

**Nanoindentation und mehr:  
Ein Überblick zur mechanischen  
Charakterisierung von Oberflächen und  
Schichten**

**testXpo 2019**

**Dr. Erhard Reimann**

**ZwickRoell GmbH & Co. KG**

---

**Einführung**

**ZHN Nanoindenter**

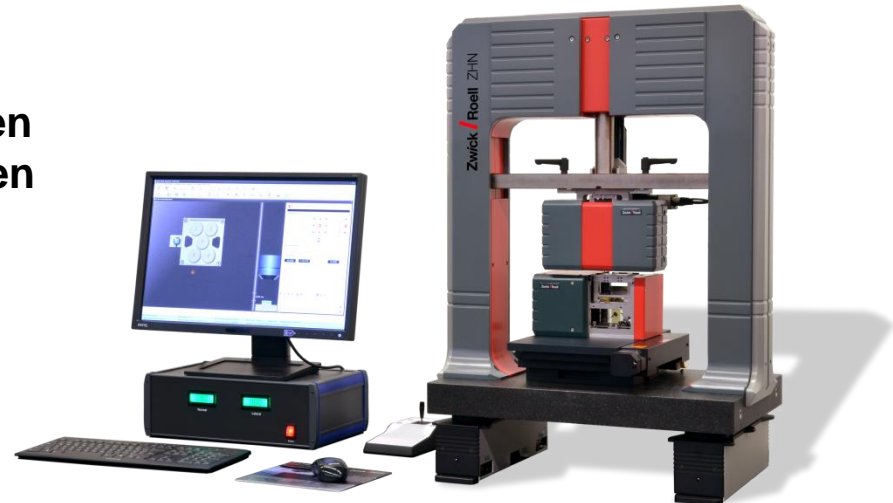
**Anwendungsbeispiele**

## Brauchen Sie Hilfe bei der Charakterisierung der Oberflächenmechanik Ihrer Beschichtungen?

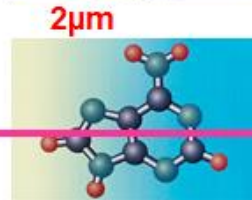
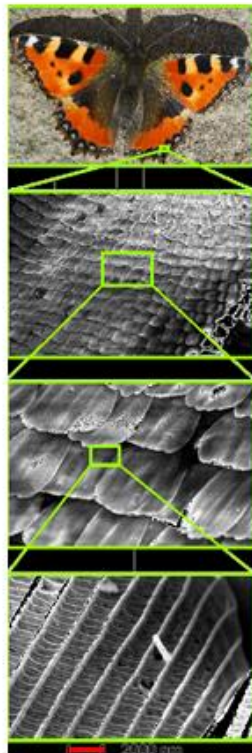
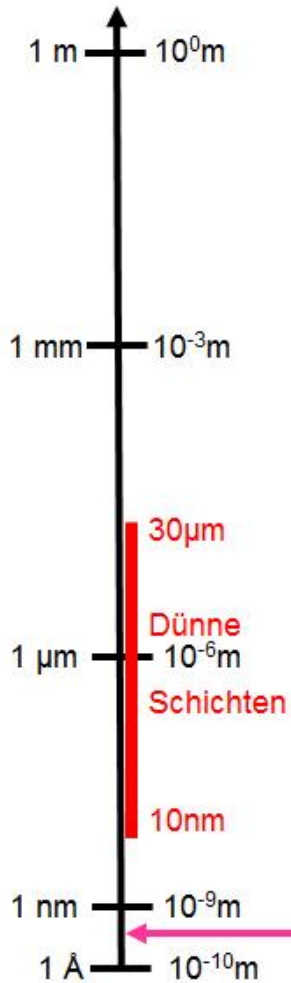
- Die Suche nach dem optimalen Schichtmaterial ist zeitaufwändig und teuer.
- Mechanische Eigenschaften von dünnen Schichten und kleinen Strukturen sind schwer zu messen.
- Die Testbedingungen im Labor und Simulationsrechnungen differieren oft von den realen Anwendungsbedingungen.



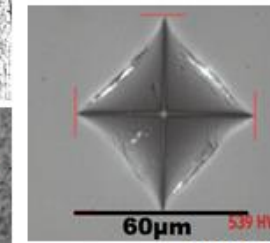
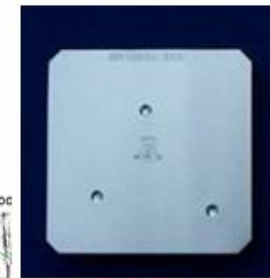
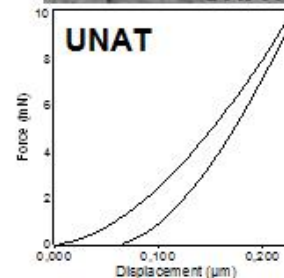
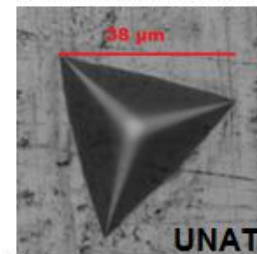
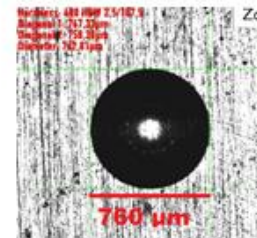
**Die Motivation von Zwick ist ein präzises und leicht zu bedienendes Gerät zu liefern, mit dem Oberflächen und Schichten charakterisiert werden können.**



Die Dicke von Dünnschichten liegt zwischen 10nm und 30µm.

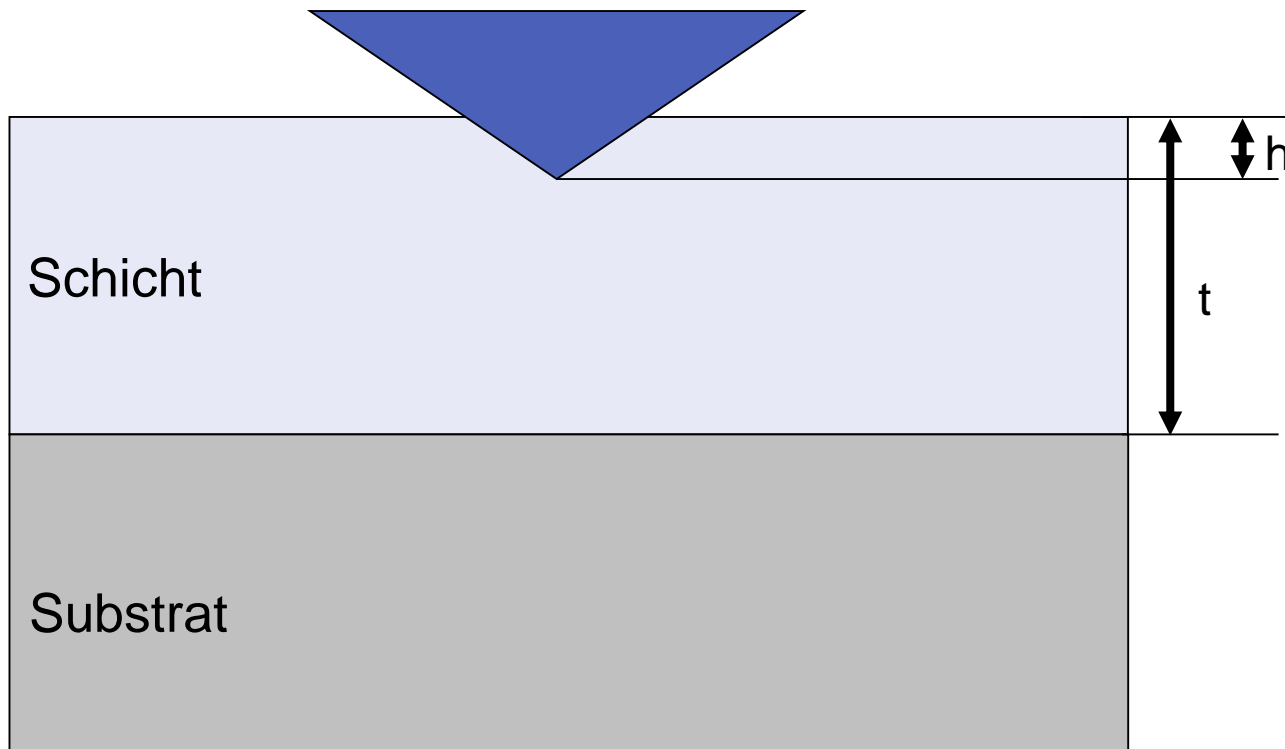


Rauschniveau der Wegmessung des UNAT

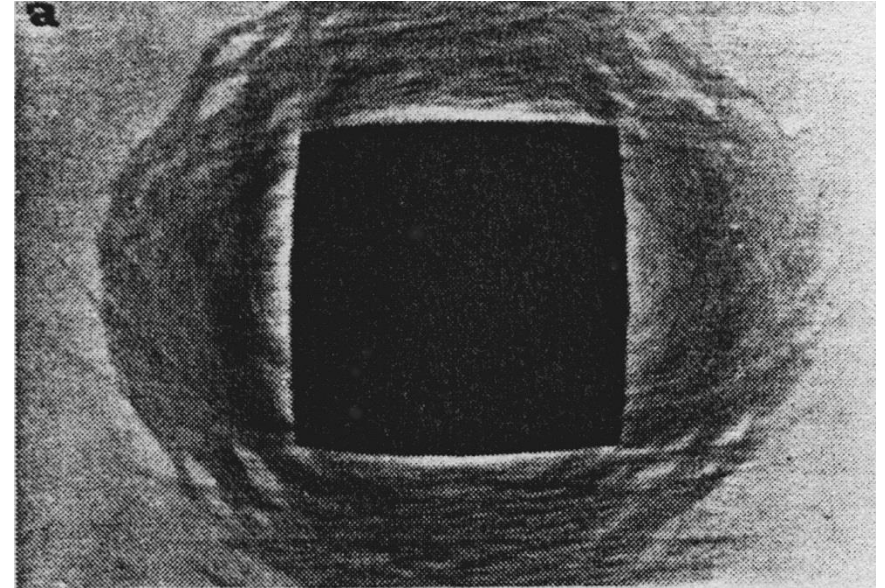
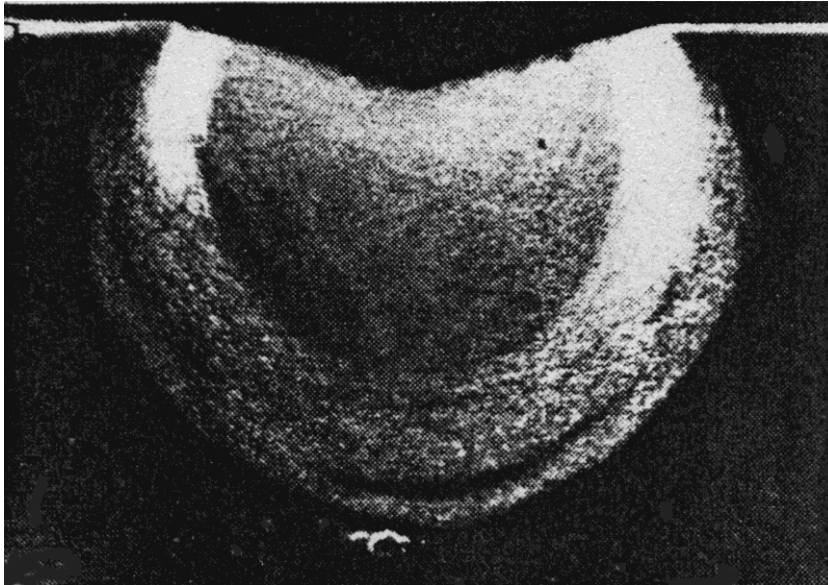


Grenzen für Eindruckmessungen an Schichten:

Für Härte gilt: Ein-Zehntel-Regel  $\rightarrow h < 1/10 \times t$



Grund für die 1/10 Regel: Die plastische Zone ist wesentlich größer und tiefer als der Eindruck. In der Messkurve stecken daher Informationen aus der bis zu 10-fachen Tiefe.



Darstellung der plastischen Zone in Stahl mit einer speziellen Ätztechnik

## Was ist mit Nanoindentation oder Nanoindenter gemeint?

- Norm **ISO 14577** unterscheidet
  - Makrobereich für Kräfte 2... 30000 N und Eindringtiefen größer 6  $\mu\text{m}$
  - Mikrobereich für Kräfte kleiner 2 N und
  - Nanobereich für Eindringtiefen kleiner 0,2  $\mu\text{m}$
  - ... und beinhaltet die Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter
- Instrumentierte Eindringprüfung bei der die Prüfkraft und die Eindringtiefe kontinuierlich gemessen werden; **die Wegauflösung ist im Nanometer-Bereich**
- Hintergrund:
  - Die Dimension eines Eindrucks ist zu klein für eine optische Vermessung
  - Vickers-Indenter: Diagonallänge  $d \approx 7 * \text{Tiefe}$
  - Mindest-Diagonallänge für optische Messung: 20 $\mu\text{m}$  → Mindesttiefe etwa 3 $\mu\text{m}$
  - Mit 1/10-tel Regel: dünnste messbare Schicht: 30 $\mu\text{m}$

Zusätzlich gibt es noch andere „Nano-Anwendungen“ wie Scratch, Verschleiß, Haftung, Reibung,...

Zusätzlich zur Hauptanwendung „Härte & E-Modul-Tester“ deckt der Nanomechanische Tester auch die Anwendungen eines Verschleißtesters, Scratch-Testers, Mikro-Zugprüfers, Profilometers und Ermüdungstesters ab.

## Zwick Nanomechanischer Tester mit 2 Messköpfen

- Härte + E-Modul Tester
- Mikro-Verschleißtester
- Mikro-Scratch-Tester
- Mikro-Zugprüfungs-Tester
- Profilometer (Rauheitsmessung)
- Ermüdungstester

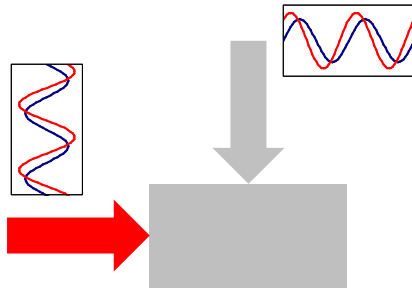
## Standard Nanoindenter mit 1 Messkopf

- Härte + E-Modul Tester



Der Universelle Nanomechanische Tester von Zwick kann die Probe in 4 Freiheitsgraden gleichzeitig beanspruchen.

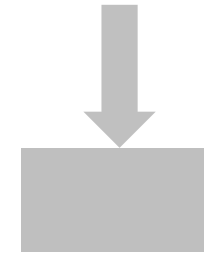
## Zwick Roell Nanotester



4 Freiheitsgrade:

- Normale Kraft-Verschiebungs-Kurve
- Laterale Kraft-Verschiebungs-Kurve
- Vibration normal (Dynamic)
- Vibration lateral (Dynamic)

## Standard Nanoindenter



1 Freiheitsgrad:

- Normale Kraft-Verschiebungs-Kurve

**Einführung**

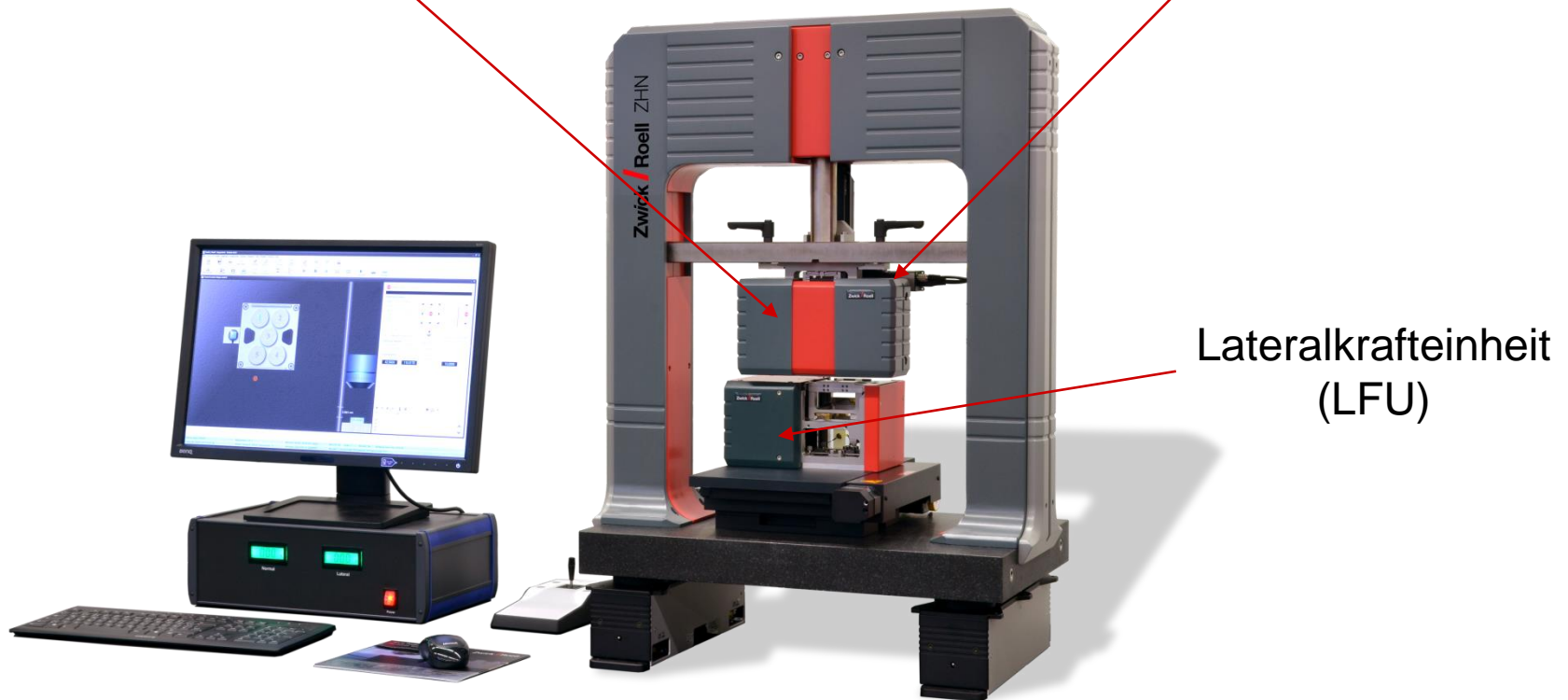
**ZHN Nanoindenter**

**Anwendungsbeispiele**

Das ZHN kann mit zwei Messköpfen ausgestattet werden:  
Normal Force Unit und Lateral Force Unit

Normalkrafteinheit (NFU)

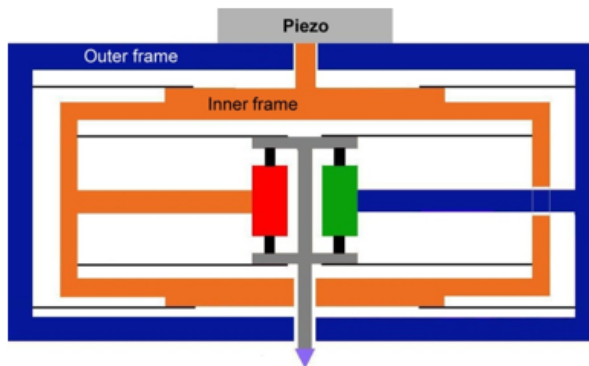
Optik (hinter dem Messkopf)



Unsere Stärken: Messung der Adhäsionskraft durch entkoppelte Krafterzeugung und Kraftmessung oder Kopf können in Druck- und Zugrichtung eingesetzt werden.

Normal force head – the difference to other nanoindenters

ZHN principle



Patent for  
NFU & LFU

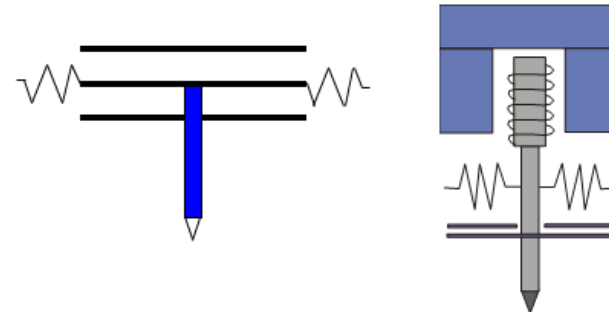
Force generation and force measurement are completely **decoupled**.

The force measuring spring is only bended after contact with the surface

**High** lateral stiffness

**Easy** exchange of indenter

Other principles



Force generation and force measurement are done with the **same signal**.

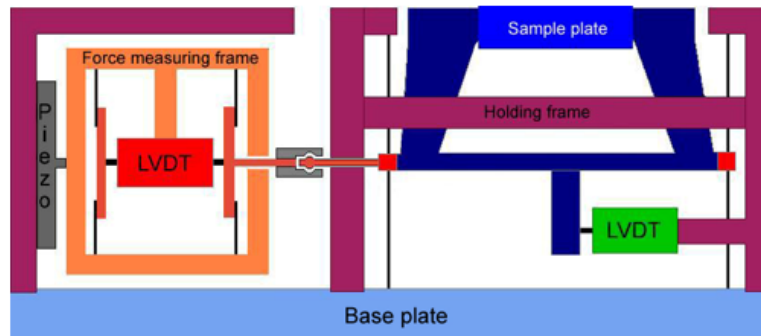
An increase of the force requires a bending of springs already during approach of the surface

**Low** lateral stiffness

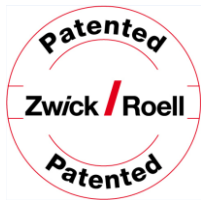
**Difficult** exchange of indenter

Unsere Stärken: Messung der Reibungskraft durch entkoppelte Probenbewegung (grüner LVDT) und Kraftmessung (roter LVDT).

## Lateral force head – the new component



- Nanometer resolution like in normal direction
- The sample is moved laterally (not the tip)
- High stiffness in normal direction
- No height change during lateral movement

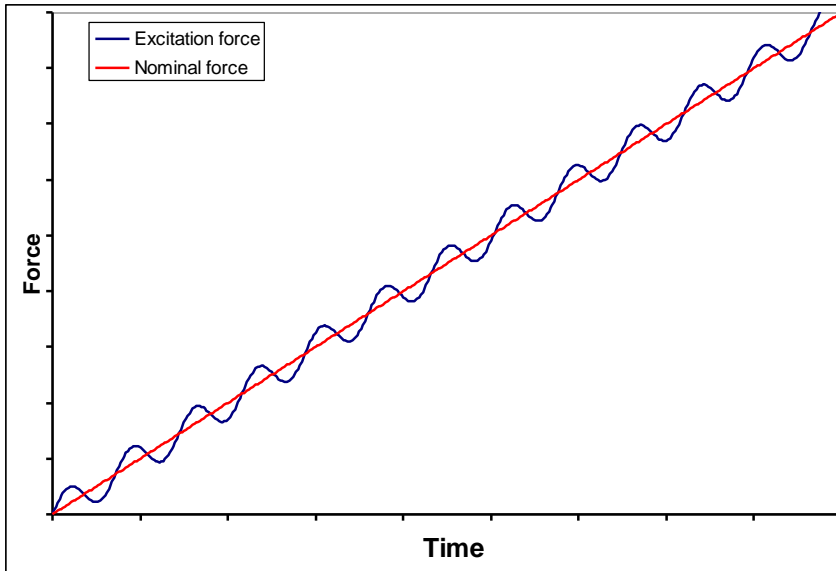


*Patent for  
NFU & LFU*

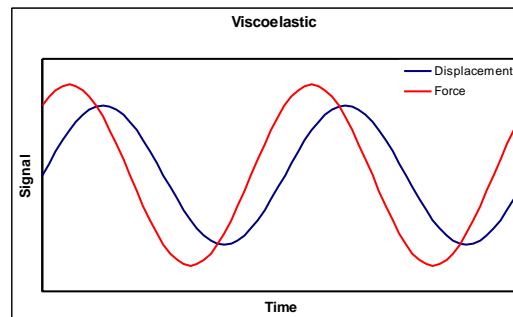
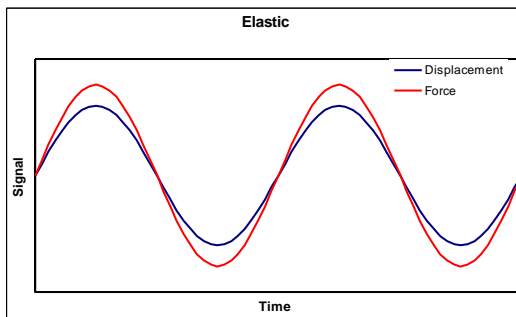
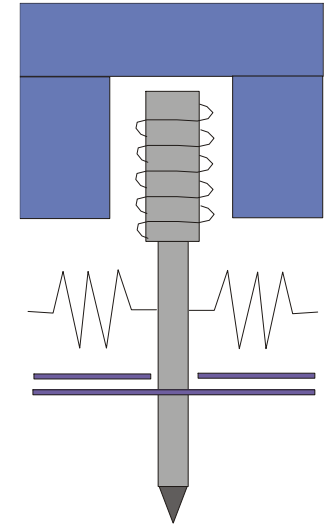
- A force can be applied and measured without any movement of tip or sample
- No rolling motion of the tip due to bending of the indenter shaft
- Transition sticking- sliding friction highly resolved

The interaction of normal and lateral forces due to static and sliding friction can be considered with the ZHN according to the conditions in the application without loss of resolution.

## CSM Methode Continuous stiffness measurement (entwickelt von Nanoindentations)

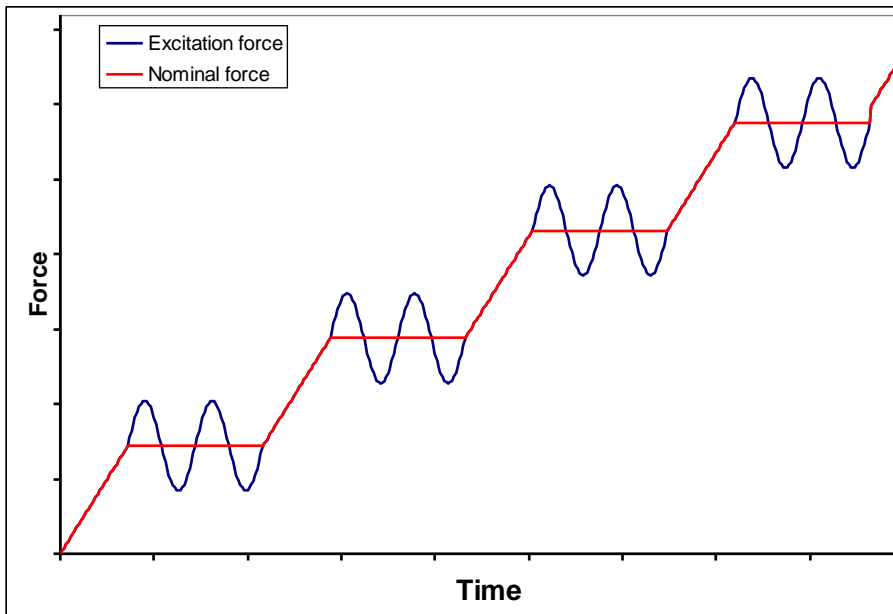


Eine sinusförmige Schwingung wird dem Kraftsignal permanent überlagert. Die Oszillation wird direkt dem Schaft mit dem Indenter aufgeprägt und durch die Tauchspule erzeugt.



Viskoelastische Komponenten führen zur Phasenverschiebung zwischen Weg- und Kraftsignal

## QCSM Methode (Quasi continuous stiffness measurement, entwickelt von ASMEC)



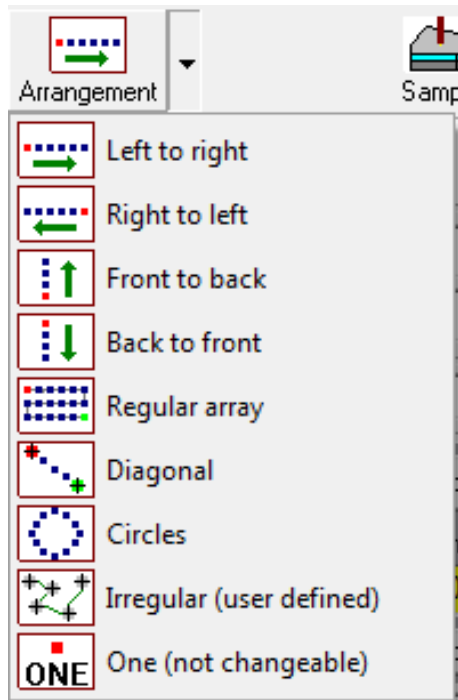
Die sinusförmige Schwingung wird nur bei Haltezeiten von 1 bis 4 s eingeschaltet bei denen die (mittlere) Kraft konstant gehalten wird.

Die Daten der ersten 20% der Haltezeit werden nicht verwendet da dort das Kriechen am stärksten ist.

### Vorteile:

- Das Ergebnis kann aus mehreren Schwingungen gemittelt werden und wird damit genauer.
- Der Einfluss des Kriechens auf das Ergebnis wird deutlich reduziert.
- Die zugehörigen Kraftwerte können genau angegeben werden.

## Vordefinierte Anwendungen unterstützen in der Bedienung



Vorlagen für Prüfmuster



Vorlagen für Prüfapplikationen



**Einführung**

**ZHN Nanoindenter**

**Anwendungsbeispiele**

Die Lebensdauer und das Reibverhalten von DLC beschichteten Bauteilen wurden optimiert.



**Kolbenbolzen (DLC beschichtet)**

Hinweis: DLC (Diamond Like Carbon) oder diamantähnlicher Kohlenstoff.



**Schlepphebel (CrN +DLC beschichtet)**

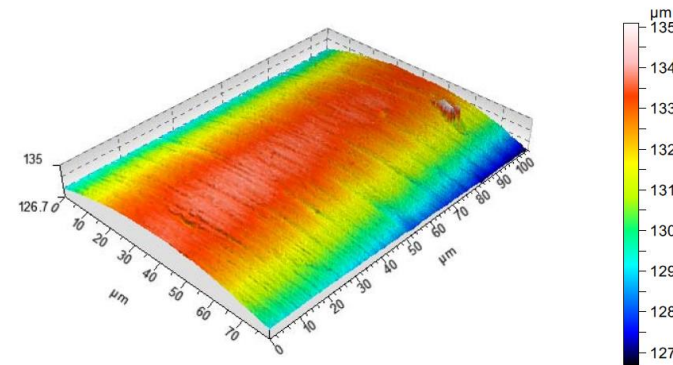
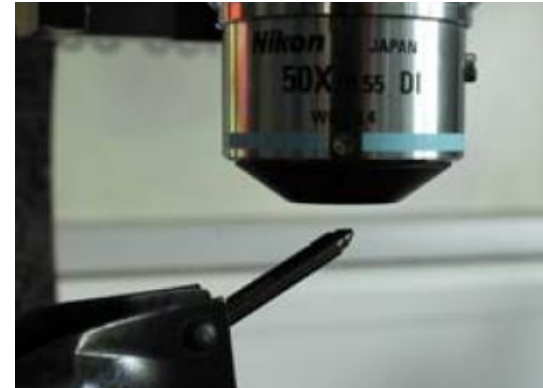
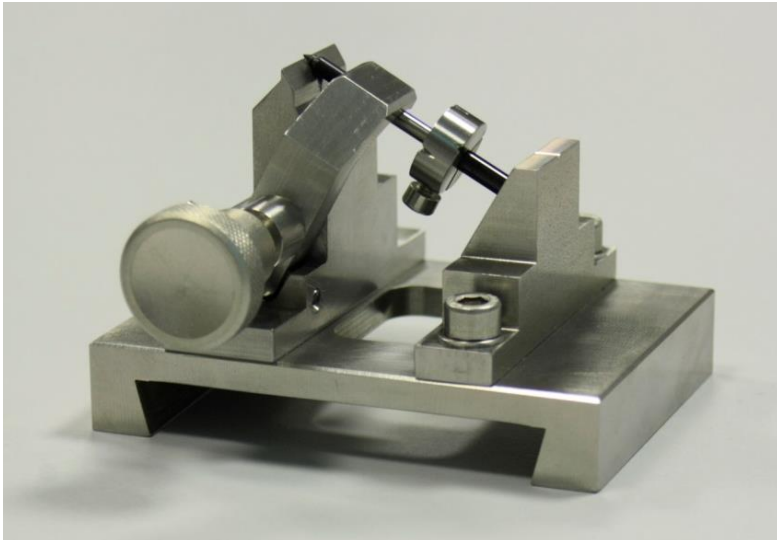


**Kettenbolzen (DLC beschichtet)**

- Beispiel: Automobilindustrie
- Kundenprodukt: Kolbenbolzen (links), Schlepphebel (Mitte) Gelenkbolzen für Ketten (rechts)
- Aufgabe: Verbesserung von Reibung und Lebensdauer
- Einsatz in: Entwicklung, Fehleranalyse & Qualitätskontrolle
- Prüfsystem: Nanoindenter ZHN

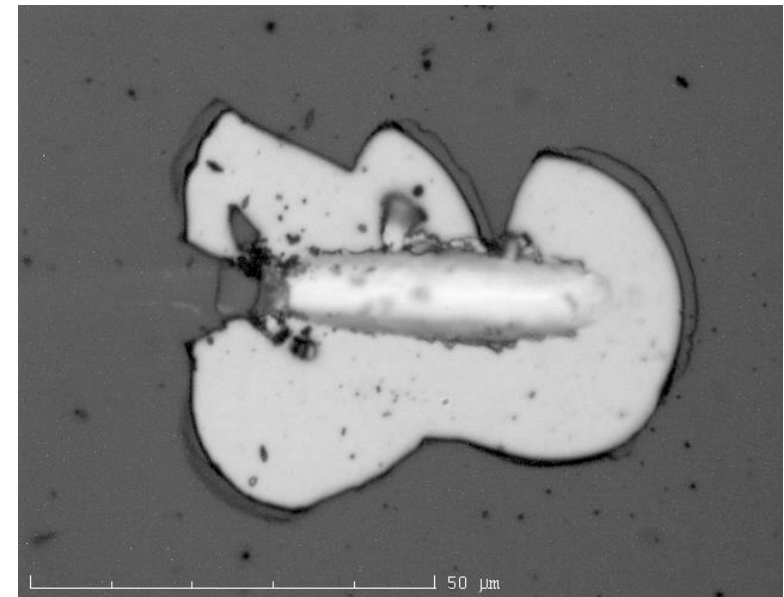
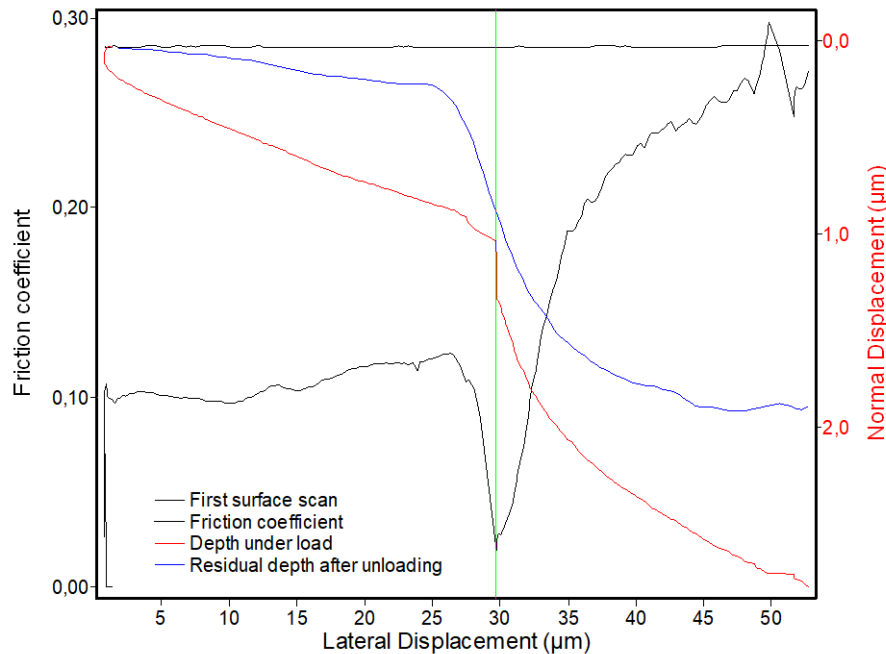
## Die Lebensdauer und das Reibverhalten von DLC beschichteten Bauteilen wurden optimiert (II)

Einspritznadel von Dieselmotoren (DLC beschichtet)



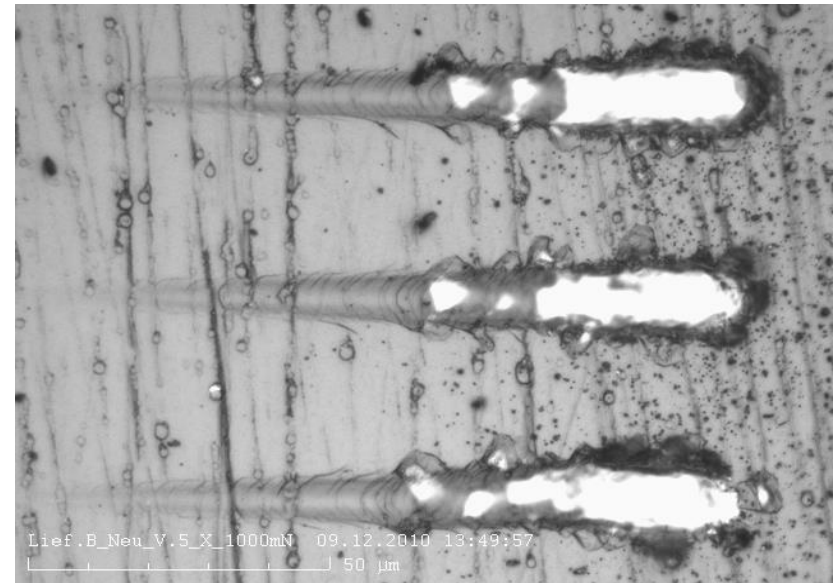
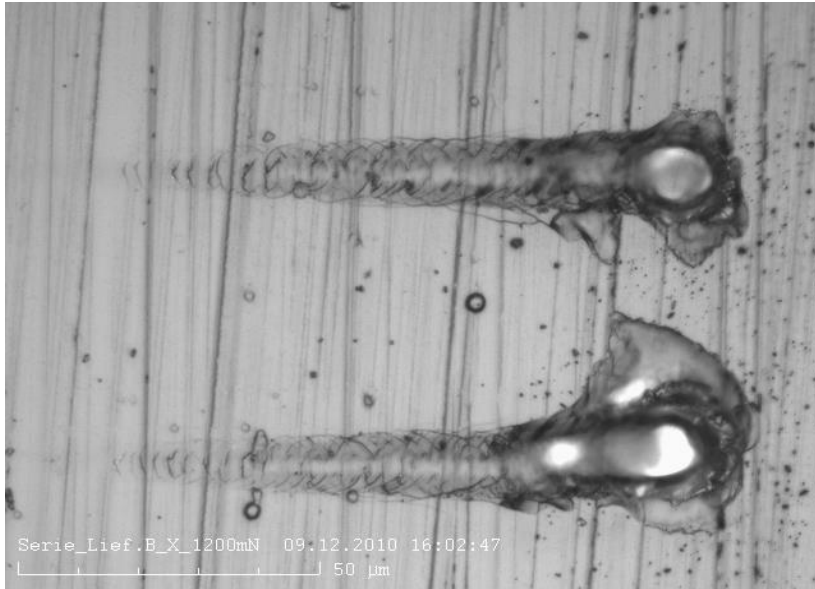
- Anwendung bei Automobil Zulieferern Bosch und Continental
- Links: 3D-Abbildung Nadelspitze mit integriertem Weißlichtinterferometer

## Mit dem Mikro Scratch Test (Ritzprüfung) wird die Adhäsion der Beschichtung geprüft



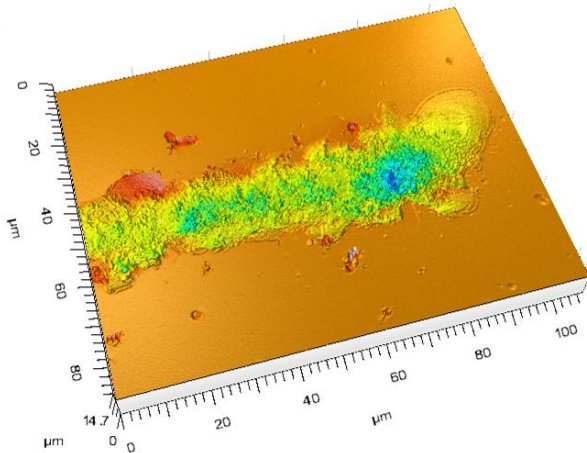
Dunkel: DLC Beschichtung; Hell: Versagen der Beschichtung, sichtbar ist der Stahl Grundwerkstoff mit Ritz

- Beispiel für Mikro Scratch Tests auf einem 2 μm DLC beschichtetem Stahlwerkstoff
- Die rote Kurve ist die Eindringtiefe unter Last während der Ritzprüfung; die Schichtablösung ist erkennbar am senkrechten Kraftabfall bei 30 μm lateraler Verschiebung
- Die schwarze Kurve ist der Reibungskoeffizient mit Minimum bei 30 μm lateraler Verschiebung (bei Schichtablösung) und Anstieg des Reibungskoeffizienten auf Stahl

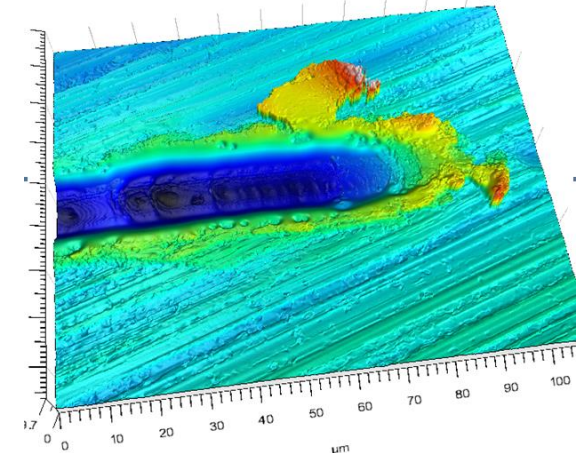


Kritische Kraft für Fehler: links: 970mN

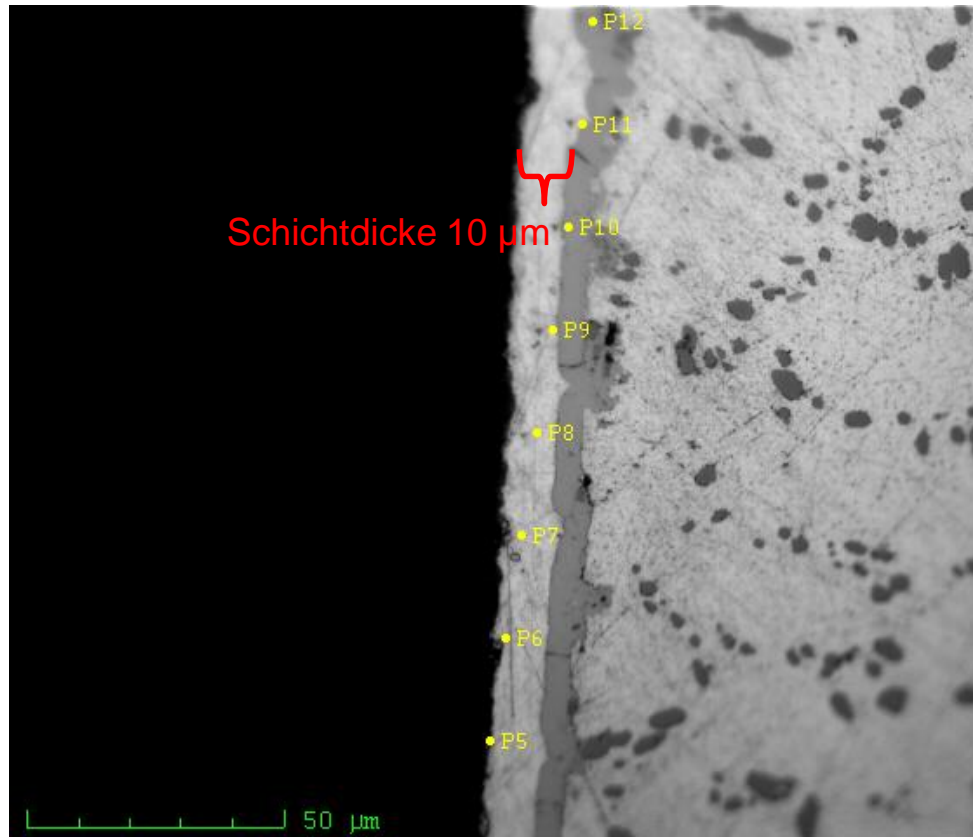
rechts: 650mN



3D Profile  
← Quarzglas  
Stahl →

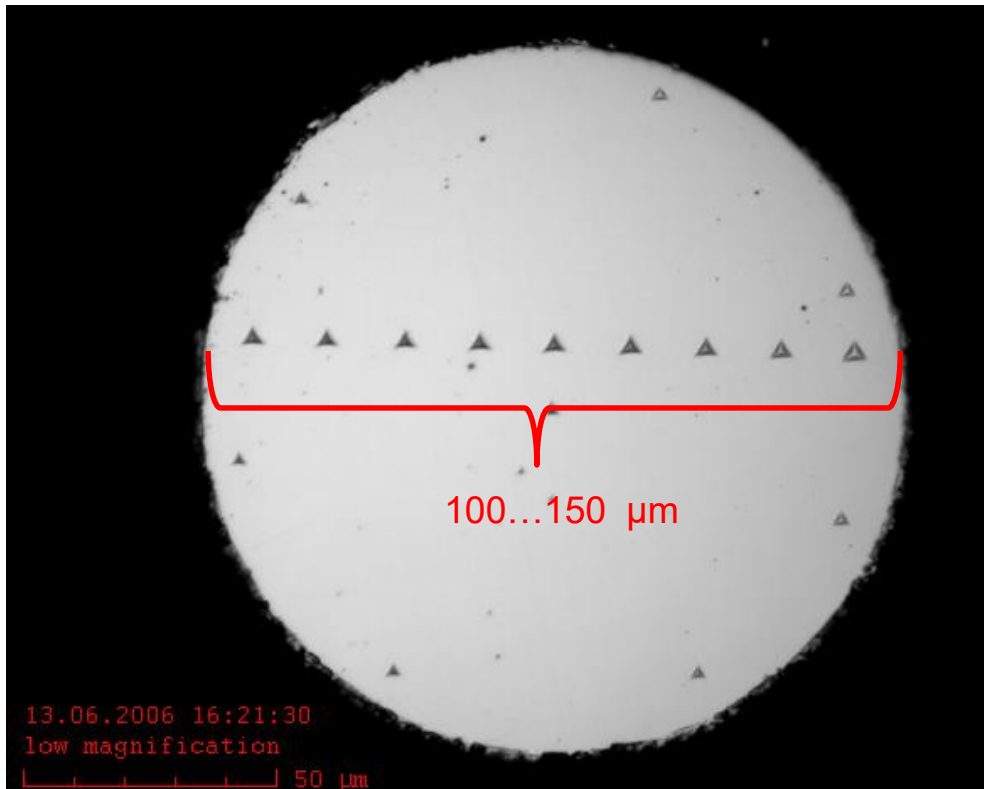


Die Verschleiß- und Verbindungsschicht eines Bauteils wurde im Querschliff durch Härtemessung überprüft.



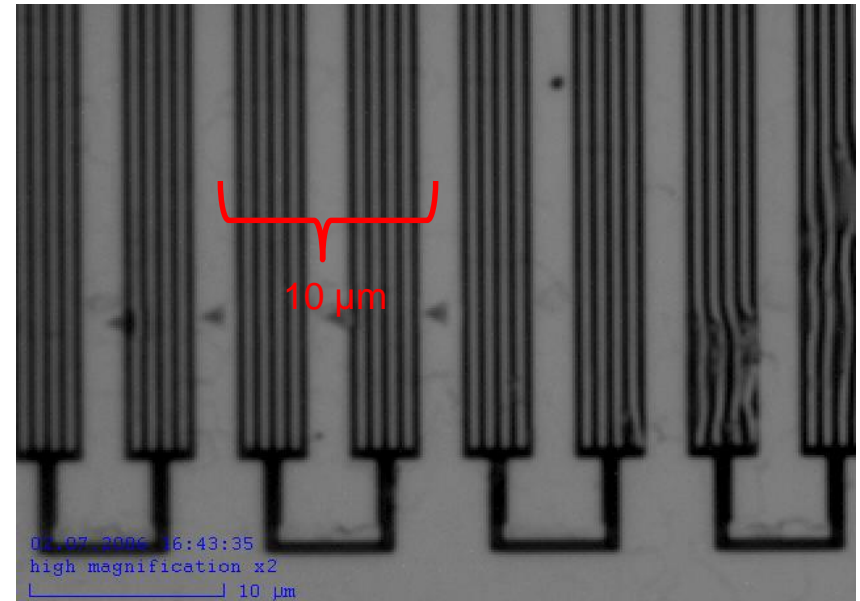
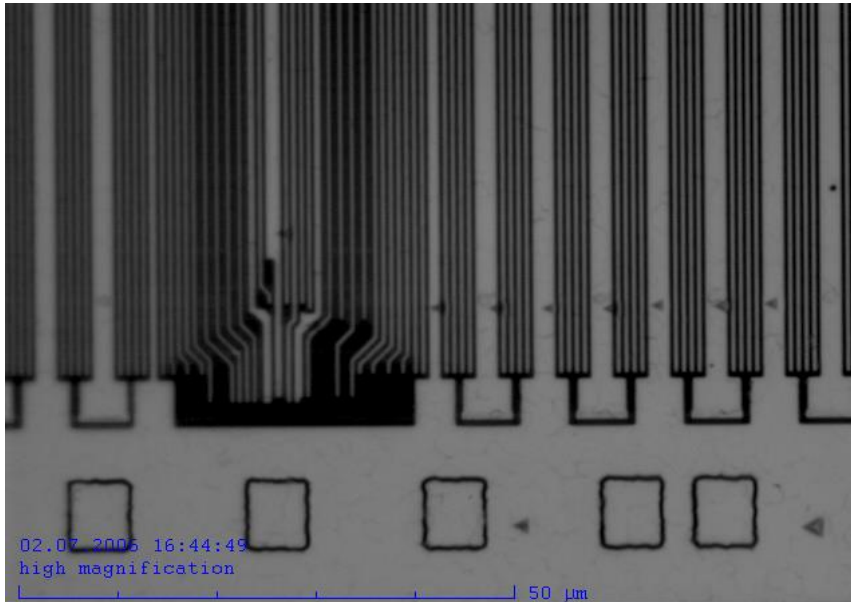
- Beispiel:  
Metallverarbeitende Industrie
- Kundenprodukt:  
Bauteil mit Verschleißschicht von 10-20 µm
- Aufgabe:  
Messung der Härteprofil in der Verschleiß- und Verbindungsschicht (geprüft im Querschliff)
- Einsatz in:  
Entwicklung, Qualitätskontrolle
- Prüfsystem:  
Nanoindenter ZHN

Das Härteverteilung eines Schneidedrahtes zur Herstellung von Siliciumwafer wurde im Querschliff geprüft.



- Beispiel:  
Metall-/Elektroindustrie  
(Photovoltaik/Mikroelektronik)
- Kundenprodukt:  
Diamant-Schneidedraht (Ø 100-150 μm) zur Herstellung von Siliciumwafern
- Aufgabe:  
Messung des Härteprofil (quer, Umfang) im Schneidedraht (geprüft im Querschliff)
- Einsatz in:  
Entwicklung, Qualitätskontrolle
- Prüfsystem:  
Nanoindenter ZHN

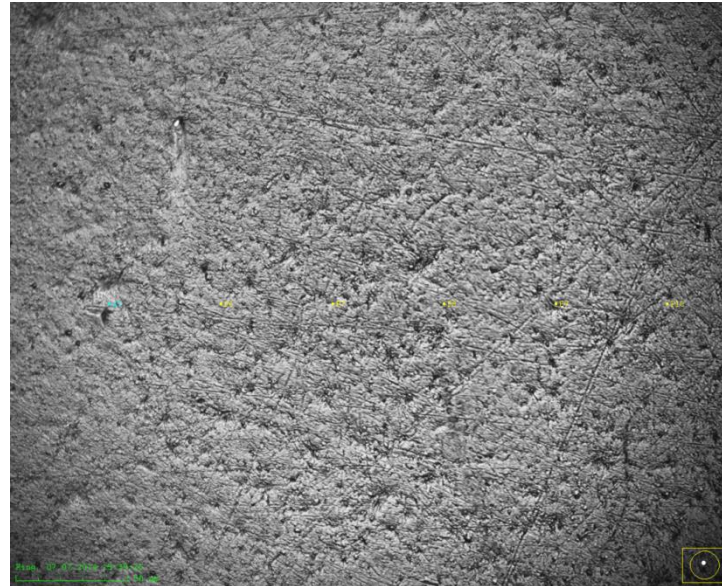
Die Leiterbahnen von Platinen wurden durch Härte- und E-Modulmessung optimiert.



- Beispiel: Elektroindustrie
- Kundenprodukt: Mikroelektronik, Integrierte Schaltkreise, Platinen
- Aufgabe: Fehleranalyse
- Einsatz in: Entwicklung, Qualitätskontrolle
- Prüfsystem: Nanoindenter ZHN

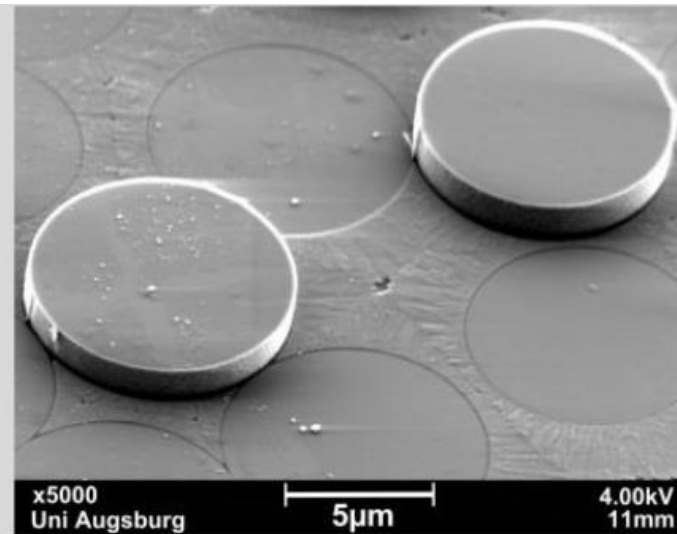
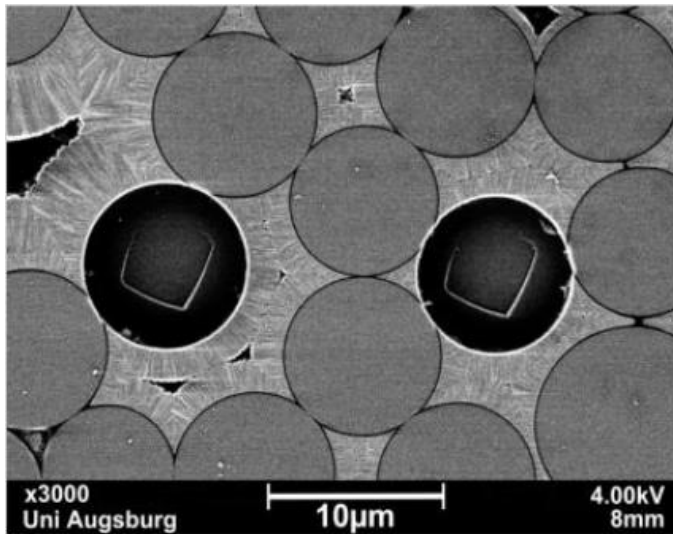


Die Beschichtungen eines Dichtrings wurde durch Härte- und E-Modulmessungen optimiert.

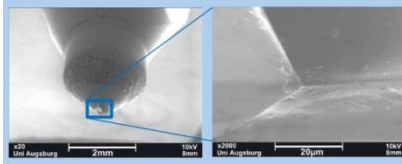


- Beispiel: Maschinenbau
- Kundenprodukt: DLC beschichteter Dichtring
- Aufgabe: Schichtoptimierung (Haftung, Lebensdauer)
- Einsatz in: Entwicklung
- Prüfsystem: Nanoindenter ZHN

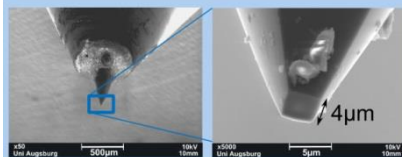
Die Haftfestigkeit von Fasern in der Matrix von Composite-Werkstoffen wurde durch „Push-out“ Versuche bestimmt.



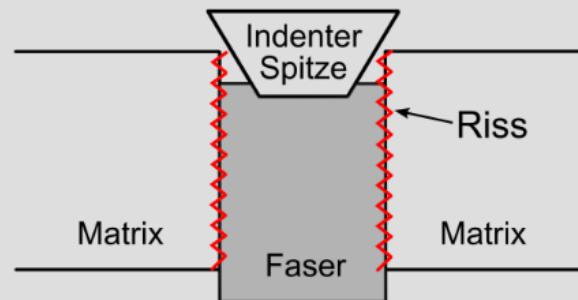
① Berkovich Indenter



② Flat-End Indenter



## Einzelfaser-Push-out Versuch



Quelle: Dr. Müller, UNI Augsburg

- Beispiel: Composites
- Aufgabe: Untersuchung der Haftfestigkeit von Fasern im Matrixverbund
- Einsatz in: Forschung
- Prüfsystem: Nanoindenter ZHN

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit.