

DIN EN ISO 14577-1

ICS 77.040.10

Einsprüche bis 2012-05-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 14577-1:2003-05

Entwurf

**Metallische Werkstoffe –
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer
Werkstoffparameter –
Teil 1: Prüfverfahren (ISO/DIS 14577-1:2012);
Deutsche Fassung prEN ISO 14577-1:2012**

Metallic materials –
Instrumented indentation test for hardness and materials parameters –
Part 1: Test method (ISO/DIS 14577-1:2012);
German version prEN ISO 14577-1:2012

Matériaux métalliques –
Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des
matériaux –
Partie 1: Méthode d'essai (ISO/DIS 14577-1:2012);
Version allemande prEN ISO 14577-1:2012

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-03-12 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nmp@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN, 10772 Berlin
(Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 51 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14577-1:2012) 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 Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

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

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;
- c) Verwendung eines variablen Epsilon ermöglicht;
- d) Bestimmung und Korrektur der Drift eingefügt;
- e) Bestimmung der Messunsicherheit sowohl der Flächenfunktion als auch des Nullpunkt intergiert;
- f) Bestimmung der Messunsicherheit von H und E aufgenommen;
- g) Berechnung der radialen Wegkorektur implementiert;
- h) redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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*

— Leerseite —

Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 1: Prüfverfahren (ISO/DIS 14577-1:2012)

Matériaux métalliques — Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux — Partie 1 : Méthode d'essai (ISO/DIS 14577-1:2012)

Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method (ISO/DIS 14577-1:2012)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe:
Dokumentsprache: D

STD Version 2.4e - RC2

Inhalt

Seite

Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Symbole und Bezeichnungen.....	7
4 Kurzbeschreibung	9
5 Prüfmaschine	9
6 Probe	10
7 Durchführung	10
8 Messunsicherheit.....	14
9 Prüfbericht.....	15
Anhang A (normativ) Werkstoffparameter, bestimmt aus den Messwerten der Kraft-Eindringtiefe-Kurve	16
A.1 Allgemeines	16
A.2 Martenshärte HM	16
A.2.1 Bestimmung der Martenshärte HM	16
A.2.2 Bezeichnung der Martenshärte HM	18
A.3 Martenshärte, bestimmt aus der Steigung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve	19
A.3.1 Bestimmung der Martenshärte aus der Steigung der ansteigenden Kraft-Eindringtiefe-Kurve HM_S	19
A.3.2 Bezeichnung der Martenshärte HM_S	19
A.3.3 Bestimmung der Martenshärte aus der ersten Ableitung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve HM_{diff}	19
A.4 Eindringhärte H_{IT}	20
A.4.1 Bestimmung der Eindringhärte H_{IT}	20
A.4.2 Bezeichnung der Eindringhärte H_{IT}	22
A.5 Eindringmodul E_{IT}	23
A.5.1 Bestimmung des Eindringmoduls E_{IT}	23
A.5.2 Bezeichnung des zweiachsigen Dehnungsmoduls E^* und des Eindringmoduls E_{IT}	24
A.6 Eindringkriechen C_{IT}	24
A.6.1 Bestimmung des Eindringkriechens C_{IT}	24
A.6.2 Bezeichnung des Eindringkriechens C_{IT}	25
A.7 Eindringrelaxation R_{IT}	25
A.7.1 Bestimmung der Eindringrelaxation R_{IT}	25
A.7.2 Bezeichnung der Eindringrelaxation R_{IT}	26
A.8 Plastischer und elastischer Anteil der Eindringarbeit	26
A.8.1 Bestimmung des plastischen und elastischen Anteils der Eindringarbeit	26
A.8.2 Bezeichnung des elastischen Anteils der Eindringarbeit η_{IT}	27
Anhang B (informativ) Arten der Regelung des Eindringprozesses.....	28
Anhang C (normativ) Nachgiebigkeit der Prüfmaschine und Flächenfunktion des Eindringkörpers	29
C.1 Nachgiebigkeit der Prüfmaschine.....	29
C.2 Flächenfunktion des Eindringkörpers	29

Anhang D (informativ) Anmerkungen zu Diamant-Eindringkörpern.....	31
Anhang E (normativ) Einfluss der Oberflächenrauheit der Probe auf die Genauigkeit der Messergebnisse.....	32
Anhang F (informativ) Zusammenhang zwischen der Eindringhärte H_{IT} und der Vickershärte	33
Anhang G (normativ) Bestimmung der Driftgeschwindigkeit	35
Anhang H (informativ) Abschätzung der Unsicherheit der berechneten Werte der Härte und Werkstoffparameter.....	37
H.1 Allgemeine Anmerkungen	37
H.2 Methoden.....	37
H.2.1 Allgemeines	37
H.2.2 Methode 1	37
H.2.3 Methode 2	40
H.2.4 Analyse der Härte	43
Anhang I (normativ) Berechnung der radialen Wegkorrektur	45
I.1 Durchführung.....	45
Literaturhinweise	47

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14577-1:2012) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 14577-1:2002 ersetzen.

ISO 14577 mit dem Haupttitel *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*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 14577-1:2012 wurde vom CEN als prEN ISO 14577-1:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Härte wurde üblicherweise definiert als der Widerstand eines Werkstoffs gegenüber dem Eindringen durch einen anderen härteren Werkstoff. Bei den Härteprüfverfahren nach Rockwell, Vickers und Brinell werden die jeweils für die Bestimmung der Härte relevanten Messwerte erst nach der Rücknahme der Prüfkraft bestimmt. Das bedeutet, dass der Einfluss der elastischen Verformung des Eindrucks nicht berücksichtigt wurde.

ISO 14577 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. Ein wesentlicher Vorteil dieses Prüfverfahrens ist, dass auch andere Eigenschaften des Werkstoffs, wie dessen Eindringmodul und elastisch-plastische Härte, bestimmt werden können. Diese Werte können ohne eine optische Ausmessung des Eindrucks ermittelt werden. Außerdem gestattet die instrumentierte Eindringprüfung durch eine Vielzahl von Verfahren, Härte und Modul-Tiefenprofile während des (üblicherweise komplexen) Eindringzyklus aufzuzeichnen.

Die ISO 14577 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 in Tabelle 1 angegebenen Bereiche fest.

Tabelle 1 — Anwendungsbereiche

Makrobereich	Mikrobereich	Nanobereich^a
$2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$	$2 \text{ N} > F; h > 0,2 \text{ }\mu\text{m}$	$h \leq 0,2 \text{ }\mu\text{m}$
^a Im Nanobereich hängt die mechanische Verformung stark von der realen Geometrie der Eindringkörperspitze ab und die berechneten Werkstoffparameter werden wesentlich durch die Flächenfunktion des in der Prüfmaschine verwendeten Eindringkörpers beeinflusst. Deshalb ist eine sorgfältige Kalibrierung der Prüfmaschine und der Eindringkörpergeometrie erforderlich, um eine akzeptable Wiederholpräzision der Werkstoffparameter, die mit verschiedenen Prüfmaschinen bestimmt wurden, zu erhalten.		

Der Mikro- und Makrobereich unterscheiden sich durch die die Eindringtiefe bewirkenden Prüfkraften.

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.

Für die Bestimmung der Härte und der anderen Werkstoffparameter siehe Anhang A.

Bei hohem Kontaktdruck 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, welche mit Hilfe geeigneter Referenzwerkstoffe nachgewiesen werden sollte und der entsprechende Einfluss auf das Prüfergebnis sollte berücksichtigt werden.

ANMERKUNG Dieses Prüfverfahren kann auch zur Prüfung dünner metallischer und nichtmetallischer Beschichtungen und von Nichtmetallen verwendet werden. In diesem Fall sind die in den entsprechenden Normen enthaltenen Festlegungen zu beachten (siehe auch 6.3 in dieser Norm und ISO 14577-4).

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 4287, *Geometrical Product Specifications (GPS) — Surface texture: Profile method — Terms, definitions and surface texture parameters*

ISO/DIS 14577-2:2012, *Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 2: Verification and calibration of testing machines*

ISO/DIS 14577-3:2012, *Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 3: Calibration of reference blocks*

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

GUM, *ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)* ¹⁾

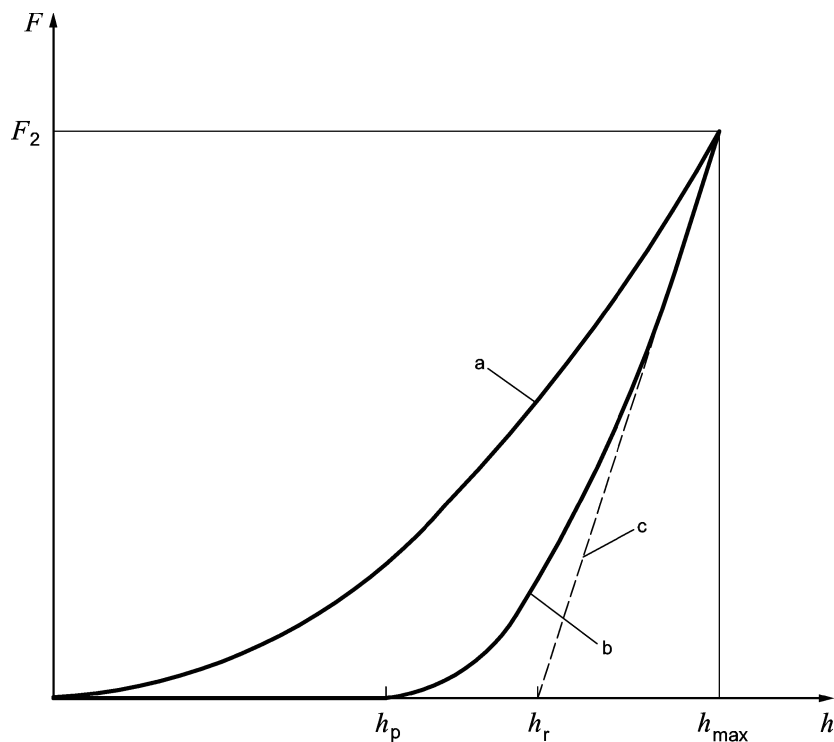
¹⁾ Veröffentlicht 1993, korrigiert und erneut veröffentlicht 1995.

3 Symbole und Bezeichnungen

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die Symbole und Bezeichnungen in Tabelle 2 (siehe auch Bild 1 und Bild 2).

Tabelle 2 — Symbole und Bezeichnungen

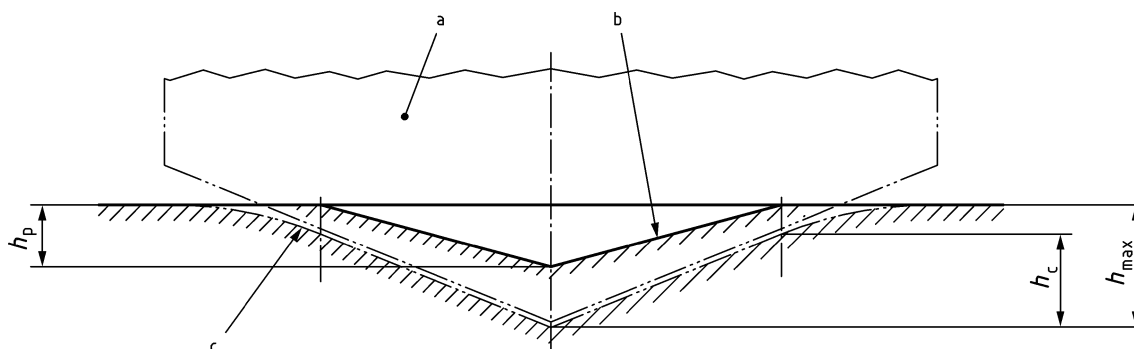
Symbol	Bezeichnung	Einheit
$A_p(h_c)$	Projizierte Kontaktfläche des Eindringkörpers bis zum Abstand h_c von der Spitze	mm ²
$A_s(h)$	Oberfläche des Eindringkörpers bis zum Abstand h von der Spitze	mm ²
C_{IT}	Eindringkriechen	%
E_{IT}	Eindringmodul	GPa
F	Prüfkraft	N
F_{max}	Maximale Prüfkraft	N
h	Eindringtiefe 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 (siehe Bild 1)	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 F	GPa
r	Radius des kugeligen Eindringkörpers	mm
R_{IT}	Eindringrelaxation	%
W_{elast}	Elastische Rückverformungsarbeit beim Eindringen	Nm
W_{total}	Aufgewendete mechanische Arbeit beim Eindringen	Nm
α	Winkel, spezifisch für die Form jedes Pyramideneindringkörpers	°
η_{IT}	Verhältnis W_{elast}/W_{total}	%
ANMERKUNG 1 Zur Vermeidung langer Zahlenangaben ist es erlaubt, dezimale Vielfache oder Teile der Einheiten abgeleitete Einheiten zu verwenden.		
ANMERKUNG 2 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 der Probe
- c Oberfläche des Eindrucks bei maximaler Eindringtiefe und Prüfkraft

Bild 2 — Schematische Darstellung des Eindruckquerschnitts im Falle des „Einsinkens“ des Werkstoffs

4 Kurzbeschreibung

Die kontinuierliche Aufzeichnung der Kraft und der Eindringtiefe ermöglicht 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. Folgende Formen und Werkstoffe können verwendet werden:

- a) Eindringkörper aus Diamant mit einer orthogonalen Pyramide mit einer quadratischen Grundfläche und mit einem Winkel $\alpha = 68^\circ$ zwischen der Achse der Diamantpyramide und einer der Flächen (Vickers-Pyramide, siehe Bild A.1);
- b) Diamantpyramide mit dreieckiger Grundfläche (z. B. modifizierte Berkovich-Pyramide mit einem Winkel $\alpha = 65,278^\circ$ zwischen der Achse der Diamantpyramide und einer der Flächen, siehe Bild A.1);
- c) Hartmetallkugel (besonders für die Bestimmung des elastischen Verhaltens des Werkstoffs);
- d) kugeliger Diamanteindringkörper.

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, dürfen auch verwendet werden.

ANMERKUNG Kugelige Diamanteindringkörper sind wegen der Kristallstruktur des Diamanten üblicherweise Vielflächer und haben keine ideal kugelige Form.

Der Prüfvorgang kann entweder kraft- oder eindringtiefengeregelt durchgeführt werden. Die Prüfkraft F , die entsprechende Eindringtiefe h und die Zeit werden während des gesamten Prüfzyklus aufgezeichnet. Das Ergebnis der Prüfung sind die Messwertpaare der 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 vor jedem Prüfzyklus bestimmt werden (siehe 7.3).

Zur Messung zeitabhängiger Effekte wird :

- a) beim kraftgeregelten Verfahren die Prüfkraft über eine festgelegte Zeitspanne konstant gehalten und die Änderung der Eindringtiefe in Abhängigkeit von der Haltezeit der Prüfkraft gemessen (siehe Bilder A.3 und B.1).
- b) beim eindringtiefengeregelten Verfahren die Eindringtiefe über eine festgelegte Zeitspanne konstant gehalten und die Änderung der Prüfkraft in Abhängigkeit von der Haltezeit der Eindringtiefe gemessen (siehe Bilder A.4 und B.2).

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

5 Prüfmaschine

5.1 Die Prüfmaschine muss die vorgegebenen Prüfkraft des Anwendungsbereichs aufbringen können und die Anforderungen nach ISO/DIS 14577-2:2012 erfüllen.

5.2 Die Prüfmaschine muss eine kontinuierliche Messung und Aufzeichnung der wirkenden Prüfkraft, Eindringtiefe und Zeit während des gesamten Prüfzyklus ermöglichen.

5.3 Die Prüfmaschine muss die Möglichkeit besitzen, die Maschinennachgiebigkeit zu korrigieren und die entsprechende Flächenfunktion des Eindringkörpers in geeigneter Weise zu nutzen (siehe Anhang C in diesem Dokument und ISO/DIS 14577-2:2012, 4.5 und 4.6).

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

5.5 Die Prüfmaschine muss in dem in 7.1 festgelegten zulässigen Temperaturbereich arbeiten und ihre Kalibrierung muss innerhalb der in ISO/DIS 14577-2:2012, 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 gestattet. 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 muss sichergestellt sein, dass sich keine Fremdkörper (z. B. Staubeilchen) in der Kontaktfläche befinden.

Grundsätzlich sollten unter der Voraussetzung, dass die Oberfläche frei von offensichtlicher Oberflächenverschmutzung ist Reinigungsprozesse vermieden werden. Ist eine Reinigung erforderlich, dann sollte diese auf Verfahren beschränkt sein, bei denen die Schädigung minimal ist, z. B.:

- Anwendung eines trockenen ölfreien gefilterten Gasstroms;
- Anwendung eines Stroms sublimierter CO_2 -Teilchen (Oberflächentemperaturen unterhalb des Taupunkts müssen vermieden werden);
- Spülen mit einem Lösemittel (welches chemisch inert gegenüber der Probe ist) und anschließendes Trocknen;
- Versagen diese Verfahren und ist die Oberfläche ausreichend robust, darf die Oberfläche mit einem fusselfreien Tuch, das in Lösemittel getränkt wird, abgewischt werden, um anhaftende Staubeilchen zu entfernen. Die Oberfläche muss danach in einem Lösemittel, wie oben beschrieben, abgespült werden. Ultraschallverfahren sind dafür bekannt, dass sie Schäden auf Oberflächen und Beschichtungen erzeugen oder verstärken und sollten nur mit Vorsicht angewendet werden.

Für Hinweise zum Einfluss der Probenrauheit auf die Messunsicherheit der Ergebnisse siehe Anhang E. Die Oberflächenbearbeitung hat einen signifikanten Einfluss auf die Prüfergebnisse.

Die Prüffläche muss senkrecht zur Wirkungslinie der Prüfkraft sein. Es wird empfohlen, dass die Oberflächenneigung weniger als 1 % beträgt. Die Neigung sollte 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) möglichst wenig verändert werden.

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

6.3 Die Probendicke muss groß genug sein (oder die Eindringtiefe ausreichend klein), so dass die Prüfergebnisse durch die Probenauflage 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 Beschichtungen sollte die Schichtdicke als Probendicke betrachtet werden. Für die Prüfung von Beschichtungen siehe ISO 14577-4.

ANMERKUNG Die oben genannten Werte beruhen auf experimentellen Erfahrungen. Die exakten Grenzwerte für den Einfluss der Probenauflage 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 Raumtemperatur zwischen 10 °C und 35 °C durchgeführt.

Die Temperaturstabilität 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 $(23 \pm 5) ^\circ\text{C}$ und bei $(45 \pm 10) \%$ relativer Luftfeuchte durchgeführt werden.

Die einzelnen Prüfungen jedoch müssen 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 des Herstellers sollte beachtet werden);
- die Prüftemperatur muss die gleiche Temperatur sein, wie die Temperatur bei der Kalibrierung der Prüfmaschine;
- andere äußere Einflüsse, die Temperaturänderungen während eines einzelnen Prüfvorgangs hervorrufen können, kontrolliert werden müssen.

Um die thermisch induzierte Wegdrift so gering wie möglich zu halten, muss die Temperatur der Prüfmaschine über die Dauer eines Prüfzyklus möglichst konstant gehalten werden oder die Wegdrift muss gemessen und korrigiert werden. In Bild 3 ist ein Entscheidungsablauf dargestellt, der bei der Abschätzung der bei 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, oder unter Beibehalten einer Kraft an einer geeigneten Stelle in der Krafrücknahmekurve (siehe ISO/DIS 14577-2:2012, 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 in der Drift oder Driftkorrektur muss aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG Bei Instrumenten die sich auf eine Oberflächenreferenz beziehen ist ein elastischer Kontakt zwischen der Referenz und der Oberfläche ausreichend; ein Kontakt zwischen dem Eindringkörper und der Oberfläche ist nicht erforderlich und ist nicht zu empfehlen.

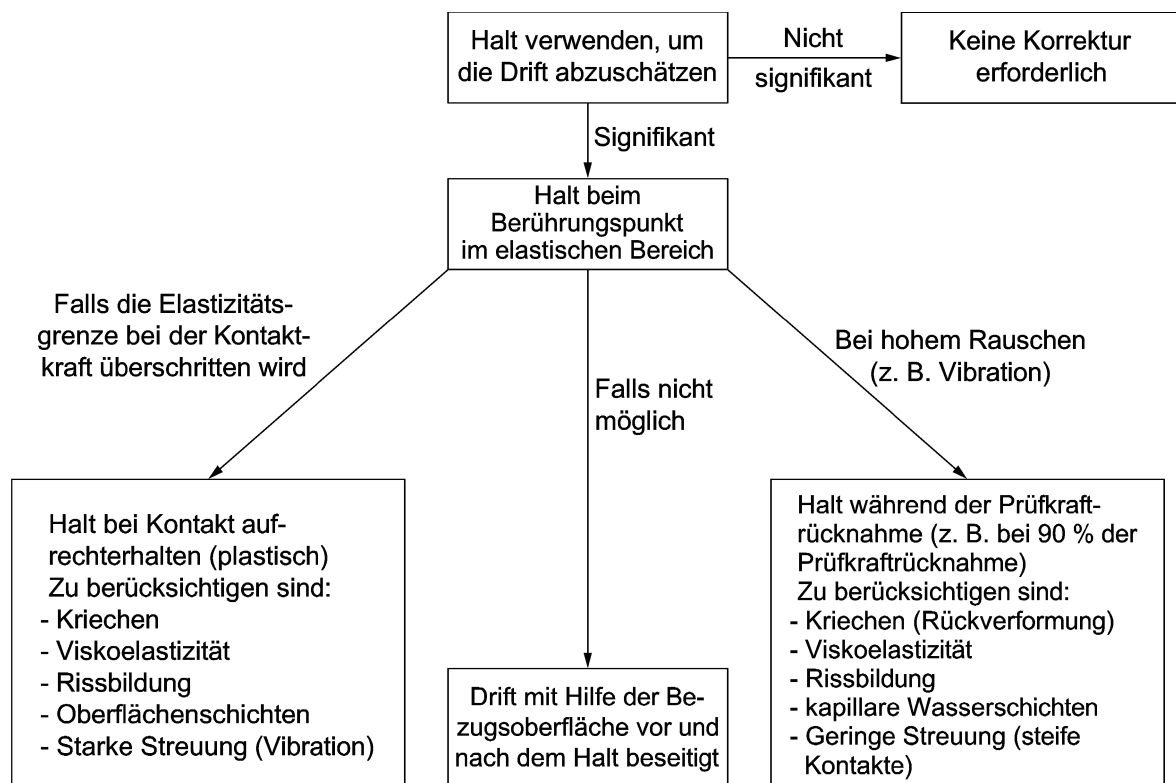


Bild 3 — Entscheidungsablauf zur Unterstützung bei der Abschätzung der thermischen Drift unter Beibehalten einer konstanten Kraft

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 starren Aufnahmevorrichtung in Richtung des Eindrucks oder in einem geeigneten Probenhalter befestigt werden. Die Kontaktflächen zwischen Probe, Aufnahmevorrichtung und Probenhalter müssen frei von fremden Stoffen sein, die die Nachgiebigkeit der Aufnahmevorrichtung vergrößern (die Steifheit verringern) könnten.

ANMERKUNG Wenn die Probe von Werkstoffen gestützt wird, die sich von denen unterscheiden, die verwendet wurden, als die Prüfmaschinennachgiebigkeit bestimmt wurde, kann die unterschiedliche Elastizität dieser Werkstoffe eine zusätzliche Nachgiebigkeit verursachen.

7.3 Der Nullpunkt für die Messung der Kraft-Eindringtiefe-Kurve muss für jeden einzelnen Prüfzyklus ermittelt werden. Er repräsentiert die erste Berührung des Eindringkörpers mit der Probenoberfläche. Die Messunsicherheit des Nullpunktes muss angegeben werden. Die Messunsicherheit des Nullpunktes sollte für den Makro- und Mikrobereich 1 % der maximalen Eindringtiefe nicht überschreiten. Die Messunsicherheit des Nullpunktes für den Nanobereich darf 1 % überschreiten; für diesen Fall muss sie abgeschätzt und im Prüfbericht angegeben werden.

- a) Verfahren 1: Der Nullpunkt wird durch Extrapolation einer an die Kraftaufbringungskurve angepassten Funktion (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 % der maximalen Kraft $F_{\max}$ oder kleiner als 5 % der maximalen Eindringtiefe sein und die angepassten Werte dürfen keine Änderung im Eindringverhalten, wie 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 hoch zu 5 %) 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 Stufen der Zunahme von Kraft oder Weg muss an diesem Berührungspunkt so klein sein, dass die Unsicherheit des Nullpunkts kleiner als der geforderte Grenzwert ist.

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

7.4 Der Prüfzyklus kann kraft- oder eindringtiepengeregt erfolgen. Die Regelung kann kontinuierlich oder stufenweise erfolgen. Im Prüfbericht muss eine vollständige Beschreibung aller Phasen des Prüfzyklus erfolgen, die Folgendes enthalten muss:

- a) die Art der Regelung (d. h. Kraft- oder Wegregelung und ob stufenweise oder kontinuierliche Änderung der Regelparameter);
- b) die maximale Prüfkraft (oder Weg);
- c) die Funktion der Kraftaufbringung (oder des Wegs);
- d) die Dauer und Lage jeder Halteperiode;
- e) die Datenerfassungsfrequenz (oder Anzahl der Messpunkte).

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

Um vergleichbare Prüfergebnisse zu erhalten, sollte die Prüfdauer berücksichtigt werden.