

DIN EN ISO 14577-4

ICS 77.040.10

Einsprüche bis 2015-06-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 14577-4:2007-08

Entwurf

**Metallische Werkstoffe –
Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer
Werkstoffparameter –
Teil 4: Prüfverfahren für metallische und nichtmetallische Schichten
(ISO/DIS 14577-4:2015);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 14577-4:2015**

Metallic materials –
Instrumented indentation test for hardness and materials parameters –
Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings (ISO/DIS 14577-4:2015);
German and English version prEN ISO 14577-4:2015

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/DIS 14577-4:2015);
Version allemande et anglaise prEN ISO 14577-4:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-04-10 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 online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme 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 (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 49 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14577-4:2015) 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 14577-4 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14577-4:2007-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung der Abschnitte zum Prüfverfahren, zur Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschine und zur Kalibrierung von Referenzproben die früher in dieser Norm enthalten waren an die entsprechenden Stellen von DIN EN ISO 14577-1, -2 bzw. -3 und Ersatz durch Verweise in diesem Teil;
- b) Überarbeitung der Flussdiagramme zur Auswahl der Geometrie des Eindringkörpers;
- c) Überarbeitung und Ergänzung der Schemata für Eindringmodul und Eindringhärte;
- d) redaktionelle Änderungen.

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: Überprüfung 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*

Metallische Werkstoffe — Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter — Teil 4: Prüfverfahren für metallische und nichtmetallische Schichten (ISO/DIS 14577-4:2015)

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/DIS 14577-4:2015)

Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings (ISO/DIS 14577-4:2015)

ICS:

Deskriptoren:

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Symbole und Bezeichnungen.....	6
4 Kalibrierung und direkte Überprüfung von Prüfmaschinen.....	6
5 Probekörper.....	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Oberflächenrauheit	7
5.3 Politur.....	7
5.4 Reinheit der Oberfläche	8
6 Prüfverfahren	8
6.1 Prüfbedingungen	8
6.2 Durchführung der Messung.....	9
6.2.1 Allgemeines	9
6.2.2 Kraftgeregelte Versuche	9
7 Auswertung der Daten und Bewertung der Ergebnisse für Eindrücke senkrecht zur Oberfläche	9
7.1 Allgemeines	9
7.2 Eindringmodul der Schicht.....	10
7.3 Eindringhärte der Schicht	14
8 Unsicherheit der Ergebnisse	18
9 Prüfbericht.....	19
Anhang A (normativ) Kontaktpunkt und vollkommen elastisches System.....	20
Literaturhinweise	23

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14577-4:2015) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 14577-4:2007 ersetzen.

ISO 14577-4 *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 14577-4:2015 wurde vom CEN als prEN ISO 14577-4:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Die elastischen und plastischen Eigenschaften einer Beschichtung sind wesentliche Merkmale, die die Leistungsfähigkeit des beschichteten Produktes bestimmen. Tatsächlich werden viele Beschichtungen speziell dafür entwickelt, um Verschleißwiderstand zu bieten, der in der Regel durch ihre hohe Härte erreicht wird. Die Messung der Härte der Beschichtung wird oft zur Qualitätskontrolle genutzt. Der Elastizitätsmodul ist dann wichtig, wenn die Berechnung der Spannung einer in Beschichtung für die Konstruktion beschichteter Bauteile erforderlich ist. Beispielsweise ist das Maß, bis zu dem beschichtete Bauteile von außen auf sie einwirkenden Kräften standhalten, eine wichtige Eigenschaft der Leistungsfähigkeit eines beschichteten Systems.

Die Bestimmung der Härte und des Eindringmoduls von Vollmaterialien durch instrumentierte Eindringprüfungen ist verhältnismäßig einfach. Werden die Messungen senkrecht auf eine beschichtete Oberfläche durchgeführt, beeinflussen jedoch die Trägereigenschaften das Ergebnis in Abhängigkeit von der angewandten Kraft und Beschichtungsdicke.

Zweck dieses Teils der ISO 14577 ist es, Leitfäden für Zustände vorzugeben, unter denen ein bedeutsamer Einfluss des Trägers festgestellt wird, um mögliche analytische Verfahren vorzugeben, mit denen es möglich ist, die Eigenschaften der Beschichtung aus der Verbundmessung zu gewinnen. In einigen Fällen können die Eigenschaften der Beschichtung direkt aus Messungen an einem Querschnitt bestimmt werden.

1 Anwendungsbereich

In diesem Teil der ISO 14577 wird ein Verfahren zur Prüfung von Beschichtungen festgelegt, das insbesondere zur Prüfung dünner Beschichtungen im Nano- bzw. Mikrobereich anwendbar ist. Die Anwendung dieses Verfahrens aus diesem Teil der ISO 14577 ist jedoch nicht erforderlich, wenn die Eindringtiefe einen so geringen Anteil der Beschichtungsstärke ausmacht, dass in jedem möglichen Fall ein Trägereinfluss vernachlässigt werden kann und die Beschichtung als Vollmaterial betrachtet werden kann. Die Grenzen für diese Fälle sind angegeben.

Dieses Prüfverfahren ist auf die Prüfung von Einzelschichten beschränkt, wenn der Eindruck senkrecht zur Oberfläche des Probekörpers erfolgt; gradierte Beschichtungen oder Beschichtungen aus mehreren Schichten können jedoch auch im Querschnitt gemessen werden, wenn die Dicke der einzelnen Schichten oder der Stufungen größer ist als die räumliche Auflösung des Eindringvorgangs.

Das Prüfverfahren ist auf keinen bestimmten Werkstofftyp beschränkt. Der Anwendungsbereich dieses Teils der ISO 14577 umfasst metallische, nicht metallische und organische Beschichtungen. Bei dem Verfahren wird angenommen, dass die Eigenschaften der Beschichtung unabhängig von der Eindringtiefe sind. Komposit-Überzüge sind als homogen anzusehen, wenn die Strukturgröße kleiner als die Größe des Eindrucks ist.

Die Anwendung dieses Teils der ISO 14577 ist bezüglich der Härtemessung nur möglich, wenn der Eindringkörper eine Pyramide oder ein Kegel mit einem Spitzenradius, der klein genug ist, damit eine plastische Verformung in der Beschichtung auftritt. Die Härte von viskoelastischen Werkstoffen oder Werkstoffen, die ein bedeutendes Kriechen aufweisen, wird erheblich von der Dauer der Prüfungsdurchführung beeinflusst.

ANMERKUNG 1 ISO 14577-1, ISO 14577-2 und ISO 14577-3 legen die Durchführung der instrumentierten Eindringprüfung von Vollmaterialien über alle Kraft- und Wegbereiche fest.

ANMERKUNG 2 Die hier durchgeführte Auswertung lässt keinerlei Aufwölbung oder Einsinken des Eindrucks zu. Der Einsatz eines Atomkraftmikroskops (en: Atomic Force Microscope, AFM) zur Bewertung der Eindruckform ermöglicht die Bestimmung der möglichen Aufwölbung oder Einsenkung der Oberfläche um den Eindruck herum. Diese Oberflächeneffekte führen bei der Auswertung zur Unterschätzung (Aufwölbung) oder Überschätzung (Einsenkung) der Kontaktfläche und können die Messergebnisse somit beeinflussen. Eine Aufwölbung entsteht allgemein bei vollständig kaltverfestigten Materialien. Eine Aufwölbung von weichen, duktilen Materialien ist bei dünneren Beschichtungen aufgrund der eingeschränkten Spannungen im Bereich der plastischen Verformung in der Beschichtung wahrscheinlicher. Berichten zufolge führt das aufgewölbte Material bei der Bestimmung der Härte zu einem tatsächlichen Anstieg der Kontaktfläche, bei der Bestimmung des Eindringmoduls ist dieser Effekt jedoch schwächer, da sich das aufgewölbte Material 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, *Geometrical Product Specifications (GPS) — Surface texture: Profile method — Terms, definitions and surface texture parameters*

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

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

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

3 Symbole und Bezeichnungen

ISO 14577-1, Tabelle 1, enthält eine Auflistung der Symbole und ihre zugehörigen Bezeichnungen. In dieser Internationalen Norm zusätzlich verwendete Symbole und Bezeichnungen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1 — Symbole und Bezeichnungen

Symbol	Bezeichnung	Einheit
a	Kontaktradius	mm
t_c	Beschichtungsdicke	mm
E_{ITc}	Eindringmodul der Beschichtung	GPa
E_{ITc}^*	Ebener Eindringmodul der Beschichtung	GPa
H_{ITc}	Eindringhärte der Beschichtung	GPa

4 Kalibrierung und direkte Überprüfung von Prüfmaschinen

Das Messgerät muss nach dem Verfahren kalibriert und direkt überprüft werden, das in ISO 14577-2, Abschnitt 4, festgelegt ist.

Eine indirekte Überprüfung nach dem in ISO 14577-2:XXXX, Abschnitt 5, angegebenen Verfahren, muss unter Verwendung eines Referenzmaterials durchgeführt werden, um sicherzustellen, dass eine erneute direkte Überprüfung nicht erforderlich ist und dass die Spitze des Eindringkörpers nicht beschädigt oder verunreinigt wurde.

Eindringprüfungen dürfen mit verschiedenen, unterschiedlich geformten Eindringkörpern erfolgen, die so ausgewählt werden sollten, dass die für ein bestimmtes Beschichtung-Träger-System erforderliche plastische und elastische Verformung optimiert werden. Typische Formen von Eindringkörpern sind Vickers, Berkovich, konisch, kugelförmig und Würfecke.

Zur Bestimmung der plastischen Beschichtungseigenschaften werden spitze Eindringkörper empfohlen. Je dünner die Beschichtung, desto spitzer sollte der Eindringkörper sein. Zur Bestimmung der elastischen Beschichtungseigenschaften dürfen Eindringkörper beliebiger Geometrie verwendet werden, vorausgesetzt, dass ihre Flächenfunktion bekannt ist. Wenn nur die elastischen Beschichtungseigenschaften benötigt werden, werden Eindrücke ausschließlich im elastischen System empfohlen (wenn möglich), weil dadurch Probleme aufgrund von Bruch, Aufwölbung und großer Kriechgeschwindigkeit vermieden werden. Eine Eindringkörperspitze oder eine Kugel mit größerem Radius ermöglicht vollkommen elastische Eindrücke über einen größeren Kraftbereich als ein Eindringkörper mit einem kleineren Radius. Ein zu großer Radius und zu große Oberflächeneffekte werden die Messunsicherheiten jedoch dominieren (Rauheit, Oberflächenschichten usw.). Ein zu kleiner Radius führt zu einer sehr geringen maximalen Kraft oder Verschiebung vor Einsetzen der plastischen Verformung. Das Optimum kann durch Vorversuche oder Modellierung ermittelt werden (siehe Abschnitt 7).

5 Probekörper

5.1 Allgemeines

Im Allgemeinen sollte die Oberflächenvorbereitung auf ein Minimum beschränkt werden und der Probekörper sollte, wenn möglich, im Anlieferungszustand verwendet werden, wenn seine Oberflächenbeschaffenheit den in 5.2, 5.3 und 5.4 angegebenen Kriterien entspricht.

5.2 Oberflächenrauheit

Eindrücke in raue Oberflächen führen zu wachsender Streuung der Ergebnisse mit abnehmender Eindringtiefe. (siehe ISO 14577-1, Anhang E). Wenn sich die Rauheit R_a demselben Wert wie die Eindringtiefe nähert, variiert die Kontaktfläche in Abhängigkeit von der Eindruckstelle bezüglich der Höhen und Tiefen auf der Oberfläche von Eindruck zu Eindruck stark. Die endgültige Oberflächengüte sollte so glatt sein, wie es die verfügbare Erfahrung und Ausstattung erlauben. Der R_a -Wert sollte nach Möglichkeit weniger als 5 % der maximalen Eindringtiefe betragen.

ANMERKUNG 1 Es ist nachgewiesen worden, dass bei einem Berkovich-Eindringkörper der Winkel zwischen Oberflächennormale und Achse des Eindringkörpers größer als 7° sein muss, um erhebliche Fehler zur Folge zu haben [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 erheblich unterscheiden, siehe Anmerkung 2.

ANMERKUNG 2 Auch wenn R_a als geeigneter und leicht verständlicher Rauheitsparameter empfohlen wird, sollte berücksichtigt werden, dass dieser einen Durchschnittswert darstellt, sodass einzelne Höhen und Tiefen größer sein dürfen als dieser Wert, wie durch den R_z -Wert festgelegt; die Wahrscheinlichkeit, beispielsweise die maximale Höhe auf der Oberfläche zu treffen, ist jedoch gering. Modellierungen zur Untersuchung der Rauheit der beschichteten Oberfläche [31, 32] haben ergeben, dass es für jeden R_a -Wert zwei Grenzsituationen gibt. Ist die „Wellenlänge“ der Rauheit (in der Ebene der beschichteten Oberfläche) viel größer als der Spitzenradius des Eindringkörpers, so wird die Kraft-Eindring-Reaktion durch die lokale Krümmung der Beschichtung bestimmt; ist aber die „Wellenlänge“ dagegen viel kleiner als der Spitzenradius, tritt ein Kontakt mit den Rauheiten mit einer Wirkung wie ein zusätzlicher, kleinerer Modul der Beschichtung auf der Oberfläche auf.

ANMERKUNG 3 Bei Verwendung von Beschichtungen im Anlieferungszustand können zufällige Mängel (wie Knollenwachstum oder Kratzer) vorhanden sein. Wenn die Prüfmaschine über ein Abbildungssystem für die Eindrücke verfügt, wird empfohlen, für die Messung „ebene“ Bereiche abseits von diesen Mängeln auszuwählen.

Der Radius der Messsonde des Rauheits-Profilometers sollte kleiner als der Radius des Eindringkörpers sein. Wird der Rauheitsparameter R_a mit einem AFM auf einer Rasterfläche bestimmt, wird eine Rasterfläche von $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ empfohlen.

Einige Messgeräte sind in der Lage, die Eindruckstelle vor dem Eindringvorgang abzutasten. In diesem Fall dürfen die Flächenstücke mit der erforderlichen lokalen Neigung und Rauheit für Eindrücke in Oberflächen ausgewählt werden, die anderenfalls durchschnittlich zu rau sein können.

5.3 Politur

Es sollte beachtet werden, dass mechanisches Polieren von Oberflächen zu einer Veränderung der Verfestigung und/oder des Eigenspannungszustandes der Oberfläche und folglich der gemessenen Härte führen kann. Obwohl das bei Keramik weniger von Bedeutung als bei Metallen ist, können Beschädigungen der Oberfläche auftreten. Es muss so geschliffen und poliert werden, dass alle im vorangegangenen Arbeitsschritt eingebrachten Spannungen durch den nachfolgenden Schritt beseitigt werden und der letzte Arbeitsschritt ist mit einer Körnung des Poliermittels durchzuführen, die für die bei der Prüfung verwendeten Eindringkala geeignet ist. Nach Möglichkeit sollte das Polieren elektrochemisch erfolgen.

ANMERKUNG 1 Viele Beschichtungen bilden die Oberflächenbeschaffenheit des Trägers ab. Wenn es vertretbar ist, können Probleme bei der Oberflächenvorbereitung vermindert werden, indem sichergestellt wird, dass der Träger eine geeignete Oberflächenbeschaffenheit aufweist, wodurch die Notwendigkeit der Vorbereitung der Oberfläche der Beschichtung entfällt, so kann die Notwendigkeit zur Präparation der Beschichtungsoberfläche vermieden werden. Da eine Veränderung der Rauheit der Trägeroberfläche in einigen Fällen jedoch auch andere Beschichtungseigenschaften verändern kann, sollte dieses Verfahren mit Umsicht angewandt werden.

ANMERKUNG 2 Gewöhnlich treten in Beschichtungen relativ große Eigenspannungen auf (die beispielsweise aus unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Beschichtung und Träger resultieren und/oder Spannungen, die beim Auftragen der Beschichtung eingebracht werden). Daher würde eine spannungsfreie Oberfläche normalerweise nicht erwartet werden. Zudem sind Spannungsgradienten in Beschichtungen nicht ungewöhnlich, sodass die Entfernung überschüssigen Materials bei einer vorbeugenden Oberflächenbehandlung zu einer erheblichen Abweichung vom ursprünglichen Oberflächenzustand führen kann.

ANMERKUNG 3 Polieren vermindert die Beschichtungsstärke, sodass die Wirkungen des Trägers erhöht werden, wenn der Eindruck senkrecht zur Oberfläche erfolgt. Wenn für die Auswertungen der Daten eine genaue Kenntnis der Dicke der eingedrückten Beschichtung erfordert, ist nach dem Polieren eine erneute Messung der Beschichtungsstärke durchzuführen. Dies hebt noch einmal die Notwendigkeit hervor, ein Minimum an Vorbereitung durchzuführen.

5.4 Reinheit der Oberfläche

Generell sollte ein Reinigungsvorgang vermieden werden, sofern die Oberfläche frei von offensichtlichen Verschmutzungen ist. Ist eine Reinigung erforderlich, ist diese auf Verfahren zu beschränken, die so wenig Beschädigungen wie möglich verursachen, zum Beispiel:

- Anwendung von trockenem, ölfreiem, gefiltertem Gasstrom;
- Anwendung von sublimiertem CO₂-Teilchenstrom (unter Vermeidung von Oberflächentemperaturen unterhalb des Taupunktes); und
- Spülen mit einem Lösungsmittel (das nicht mit der Probe chemisch reagiert) mit anschließender Trocknung.

Erwiesenermaßen verursachen oder verschlimmern Ultraschallverfahren Beschädigungen in Beschichtungen und sollten mit Vorsicht angewandt werden.

6 Prüfverfahren

6.1 Prüfbedingungen

6.1.1 Die Geometrie des Eindringkörpers, die maximale Kraft und/oder der maximale Weg sowie der Kraft-Weg-Zyklus (mit geeigneten Halteperioden) müssen vom Bediener so gewählt werden, dass sie der zu messenden Beschichtung und den Betriebsparametern des eingesetzten Prüfgeräts angemessen sind, siehe Bild 1.

Härtewerte sind nur gültig, wenn eine plastische Verformung aufgetreten ist, sodass nach der Kraftrücknahme ein verbleibender Eindruck vorhanden ist.

ANMERKUNG 1 Ein typischer „kleiner“ Radius für die Härtemessung ist der eines Berkovich-Eindringkörpers (< 250 nm). Ein typischer „großer“ Radius für die Modulmessung ist < 25 µm. In bestimmten Fällen kann ein Tausch des Eindringkörpers durch die Wahl der Kraft vermieden werden. Der Bereich der elastischen Verformung kann mit den Formeln im Anhang A abgeschätzt werden.

ANMERKUNG 2 Ein Beispiel einer vereinfachten Spannungsanalyse ist in 7.3, Anmerkung 4, gegeben.

6.1.2 Wenn mehrere Eindrücke senkrecht zur Oberfläche oder Eindrücke in den Querschnitt geplant sind, muss jeder Eindruck nach ISO 14577-1, 7.7, positioniert werden und die entsprechenden Abstände einhalten.

ANMERKUNG Beschichtungen können einen hohen Grad an Anisotropie aufweisen, sodass die Ausrichtung des Eindringkörpers in der Ebene und die Eindringrichtung (senkrecht oder Querschnitt) den gemessenen Wert der Härte und vereinzelt des Moduls erheblich verändern können.

6.1.3 Die Parameter der instrumentierten Eindringprüfung werden nach ISO 14577-1, 7.4, festgelegt.

Die folgenden Parameter der Beschichtung bzw. des Trägers, die das Messergebnis beeinflussen, sollten berücksichtigt werden:

- a) Härte, Elastizitätsmodul und Poissonzahl des Trägers;
- b) Beschichtungsdicke;
- c) Oberflächenrauheit;
- d) Haftung der Beschichtung auf dem Träger (eine Ablösung der Beschichtung sollte verhindert werden).

Alle diese Parameter sollten konstant gehalten werden, wenn ein direkter Vergleich der Kraft-Weg-Kurve durchzuführen ist, um eine relative Veränderung der Eigenschaften zwischen zwei oder mehr Probekörpern festzustellen.

Die Zeitabhängigkeit der zu messenden Werkstoffparameter sollte berücksichtigt werden.

ANMERKUNG 1 Die Werte der Härte und des Elastizitätsmoduls können durch Haftung beeinflusst werden [4] bis [8].

ANMERKUNG 2 Abweichungen anderer Probenparameter als der Härte und des Elastizitätsmoduls können die Messungen dieser Größen beeinflussen. Wenn die Eindringtiefe einen hinreichend kleinen Anteil der Schichtdicke ausmacht oder die Schichtdicke gut geschätzt werden kann und an allen Eindruckstellen auf einer bestimmten Probe konstant ist, ist es möglich, E_{ITC}^* und H_{ITC} ohne eine genau Messung der Dicke zu messen. Wenn jedoch die Eigenschaften in Abhängigkeit von der relativen Eindringtiefe zu vergleichen sind, kann eine genaue Dickenbestimmung erforderlich sein. Die genauen Grenzen hängen vom Verhältnis der Eigenschaften von Beschichtung und Träger ab.

6.2 Durchführung der Messung

6.2.1 Allgemeines

Der vorbereitete Probekörper wird eingebaut und so ausgerichtet, dass die Prüfung an der gewünschten Stelle erfolgen kann.

Die festgelegte Anzahl an Eindruckszyklen wird unter den ausgewählten Prüfbedingungen durchgeführt.

6.2.2 Kraftgeregelte Versuche

Es ist ein einzelner Zyklus von Kraftaufbringung und Rücknahme durchzuführen. In ISO 14577-1, Anhang G, ist ein Entscheidungsbaum zur Hilfe bei der Abschätzung der Drift während des Versuches angegeben.

7 Auswertung der Daten und Bewertung der Ergebnisse für Eindrücke senkrecht zur Oberfläche

7.1 Allgemeines

Bevor die während der Eindringversuche erhaltenen Daten ausgewertet werden können, müssen die Wegdaten um eine erhebliche thermische Drift bereinigt, die Werte von $A_p(h_c)$ bestimmt und C_s (Kontakt-nachgiebigkeit) durch Bereinigung der Werte um die Nachgiebigkeit des Messgerätrahmens C_f erhalten worden sein. Härte und Eindringmodul des Probekörpers können dann unter Verwendung der Gleichungen in ISO 14577-1, Anhang A, berechnet werden. In ISO 14577-2, Anhang D, ist die Bestimmung von C_s und C_f beschrieben. Die Eigenschaften, die nach ISO 14577-1 berechnet wurden, sind Verbundeigenschaften für den Schicht-Träger-Verbund. In 7.2 und 7.3 finden sich Verfahren zur Gewinnung der Härte und des Eindringmoduls der Beschichtung aus den Verbundeigenschaften, die unter der Annahme gemessen wurden, dass die Eigenschaften der Beschichtung von der Eindringtiefe unabhängig sind.

ANMERKUNG 1 Für Eindrücke in einen Querschnitt können unter der Voraussetzung, dass die Empfehlungen in 6.1.2 befolgt wurden, die unter Verwendung von ISO 14577-1 ermittelten Werte als die Werte für die Beschichtung betrachtet werden.

ANMERKUNG 2 In Literaturangabe [11] sind empirische Richtlinien für Härtemessungen an galvanischen Beschichtungen auf Stählen angegeben, wo empfohlen wird, dass die Eindringtiefe ein Zehntel der Beschichtungsdicke nicht übersteigen soll, wohingegen bei organischen Beschichtungen in [12] ein Eindringen von bis zu einem Drittel der Beschichtungsdicke zulässig ist. Diese Näherungen können in vielen Fällen unzureichend sein und sind nur für Härtemessungen anwendbar.

Prüfparameter für duktile und spröde Schichten sind getrennt voneinander zu betrachten.

Beim Eindringen senkrecht zur Oberfläche tritt bei allen Beschichtungen stets eine elastische Verformung des Trägers auf, auch wenn sie bei einer dicken, nachgiebigen Beschichtung auf einem steifen Träger vernachlässigbar klein sein könnte. Folglich sind die gemessenen Module immer Verbundmodule der Beschichtung und des Trägers und der ermittelte Wert eine Funktion der Eindringtiefe.

Für die Härtemessung wird die Verwendung eines möglichst kleinen Radius des Eindringkörpers (d. h. so spitz wie möglich) empfohlen, um die plastische Verformung auf die Beschichtung zu beschränken. Eine Messung des unbeschichteten Trägers ist ein nützlicher Hinweis auf die geeignete Wahl der Auswertung (weich oder hart). Unter Umständen ist es möglich, einen Bereich der Eindringtiefe festzustellen, in dem die gemessene Härte konstant ist (d. h. bevor eine plastische Verformung des Trägers einsetzt) und die Eindringprüfung wird dann innerhalb dieses Bereiches durchgeführt.

Abschätzungen der Härte und des Moduls der Beschichtung dürfen aus den Verbundwerten E_{IT}^* , H_{IT} gewonnen werden, die aus dem Eindruck senkrecht zur Beschichtung erhalten wurden. Diese Verbundwerte werden als Funktion des Kontaktradius a oder der Kontakttiefe h_c ausgedrückt, die mit Bezug auf die Beschichtungsdicke normalisiert wurden. Die Messung der Schichtdicke t_c ist nicht erforderlich, um einen genauen Schnittpunktwert zu erhalten. Wenn jedoch Daten von Beschichtungen mit verschiedenen Dicken zusammen aufzutragen sind oder der maximale Bereich der Eindringtiefe für gültige Daten zu verwenden ist, wird empfohlen, eine Messung der tatsächlichen Beschichtungsdicke vorzunehmen, um die beste Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten. Bei Eindringkörpern unterschiedlicher Geometrien (z. B. Berkovich, Vickers, Kugel, Kegel usw.) wird a annähernd durch den Radius eines Kreises bestimmt, der die gleiche Fläche besitzt wie die geplante Kontaktfläche mit dem Eindringkörper:

$$a = \sqrt{\frac{A_p}{\pi}} \quad (2)$$

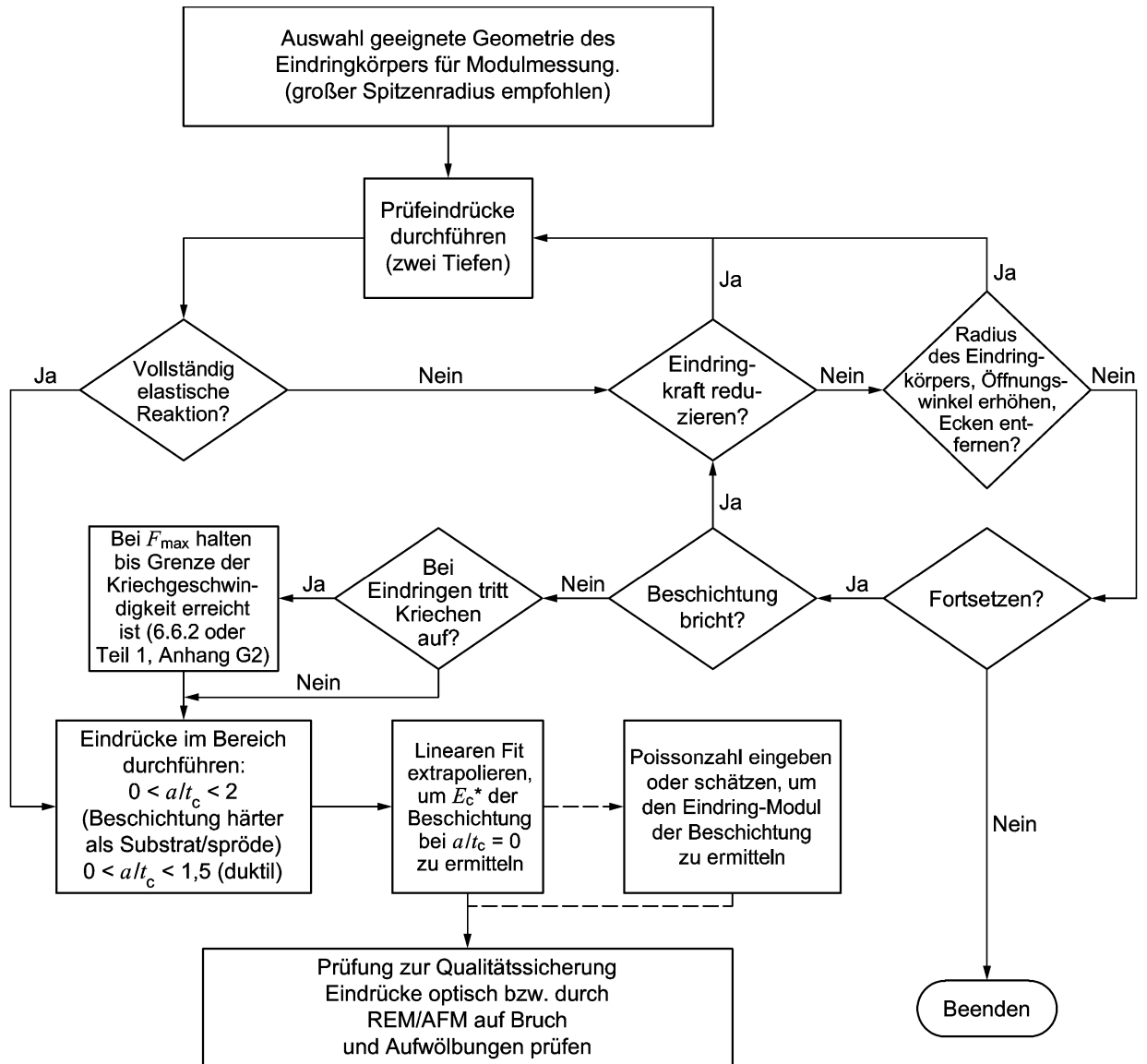
Dieser Wert besitzt exakte Äquivalenz für kugel- und kegelförmige Eindringkörper, hat jedoch mit Abnahme der axialen Symmetrie des Eindringkörpers eine immer geringere physikalische Bedeutung, d. h. Kegel = Kugel > Vickers > Berkovich.

ANMERKUNG 3 Es ist relativ einfach, die Härte duktiler Beschichtungen oder den Elastizitätsmodul spröder Beschichtungen zu messen. Schwieriger ist es, die Härte spröder oder harter Beschichtungen oder den Elastizitätsmodul duktiler Beschichtungen zu messen.

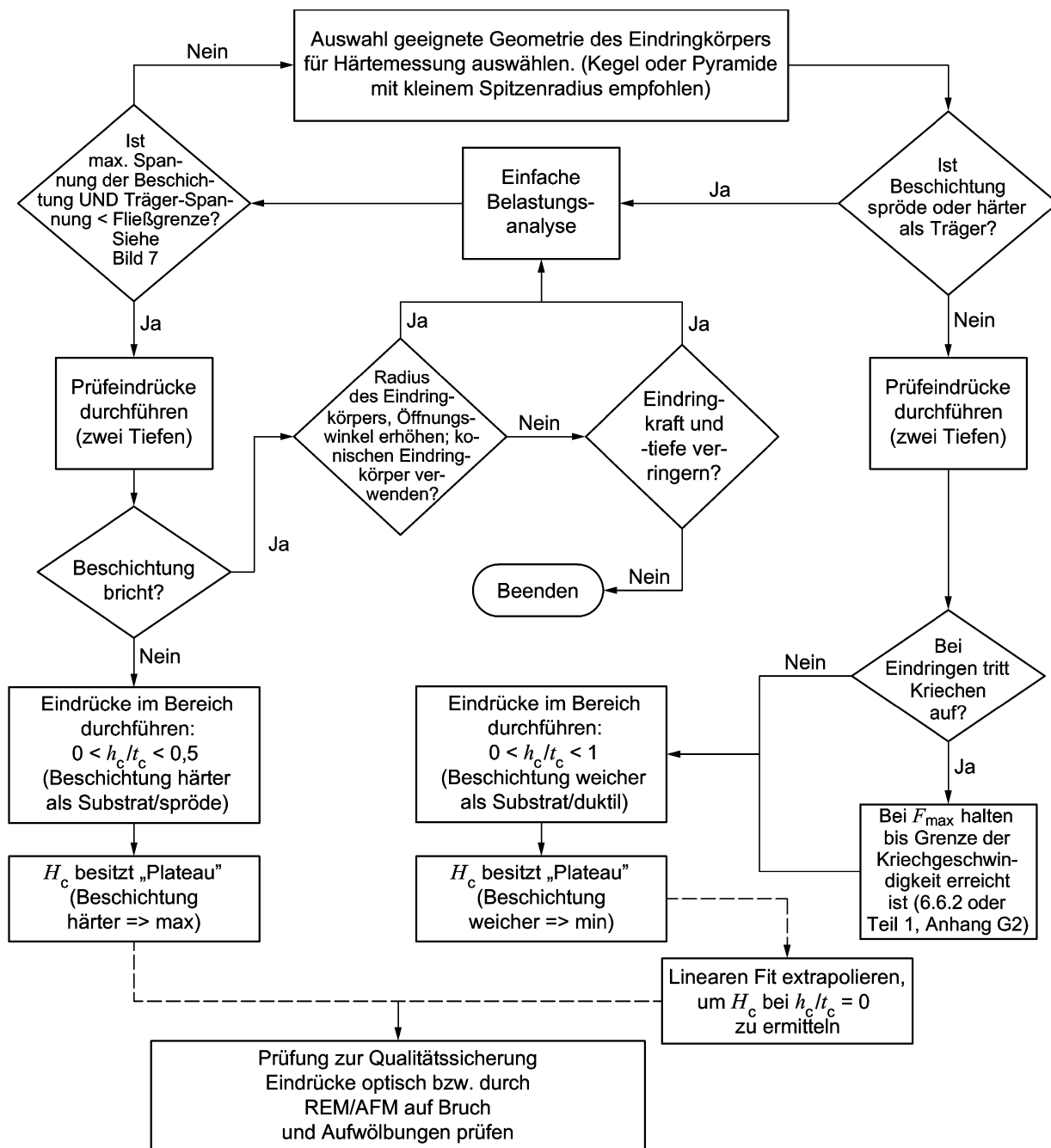
ANMERKUNG 4 Wird t_c nicht gemessen, dürfen Nominalwerte von t_c verwendet werden; ein Vergleich der Daten von Beschichtungen unterschiedlicher Dicke ist jedoch weniger genau.

7.2 Eindringmodul der Schicht

Bei kraftgesteuerten Prüfzyklen und Probekörpern mit unbekannter Eindringreaktion ist eine Reihe von Versuchseindrücken durchzuführen (z. B. mit zwei weit auseinander liegenden Prüfkraften) und zu analysieren, um die erforderliche Prüfkraft für den unten angegebenen Bereich von alt_c abzuschätzen. Zur Auswahl der geeigneten Eindringkörpergeometrie und der Eindringparameter siehe Bild 1 a).



a) Für Eindringmodul der Beschichtung



b) Für Eindringhärte der Beschichtung

Bild 1 — Flussdiagramm zur Auswahl der Geometrie des Eindringkörpers und der Parameter der Eindringprüfung für die Messung von Beschichtungseigenschaften

Bei weichen bzw. duktilen Beschichtungen müssen die Eindringkraft oder die Eindringtiefe sowie die Geometrie des Eindringkörpers so gewählt werden, dass Daten aus einem Bereich $h_c/t_c < 1,5$ ermittelt werden. Der ebene Verformungseindringmodul der Beschichtung E_c^* wird ermittelt, indem eine Reihe von Messungen bei verschiedenen Eindringtiefen vorgenommen und ein linearer Fit des ebenen Verformungseindringmoduls über h_c/t_c nach null extrapoliert wird [1], siehe Bild 2.

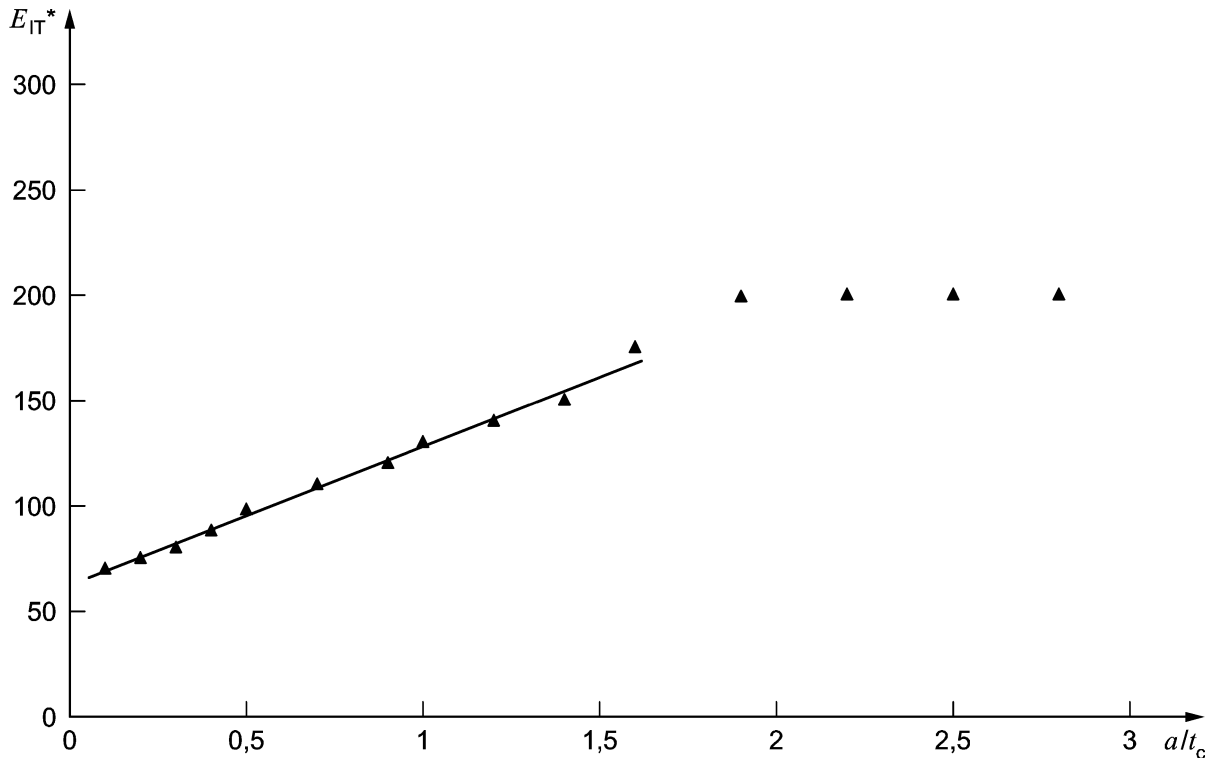


Bild 2 — Ebener Verformungseindringmodul über dem genormten Kontaktradius einer duktilen Beschichtung auf härterem Träger — schematisch

Bei harten bzw. spröden Beschichtungen müssen die Eindringkraft oder die Eindringtiefe sowie die Geometrie des Eindringkörpers so gewählt werden, dass Daten aus einem Bereich $alt_c < 2$ ermittelt werden. Der ebene Verformungseindringmodul der Beschichtung E_C^* wird ermittelt, indem eine Reihe von Messungen bei verschiedenen Eindringtiefen vorgenommen und ein linearer Fit des ebenen Verformungseindringmoduls für den gemessenen Prüfkörper, E^* , über alt_c nach null extrapoliert wird [1], siehe Bild 3.

ANMERKUNG 1 Ein linearer Fit des ebenen Verformungseindringmoduls über alt_c nach null ist eine erste Annäherung. Im Allgemeinen gilt jedoch offenbar eine nicht-lineare Beziehung, die mit der Finite-Elemente-Analyse (FEA) reproduziert werden kann. Die genaue Natur dieser nicht-linearen Beziehung ist unbekannt. Deshalb ist ein linearer Fit über den angegebenen eingeschränkten Bereich eine solide erste Näherung, ist jedoch nicht über einen weiteren Bereich als diesen anwendbar.

Es müssen mindestens 15 Messungen bei 3 oder mehr verschiedenen Werten von alt_c oder h_c/t_c durchgeführt werden, bevor eine gültige Extrapolation möglich ist. Es wird empfohlen, mindestens 50 Messungen bei 5 oder mehr Werten von alt_c oder h_c/t_c vorzunehmen, um die Unsicherheiten der Extrapolation zu verringern. Im Allgemeinen wird empfohlen, die Zahl der Messungen bei verschiedenen Werten von alt_c oder h_c/t_c zu erhöhen, gegenüber einer Erhöhung der Wiederholungen bei weniger Punkten von alt_c oder h_c/t_c .

ANMERKUNG 2 Das schnellste und zuverlässigste Verfahren, um den Bereich der angewandten Kräfte zu bestimmen, die erforderlich sind, um Eindringresultate im erforderlichen Bereich von alt_c oder h_c/t_c zu erhalten, besteht darin, eine Reihe von Versuchseindrücken bei verschiedenen Prüfkraften durchzuführen. Schnelle Schätzungen der wahrscheinlichen Werte für h_c für niedrigere maximale angewandte Prüfkraften können ermittelt werden, indem parallele Geraden zur Tangente zur Anfangskraft der Kraftrücknahmekurve gezogen werden.