

## Übung 'Registrierende Indentierung'

Was ist registrierende Härtemessung oder Indentierung?

Ein harter Prüfkörper wird in eine Materialoberfläche gedrückt. Dabei werden die Kraft  $P$  und der Eindringweg  $h$  kontinuierlich gemessen. Aus den erhaltenen Kurven Kraft  $P$  über Weg  $h$  können Härte und elastische Eigenschaften der Probe bestimmt werden.

### 1. Auswertung von Entlastungskurven

In der Abbildung unten (Abbildung 1) sieht man links die geometrische Situation einer indentierten Oberfläche im Querschnitt (hier ist nur die Hälfte eines rotationssymmetrischen, konischen Indenters abgebildet), rechts die entsprechende Kraft-Eindring Kurve.

Bei voller Last ist die gesamte Eindringtiefe  $h_t$ , Kontakt zwischen Indenter und Probe besteht dabei nur bis zum Radius  $a$  (Kontaktradius) entlang der Höhe  $h_p$  (auch häufig als Kontakttiefe bezeichnet). Seitlich davon ist die Oberfläche elastisch nach unten gedrückt um den Betrag  $h_s$ .

Nach Entlastung bleibt eine restliche Eindringtiefe  $h_r$  zurück. Die Gesamttiefe  $h_t$  setzt sich also aus einem plastischen  $h_p$  und einem elastischen Anteil  $h_e$  zusammen.

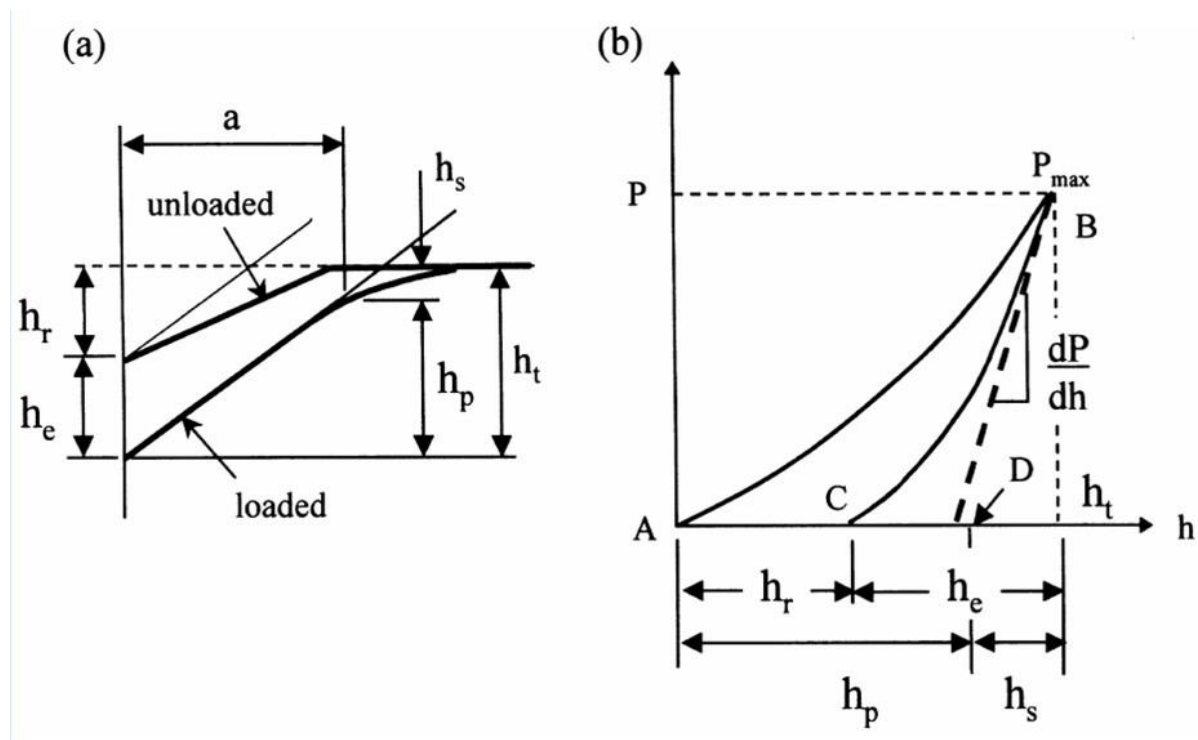


Abbildung 1a: Seitenansicht (Hälfte) einer indentierten Oberfläche während Maximallast und nach der Entlastung; 1b: Die entsprechende Kraft-(Eindring-)Weg (load-displacement) Kurve.

Die prominenteste Methode, Härte und elastischen Modul aus Kraft-Eindring Kurven zu erhalten, wurde 1992 von Oliver und Pharr publiziert. Sie berücksichtigt den elastischen Sink-In ausserhalb des Kontakts und eine Änderung der Kontaktfläche während der Entlastung.

Die Härte wird definiert als Kraft  $P_{max}$ /projizierte Kontaktfläche bei Maximallast  $A_C$ :

$$H = \frac{P_{max}}{A_C} \quad (1)$$

Für die Relation zwischen Härte  $H$  und äquivalenter Fliessspannung  $\sigma$  wird häufig ein einfacher Zusammenhang angegeben:

$$H = 3\sigma \quad (2) \quad , \text{ wobei der Tabor-Faktor von 3 für die meisten Metalle in etwa stimmt.}$$

Für die elastische Wechselwirkung Indenterspitze-Probe gilt folgender, grundlegender Zusammenhang:

$$\frac{1}{E_r} = \left( \frac{1-\nu^2}{E} \right)_{specimen} + \left( \frac{1-\nu^2}{E} \right)_{indenter} \quad (3)$$

Wobei die  $\nu$ 's die Poissonzahlen für jeweils Indenter und Probenmaterial sind.  $E_r$  ist der sogenannte reduzierte E-Modul.

Aus der gemessenen Kraft-Weg Kurve kann man die Steigung  $S$  (auch stiffness genannt) der Entlastungskurve bei Maximallast  $P_{max}$  (im Augenblick der Entlastung) bestimmen,

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (4)$$

die mit dem reduzierten E-Modul über die projizierte Kontaktfläche  $A_C$  im Zusammenhang steht:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_C}} \quad (5)$$

Kernpunkt der Auswertung von Kraft-Weg Kurven ist die Bestimmung der Kontakttiefe  $h_p$ , bzw. der entsprechenden, projizierten Kontaktfläche  $A_C$ . Aus der Abbildung 1 sehen wir, dass man  $h_p$  erhält, wenn man von der gesamten Eindringtiefe die elastische Durchbiegung  $h_s$  der Oberfläche ausserhalb des Kontakts abzieht:

$$h_p = h - h_s \quad (6)$$

$h_s$  ergibt sich aus der elastischen Kontakttheorie zu:

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (7),$$

wobei der Wert von  $\varepsilon$  von der Indentergeometrie abhängt:

$\varepsilon = 1$  für den flat punch,  $\varepsilon = 0.72$  für den konischen Indenter und  $\varepsilon = 0.75$  für Rotationsparaboloide.

Die Stiffness  $S$  kann im einfachsten Fall durch Anlegen einer Tangente an die Entlastungskurve im Punkt  $P_{max}$  bestimmt werden. Bei gekrümmten Kurven ist das nicht mehr möglich; stattdessen wird die Kurve durch einen Potenzansatz angenähert der Form:

$$P = A(h - h_r)^m \quad (8)$$

$A$  und  $m$  sind Parameter, die gefittet werden. Theoretisch sollte  $m$  aber ganz bestimmte Werte annehmen, abhängig von der Spitzegeometrie, und zwar:

$m = 1$  für flat punch,  $m = 1,5$  für Rotationsparaboloide und  $m = 2$  für konische Indenter.

Wir betrachten jetzt einen stark vereinfachten Fall: Die Entlastungskurve ist eine Gerade, so ähnlich wie in Abbildung 2. Die Tangente an die Entlastungskurve schneidet die horizontale Achse in  $h_r$ . Dann kann man leicht die Steigung der Entlastungskurve ermitteln. Bei bekanntem  $E_r$  kann die Kontaktfläche direkt mittels Gleichung (5) berechnet werden.

**Aufgabe 1:** Ermitteln Sie die Härte aus der Kurve in Abbildung 2 bei gegebenem  $E_r = 70$  GPa.

Weg: Ermitteln Sie zuerst  $S$ , daraus  $A_C$  und schliesslich  $H$  aus  $A_C$  und der Maximallast  $P_{max}$ .

**Frage 1a:** Wir haben hier die Entlastungskurve als eine Gerade angenähert. Was bedeutet das für die Kontaktfläche während des Entlastens?

**Frage 1b:** Wie könnten wir die Härte ermitteln, wenn wir  $E_r$  nicht kennen; was müssten wir zusätzlich wissen?

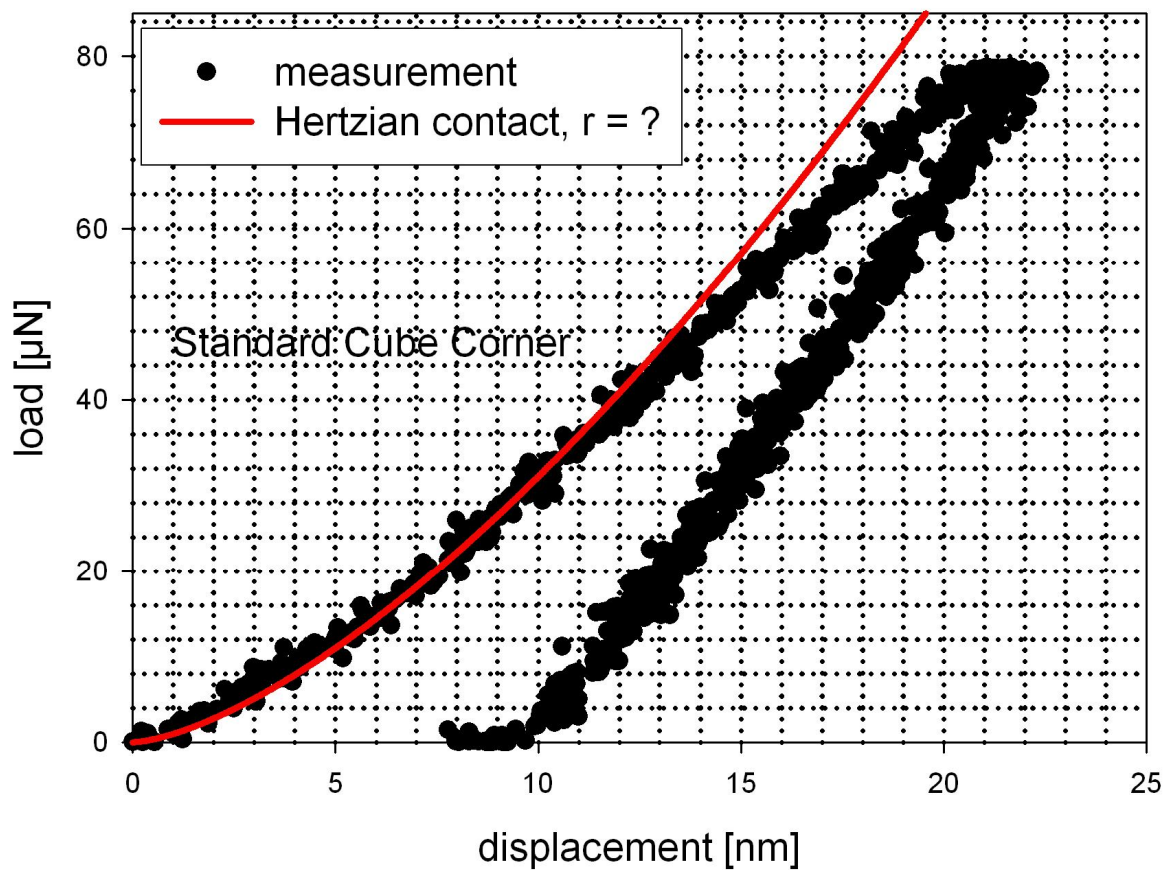


Abbildung 2: Kraft-Weg-Kurve für einen Cube-Corner Indenter in Fused Silica  
 Punkte: Messung, durchgezogene Linie aus Berechnung (siehe unten).

## 2. Bestimmung des Spitzenradius einer Indenterspitze (Methode 1)

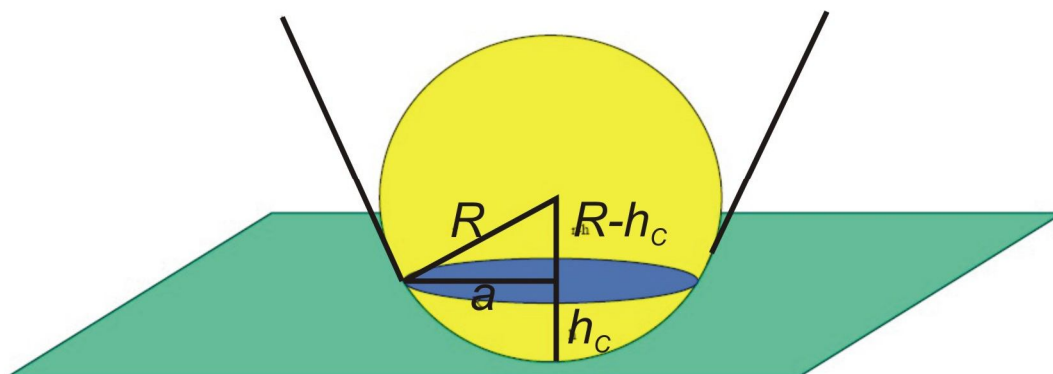


Abbildung 3: Geometrischer Zusammenhang zwischen Spitzenradius  $R$ , Kontaktradius  $a$  und der Kontakttiefe

Aus Abbildung 3 folgt:

$$a^2 = R^2 - (R - h_C)^2 \quad (9) \quad A_C = \pi a^2 \quad (10)$$

$$A_C = \pi h_C (2R - h_C) \quad (11)$$

$$A_C = -\pi h_C^2 + 2\pi R h_C \quad (12)$$

Ansatz für Beschreibung der Flächenfunktion

$$A_C = C_0 h_C^2 + C_1 h_C + C_2 h_C^{1/2} + C_3 h_C^{1/4} \dots \quad (13)$$

$h_C$ .....Kontakttiefe

$R$ .....Spitzenradius

$a$ .....Kontaktradius

$A_C$ .....projizierte Kontaktfläche

Vergleich von (12) mit (13) liefert  $C_0$  und  $C_1$

$C_0 = -\pi$ ,  $C_1 = 2\pi R$ , wobei die weiteren Terme in (13) vernachlässigt werden.

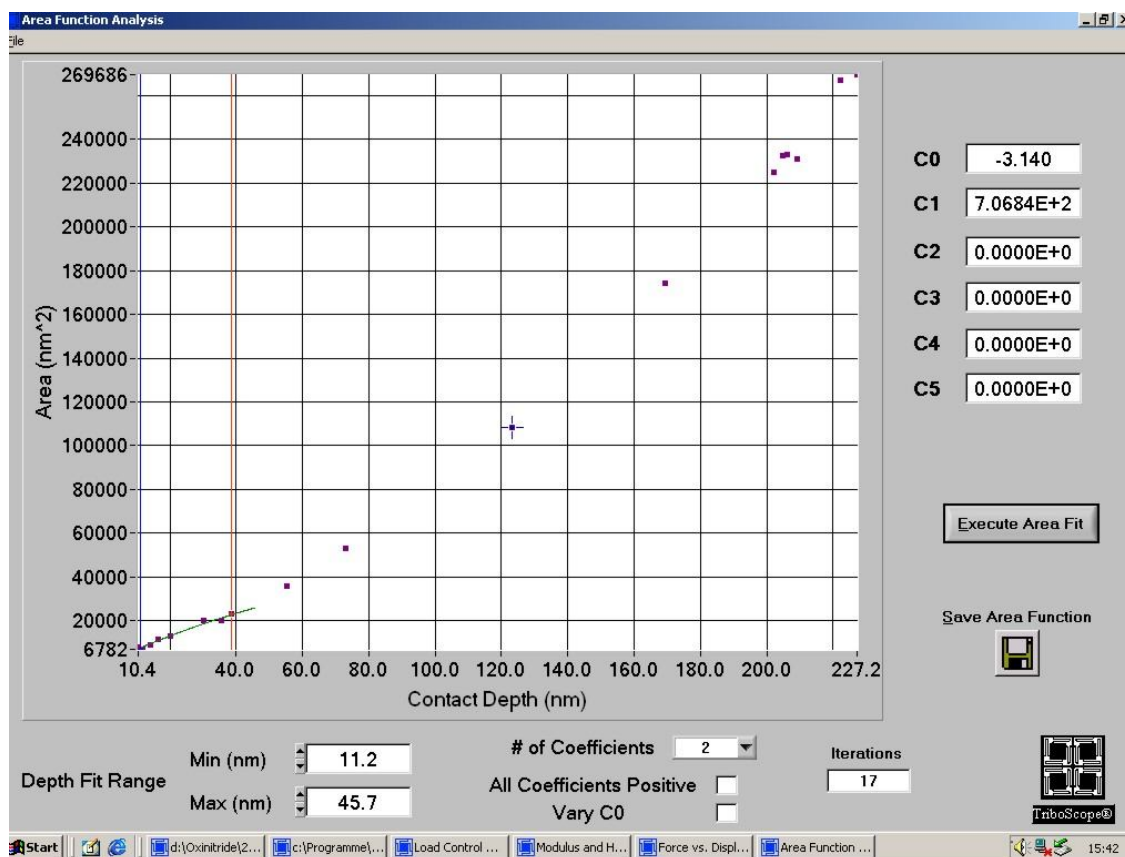


Abb. 4: Abhängigkeit der projizierten Kontaktfläche von der Kontakttiefe für einen Cube-Corner-Indenter auf Fused Silica (das Standardkalibriermaterial schlechthin).

Die projizierten Kontaktflächen sind aus Messungen ermittelt über den Zusammenhang:

$$A_C = \frac{\pi S^2}{4 E_r^2} \quad (14) \quad \text{was aus Gleichung (5) folgt}$$

**Aufgabe 2:** Bestimmen Sie den Spitzenradius mit Hilfe der in der Abbildung 4 gezeigten Werte von  $C_0$  und  $C_1$ .

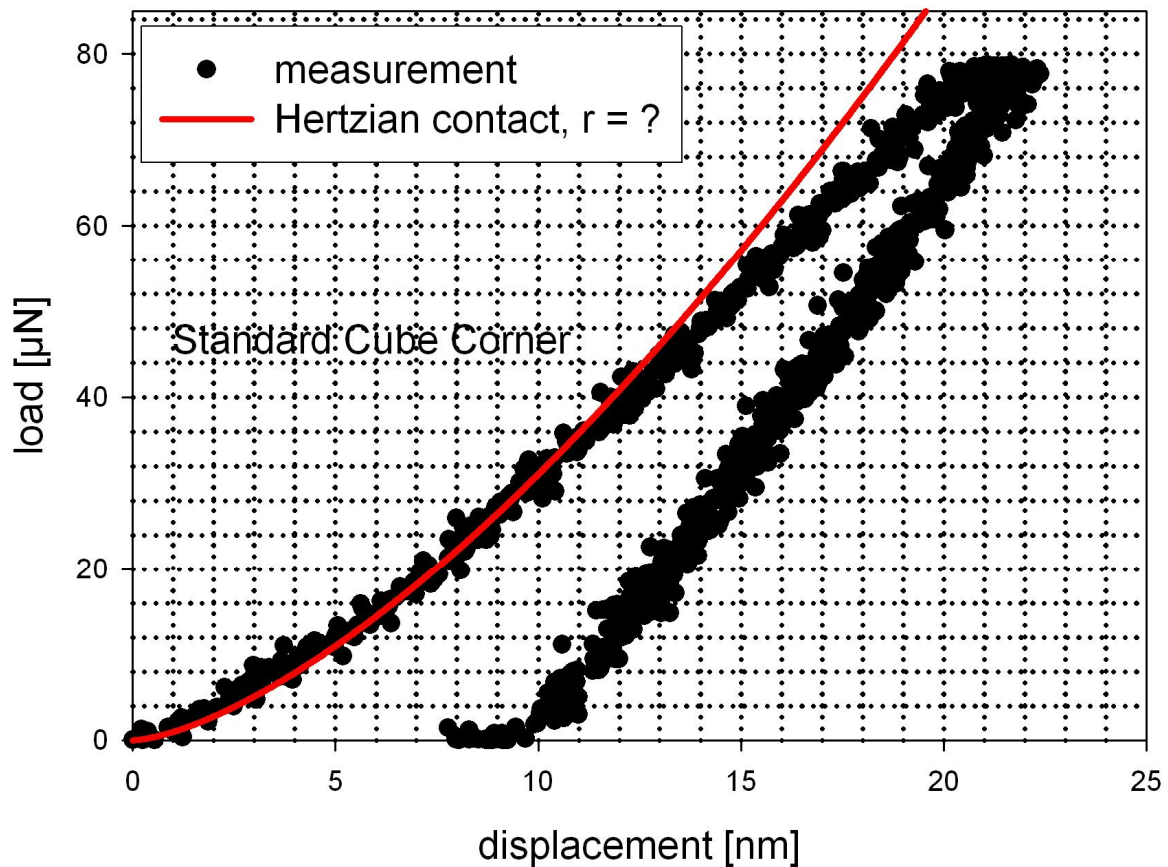
### 3. Bestimmung des Spitzenradius mittels Hertz'schen Kontakts (Methode 2)

Zusammenhang zwischen Kraft  $P$ , Spitzenradius  $R$ , reduziertem E-Modul  $E_r$  und gesamter Eindringtiefe  $h$  im elastischen Bereich

$$P = \frac{4}{3} E_r \sqrt{R} h^{1.5} \quad (15)$$

Bei bekanntem  $E_r$  und gemessener Kraft-Weg-Kurve kann man mit Hilfe eines Fits oder einfach durch Kraft- Eindring-Wertepaare den Spitzenradius bestimmen.

**Aufgabe 3:** Bestimmen Sie mit Hilfe der Abbildung 5 und Gleichung (15) (nehmen Sie einfach ein Wertepaar) den Spitzenradius eines Cube-Corner Indenters. Das Material ist Fused Silica mit  $E_r = 70$  GPa. Vergleichen Sie mit dem Spitzenradius, den Sie mit der 1. Methode bestimmt haben.



**Abbildung 5: Kraft-Weg-Kurven für einen Cube-Corner Indenter in Fused Silica**  
**Punkte: Messung, durchgezogene Linie aus Berechnung des Hertz'schen Kontakts.**

**Frage 2:** Wie erklären Sie die Abweichung zwischen berechneter und gemessener Kurve ab ca. 10 nm Eindringtiefe und 32  $\mu\text{N}$ ? Können Sie daraus eine Fließspannung (Kontaktspannung) für das Material abschätzen? Wenn ja, dann machen Sie es mit Hilfe des Wertepaares (Kraft/Weg) an dieser Stelle und den geometrischen Beziehungen für eine Kugelkalotte (Gleichungen 9-11).

Bitte beachten: Die Kontakttiefe ist bei sphärischen Indentern im elastischen Fall gleich der halben gesamten Eindringtiefe.

**Frage 3:** Betrachten Sie in der untenstehenden Tabelle (Abbildung 6) die Werte vom Exponenten  $m$  (Potenzansatz, Gleichung 8) in Abhängigkeit von der Eindringtiefe. Kann man daraus Schlüsse auf die Form der Indenterspitze ziehen?

	A	B	C	D	E	F	G	H
2								
3	hc(nm)	Pmax(N)	A	m				
4	10.464991	79.11518	6.87501	1				
5	11.729294	77.983772	6.360933	1.010238				
6	13.154905	78.572107	5.968822	1.034067				
7	14.235761	97.615048	5.636366	1.075684				
8	16.446865	119.230169	8.407978	1.000032				
9	19.976802	136.254862	8.966205	1				
10	30.213959	198.150832	6.560403	1.134273				
11	35.590176	196.171945	6.815777	1.123023				
12	38.288206	247.260185	9.882008	1.036405				
13	38.593488	244.906185	8.110916	1.094192				
14	55.214125	344.136737	8.354086	1.132686				
15	73.161301	494.925185	7.938301	1.188935				
16	124.557116	991.594001	9.305197	1.218557				
17	169.642729	1482.49292	7.281596	1.306502				
18	202.348768	1978.7929	5.202736	1.385657				
19	205.180433	1925.47886	5.583623	1.377193				
20	206.303557	1926.80623	4.897021	1.402899				
21	209.798663	1988.68368	5.263029	1.388234				
22	222.600014	2273.75	4.095963	1.443119				
23	227.675618	2285.42273	3.968658	1.449659				
24								

## Cube-corner indenter auf fused silica

Abbildung 6: Kontakttiefe, Fitparameter  $A$  und Exponent  $m$  als Funktion der Maxiamalkraft

### 4. Einfluss von Pile-Ups auf Messergebnisse

Während des Indentierens wird häufig Material seitlich herausgepresst, das den Indenter umgibt und teilweise ‚unterstützt‘. In diesem Fall vergrößert sich die Kontaktfläche, ein Effekt, der durch die Oliver Pharr-Methode nicht erfasst und berücksichtigt wird. Die Kontaktfläche wird daher unterschätzt, somit Härte und elastischer Modulus überschätzt.

Mögliche Korrekturen:

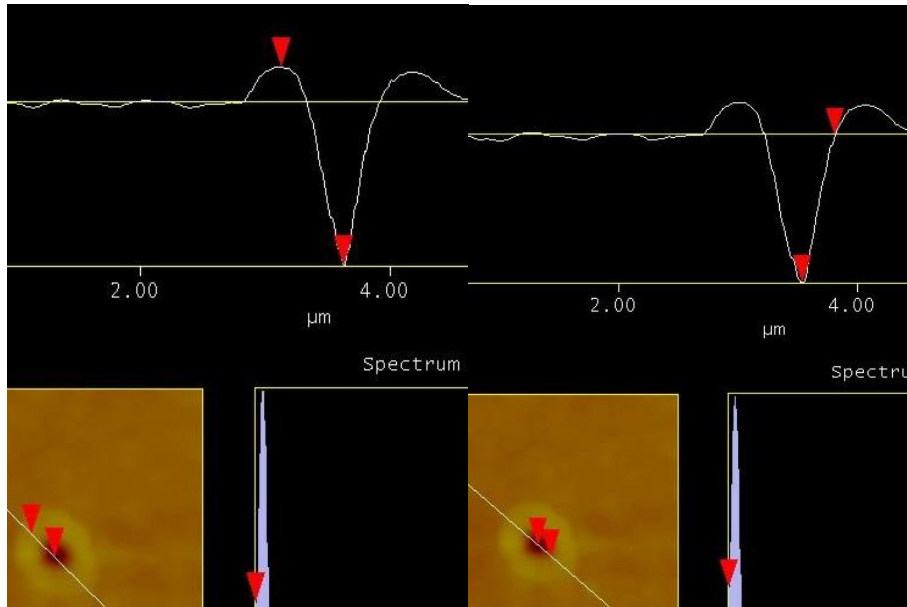
Ausmessen der Pile-Ups, daraus Korrektur der projizierten Kontaktfläche bzw. Kontakttiefe oder bei bekanntem elastischem Modulus die Kontaktfläche bestimmen und daraus die Härte.

**Aufgabe 4:** Versuchen Sie aus dem untenstehenden Querschnitt eines Indents, Abbildung 7 (gemacht mit einem konischen Indenter) die projizierte Kontaktfläche abzuschätzen. Um etwa wieviel ist die korrigierte Fläche grösser als die unkorrigierte?

Die Tiefe des Härteeindrucks beträgt von der ursprünglichen Oberfläche gemessen 100 nm, von der Spitze des Pile-Ups 120nm. Um welchen Faktor werden Härte und E-Modul jeweils unterschätzt?



**Aufgabe 5:** Die Oliver-Pharr-Methode ergibt für eine Messung einen reduzierten E-Modul von 70 GPa und eine Härte von 10 GPa, aus Tabellen kennt man aber den reduzierten E-Modul mit 52 GPa. Korrigieren Sie den Härtewert unter Zuhilfenahme von Gleichungen (1) und (5). Was für Bedenken haben Sie gegenüber dem Resultat für die Härte (sollten Sie Bedenken haben)?



Abbildungen 7a und b: Querschnitt durch einen rotationssymmetrischen Indent

### 5. Bestimmung der ‚Machine-Compliance‘

Zusammenhang zwischen Compliance (Nachgiebigkeit) des Kontakts zwischen Spitze und Probe  $C_c$  und weiteren Größen wie: (die Compliance ist einfach der Kehrwert der Stiffness)

$dh$ ...Änderung der Eindringtiefe

$dP$ ...Änderung der Kraft

$A_C$ ... projizierte Kontaktfläche

$E_r$ ...reduzierter E-modul

$$C_c = \frac{dh}{dP} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\sqrt{A_C}} \frac{1}{E_r} \quad (16)$$

$$\frac{1}{E_r} = \left( \frac{1-\nu^2}{E} \right)_{specimen} + \left( \frac{1-\nu^2}{E} \right)_{indenter} \quad (17)$$

wobei die  $\nu$ 's die Poissonzahlen von jeweils Probe und Indenterspitze sind.

Index specimen...Probe

Die Compliances von Kontakt  $C_c$  und Gerät incl. Spitzenhalter  $C_m$  addieren sich linear:

$$C_{total} = C_m + C_c = C_m + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E_r} \frac{1}{\sqrt{A_C}} \quad (18)$$

Wählen wir als Testprobe ein Material aus, von dem wir konstanten E-Modul  $E_r$  **und** konstante Härte  $H$  annehmen können, eliminieren wir die Fläche  $A$  in (18) mit Hilfe von:

$$H = \frac{P_{max}}{A_C} \quad (19) \quad \text{mit } P_{max} \text{ der Maximallast}$$

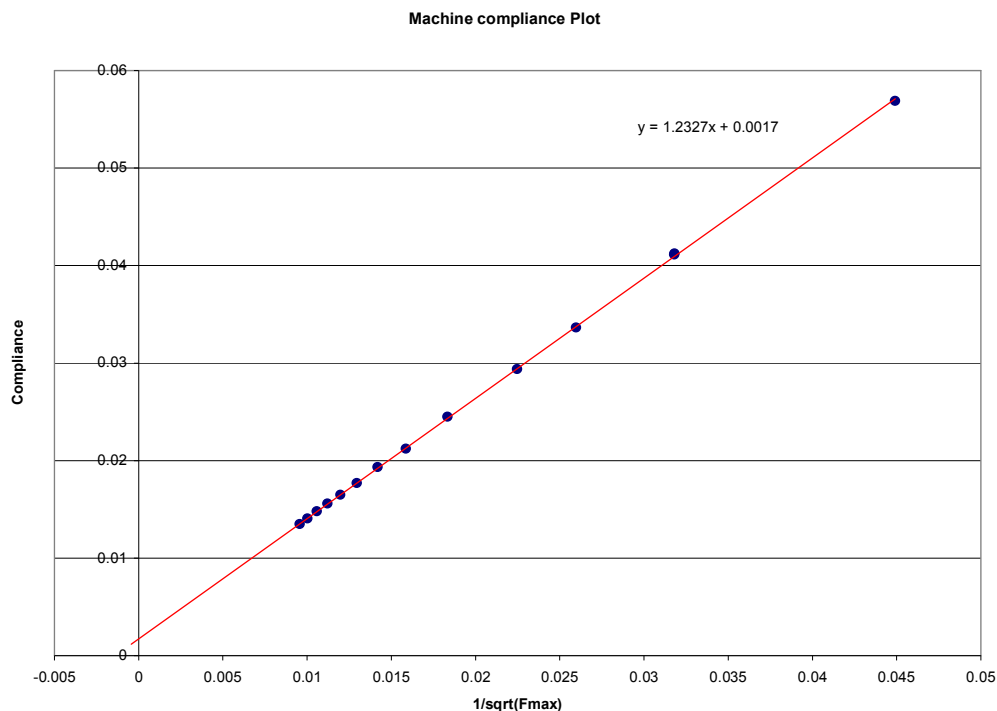
sodass wir einen Ausdruck haben, der unabhängig von der projizierten Kontaktfläche  $A_C$  ist

$$C_{total} = C_m + \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{\sqrt{H}}{E_r} \frac{1}{\sqrt{P_{max}}} \quad (20)$$

und wir keine Kenntnis der Spitzenform (Flächenfunktion) brauchen.

Haben wir eine Serie von gemessenen Stiffnesswerten  $S$  ( $S$  ist der Kehrwert der totalen Compliance  $C_{total}$ ) bei verschiedenen Lasten, können wir  $C_{total}$  als Funktion von  $1/\sqrt{P_{max}}$  auftragen, was laut Gleichung (20) eine Gerade ergeben muss. Der Schnittpunkt mit der Y-Achse liefert den Wert der Machine-Compliance, siehe Abbildung 8.

**Frage 4:** Was limitiert die Genauigkeit der Methode?

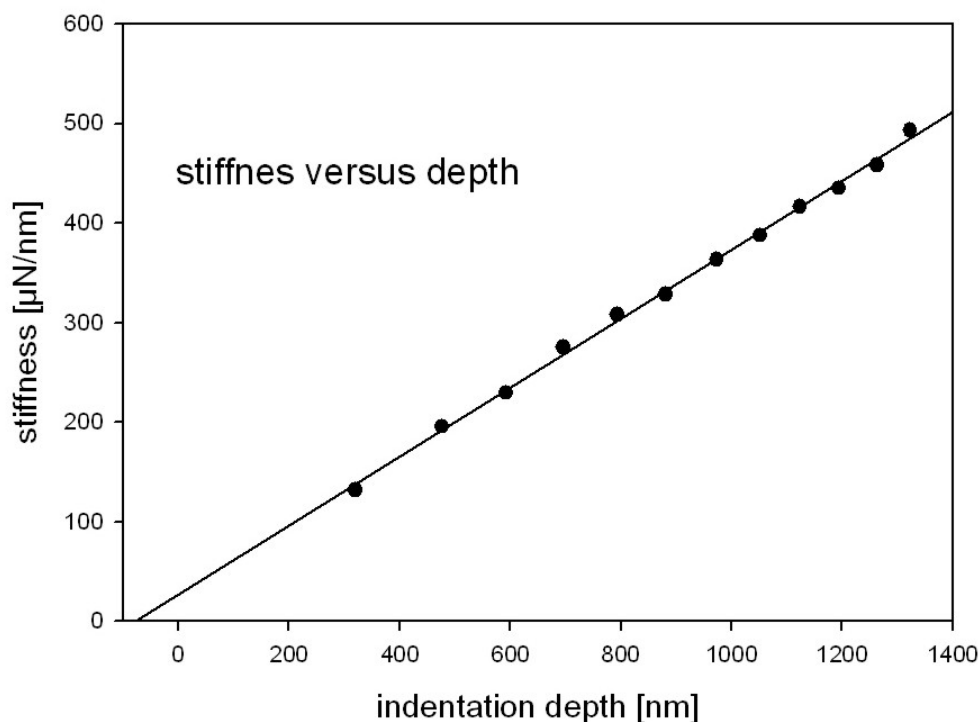


**Abb. 8:** Plot zur Bestimmung der Machine-Compliance

**Frage 5:** Was müssten Sie zur Bestimmung der Machine-Compliance kennen, wenn Sie nicht ein Testmaterial mit konstanter Härte, sondern nur mit konstantem E-Modul zur Verfügung haben? (Hinweis: Vergleiche Gleichungen (18) und (20)).

### 6. Bestimmung der Compliance für selbstähnliche Indenter

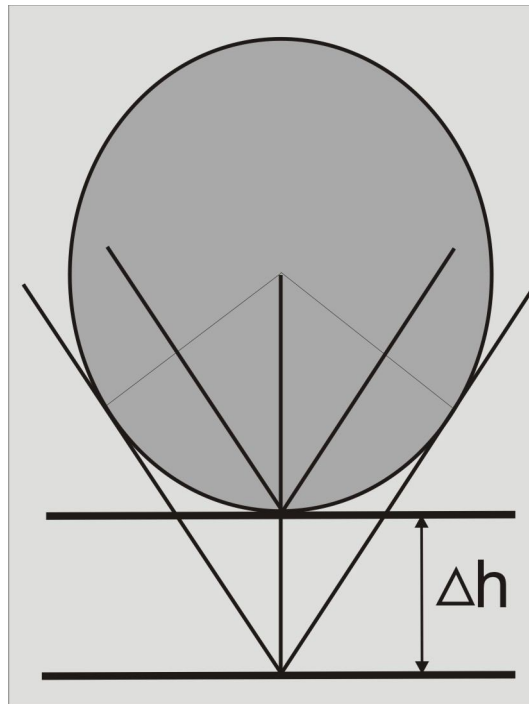
Bei idealen selbstähnlichen Indentern ist die Kontaktfläche proportional dem Quadrat der Kontakttiefe, andererseits proportional dem Quadrat der Stiffness. Daher sollte die Stiffness proportional der Eindringtiefe sein. Voraussetzung dafür ist aber, dass die Machine-Compliance richtig bestimmt und berücksichtigt worden ist. Man kann daher folgendermaßen vorgehen: Bestimme den Spitzenradius und korrigiere später die Eindringtiefen so, als würde ein ideal spitzer Indenter vorliegen. Mache eine Serie von Indents mit variierender Kraft. Korrigiere die Machine-Compliance, bis ein Plot Stiffness über Eindringtiefe auf einer Geraden liegt.



**Abb. 9: Plot Stiffness gegen Eindringtiefe zur Überprüfung der Machine-Compliance**

Wenn alles stimmt (Korrektur der Eindringtiefe und Compliance), muss die Kurve eine Gerade sein und durch den Ursprung gehen.

Machen wir eine Vereinfachung: Gegeben seien für zwei verschiedene Indents jeweils die Eindringtiefen und die Stiffnes, die Machine-compliance ist aber unbekannt.



**Abb. 10: Bestimmung der 'effektiven' Eindringtiefe für selbstähnliche Indenter**

**Aufgabe 6:**

Bestimme die Machine-Compliance mit folgenden Angaben:

Messung 1:  $S = 2.5 \times 10^5$  [N/m],  $h = 200$  nm (idealer Indenter, bzw. Spitzenrundung berücksichtigt)

Messung 2:  $S = 5 \times 10^5$  [N/m],  $h = 600$  nm (idealer Indenter, bzw. Spitzenrundung berücksichtigt)

**7. Indentation Size Effekt**

Vor allem bei Metallen hängt der ermittelte Wert der Härte von der Größe und Form des Indents ab. Mit kleiner werdenden Indents erhält man höhere Härtewerte. Wünschenswert wäre die Definition einer universellen, grössenunabhängigen Härte. Für konische Indenter haben Nix und Gao ein sehr übersichtliches Modell vorgeschlagen. Die Grundidee ist, dass zur Bildung der verformten Oberflächenkontur geometrisch notwendige Versetzungen vorhanden sein müssen, die die plastische Verformung über Taylor-hardening erschweren und dadurch die Härte erhöhen. Die Härte ergibt sich in diesem Modell als proportional der Wurzel aus der gesamten Versetzungsdichte (statistisch verteilte, 'klassische' Versetzungen plus geometrisch notwendige Versetzungen). Das plastisch verformte Volumen wird als Halbkugel unter dem Kontaktradius angenommen.

# ISE

## Indentation size effects in crystalline materials

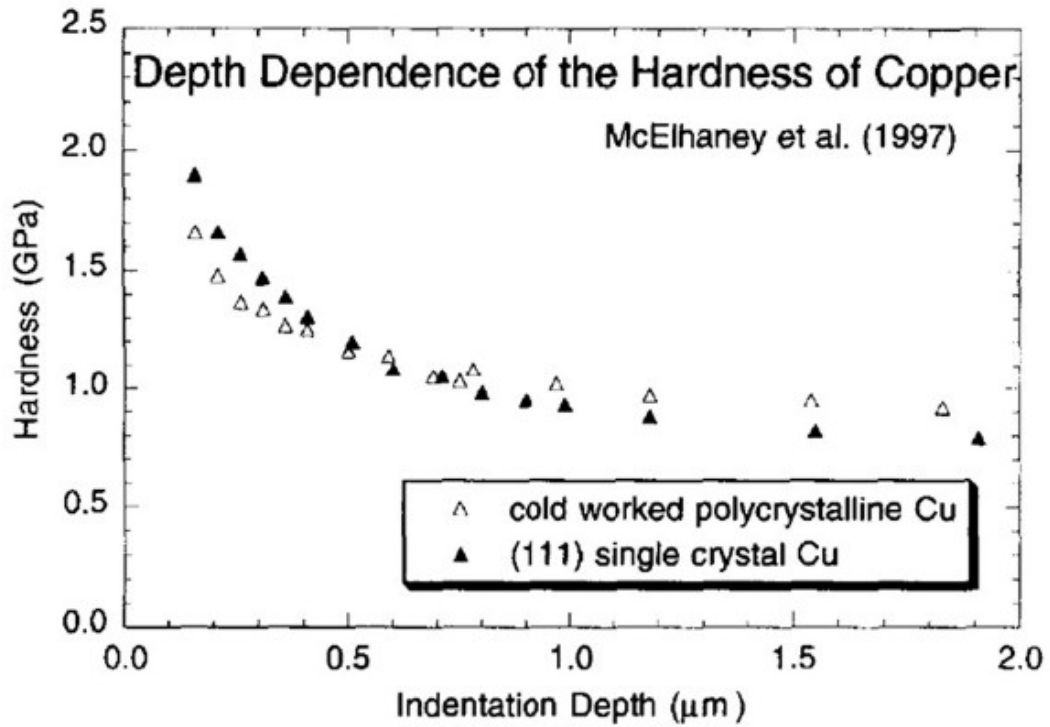


Abb. 11: Indentation Size Effekt in Kupfer

## Das Nix-Gao Modell

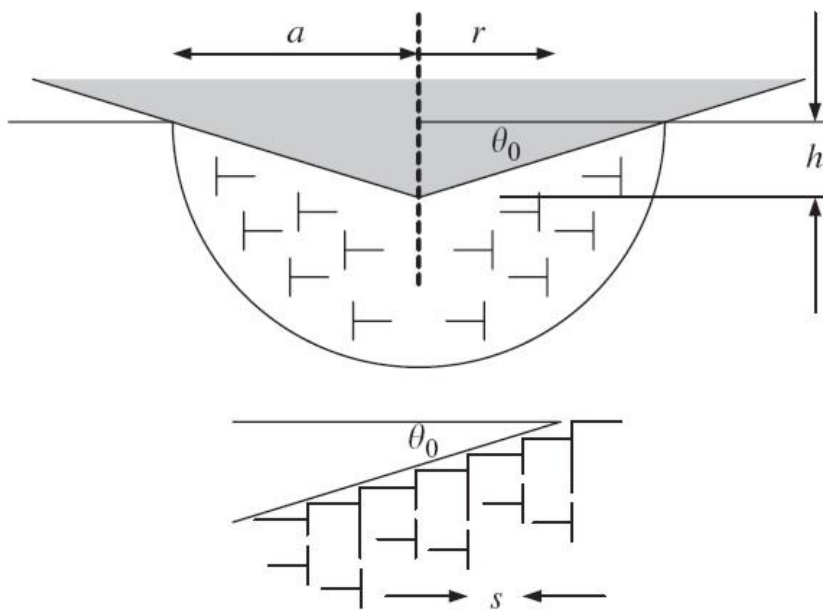


Abbildung 12: Geometrie des Nix-Gao-Modells

$$\tan \theta = \frac{h}{a} = \frac{b}{s} \quad (21) \quad s = \frac{ba}{h} \quad (22) \quad \text{aus der Abbildung 10}$$

$$d\lambda = 2\pi r \frac{dr}{s} = 2\pi r \frac{h}{ba} dr \quad (23)$$

$\lambda$  ...Länge der Versetzungslinien, b....Burgersvektor angenommen gleich der Stufenhöhe,

$$\lambda = \int_0^a \frac{h}{ba} 2\pi r dr = \frac{\pi ha}{b} \quad (24)$$

$$\rho_G = \frac{\lambda}{V} = \frac{3h}{2ba^2} = \frac{3}{2bh} \tan^2 \theta \quad (25) \quad \text{Dichte der geom. notwendigen Versetzungen}$$

$$\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho_T} = \alpha \mu b \sqrt{\rho_G + \rho_S} \quad (26) \quad \text{Schubspannung}$$

$$\sigma = \sqrt{3} \tau, \quad H = 3\sigma \quad (27) \quad \text{von Mises Fließkriterium, Taborregel}$$

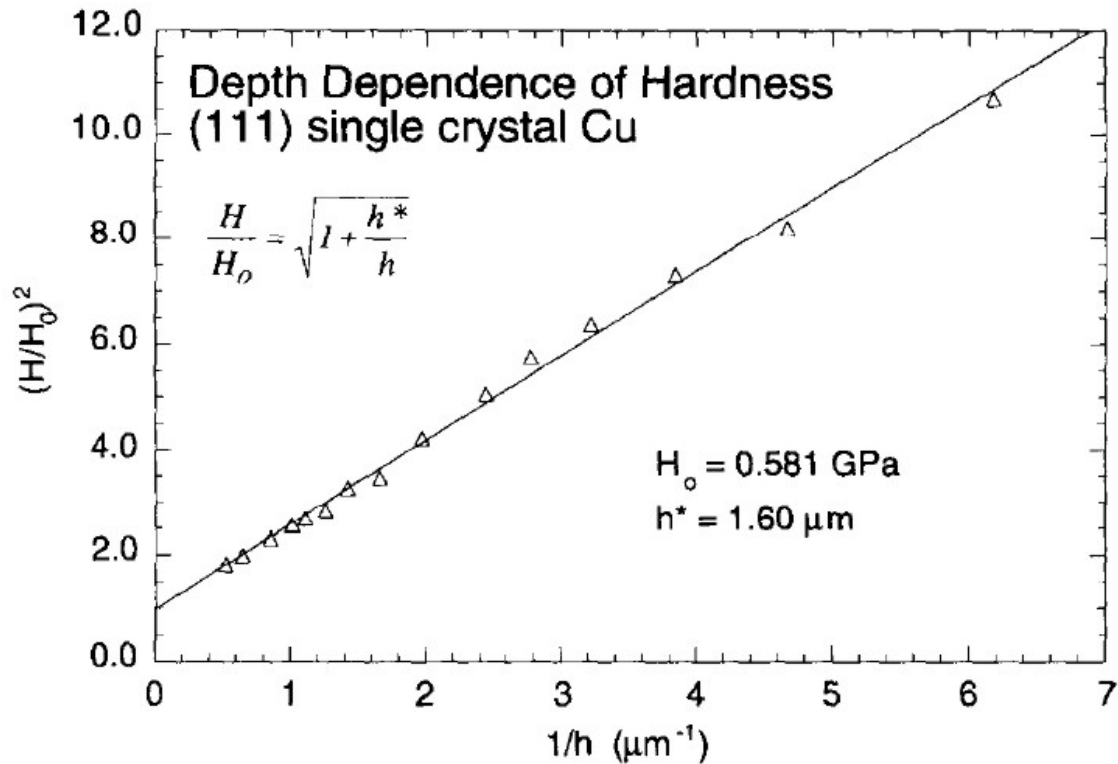
$$H_0 = 3\sqrt{3} \alpha \mu b \sqrt{\rho_S} \quad (28) \quad \text{Härte für unendlich grosse Indents}$$

$$h^* = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left( \frac{\mu}{H_0} \right)^2 \quad (29) \quad \text{Längenmaß für Empfindlichkeit auf den ISE,}$$

so definiert, dass man folgenden, simplen Zusammenhang erhält:

$$\left( \frac{H}{H_0} \right)^2 = 1 + \frac{\rho_G}{\rho_S} = 1 + \frac{h^*}{h} \quad (30)$$

$H^2$  über  $1/h$  aufgetragen ergibt eine Gerade,  $H_0^2$  kann direkt abgelesen werden.



**Abbildung 13: Nix-Gao-Diagramm**

Die Abb. 14 unten zeigt einen Vergleich zwischen lateraler Ausbreitung der plastischen Zone (dunkler Bereich mit hoher Versetzungsdichte) im Vergleich mit der berechneten (Oliver-Pharr) Kontaktfläche (helle Flächen).

**Frage 6:** Für welches Bild erwarten Sie den grösseren Fehler bei Anwendung des Nix-Gao Modells? Denken Sie an die Definition der plastischen Zone im Nix-Gao Modell, siehe Abb. 12 und Gleichung 25!

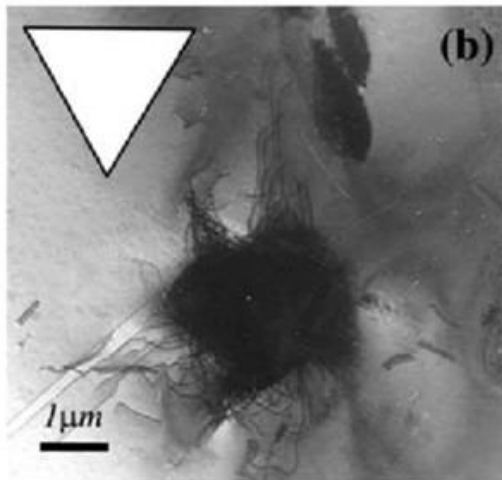
**Aufgabe 7:** Sie indentieren mit einem ideal konischen Indenter mit einem halben Öffnungswinkel  $\theta_0$  von  $45^\circ$  in ein Material mit einem Burgersvektor von 0.2 nm. Berechnen

Sie die Dichte der geometrisch notwendigen Versetzungen für eine Eindringtiefe von 1.) 5 nm, 2.)  $1 \mu\text{m}$ . Erwarten Sie eine Wechselwirkung dieser Versetzungen untereinander und wenn ja, welche?

**Aufgabe 8:** Bei der Indentierung mit einem konischen Indenter erhalten Sie bei einer Eindringtiefe von  $0.5 \mu\text{m}$  eine Härte von 1.732 GPa, bei  $0.25 \mu\text{m}$  eine solche von 2 GPa. Bestimmen Sie die Härte  $H_0$  für unendlich grosse Eindringtiefen.

## Vergleich Kontaktfläche zu Durchmesser 'plastischer Zone'

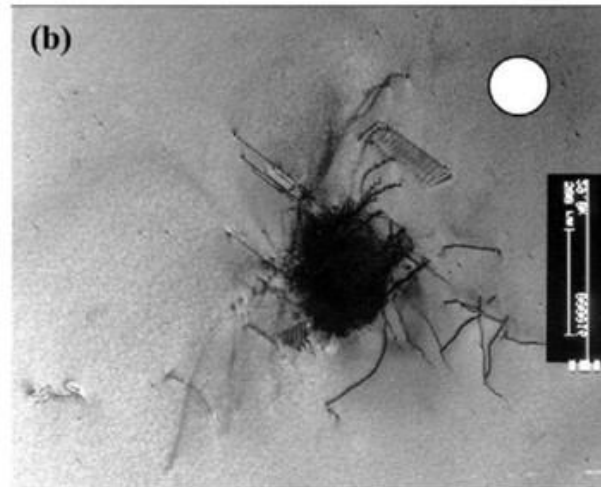
'large' indentation in Ni<sub>3</sub>Al



Y.L. Chiu and A.H.W. Ngan, *Acta Mat.* 50 (2002), 2677

Versetzungsdichte  $\rho_G > 10^{16}$  [1/m<sup>2</sup>]

'small' indent in Ni<sub>3</sub>Al



Y.L. Chiu and A.H.W. Ngan, *Acta Mat.* 50 (2002), 2677

**Abbildung 14: TEM-Aufnahmen nach Indentierung**

### Bestimmung von Versetzungsdichten mit dem Nix-Gao-Modell

Klassische Methode zur Bestimmung der Versetzungsdichte aus TEM-Aufnahmen. Nachteile: Sehr grosser Zeit- und Arbeitsaufwand, relativ grosser Fehler. Alternative Methode: Serie von Indents mit variabler Eindringtiefe, Auftragung der Ergebnisse als Nix-Gao plot, daraus die Steigung  $h^*$  bestimmen.

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \frac{\rho_G}{\rho_S} = 1 + \frac{h^*}{h} \quad (30)$$

$$\rho_S = \frac{3}{2bh^*} \tan^2 \theta_0 \quad \text{äquivalent zu } \rho_G \quad (31)$$

**Aufgabe 9:** Bestimmen Sie die Dichte der 'statistically stored dislocations' mit den Angaben von Aufgabe 8 und mit dem Burgersvektor von Aufgabe 7. Halber Öffnungswinkel des Indenters  $\theta_0$  ist  $45^\circ$ . Hinweis: Verwenden Sie Gleichung 30 zur Bestimmung von  $h^*$ .

### **8. Anisotropie, Young's Modulus und Indentation Modulus**

Mit Standardindentern misst man eine ‚Mischung‘ der elastischen Wechselwirkungen in allen Richtungen mit einer Betonung auf die Belastungsrichtung. Anisotropien werden mittels Indentierung nur ‚verschwommen‘ gemessen, die Unterschiede im elastischen Modulus (indentation modulus) sind wesentlich kleiner als die im ‚Young's Modulus‘.

Die Zusammenhänge zwischen Young's modulus und Indentation modulus für kubische Kristallsysteme sind 1993 von Vlassak und Nix publiziert worden, siehe Abbildung 15.



**Aufgabe 10:** Eine kubische Nickel-Basis-Legierung hat in (100)-Richtung einen Young's Modulus von 100 GPa bei einem Anisotropie-Faktor von 3. Bestimmen Sie mit Abbildung 15 den Young's Modulus für die (110)- und (111)-Richtung und die Indentierungsmoduli in allen drei Richtungen (100), (110) und (111).

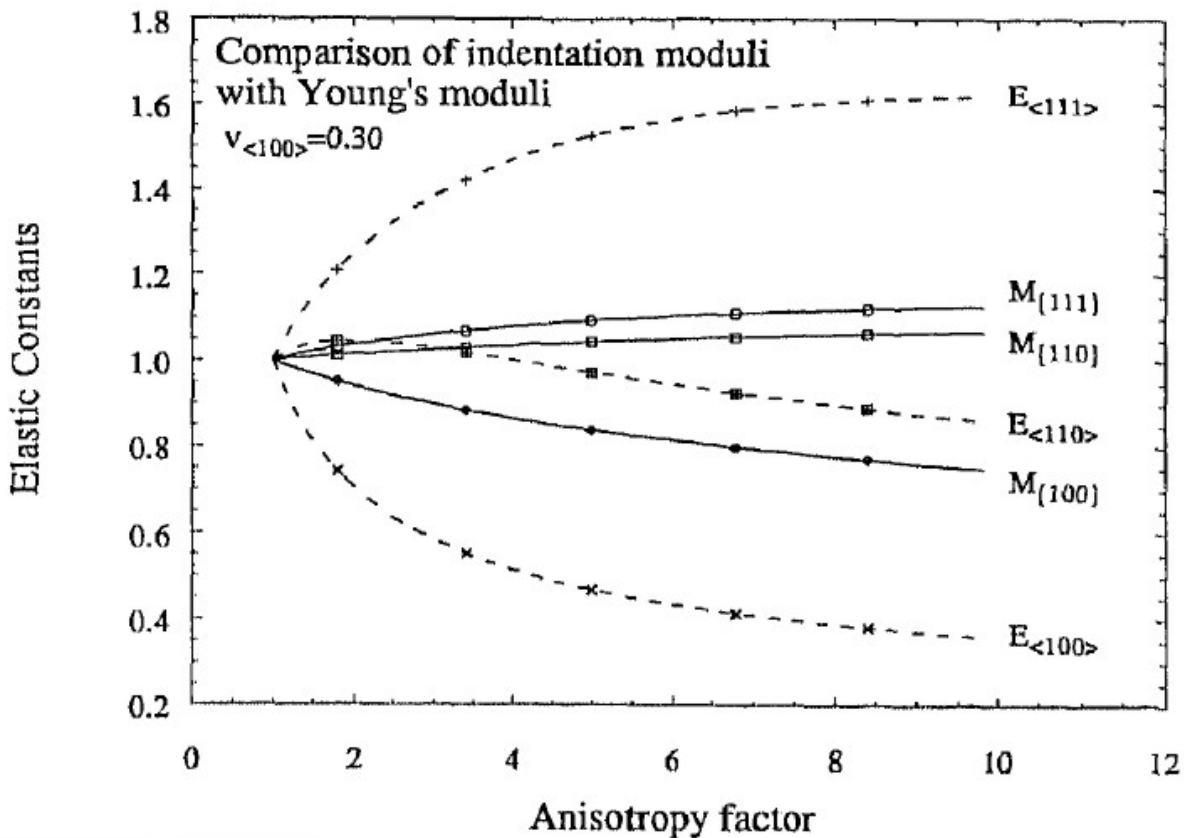


Abbildung 15: Zusammenhang zwischen Young's Modulus  $E$  und Indentation Modulus  $M$  als Funktion des Anisotropiefaktors für kubische Systeme (nach Vlassak und Nix).

## 9. Dünne Filme

Eine häufige (eigentlich die klassische) Anwendung der instrumentierten Indentierung ist die Messung dünner Schichten. Im Wesentlichen treten zwei Probleme auf: Der Einfluss des Substrats und, vor allem bei metallischen Schichten, der Indentation Size Effekt (ISE).

Die mechanischen Eigenschaften sehr dünner Filme können sich stark von denen des gleichen, aber massiven Materials unterscheiden. Wie bestimmen, trotz ISE und Einfluss des Substrats?

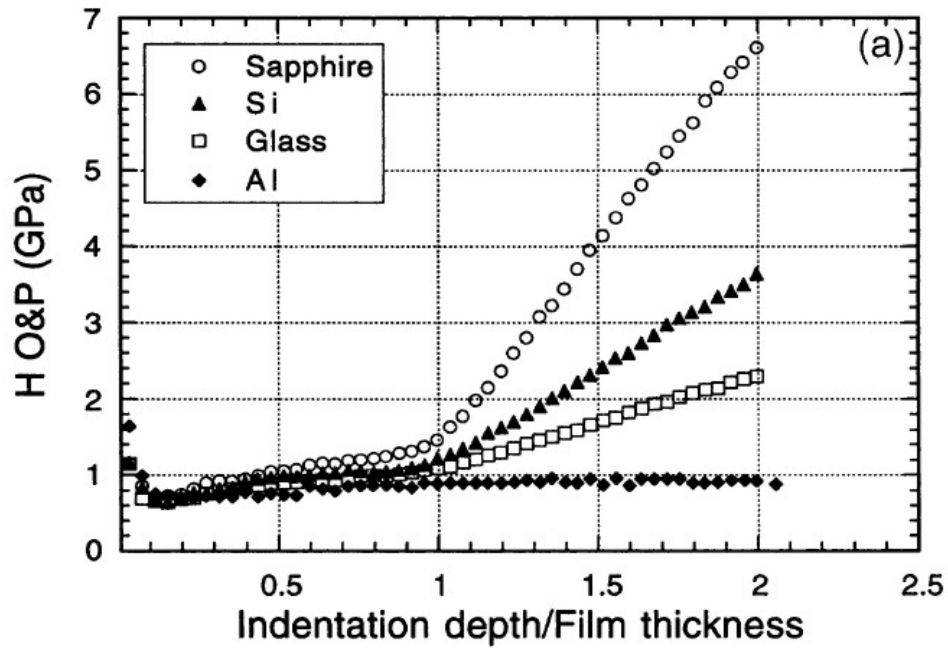
Beispiel: Al (weich) auf vier verschiedenen Substraten:

Saphir ( $E_r = 440$  GPa,  $H = 30$  GPa)

Si ( $E_r = 170$  GPa,  $H = 12$  GPa)

Glas ( $E_r = 73$  GPa,  $H = 7$  GPa)

Al ( $E_r = 75$  GPa,  $H = 1$  GPa), alle Werte gerundet!



00

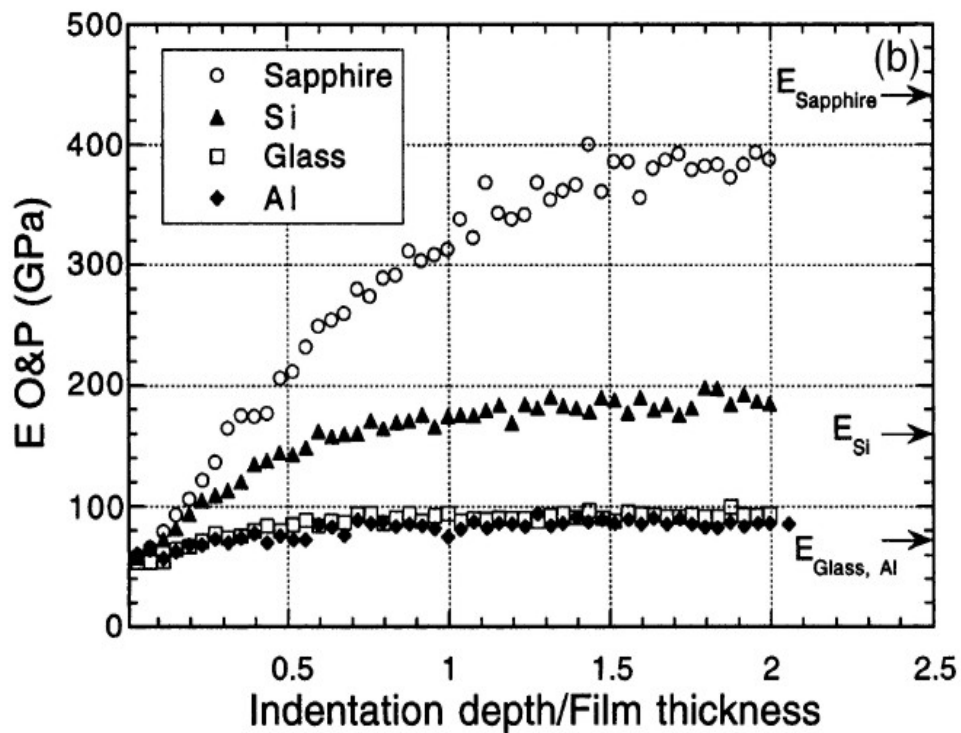


Abbildung 16a und b: Härte und E-Modul einer Al-Schicht bestimmt mittels Oliver-Pharr

Der Trick: Man kombiniert die Filme mit Substraten entweder der gleichen Härte oder gleichen elastischen Moduls, sodass mit zunehmender Eindringtiefe eine der beiden Größen konstant bleibt und die jeweils andere bestimmt werden kann.

Aus  $P = A_c H$  und  $S = 2/\pi^{1/2} E_r A_c^{1/2}$  (aus Gleichung 5) folgt:  $\frac{P}{S^2} = \frac{\pi}{4} \frac{H}{E_r^2}$  (32)

Eine Auftragung gemäß Gleichung 31 wird auch als Joslin-Oliver Plot bezeichnet.

Dies sollte bei konstantem  $H$  und  $E_r$  unabhängig von der Eindringtiefe sein.

Ist nun entweder  $H$  oder  $E_r$  konstant und bekannt, kann die jeweils andere Größe bestimmt werden.

Vorteil: Unabhängig von der Kontaktfläche, kein Einfluss von Pile-Ups!

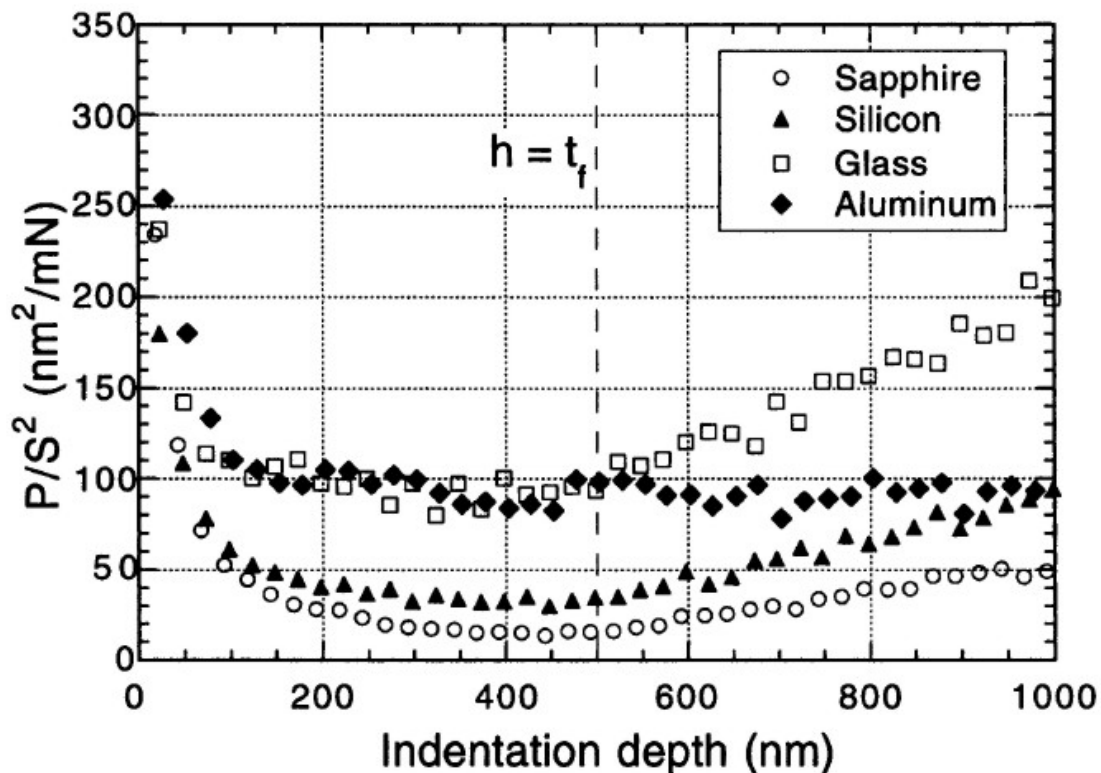


Abbildung 17: Joslin-Oliver-Plot für Al-Schicht auf verschiedenen Substraten

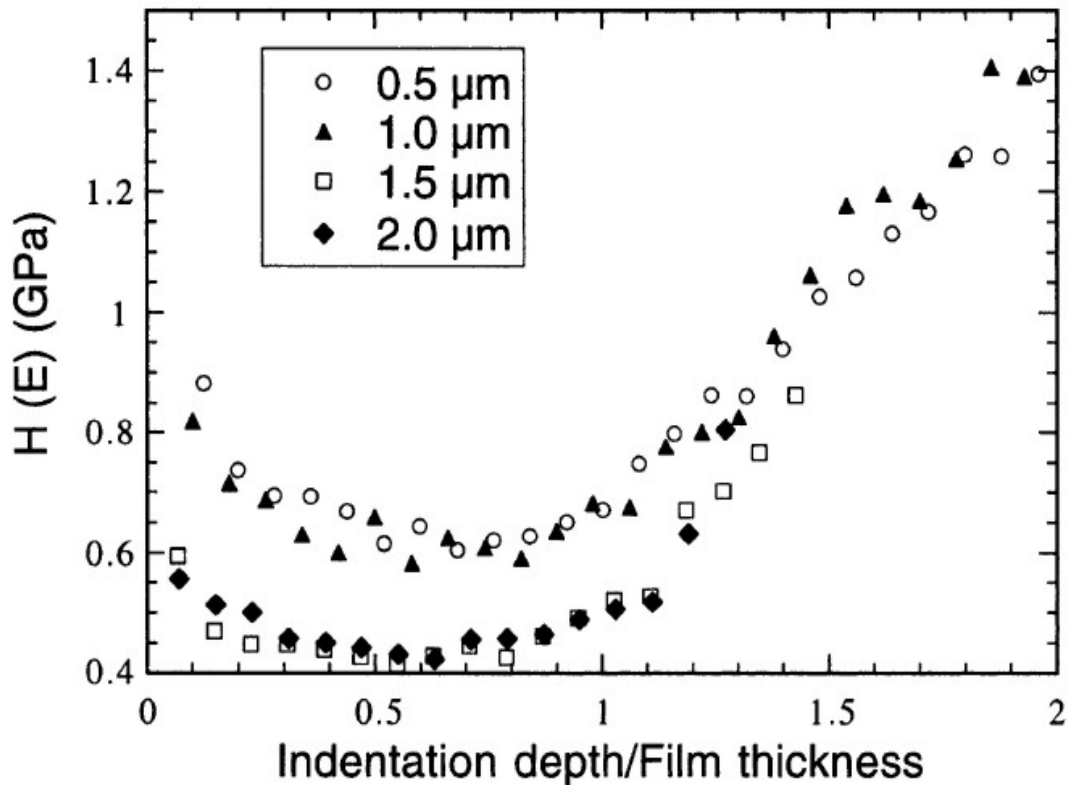


Abbildung 18: Härte berechnet bei bekanntem E-Modul (Al auf Glas)

**Frage 7:** Sie sollen für einen Al-Film die Härte bestimmen.

Welches Substrat wählen Sie? Und welches für einen Wolfram-Film  $E(W) = 430 \text{ GPa}$ ?

Werden bei dieser Art der Bestimmung Einflüsse der Grenzfläche zwischen Substrat und Film berücksichtigt?

**Aufgabe 11:** Sie kennen den reduzierten E-Modul einer TiN-Schicht mit  $350 \text{ GPa}$ . Für die Stiffness  $S$  wurde ein Wert von  $120 \mu\text{N/nm}$  bei einer Last von  $4 \text{ mN}$  gemessen.

Bestimmen Sie die Härte!

Wir kommen wieder zur Machine-Compliance zurück:

**Frage 8:** Kann ein Plot  $P/S^2$  über die Eindringtiefe aufgetragen (Joslin-Oliver-Darstellung)

helfen, die Machine-Compliance zu bestimmen? Wenn ja, wie könnten Sie das machen?

Was für Materialkenngrößen müssen konstant sein? (Schauen Sie sich noch mal Gleichung 32 an)