falls jedoch Messungen senkrecht auf eine beschichtete Oberfläche erfolgen, werden die Ergebnisse in Abhängigkeit von Prüfkraft und Schichtdicke von den Substrateigenschaften beeinflusst.

Zweck dieses Teils der ISO 14577 ist es, Bedingungen vorzugeben, unter denen kein signifikanter Substrateinfluss vorhanden ist. Falls sich aber solch ein Einfluss bemerkbar macht, sollten die Schichteigenschaften mit einem möglichen analytischen Verfahren aus der Verbundmessung extrahiert werden. In einigen Fällen können die Schichteigenschaften direkt aus Messungen an einem Querschnitt bestimmt werden.

1 Anwendungsbereich

In diesem Teil der ISO 14577 wird ein Verfahren zur Prüfung von Schichten festgelegt, das insbesondere zur Prüfung dünner Schichten im Nano- und Mikrobereich anwendbar ist.

Dieses Prüfverfahren ist auf die Prüfung von Einzelschichten beschränkt, falls der Eindruck senkrecht zur Oberfläche der zu prüfenden Probe erfolgt. Jedoch können auch Gradientenschichten und Mehrschichten im Querschnitt gemessen werden, falls die Dicke der einzelnen Schichten oder die Breite der Abstufung größer ist als die räumliche Auflösung des Eindringvorgangs.

Das Prüfverfahren ist nicht auf irgendeinen Werkstofftyp beschränkt. Metallische, nicht metallische und organische Schichten sind in den Anwendungsbereich dieses Teils von ISO 14577 einbezogen.

Die Anwendung dieses Teils der ISO 14577 ist bezüglich Härtemessung nur möglich, wenn der Eindringkörper eine Pyramide oder ein Kegel mit einem Spitzenradius, der klein genug ist, damit eine plastische Deformation in der Schicht auftritt. Die Härte viskoelastischer Werkstoffe oder von Werkstoffen, die ein bedeutendes Kriechen zeigen, wird erheblich von der Zeit zur Durchführung der Prüfung beeinflusst.

ANMERKUNG 1 ISO 14577-1, ISO 14577-2 und ISO 14577-3 legen die Durchführung der instrumentierten Eindringprüfung von unbeschichteten Werkstoffen in allen Kraft- und Wegbereichen fest.

ANMERKUNG 2 Die Anwendung dieses Teils der ISO 14577 ist nicht erforderlich, falls die Eindringtiefe so klein ist, dass in jedem möglichen Fall ein Substrateinfluss vernachlässigt werden kann und die Schicht als Volumenmaterial betrachtet werden kann. Grenzen für derartige Fälle werden gegeben.

ANMERKUNG 3 Die hier verwendete Auswertung lässt keinerlei Aufwölbung oder Einsinken des Eindrucks zu. Ein Atomkraftmikroskop (*en: Atomic force Microscope*) (AFM) sollte verwendet werden, um die Eindruckform zu erkennen und eine Bestimmung des möglichen Aufwölbens oder Einsinkens zu bestimmen. Diese Oberflächeneffekte führen bei der Auswertung zur Unterschätzung (Aufwölbung) oder Überschätzung (Einsinken) der Kontaktfläche, sodass die Messergebnisse beeinflusst sein können. Eine Aufwölbung entsteht allgemein bei vollständig verfestigten Werkstoffen. Eine Aufwölbung von weichen, duktilen Werkstoffen ist wahrscheinlicher für dünne Schichten, da Spannungen in der plastischen Deformationszone innerhalb der Schicht aufgezwungen werden. Wie berichtet wurde, führt ein aufgewölbter Werkstoff zu einem wirksamen Anstieg der Kontaktfläche bei der Bestimmung der Härte, während der Effekt weniger ausgeprägt ist bei der Bestimmung des Eindringmoduls, da sich der aufgewölbte Werkstoff weniger steif verhält [1] [2].

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 1514, *Paints and varnishes — Standard panels for testing*

ISO 2808, *Paints and varnishes — Determination of film thickness*

ISO 3270, *Paints and varnishes and their raw materials — Temperatures and humidities for conditioning and testing*

ISO 4287, *Geometrische Produktspezifikationen (GPS) — Oberflächentextur: Profilverfahren — Termini, Definitionen und Parameter der Oberflächentextur*

EN ISO 14577-1, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 1: Prüfverfahren*

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

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

3 Begriffe

Die Formelzeichen und Benennungen in ISO 14577-1, ISO 14577-2 und ISO 14577-3 und in der Tabelle 1 müssen angewendet werden:

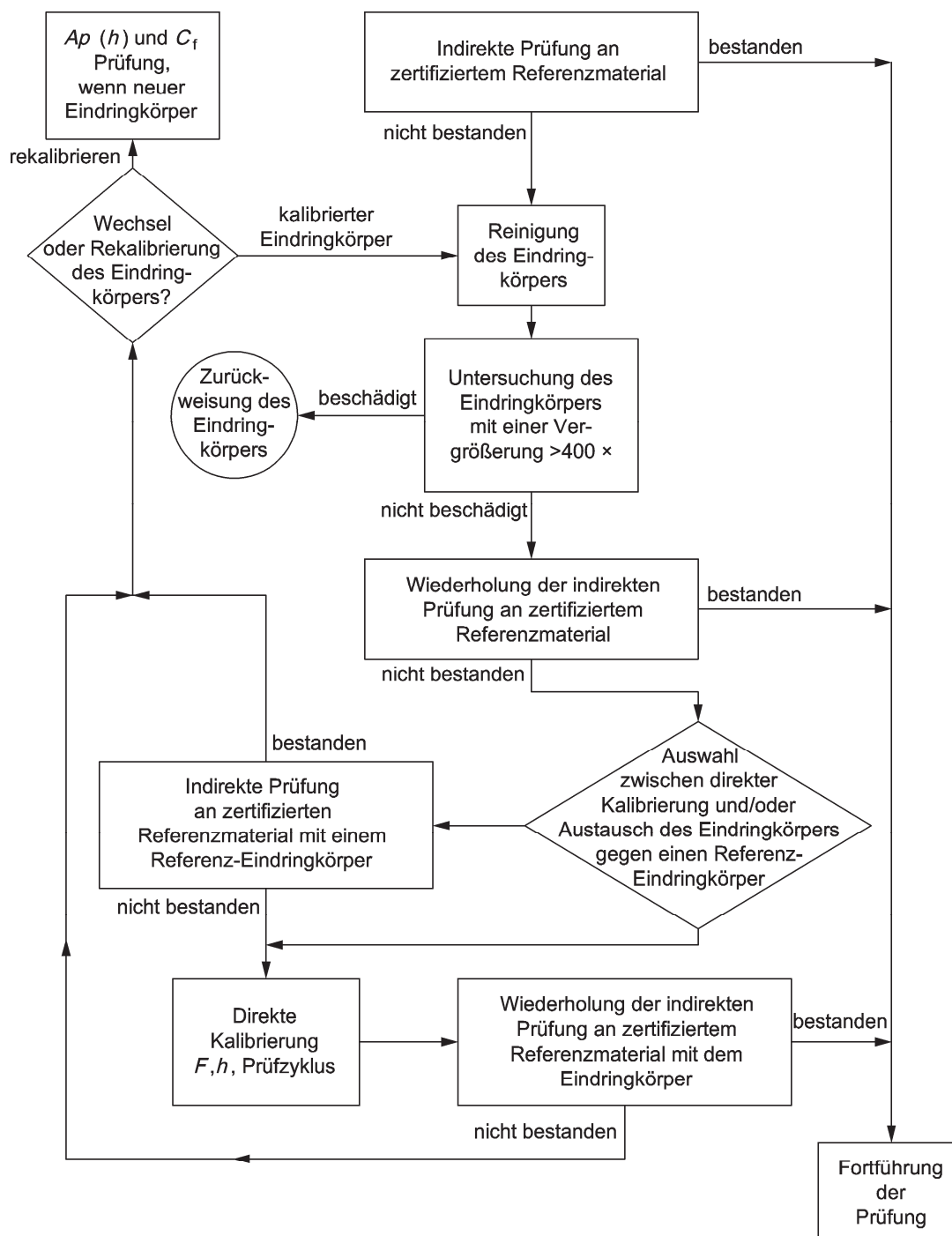
Tabelle 1 — Formelzeichen und Bezeichnungen

Formelzeichen	Bezeichnung	Einheit	Im Prüfbericht gefordert
F	Prüfkraft	mN	x
$A_p(h_c)$	Projizierte Kontaktfläche des Eindringkörpers im Abstand h_c von der Spitze des Eindringkörpers	μm^2	-
H_c	Eindringhärte der Schicht	$\text{mN}/\mu\text{m}^{2\text{ b}}$	x
ν_i	Poissonzahl des Eindringkörpers ^a	—	—
ν_s	Poissonzahl der Probe	—	—
a	Radius der Kontaktfläche	μm	—
t_c	Schichtdicke	μm	x
C_f	Nachgiebigkeit des Rahmens	$\mu\text{m}/\text{mN}$	x
C_s	Nachgiebigkeit des Kontaktes (Probe)	$\mu\text{m}/\text{mN}$	—
C_t	Gesamtnachgiebigkeit der Messung	$\mu\text{m}/\text{mN}$	—
E	Elastizitätsmodul	$\text{mN}/\mu\text{m}^{2\text{ b}}$	—
E_{c*}	Ebener Deformations-Eindringmodul der Schicht ^c	$\text{mN}/\mu\text{m}^2$	—
E_{IT*}	Ebener Deformations-Eindringmodul	$\text{mN}/\mu\text{m}^{2\text{ b}}$	x
E_r	Reduzierter Elastizitätsmodul des Eindruck-Kontaktes	$\text{mN}/\mu\text{m}^{2\text{ b}}$	—
R_a	Mittlere arithmetische Abweichung von der durchschnittlichen Höhe des untersuchten Profils (siehe ISO 4287)	μm	x
^a Für Diamant $\nu_i = 0,07$ ^b $1 \text{ mN}/\mu\text{m}^2 = 1 \text{ GPa}$ ^c $E_{c*} = E_{IT*}$ (bei $a/t_c = 0$)			

4 Prüfung und Kalibrierung von Prüfmaschinen

Die Prüfmaschine muss nach dem Verfahren kalibriert werden, das in ISO 14577-2 und Anhang A ausgeführt ist.

Die indirekte Prüfung unter Verwendung von Referenzmaterial muss sicherstellen, dass eine erneute direkte Prüfung nicht notwendig wird, und dass keine Schädigung oder Verunreinigung der Eindringkörper-Spitze aufgetreten ist. Falls die Ergebnisse dieser anfänglichen Eindrücke auf eine Verunreinigung oder Schädigung hinweisen, sollte der Eindringkörper nach einem Verfahren, wie in ISO 14577-1 empfohlen, gesäubert werden, und weitere Probeeindrücke sollten ausgeführt werden. Nach der Säuberung wird eine Überprüfung mit einem optischen Mikroskop bei einer mindestens 400-fachen Vergrößerung empfohlen. Submikroskopische Schädigung oder Verunreinigung kann bei Anwendung geeigneter Mikroskopie der Eindrücke oder des Eindringkörpers erkannt werden. Falls eine Schädigung festgestellt wird, muss der Eindringkörper entsprechend ISO 14577-2 ersetzt werden. Das Verfahren zur Bestimmung der Nachgiebigkeit des Rahmens C_f und die Kalibrierung/Prüfung der Flächenfunktion $A_p(h_c)$ muss ausgeführt sein, bevor ein neuer Eindringkörper benutzt wird, siehe Bild 1.



ANMERKUNG Ein Referenz-Eindringskörper ist ein kalibrierter Eindringskörper, der nicht ständig benutzt, sondern nur zur Kontrolle des Geräts und zur Prüfung der Eindringskörperfunktion mittels Vergleich mit indirekter Validierung eingesetzt wird.

Bild 1 — Flussdiagramm der Entscheidungen und Tätigkeiten im Fall, dass die indirekte Prüfung nicht bestanden wird

Die Prüfmaschine für die instrumentierte Eindringprüfung muss die geforderte mechanische und thermische Stabilität erreichen, bevor die Eindringprüfung begonnen wird, siehe 6.2.

Die Eindringprüfung darf mit Eindringkörpern unterschiedlicher Geometrie erfolgen. Mit ihrer Auswahl sollte die plastische und elastische Deformation optimiert werden, die für ein gegebenes Schicht-Substrat-System erforderlich ist. Typische Formen von Eindringkörpern sind Vickers, Berkovich, konisch, kugelförmig und Würfelecke.

Zur Bestimmung der plastischen Schichteigenschaften werden spitze Eindringkörper empfohlen. Je dünner die Schicht, desto spitzer muss der Eindringkörper sein. Zur Bestimmung der elastischen Schichteigenschaften können Eindringkörper beliebiger Geometrie verwendet werden, vorausgesetzt, dass seine Flächenfunktion bekannt ist. Wenn nur die elastischen Schichteigenschaften benötigt werden, werden Eindrücke ausschließlich im elastischen Bereich empfohlen (falls möglich), weil dadurch Probleme aufgrund von Rissbildung, Pile-up und großer Kriechgeschwindigkeit vermieden werden. Eine Eindringkörperspitze oder eine Kugel mit größerem Radius erlaubt voll-elastische Eindrücke über einen größeren Kraftbereich als ein Eindringkörper mit einem kleineren Radius. Jedoch werden ein zu großer Radius und Oberflächeneffekte die Messunsicherheit dominieren (Rauheit, Oberflächenschichten usw.). Bei einem zu kleinen Radius wird die maximale Kraft oder der Weg, bevor die plastische Deformation einsetzt, sehr klein sein. Das Optimum kann durch Vorversuche oder Modellierung ermittelt werden (siehe Abschnitt 7).

5 Proben

5.1 Allgemeines

Gewöhnlich sollte die Präparation der Oberfläche auf ein Minimum beschränkt bleiben. Falls die Oberfläche den in 5.2, 5.3 und 5.4 gegebenen Kriterien entspricht, sollte die Probe nach Möglichkeit im Anlieferungszustand verwendet werden.

Die Probe muss mit dem gleichen Verfahren befestigt werden, das für die Bestimmung/Überprüfung der Nachgiebigkeit der Prüfmaschine verwendet wurde. Sie muss solcher Art sein, dass die zu prüfende Oberfläche senkrecht zur Achse des Eindringkörpers liegt und der lokale Oberflächenbereich am vorgesehenen Eindruck weniger als $\pm 5^\circ$ von der Senkrechten der Eindruckachse abweicht.

ANMERKUNG Mögliche Verfahren zur Bestimmung der Neigung lokaler Oberflächenbereiche sind: Beobachtung mit einem Mikroskop hoher Vergrößerung und Messung des Abstandes, bevor die Oberfläche unscharf wird. Kenntnis der Tiefe bei Scharfstellung der Linse liefert eine Schätzung der lokalen Neigung; die Einhaltung der Senkrechten und die Größe der lokalen Neigung können in der Praxis auch durch Abbilden des Eindruckes überprüft werden, falls der Eindruck durch einen nicht kugelförmigen Eindringkörper erzeugt wurde.

5.2 Oberflächenrauheit

Eindrücke in raue Oberflächen werden mit abnehmender Eindringtiefe zu wachsender Streuung der Ergebnisse führen. Wenn sich die Rauheit R_a demselben Wert wie die Eindringtiefe nähert, wird die Kontaktfläche von Eindruck zu Eindruck nahe liegender Weise stark variieren, abhängig von der Lage des Eindruckes relativ zu den Höhen und Tiefen auf der Oberfläche. Die Oberfläche sollte letztlich so glatt bearbeitet sein, wie es die verfügbare Erfahrung und Geräte erlauben. Der R_a -Wert sollte nach Möglichkeit kleiner als 5 % der maximalen Eindringtiefe betragen.

ANMERKUNG 1 Es ist gezeigt worden, dass der Winkel zwischen Oberflächennormale und Achse des Eindringkörpers für einen Berkovich-Eindringkörper größer als 7° sein muss, bevor der Fehler im Ergebnis signifikant wird [3]. Der wesentliche Winkel ist der zwischen Eindruckachse und lokaler Oberflächennormale an der Stelle des Kontaktes. Dieser Winkel kann sich von der durchschnittlichen Oberflächenebene bei rauen Oberflächen signifikant unterscheiden, siehe Anmerkung 2.

ANMERKUNG 2 Auch wenn R_a als praktikabler und leicht zu verstehender Rauheitsparameter empfohlen wird, sollte bedacht werden, dass dieser einen Durchschnittswert darstellt. Daher können einzelne Höhen und Tiefen größer sein, als dies durch einen R_z -Wert definiert wird. Dennoch ist die Wahrscheinlichkeit dafür klein, beispielsweise eine maximale Höhe auf der Oberfläche zu treffen. Modellrechnungen zur Untersuchung der Rauheit von beschichteten Oberflächen haben ergeben, dass es zwei Grenzsituationen für einen beliebigen R_a -Wert gibt. Ist die „Wellenlänge“ der Rauheit (in der Ebene der beschichteten Oberfläche) viel größer als der Spitzenradius des Eindringkörpers, wird die Eindringkurve durch die lokale Krümmung der beschichteten Oberfläche bestimmt. Ist dagegen die „Wellenlänge“ viel kleiner als der Spitzenradius, tritt Höhen verbindender Kontakt auf, sodass die Wirkung wie ein zusätzlicher, kleinerer Elastizitätsmodul der Schicht auf der Oberfläche ist.