

	DIN EN ISO 14577-2	
ICS 19.060; 77.040.10	<div>Entwurf</div>	Einsprüche bis 2024-10-02 Vorgesehen als Ersatz für DIN EN ISO 14577-2:2015-11
<p>Metallische Werkstoffe – Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter – Teil 2: Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen (ISO/DIS 14577-2:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 14577-2:2024</p> <p>Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2: Verification and calibration of testing machines (ISO/DIS 14577-2:2024); German and English version prEN ISO 14577-2:2024</p> <p>Matériaux métalliques – Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux – Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d’essai (ISO/DIS 14577-2:2024); Version allemande et anglaise prEN ISO 14577-2:2024</p> <p>Anwendungswarnvermerk</p> <p>Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-08-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.</p> <p>Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.</p> <p>Stellungnahmen werden erbeten</p> <ul style="list-style-type: none">– vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm- Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;– oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm- Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;– oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin. <p>Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.</p> <p>Gesamtumfang 66 Seiten</p> <p>DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)</p>		

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 14577-2:2024 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 164 „Mechanical testing of metals“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459 „ECISS — Europäisches Komitee für Eisen- und Stahlnormung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

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

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 376	siehe	DIN EN ISO 376
ISO 6508-2	siehe	DIN EN ISO 6508-2
ISO 14577-1	siehe	DIN EN ISO 14577-1
ISO 14577-3	siehe	DIN EN ISO 14577-3
ISO 14577-4:2007	siehe	DIN EN ISO 14577-4:2007-08
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14577-2:2015-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in 4.5 „Kalibrierung und Überprüfung des Eindringkörpers“ wurden Anforderungen an die Eigenschaften des Eindringkörpers aufgenommen;
- b) Abschnitt 5 „Durchführung“ überarbeitet;
- c) in Anhang D „Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit“ ein neues Verfahren eingeführt;
- d) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 376, *Metallische Werkstoffe — Kalibrierung der Kraftmessgeräte für die Prüfung von Prüfmaschinen mit einachsiger Beanspruchung*

DIN EN ISO 6508-2, *Metallische Werkstoffe — Härteprüfung nach Rockwell — Teil 2: Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen und Eindringkörper*

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

DIN EN ISO 14577-1, *Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 3: Kalibrierung von Referenzproben*

DIN EN ISO 14577-4:2007-08, *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*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

– Leerseite –

August 2024

prEN ISO 14577-2

Metallische Werkstoffe – Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter – Teil 2: Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen (ISO/DIS 14577-2:2024)

Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2: Verification and calibration of testing machines (ISO/DIS 14577-2:2024)

Matériaux métalliques – Essai de pénétration instrumenté pour la détermination de la dureté et de paramètres des matériaux – Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai (ISO/DIS 14577-2:2024)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Allgemeine Bedingungen	7
3.1 Vorbereitung	7
3.2 Funktionsgerechte Aufstellung	7
3.3 Eindringkörper	8
3.4 Aufbringung der Prüfkraft	8
4 Direkte Überprüfung und Kalibrierung	8
4.1 Allgemeines	8
4.2 Kalibrierung der Prüfkraft	8
4.3 Kalibrierung des Wegmessgeräts	9
4.4 Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit	10
4.4.1 Allgemeines	10
4.4.2 Durchführung	10
4.5 Kalibrierung und Überprüfung des Eindringkörpers	11
4.5.1 Allgemeines	11
4.5.2 Vickers-Eindringkörper	12
4.5.3 Berkovich-, modifizierte Berkovich- und kubische Eindringkörper	14
4.5.4 Kugelige Eindringkörper	15
4.5.5 Kegelige Eindringkörper mit kugeliger Spitze	15
4.6 Überprüfung der Flächenfunktion des Eindringkörpers	17
4.6.1 Allgemeines	17
4.6.2 Durchführung	17
4.7 Überprüfung des Prüfzyklus	18
5 Indirekte Überprüfung	18
5.1 Allgemeines	18
5.2 Durchführung	19
6 Zeitabstände zwischen Kalibrierungen und Überprüfungen	21
6.1 Direkte Überprüfung und Kalibrierung	21
6.2 Indirekte Überprüfung	21
6.3 Routinemäßige Prüfung	21
7 Prüfzeugnis/Kalibrierschein	21
Anhang A (informativ) Beispiel für einen Eindringstempel	23
Anhang B (normativ) Verfahren zur Bestimmung der Flächenfunktion des Eindringkörpers	24
B.1 Allgemeines	24
B.2 Direktes Messverfahren	24
B.3 Indirekte Messverfahren	24
Anhang C (informativ) Beispiele für die Dokumentation der Ergebnisse der indirekten Überprüfung	26
Anhang D (normativ) Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit	29
D.1 Allgemeines	29
D.2 Kurzbeschreibung	29
D.3 Verfahren	30
D.3.1 Allgemeines	30
D.3.2 Verfahren 1	30
D.3.3 Verfahren 2	30
D.3.4 Verfahren 3	31
D.3.5 Verfahren 4	31

D.3.6 Verfahren 5	31
D.3.7 Verfahren 6	32
Literaturhinweise	33

Bilder

Bild 1 — Darstellung der in Tabelle 3 angegebenen Messbereiche	12
Bild 2 — Winkel der Vickers-Diamantpyramide	13
Bild 3 — Schnittlinie an der Eindringkörperspitze — Schematisch	13
Bild 4 — Radius der Eindringkörperspitze	14
Bild 5 — Winkel bei Berkovich- und kubischen Eindringkörpern	14
Bild 6 — Darstellung der Merkmale von kegeligen Eindringkörpern mit kugeliger Spitze	17
Bild 7 — Ablaufplan für Entscheidungen und zu ergreifende Maßnahmen für die indirekte Überprüfung	19
Bild A.1 — Beispiel für eine geeignete Ausführung des Eindringstempels	23
Bild C.1 — Beispiel für eine $\frac{q}{s}$ -Regelkarte, Eindringtiefe bei $F_{\max}$	27
Bild C.2 — Beispiel für eine $\frac{q}{s}$ -Regelkarte, Eindringtiefe bei $0,1 F_{\max}$	28

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzen für Prüfkräfte	9
Tabelle 2 — Auflösung und Toleranzen des Wegmessgeräts	10
Tabelle 3 — Werte für die Messbereiche der Winkel von pyramidenförmigen und kegelförmigen Eindringkörpern	12
Tabelle 4 — Maximal zulässige Länge der Schnittlinie	13
Tabelle 5 — Toleranzen für kugelige Eindringkörper	15
Tabelle 6 — Kegelige Eindringkörper mit kugeliger Spitze	15
Tabelle 7 — Grenzwerte für die Wiederholpräzision der Prüfmaschine	20
Tabelle D.1 — Für das ausgewählte Verfahren erforderliche Voraussetzungen	30

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14577-2:2024) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 164 „Mechanical testing of metals“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459 „ECISS — Europäisches Komitee für Eisen- und Stahlnormung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 14577-2:2015 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 14577-2:2024 wurde von CEN als prEN ISO 14577-2:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Directives, Teil 1, beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 164, *Mechanical testing of metals*, Unterkomitee SC 3, *Hardness testing*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 14577-2:2015), die technisch überarbeitet wurde

ISO 14577 besteht unter dem allgemeinen Titel *Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters* aus den 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*
- *Part 5: Linear elastic dynamic instrumented indentation testing (DIIT)*

Einleitung

Härte wurde in der Regel als Widerstand eines Werkstoffs gegenüber dem permanenten Eindringen eines anderen, härteren Werkstoffs definiert. 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 Werte 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 zur Überprüfung und Kalibrierung von Prüfmaschinen für die Durchführung der instrumentierten Eindringprüfung entsprechend ISO 14577-1 fest.

Es wird ein Verfahren zur direkten Überprüfung zur Prüfung der Hauptfunktionen der Prüfmaschine und ein Verfahren zur indirekten Überprüfung, das zur Bestimmung der Wiederholpräzision der Prüfmaschine geeignet ist, beschrieben. Es ist eine Anforderung, dass das indirekte Verfahren zusätzlich zum direkten Verfahren sowie für regelmäßige Routineüberprüfungen der Prüfmaschine im Betrieb anzuwenden ist.

Es ist eine Anforderung, dass das Verfahren der indirekten Überprüfung der Prüfmaschine für jedes Verfahren separat durchzuführen ist.

Dieser Teil von ISO 14577 ist auch für tragbare Prüfmaschinen anwendbar.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 376, *Metallic materials — Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines*

ISO 3878, *Hardmetals — Vickers hardness test*

ISO 14577-1, *Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method*

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

3 Allgemeine Bedingungen

3.1 Vorbereitung

Die Prüfmaschine muss so konstruiert sein, dass sie überprüft werden kann.

Vor der Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschine muss sichergestellt sein, dass die in 3.2 bis 3.4 festgelegten Bedingungen eingehalten sind.

3.2 Funktionsgerechte Aufstellung

Die Prüfmaschine muss so ausgelegt und installiert sein, dass sie die Anforderungen dieses Teils von ISO 14577, von ISO 14577-1 und, wo anwendbar, ISO 14577-3 erfüllt. Die Prüfmaschine muss vor Schwingungen geschützt sein. Bei Prüfungen im Mikro- und Nanobereich muss die Prüfmaschine auch vor Luftströmungen und Temperaturschwankungen geschützt sein (siehe ISO 14577-1, 7.1).

Der Einfluss der Umgebung auf die Daten, d. h. das Grundrauschen, muss durch einen Eindruck auf einer zertifizierten Referenzprobe (en: Certified Reference Material, CRM) bei geringer Prüfkraft (z. B. äquivalent zu der üblichen Anfangskontaktkraft) und Auswertung des Wegs in Abhängigkeit von der Zeit abgeschätzt werden. Die Streuung der Kraft ergibt sich aus der Steifheit des Eindrucks (erhalten aus der Krafrücknahmekurve) multipliziert mit der Standardabweichung des Wegs, nachdem eine eventuell vorhandene Hintergrunddrift des Mittelwerts des Wegs subtrahiert wurde. Diese Unsicherheiten müssen dann in die kombinierten Gesamtunsicherheit der Prüfungen einbezogen werden, wie in ISO 14577-1, Abschnitt 4, Abschnitt 8 und Anhang H berechnet.

3.3 Eindringkörper

Um wiederholbare Messungen der Kraft-Eindringtiefe-Daten zu erhalten, muss der Eindringstempel fest in der Prüfmaschine eingebaut sein.

Der Eindringstempel sollte so konstruiert sein, dass sein Beitrag zur Gesamtnachgiebigkeit auf ein Mindestmaß reduziert ist (siehe Anhang A).

3.4 Aufbringung der Prüfkraft

Die Prüfkraft muss ohne Stoß und Erschütterungen, die die Prüfergebnisse signifikant beeinflussen können, aufgebracht und zurückgenommen werden können. Es muss möglich sein, den Prozess von Aufbringen, Halten und Rücknehmen der Prüfkraft zu überprüfen.

4 Direkte Überprüfung und Kalibrierung

4.1 Allgemeines

4.1.1 Direkte Überprüfung und Kalibrierung müssen bei der Einsatztemperatur durchgeführt werden, die üblicherweise während der Messung auf einem stabilen Wert im Bereich von 10 °C bis 35 °C gehalten wird, vorzugsweise jedoch im Bereich von (23 ± 5) °C. Wenn für den Einsatz ein bestimmter Temperaturbereich gefordert ist, sollten die direkte Kalibrierung und Überprüfung an geeignet verteilten Punkten innerhalb dieses Temperaturbereichs durchgeführt werden, um die Gültigkeit der Kalibrierung als Funktion der Temperatur zu bestimmen. Falls erforderlich, kann eine Kalibrierkorrekturfunktion oder eine Kalibrierreihe, die in festgelegten Temperaturbereichen gilt, bestimmt werden.

4.1.2 Die für die direkte Kalibrierung und Überprüfung verwendeten Geräte müssen auf nationale Normale, soweit diese vorhanden sind, rückgeführt sein.

4.1.3 Zur direkten Überprüfung und Kalibrierung gehören:

- a) Kalibrierung der Prüfkraft,
- b) Kalibrierung des Wegmessgeräts,
- c) Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit,
- d) Überprüfung des Eindringkörpers,
- e) Kalibrierung und Überprüfung der Flächenfunktion des Eindringkörpers, wenn die Eindringtiefe weniger als 6 µm beträgt und
- f) Überprüfung des Prüfzyklus.

4.2 Kalibrierung der Prüfkraft

4.2.1 Jeder verwendete Kraftbereich muss über den gesamten Kraftbereich, sowohl für die Prüfkraftaufbringung als auch für die Prüfkraftrücknahme, kalibriert werden. Es sind mindestens 16 gleichmäßig verteilte Messpunkte im Prüfkraftbereich zu kalibrieren, d. h. 16 während der Prüfkraftaufbringung und 16 während der Prüfkraftrücknahme. Die Prozedur muss mindestens dreimal wiederholt werden und der Mittelwert der Kalibrierung muss verwendet werden. Der maximale Unterschied zwischen den Kalibrierwerten darf die Hälfte der in Tabelle 1 angegebenen Toleranzen nicht überschreiten.

4.2.2 Die Prüfkraft muss durch ein rückgeführtes Verfahren kalibriert werden, zum Beispiel die folgenden:

- a) Messung mittels kalibrierter Kraftmessgeräte der Klasse 1 oder besser nach ISO 376;

- b) durch Vergleich mit einer Kraft, deren Genauigkeit bis $\pm 0,2$ % beträgt, die durch kalibrierte Massen mittels eines Hebelarmsystems erzeugt wird;
- c) elektronische Waagen mit einer geeigneten Genauigkeit von 0,1 % der minimalen kalibrierten Prüfkraft oder 10 μg (0,1 μN) für den Nanobereich.

Für jeden zur Kalibrierung verwendeten Messwert muss der Unterschied zwischen der gemessenen und der Nennprüfkraft innerhalb der in Tabelle 1 angegebenen Toleranzen liegen.

Tabelle 1 — Toleranzen für Prüfkraft

Bereich der Prüfkraft	Toleranzen
F N	%
$F \geq 2$	1,0
$0,001 \leq F < 2$	1,0
$F < 0,001$	2,5 ^a
^a Für den Nanobereich wird eine Toleranz von ± 1 % dringend empfohlen.	

4.3 Kalibrierung des Wegmessgeräts

4.3.1 Das geforderte Auflösungsvermögen für das Wegmessgerät der Prüfmaschine hängt von der Größe der kleinsten zu messenden Eindringtiefe ab. Für den Mikrobereich beträgt dieser Wert per Definition $h = 0,2 \mu\text{m}$, für den Makrobereich ist es üblicherweise größer als 2 μm .

Die Skala des Wegmessgeräts muss so unterteilt sein, dass eine Auflösung der Eindringtiefmessung nach Tabelle 2 ermöglicht wird.

4.3.2 Das Wegmessgerät der Prüfmaschine muss für jeden verwendeten Bereich mit einem geeigneten Verfahren und einem entsprechenden Gerät kalibriert werden. Das Gerät muss in jeder Richtung jeweils an mindestens 16 Punkten kalibriert werden, die gleichmäßig über den gesamten Eindringweg verteilt sind. Dieser Vorgang muss dreimal wiederholt werden.

Einige Prüfmaschinen verfügen über ein langhubiges Eindringmessgerät, bei dem die Lage des Arbeitsbereiches des Eindringmessgeräts an die Probe angepasst werden kann. Bei dieser Art von Prüfmaschinen muss überprüft werden, dass die Kalibrierung nach Tabelle 2 für alle verwendeten Messpositionen im Bewegungsbereich gültig ist.

Zur Messung des relativen Wegs des Eindringkörpers werden die folgenden Verfahren empfohlen: Laserinterferenzverfahren, induktives Verfahren, kapazitives Verfahren und Piezotranslatorverfahren.

Für jeden zur Kalibrierung verwendeten Messpunkt muss der Unterschied zwischen dem gemessenen und dem nominellen Wert der Wegmessung innerhalb der in Tabelle 2 angegebenen Toleranzen liegen.

Tabelle 2 — Auflösung und Toleranzen des Wegmessgeräts

Anwendungsbereich	Auflösung des Wegmessgeräts	Toleranzen
	nm	
Makrobereich	≤ 100	1 % von h
Mikrobereich	≤ 10	1 % von h
Nanobereich	≤ 1	2 nm ^a
^a Für den Nanobereich wird eine Toleranz von $< 1 \% h$ (Weg des Messgeräts) dringend empfohlen.		

4.3.3 Temperaturänderungen sind gewöhnlich eine Hauptursache für eine Wegdrift. Um diese thermisch induzierte Wegdrift zu verringern, muss die Temperatur der Prüfmaschine so gehalten werden, dass die Wegdriftgeschwindigkeit während der Dauer eines Kalibrierzyklus konstant bleibt. Die Driftgeschwindigkeit muss während, direkt vor oder direkt nach jedem Kalibrierzyklus gemessen werden, z. B. indem der Weg während einer geeigneten Haltezeit aufgezeichnet wird. Die Werte der Wegkalibrierung müssen bezüglich der thermischen Drift korrigiert werden, und das Produkt aus Änderung der Driftgeschwindigkeit und Dauer eines Kalibrierzyklus muss kleiner als die in Tabelle 2 angegebene Toleranz sein. Die Unsicherheit der Driftgeschwindigkeit muss in der Berechnung der Unsicherheit für die Wegkalibrierung enthalten sein.

4.4 Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit

4.4.1 Allgemeines

Siehe Anhang D und ISO 14577-1, Anhang C.

Diese Überprüfung und Kalibrierung müssen durchgeführt werden, nachdem die Prüfkraft und das Wegmesssystem nach 4.2 und 4.3 kalibriert wurden.

4.4.2 Durchführung

Die Kalibrierung und Überprüfung der Prüfmaschinennachgiebigkeit wird durch Messung des Eindringmoduls bei mindestens fünf verschiedenen Prüfkraften durchgeführt. Verfahren 3, wie in Anhang D beschrieben, wird empfohlen. In allen Fällen ist eine geeignete zertifizierte Referenzprobe (en: Certified Reference Material, CRM) auf die gleiche Art in der Prüfmaschine zu befestigen, wie auch zukünftige Proben befestigt werden. Dies soll sicherstellen, dass das CRM eine verlässliche Reproduzierbarkeit der speziellen gesamten Prüfmaschinennachgiebigkeit liefert.

Die Prüfmaschinennachgiebigkeit kann durch den jeweiligen Aufbau und die Befestigung des Eindringkörpers sowie durch die Art der Probenbefestigung beeinflusst werden. Das Einbetten in Kunststoff (z. B. PVC) kann beispielsweise eine zusätzliche Nachgiebigkeit in den Prüfkreis einbringen. Die Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit sollte mit dem Eindringkörper erfolgen, der bei den nachfolgenden Messungen verwendet wird.

Bei Kontaktiefen $h_c > 6 \mu\text{m}$ ist es nicht notwendig, die tatsächliche Flächenfunktion des Eindringkörpers zu berücksichtigen. Für die Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinennachgiebigkeit ist eine Referenzprobe mit einem zertifizierten Eindringmodul, der eindringtiefenunabhängig ist, zu verwenden. Es wird ein Werkstoff mit einem großen Verhältnis $E_{IT}/\sqrt{H_{IT}}$ empfohlen (wie z. B. Wolfram). Der Prüfkraftbereich ist durch die minimale Prüfkraft, die sich bei $6 \mu\text{m}$ Kontaktiefe ergibt, und die maximal mögliche Prüfkraft der Prüfmaschine festgelegt. Große Eindringtiefen haben den Vorteil, dass Fehler in der Flächenfunktion üblicherweise kleiner sind, es muss jedoch darauf geachtet werden, dass die Prüfung nicht durch eine Aufwölbung der Referenzprobe verfälscht wird. Die gemessene Nachgiebigkeit des Eindrucks muss anschließend mit der unter Anwendung des zertifizierten Modulwerts berechneten Nachgiebigkeit für den Eindruck verglichen werden. Um die Prüfmaschinennachgiebigkeit neu einzustellen, wird das Produkt aus der wirkenden Kraft und der ermittelten Abweichung in der Prüfmaschinennachgiebigkeit auf die Wegdaten angewandt, um die Abschätzung der Kontaktiefe zu verfeinern und damit die Prüfmaschinennachgiebigkeit für beliebige Kräfte abzu-

schätzen. Dieser Vorgang wird wiederholt, bis selbstkonsistente Werte für die Prüfmaschinennachgiebigkeit und für die Kontakttiefe erreicht sind.

Bei Eindringtiefen $< 6 \mu\text{m}$ ist das oben beschriebene Verfahren anzuwenden, mit der Ausnahme, dass der aus der kalibrierten Flächenfunktion des Eindringkörpers berechnete tatsächliche Flächenkontakt zur Berechnung der Kontaktnachgiebigkeit mit Hilfe des zertifizierten Moduls des CRM verwendet wird.

Bei vielen Geräten im Nano- und Mikrobereich ist der Wert für die Prüfmaschinennachgiebigkeit kraftunabhängig. Ist das nicht der Fall, dann kann unter Anwendung des oben beschriebenen Verfahrens, allerdings mit einem größeren Prüfkraftbereich, eine Funktion der Prüfmaschinennachgiebigkeit bestimmt werden. Der Prüfkraftbereich ist definiert durch Eindringtiefen $> 0,5 \mu\text{m}$ und die maximale Prüfkraft der Prüfmaschine oder die maximale Prüfkraft, bei der kein ungewöhnliches Verhalten des Probenwerkstoffs (z. B. Aufwölbung von Metallen oder Rissbildung bei Keramik oder Glas) auftritt.

Ist die Prüfmaschinennachgiebigkeit neu eingestellt, dann muss vor der Verwendung eine indirekte Überprüfung durchgeführt werden.

Die in Anhang D detailliert angegebenen Kalibrierverfahren erfordern die Verwendung von Referenzproben (siehe ISO 14577-3), die isotrop und homogen sein müssen. Es wird angenommen, dass Eindringmodul und Poissonzahl eindringtiefenunabhängig sind.

4.5 Kalibrierung und Überprüfung des Eindringkörpers

4.5.1 Allgemeines

Der für die Eindringprüfung verwendete Eindringkörper muss kalibriert sein. Der Nachweis, dass der Eindringkörper den Anforderungen dieses Teils von ISO 14577 entspricht, muss durch einen Kalibrierschein von einem qualifizierten Kalibrierlaboratorium und den Nachweis von der letzten indirekten Überprüfung, dass sich die Flächenfunktion des Eindringkörpers nicht geändert hat, erfolgen. Letzteres muss unter Anwendung der in Anhang B angegebenen Überprüfungsverfahren und geeigneter zertifizierten Referenzproben durchgeführt werden. Alle festgelegten Kennwerte der Eindringkörpergeometrie müssen gemessen werden und im Kalibrierschein enthalten sein.

Der Eindringkörper muss den folgenden Anforderungen entsprechen:

- der Werkstoff muss homogen und vollständig dicht sein;
- der Elastizitätsmodul und die Poissonzahl des Werkstoffs des Eindringkörpers müssen bekannt sein;
- der Eindringkörper muss deutlich härter sein als der Werkstoff der Probe. Der Eindringkörper muss einen höheren Elastizitätsmodul als der Werkstoff der Probe aufweisen.

Weicht der Winkel des Eindringkörpers vom Nennwert der idealen Geometrie des Eindringkörpers ab, dann sollte der Mittelwert des zertifizierten Winkels für diesen Eindringkörper bei allen durchzuführenden Berechnungen bei Kontakttiefen $h_c > 6 \mu\text{m}$ verwendet werden.

ANMERKUNG Eine Abweichung von $0,2^\circ$ beim Vickers-Winkel von 136° (2α) ergibt für die Fläche einen systematischen Fehler von 1 %.

Bei Eindringkörpern, die im Nano- und Mikrobereich verwendet werden, muss die Flächenfunktion des Eindringkörpers über den entsprechenden Bereich der Eindringtiefe kalibriert sein. Die Gebrauchstauglichkeit des Eindringkörpers muss periodisch überprüft werden (siehe Abschnitt 6).

Werden andere als Diamanteindringkörper verwendet, müssen die Werte für Elastizitätsmodul und Poissonzahl bestimmt und bei den entsprechenden Auswertungen anstelle der Werte für Diamant verwendet werden.

Bei pyramidenförmigen und kegelförmigen Eindringkörpern muss der Winkel in den in Tabelle 3 angegebenen und Bild 1 dargestellten Bereichen der Eindringtiefe gemessen werden.

Tabelle 3 — Werte für die Messbereiche der Winkel von pyramidenförmigen und kegelförmigen Eindringkörpern

Maße in Mikrometer

Eindringtiefe	Makrobereich	Mikrobereich
h_1	6	0,2
h_2	200	Festgelegte maximale Eindringtiefe

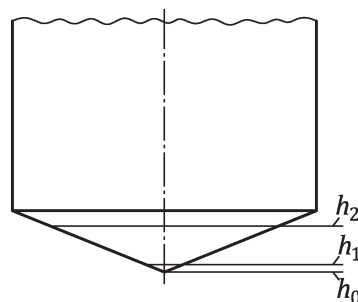


Bild 1 — Darstellung der in Tabelle 3 angegebenen Messbereiche

4.5.2 Vickers-Eindringkörper

4.5.2.1 Die vier Seitenflächen der geraden Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche müssen glatt und frei von Oberflächenfehlern und Verunreinigungen sein, die die Flächenfunktion wesentlich beeinträchtigen. Für Hinweise zur Reinigung der Oberfläche des Eindringkörpers siehe auch ISO 14577-1, Anhang D.

Die Oberflächenrauheit des Eindringkörpers hat einen vergleichbaren Einfluss auf die Messunsicherheit wie die Probenrauheit. Bei Prüfungen im Nanobereich sollte die Oberflächenbeschaffenheit des Eindringkörpers berücksichtigt werden.

4.5.2.2 Der Winkel zwischen gegenüberliegenden Seitenflächen der Diamantpyramide muss $(136 \pm 0,3)^\circ$ betragen (siehe Bild 2) ($\alpha = 68,0^\circ \pm 0,2^\circ$).

Der Winkel muss in dem Bereich zwischen h_1 und h_2 gemessen werden (siehe Tabelle 3 und Bild 1). Die Geometrie und Endbearbeitung des Eindringkörpers muss über den gesamten kalibrierten Eindringtiefenbereich kontrolliert werden, d. h. von der Eindringkörperspitze h_0 bis zur maximalen kalibrierten Eindringtiefe h_2 .

4.5.2.3 Der Winkel zwischen der Achse der Diamantpyramide und der Achse des Eindringkörperhalters (senkrecht zur Schulterfläche) darf $0,5^\circ$ nicht überschreiten.

4.5.2.4 Die vier Seitenflächen müssen in einem Punkt zusammentreffen. Die maximal zulässige Länge der Schnittlinie zwischen gegenüberliegenden Seitenflächen ist in Tabelle 4 angegeben (siehe auch Bild 3).

4.5.2.5 Der Radius der Eindringkörperspitze darf für den Mikrobereich $0,5 \mu\text{m}$ nicht überschreiten (siehe Bild 4).

4.5.2.6 Die Überprüfung der Eindringkörperform muss mit einem Mikroskop oder anderen geeigneten Geräten durchgeführt werden. Wenn der Eindringkörper für Prüfungen im Mikro- oder Nanobereich verwendet wird, wird eine Überprüfung mit einem geregelten closed-loop Rasterkraftmikroskop (AFM) empfohlen.

ANMERKUNG Eine durch Eindringen in einem zertifizierten Referenzwerkstoff abgeleitete Flächenfunktion weist eine hohe Unsicherheit im Nanobereich auf.

Tabelle 4 — Maximal zulässige Länge der Schnittlinie

Bereich der Kontakttiefe μm	Maximal zulässige Länge der Schnittlinie μm
$h_c > 30$	1
$30 \geq h_c > 6$	0,5 ^a
$h_c \leq 6$	$\leq 0,5^b$
^a Dies kann als erreicht angenommen werden, wenn bei der Überprüfung des Eindringkörpers mit einem optischen Mikroskop bei 400-facher Vergrößerung keine feststellbare Schnittlinie vorhanden ist.	
^b Dies muss einbezogen werden, wenn die Korrektur der Eindringkörperform berücksichtigt wird, siehe ISO 14577-1, C.2.	

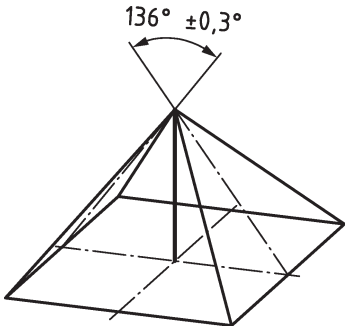
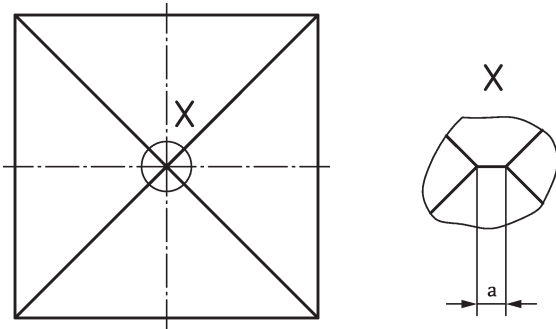


Bild 2 — Winkel der Vickers-Diamantpyramide



Legende
a Schnittlinie

Bild 3 — Schnittlinie an der Eindringkörperspitze — Schematisch

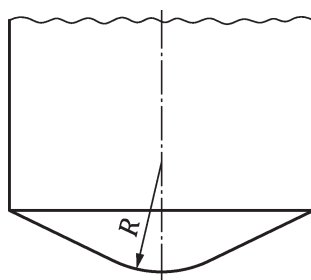


Bild 4 — Radius der Eindringkörperspitze

4.5.3 Berkovich-, modifizierte Berkovich- und kubische Eindringkörper

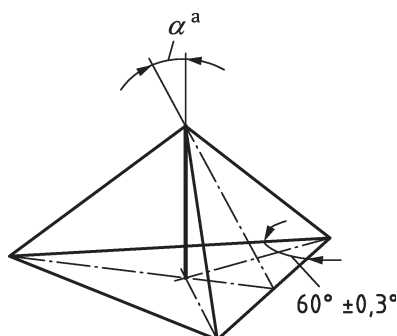
4.5.3.1 In der Praxis werden üblicherweise zwei Arten von pyramidalen Berkovich-Diamanteindringkörpern verwendet. Der Berkovich-Eindringkörper (siehe Verweisung [5]) ist so ausgelegt, dass er bei jeder beliebigen Eindringtiefe die gleiche Eindruckoberfläche wie ein Vickers-Eindringkörper erreicht. Der modifizierte Berkovich-Eindringkörper (siehe Verweisung [11]) ist so ausgelegt, dass er bei jeder beliebigen Eindringtiefe die gleiche projizierte Eindruckoberfläche wie ein Vickers-Eindringkörper erreicht.

4.5.3.2 Die drei Seitenflächen der dreieckigen Diamantpyramide müssen glatt und frei von Oberflächenfehlern und Verunreinigungen sein, die die Flächenfunktion wesentlich beeinträchtigen. Für Hinweise zur Reinigung der Oberfläche siehe auch ISO 14577-1, Anhang D.

Die Oberflächenrauheit des Eindringkörpers hat einen vergleichbaren Einfluss auf die Messunsicherheit wie die Probenrauheit. Bei Prüfungen im Nanobereich sollte die Oberflächenbeschaffenheit des Eindringkörpers berücksichtigt werden.

4.5.3.3 Der Radius der Eindringkörperspitze darf für den Mikrobereich $0,5\ \mu\text{m}$ und für den Nanobereich $0,2\ \mu\text{m}$ nicht überschreiten (siehe Bild 4).

4.5.3.4 Der Winkel zwischen der Achse der Diamantpyramide und den drei Seitenflächen wird mit α bezeichnet. Der Winkel zwischen den Seiten der dreieckigen Grundfläche der Diamantpyramide muss $(60 \pm 0,3)^\circ$ betragen (siehe Bild 5).



- ^a
- $\alpha = 65,03^\circ \pm 0,30^\circ$ bei Berkovich-Eindringkörpern
 - $\alpha = 65,27^\circ \pm 0,30^\circ$ bei modifizierten Berkovich-Eindringkörpern
 - $\alpha = 35,26^\circ \pm 0,30^\circ$ bei kubischen Eindringkörpern

Bild 5 — Winkel bei Berkovich- und kubischen Eindringkörpern

ANMERKUNG Die am häufigsten verwendete Berkovich-Geometrie ist der modifizierte Berkovich-Eindringkörper. Aus Gründen der Einfachheit wird er oft als „Berkovich“-Eindringkörper bezeichnet.

4.5.3.5 Die Überprüfung der Eindringkörperform muss mit Mikroskopen oder anderen geeigneten Geräten erfolgen. Wenn der Eindringkörper für Prüfungen im Mikro- und Nanobereich verwendet wird, wird eine Messung mit einem geregelten closed-loop Rasterkraftmikroskop (AFM) empfohlen.

ANMERKUNG Eine durch Eindringen in einem zertifizierten Referenzwerkstoff abgeleitete Flächenfunktion weist eine hohe Unsicherheit im Nanobereich auf.

4.5.4 Kugelige Eindringkörper

Die Geometrie der Kugeln muss zertifiziert sein. Stichprobenverfahren sind ausreichend. Im Zertifikat ist der Durchmesser als Mittelwert von mindestens drei an verschiedenen Stellen gemessenen Einzelwerten anzugeben. Wenn ein Einzelwert von dem zulässigen Wert für den Nenndurchmesser (siehe Tabelle 5) abweicht, darf die Kugel (und/oder die Kugelcharge) nicht als Eindringkörper verwendet werden.

Tabelle 5 — Toleranzen für kugelige Eindringkörper

Maße in Millimeter

Kugeldurchmesser	Toleranz
10	$\pm 0,005$
5	$\pm 0,004$
2,5	$\pm 0,003$
1	$\pm 0,003$
0,5	$\pm 0,003$

4.5.5 Kegelige Eindringkörper mit kugeliger Spitze

Die Eigenschaften der kegeligen Eindringkörper mit kugeliger Spitze müssen den in Tabelle 6 angegebenen (siehe auch Bild 6) entsprechen.

Tabelle 6 — Kegelige Eindringkörper mit kugeliger Spitze

Merkmal	Toleranz
$R_{av} \leq 50 \mu\text{m}$	$\pm 0,25 R_{av}$
$500 \mu\text{m} > R_{av} > 50 \mu\text{m}^a$	$\pm 0,1 R_{av}$
Kegelwinkel 2α	
120°	$\pm 5^{\circ a}$
90°	$\pm 5^{\circ}$
60°	$\pm 5^{\circ}$
Halber Kegelwinkel α	
60°	$\pm 5^{\circ}$
45°	$\pm 2,5^{\circ}$
30°	$\pm 2,5^{\circ}$
ANMERKUNG Abweichung der Mittellinie des Kegels zur Mittellinie des Halters innerhalb 0,01 mm.	
^a Rockwell-Diamant-Eindringkörper (siehe ISO 6508-2) erfüllen diese Anforderung.	

Der unmittelbare Krümmungsradius $R(h)$ der kugeligen Spitze darf bei keiner Eindringtiefe h , gemessen vom Punkt der ersten Berührung, um mehr als um einen Faktor 2 vom mittleren Radius R_{av} abweichen, wie durch die Bedingung in Gleichung (1) beschrieben:

$$0,5 \leq |R(h) / R_{av}| \leq 2 \quad (1)$$

Kegelige Eindringkörper mit kugeliger Spitze sind für viele Anwendungen hilfreich. Diese Eindringkörper sind normalerweise aus Diamant hergestellt, können aber auch aus anderen Werkstoffen hergestellt sein, z. B. Rubin, Saphir oder Hartmetall (gesintertes Wolframcarbid, WC-Co). Sie sind für Eindrücke nur mit der kugeligen Spitze vorgesehen. Wird für die Interpretation des Eindringverhaltens der Hertz'sche Kontakt-Mechanismus genutzt, ist die verwendete Größe des Eindringkörperradius kritisch. Es wird daher empfohlen, dass die Form eines jeden Eindringkörpers direkt durch ein geeignetes Messsystem oder indirekt durch Eindruck in eine zertifizierte Referenzprobe bestimmt wird.

Die Oberflächenrauheit Ra sollte minimiert werden. Die Rauheit verursacht eine Unsicherheit in der tatsächlichen Kontaktfläche und in der Definition des ersten Berührungspunkts des Eindringkörpers mit dem Probekörper. Unebenheiten haben Kontaktradien deutlich unterschiedlich zum mittleren Radius einer kugeligen Spitze und verhalten sich daher sehr unterschiedlich. Falls möglich, sollte der Ra -Wert der Diamantoberfläche kleiner als $1/20$ der üblichen Eindringtiefe für den Eindringkörper sein.

ANMERKUNG Die Geometrie legt nahe, dass die Tiefe der kugeligen Spitze h_s auf einem Kegel mit dem Winkel 2α und dem Radius R_{av} gegeben ist durch Gleichung (2):

$$h_s = R_{av} [1 - \sin(\alpha)] \quad (2)$$

In der Praxis gibt es einen allmählichen Übergang von der kugeligen Spitze zur Kegelgeometrie, welcher nur schwer zu spezifizieren ist. Deshalb und wegen der erlaubten Unsicherheiten in R_{av} und α (siehe Tabelle 6) sollte besondere Vorsicht walten, wenn die Eindringtiefe $0,5 h_s$ überschreitet.