

Rheologische Untersuchungen zu Härteeindruckexperimenten im  
Nanometerbereich

**Dissertation**



zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät  
(mathematisch naturwissenschaftlicher Bereich)  
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Herrn Holger Meinhard

geb. am 10.08.1963 in Weißenfels

Gutachter:

1. Prof. Dr. P. Grau
2. Prof. Dr. U. Messerschmidt
3. Prof. Dr. D. Dengel

Halle (Saale), den 08.01.1999

## **Inhalt**

|             |   |           |
|-------------|---|-----------|
| <b>1.</b>   | <b>Einleitung und Aufgabenstellung</b>      | <b>1</b>  |
| <b>2.</b>   | <b>Rheologische Modelle</b>                 | <b>4</b>  |
| <b>2.1.</b> | <b>Einführung</b>                           | <b>4</b>  |
| <b>2.2.</b> | <b>Modellkörper</b>                         | <b>4</b>  |
| 2.2.1.      | Grundelemente                               | 4         |
| 2.2.2.      | Grundkörper                                 | 5         |
| 2.2.3.      | Drei-Elemente-Körper                        | 7         |
| 2.2.4.      | Mehrelemente-Körper                         | 10        |
| <b>2.3.</b> | <b>Nichtlineare Modellansätze</b>           | <b>12</b> |
| <b>3.</b>   | <b>Deformationen bei lokaler Belastung</b>  | <b>15</b> |
| <b>3.1.</b> | <b>Grundlagen</b>                           | <b>15</b> |
| <b>3.2.</b> | <b>Deformationsanteile</b>                  | <b>16</b> |
| 3.2.1.      | Elastische Deformation                      | 16        |
| 3.2.2.      | Plastische Deformation                      | 18        |
| 3.2.3.      | Elastoplastische Deformation                | 19        |
| 3.2.4.      | Viskoelastische Deformation                 | 22        |
| <b>4.</b>   | <b>Universalhärtemessungen</b>              | <b>23</b> |
| <b>4.1.</b> | <b>Grundlagen</b>                           | <b>23</b> |
| 4.1.1.      | Meßverfahren und Prüfmaschinen              | 23        |
| 4.1.2.      | Korrektur meßtechnisch bedingter Fehler     | 25        |
| 4.1.2.1.    | Nullpunktkorrektur                          | 26        |
| 4.1.2.2.    | Berücksichtigung von Indenterspitzenfehlern | 28        |

|             |   |    |
|-------------|---|----|
| <b>4.2.</b> | <b>Der Indentation Size Effect (ISE)</b>  | 29 |
| 4.2.1.      | Das MEYERsche Potenzgesetz  | 31 |
| 4.2.2.      | Der BERNHARDT-Ansatz  | 32 |
| 4.2.3.      | Der Arcustangens-Ansatz   | 33 |
| 4.2.4.      | Vergleich der Ansätze   | 35 |
| <b>4.3.</b> | <b>Fließverhalten und ISE</b>   | 37 |
| <b>5.</b>   | <b>Rheologische Modellansätze und Überprüfung der physikalischen Relevanz für glasartige Substanzen</b> | 41 |
| <b>5.1.</b> | <b>Ansätze für die Modellrechnungen</b>   | 41 |
| 5.1.1.      | Die Kopplungsvorschriften   | 41 |
| 5.1.2.      | Die untersuchten Modelle  | 42 |
| 5.1.3.      | Ansätze für die Grundelemente   | 43 |
| 5.1.4.      | Die unterschiedlichen Versuchsbedingungen   | 44 |
| <b>5.2.</b> | <b>Modellrechnungen für das Verformungsverhalten</b>  | 45 |
| 5.2.1.      | Modell 1 (M1)   | 45 |
| 5.2.2.      | Modell 2 (M2)   | 51 |
| <b>6.</b>   | <b>Experimentelle Untersuchungen</b>  | 56 |
| <b>6.1.</b> | <b>Probenmaterial und Probenpräparation</b>   | 56 |
| <b>6.2.</b> | <b>Probenrauheit</b>  | 56 |
| <b>6.3.</b> | <b>Messungen mit dem NANOINDENTER® II</b>   | 57 |
| 6.3.1.      | Aufbau und Funktionsweise   | 57 |
| 6.3.2.      | Indentergeometriebestimmung mit AFM   | 59 |
| 6.3.3.      | Die Meßroutine  | 62 |
| <b>6.4.</b> | <b>Die Datenauswertung</b>  | 63 |
| <b>6.5.</b> | <b>Die Modellanpassung</b>  | 64 |

|            |  |            |
|------------|--|------------|
| <b>7.</b>  | <b>Auswertung der Messungen nach den Modellansätzen</b>                            | <b>65</b>  |
| 7.1.       | Der Belastungsvorgang (V1)   | 65         |
| 7.2.       | Das Haltesegment (V2)  | 71         |
| 7.3.       | Der Entlastungsvorgang (V3)  | 73         |
| <br>       |  |            |
| <b>8.</b>  | <b>Diskussion der Ergebnisse in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit</b> | <b>75</b>  |
| 8.1.       | Der elastische Modellparameter E   | 75         |
| 8.2.       | Der plastische Modellparameter H   | 78         |
| 8.3.       | Der Sprödigkeitsparameter E/H  | 81         |
| 8.4.       | Die Viskositätsparameter   | 81         |
| 8.5.       | Bewertung der Modellansätze  | 92         |
| <br>       |  |            |
| <b>9.</b>  | <b>Zusammenfassung</b>   | <b>96</b>  |
| <br>       |  |            |
| <b>10.</b> | <b>Literaturverzeichnis</b>  | <b>99</b>  |
| <br>       |  |            |
|            | <b>Anhang 1</b>  | <b>107</b> |
|            | <b>Anhang 2</b>  | <b>112</b> |

## 1. Einleitung und Aufgabenstellung

Die Härteprüfung ist seit etwa 100 Jahren auch wegen ihrer einfachen und schnellen Durchführbarkeit ein weitverbreitetes Verfahren zur Charakterisierung mechanischer Eigenschaften fester Materialien, obwohl eine universelle und physikalisch begründete Definition der Härte bisher nicht formuliert werden konnte. Nach MARTENS [1.1] wird unter Härte der Widerstand verstanden, den das Material dem Eindringen eines härteren Körpers (Indenters) entgegensetzt. Bei allen konventionellen Prüfmethoden wird der Eindruckkörper mit konstanter Kraft belastet (Kriechversuch). Nach der Entlastung wird der bleibende Eindruck dann i.a. optisch vermessen, wobei der Härtewert als Quotient aus aufgebrachter Kraft und einem Eindruckoberflächenmaß bestimmt wird. Die Geometrie des Indenters richtet sich i.a. nach der Beschaffenheit des zu untersuchenden Materials.

Die in der Mikromechanik betriebene Miniaturisierung von Bauelementen und die Notwendigkeit der Charakterisierung sehr dünner Schichten (Schichtdicken im  $\mu\text{m}$ -Bereich und darunter) machen eine Härteprüfung mit immer kleineren Kräften und damit kleineren Eindruckdimensionen erforderlich. Die konventionelle Prüfung mit optischer Eindruckvermessung stößt jedoch auf Auflösungsgrenzen im Bereich der Lichtwellenlänge. Die sich seit etwa 25 Jahren immer stärker etablierende registrierende Härteprüfung (die sog. Universalhärtemessung, Kap. 4.), bei der Kraft, Eindringtiefe (und damit auch Eindruckoberfläche) und Prüfzeit simultan während der gesamten Messung erfaßt werden können, überwindet dieses Auflösungsproblem. Das weltweit ausgereifteste Gerät für Eindruckexperimente ist der NANOINDENTER<sup>®</sup> II, mit dem auch die Messungen für diese Arbeit durchgeführt wurden.

Schon bei der konventionellen Härteprüfung mit optischer Eindruckvermessung wurde eine Abhängigkeit der Härtezahlen von der Kraft und mithin von der Eindruckgröße bzw. Eindringtiefe registriert. Diese Zunahme der Härtezahlen mit kleineren Lasten wird als Indentation Size Effect (ISE) [1.2] bezeichnet (Kap. 4.2.). Dieser Effekt wird bei Vergrößerung der Empfindlichkeit verstärkt wahrgenommen. Sowohl nach der Korrektur der Nullpunktsunsicherheiten der Last-, Eindringtiefe- und Zeitskalen [1.3] als auch nach der Berücksichtigung eventueller Indenterspitzenschäden [1.4] wird immer wieder ein ISE festgestellt. Das Phänomen des ISE wird sehr kontrovers diskutiert [1.5] und dessen Existenz zum Teil sogar angezweifelt [1.6]. Es ist inzwischen jedoch allgemein anerkannt, daß der ISE ein vom Material

bestimmter Effekt ist [1.7, 1.8].

Wie das Spannungs-Dehnungs-Zeit-Verhalten beim einachsigen Zug- bzw. Druckversuch wird auch das Kraft-Eindringtiefe-Zeit-Verhalten beim Indentereindruckexperiment durch die rheologischen Eigenschaften des Materials bestimmt. Bei Zugrundelegung geeigneter Modelle sollten die rheologischen Parameter aus den Kraft-Eindringtiefe-Zeit-Meßdaten ermittelbar sein. Bisher wurden solche Modelle nur auf einzelne Teile des Gesamtexperimentes (Belastung, Entlastung, Kriechen, Relaxation) angewandt. Hier soll nun erstmals der Eindruckversuch als Ganzes nach rheologischen Prinzipien konsistent beschrieben werden. Für elastoplastische Materialien ist eine Methode nach OLIVER und PHARR [1.9] weit verbreitet, womit Elastizitätsmoduln und spezielle Härtewerte (Kap. 3.2.3.) bestimmt werden können. Diese Methode nutzt jedoch lediglich Informationen des Entlastungsvorganges und berücksichtigt zeitabhängiges Materialverhalten nicht. Für Gläser wurde durch HAN und TOMOZAWA [1.10] das Kriechexperiment einzeln beschrieben (Kap. 3.2.4.). Dabei wird jedoch ignoriert, daß der dem Kriechen vorangehende Belastungsvorgang, speziell die Belastungsgeschwindigkeit, das Kriechverhalten des Materiales entscheidend beeinflußt.

Die Möglichkeit der Erzeugung rißfreier, bleibender Indentereindrücke (plastisches Fließen) in dem eigentlich als sprödes Material verstandenen Werkstoff Glas wird bisher nicht vollständig verstanden. Die entsprechenden Fließmechanismen bei sonstigen Festkörpern sind an bestimmte Kristallstrukturen gebunden, die beim ungeordneten Glasnetzwerk jedoch nicht vorliegen [1.11]. Aus theoretischen Erwägungen folgerte DOUGLAS [1.12], daß es zu einer Viskositätsniedrigung mit steigender Belastung kommt, wodurch dann plastische Verformungen möglich werden. Für Temperaturen oberhalb der Glastransformationstemperatur  $T_g$  ist die Viskositätshypothese unbestritten. Hier bestimmt NEWTONsches Fließen die Glasverformung. Die Viskosität von Gläsern bei  $T_g$  ist definitionsgemäß  $\eta=10^{12,3}\text{Pas}$ . Damit äquivalent ist eine Relaxationszeit  $\tau=\eta/G\approx 100\text{s}$  ( $G$  ... Schubmodul). Für die Viskosität bei Raumtemperatur RT werden Werte von  $\eta=10^{20}\text{Pas}$  [1.13] bis  $\eta=10^{40}\text{Pas}$  [1.14] vorgeschlagen. Der Wert  $\eta=10^{20}\text{Pas}$  entspricht einer Relaxationszeit  $\tau=10^{10}\text{s}$  (100 Jahre). Da die Relaxationszeit in der Größenordnung der Versuchsdauer für Eindruckexperimente liegen muß, wird deutlich, daß danach Härteeindrücke in Glas bei RT nicht möglich sein dürften.

Aus den o.g. Problemen ergeben sich die Zielstellungen für diese Arbeit:

1. Das Indentereindruckexperiment soll geschlossen bzw. konsistent mit rheologischen Modellen beschrieben werden.

2. Die Modelle sollen handhabbar sein, woraus sich die Forderung nach möglichst wenigen Modellparametern ergibt.
3. Das Phänomen der Kraft- bzw. Eindringtiefenabhängigkeit der Universalhärte-  
werte (ISE) soll durch die Modelle erfaßt werden.
4. Für lineare und nichtlineare Viskositätsansätze bei der Modellierung sollen erst-  
mals aus Härteeindruckexperimenten Viskositätswerte für Glas bei RT abge-  
schätzt werden.

Alle Untersuchungen wurden mit dem NANOINDENTER<sup>®</sup> II an optischem Glas BK7 durch-  
geführt, das sich wegen seiner Homogenität und seiner großen Beständigkeit gegenüber Um-  
welteinflüssen immer mehr als Härtenormal bzw. als Kalibrierprobe für die Universalhär-  
temessung [1.15] durchsetzt. Parallel wurden die Untersuchungen auch an dem amorphen  
Polymer Polymethylmethacrylat (PMMA) durchgeführt.

## 2. Rheologische Modelle

### 2.1. Einführung

Alle realen Stoffe besitzen, wenn auch in unterschiedlichem Maße, sämtliche rheologischen Eigenschaften [2.1]. Bei einer Deformation treten somit elastische, plastische und viskose Verformungsanteile auf, die in der Rheologie durch entsprechende Grundelemente repräsentiert werden (siehe Kap. 2.2). Das Verhältnis der verschiedenen Anteile wird maßgeblich durch die Materialstruktur festgelegt. Sie bestimmen die Zeit- und somit die Deformationsgeschwindigkeitsabhängigkeit der zu messenden Materialkenngrößen. Die Verwendung rheologischer Modelle (Kombinationen von Grundelementen) zur Beschreibung realen Materialverhaltens ist immer dann sinnvoll, wenn ein Modell für verschiedene Belastungsarten gültig ist. Für einachsige Druck- bzw. Zugversuche gelingt das sehr gut, da die Spannung  $\sigma$  und die Dehnung  $\varepsilon$  meßtechnisch zugänglich sind. Für Deformationen durch Punktbelastung, wie sie beim Härteeindruckversuch vorkommen, bedürfen die Modelle einer zusätzlichen Modifikation für die sich ändernde Kontaktfläche.

### 2.2. Modellkörper

#### 2.2.1. Grundelemente

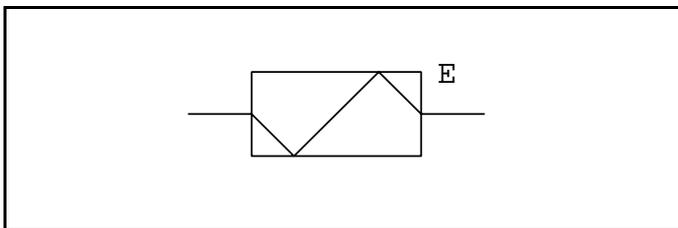


Abb. 2.-1: Das HOOKEsche Grundelement

Elastische Verformungsanteile werden in der Rheologie durch eine HOOKEsche Feder modelliert ([2.1], [1.14], siehe auch [2.2]). Die charakteristische Größe des HOOKEschen Elementes ist der Elastizitäts-

modul  $E$  (Abb. 2.-1). Unter der Voraussetzung der Linearität und der Zeitunabhängigkeit wird die Beziehung zwischen der Spannung  $\sigma$  und der Deformation  $\varepsilon$  mit

$$\sigma = E \varepsilon \quad (2.2-1)$$

beschrieben.

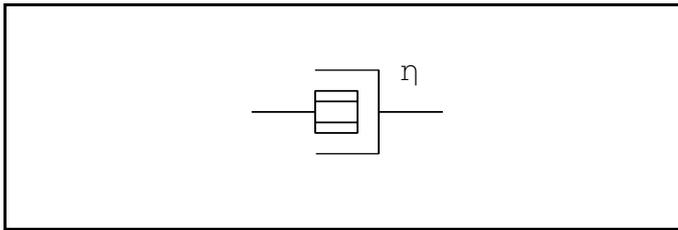


Abb. 2.-2: Der NEWTONsche Dämpfungszyylinder

Der NEWTONsche Dämpfungszylin-  
der (Abb. 2.-2) beschreibt das zeit-  
abhängige, viskose Verformungsver-  
halten eines Stoffes, das mit

$$\sigma = \eta \dot{\varepsilon} \quad , \quad \dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} \quad (2.2-2)$$

für Linearität zwischen der Spannung  $\sigma$  und der Deformationsrate  $d\varepsilon/dt$  beschrieben werden kann. Dabei ist  $\eta$  die NEWTONsche Viskosität des Stoffes.

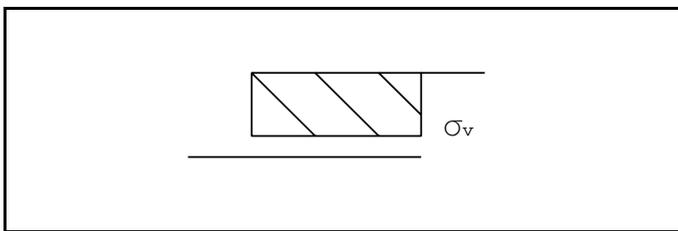


Abb. 2.-3: Das ST.-VENANT-Element

Plastisches Stoffverhalten wird in der  
Rheologie durch ein ST.-VENANT-  
Element (Abb. 2.-3) charakterisiert.  
Eine bleibende Verformung setzt erst  
nach Erreichen einer kritischen  
Schwellspannung  $\sigma_v$  ein

$$\varepsilon = \begin{cases} 0 & \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \varepsilon(t) & \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{cases} \quad (2.2-3)$$

### 2.2.2. Grundkörper

Die in 2.2.1. beschriebenen Grundelemente repräsentieren einzeln idealisiertes Stoffverhalten bei mechanischer Verformung. Zur Simulation von realem Verhalten werden die Grundkörper unter Beachtung von Kopplungsvorschriften kombiniert. Bei einer Reihen- bzw. Hintereinanderanordnung addieren sich die Einzelverformungen  $\varepsilon_i$  zur Gesamtverformung  $\varepsilon$ , wobei alle Elemente die gleiche Spannung erfahren:

$$\varepsilon = \sum \varepsilon_i \quad , \quad \sigma = \sigma_i \quad (2.2-4)$$

Für eine Parallelanordnung ergibt sich die Gesamtspannung  $\sigma$  als Summe der Teilspannungen  $\sigma_i$  bei gleicher Deformation aller Elemente:

$$\varepsilon = \varepsilon_i \quad , \quad \sigma = \sum \sigma_i \quad (2.2-5)$$

Wenn die Stetigkeit der Materialgesetze vorausgesetzt wird, sind die Additionsvorschriften

auch für die zeitlichen Ableitungen gültig:

$$\dot{\epsilon} = \Sigma \dot{\epsilon}_i \quad , \quad \dot{\sigma} = \Sigma \dot{\sigma}_i \quad (2.2-6)$$

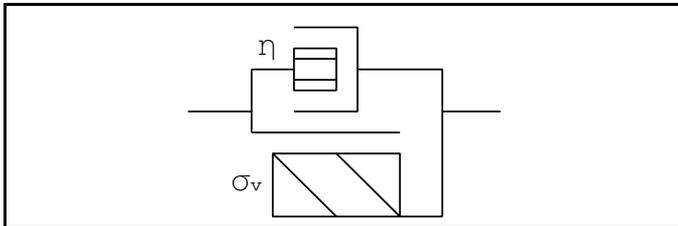


Abb. 2.-4: BINGHAM-Körper zur Beschreibung viskoplastischen Materialverhaltens

Zur Beschreibung eines viskoplastischen Materials eignet sich im einfachsten Fall ein BINGHAM-Körper [2.1], eine Parallelanordnung eines ST.-VENANT-Elementes und eines NEWTONschen Dämpfungszyinders

(Abb. 2.-4). Aus den Gln.(2.2-2), (2.2-3) und (2.2-5) ergibt sich die rheologische Gleichung für einen BINGHAM-Körper:

$$\sigma = \eta \cdot \dot{\epsilon} + \sigma_v \quad \text{für } \sigma \geq \sigma_v \quad (2.2-7)$$

für lineares, NEWTONsches Fließen. Hierbei bedeuten  $\eta$  ein Maß für die plastische Zähigkeit,  $\epsilon$  die viskoplastische Deformation und  $\sigma_v$  die kritische Schwellspannung. Der BINGHAM-Körper läßt erst dann Deformationen zu, wenn die Fließspannung erreicht wurde.

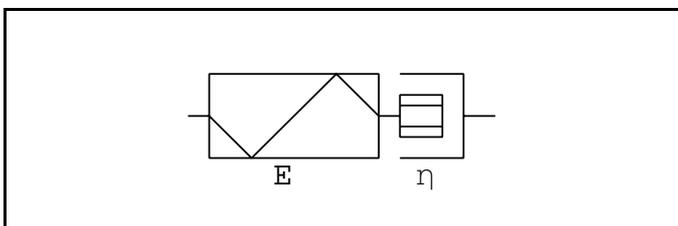


Abb. 2.-5: MAXWELL-Körper zur Beschreibung viskoelastischen Materialverhaltens

Viskoelastisches Material, bei dem ein Fließvorgang unabhängig von einer Schwellspannung einsetzt, kann mit der Reihenanzordnung einer HOOKEschen Feder und eines NEWTONschen Zylinders beschrieben werden

(Abb. 2.-5). Die rheologische Gleichung für den so entstandenen MAXWELL-Körper ergibt sich mit den Gln.(2.2-1), (2.2-2) und (2.2-4):

$$\sigma + \frac{\eta}{E} \dot{\sigma} = \eta \cdot \dot{\epsilon} \quad (2.2-8)$$

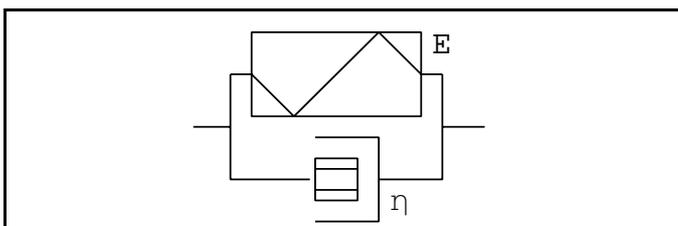


Abb. 2.-6: KELVIN-Körper zur Beschreibung der Firmoviskosität

bei linearem Fließen. Die molekulare Reibung in elastischen Festkörpern, die auch als Festkörperzähigkeit (KELVIN 1890) oder Firmoviskosität bezeichnet wird, kann durch

eine Parallelanordnung von HOOKEScher Feder und NEWTONschem Zylinder beschrieben werden (Abb. 2.-6). Hierbei wird die einwirkende Kraft teilweise durch die elastische Verformung und durch die innere Reibung aufgenommen, während die Deformation für beide Elemente gleich sein muß. Die rheologische Gleichung für solch einen KELVIN-Körper ergibt sich mit den Gln.(2.2-1), (2.2-2) und (2.2-5) zu

$$\sigma = E \varepsilon + \eta \dot{\varepsilon} \quad (2.2-9)$$

### 2.2.3. Drei-Elemente-Körper

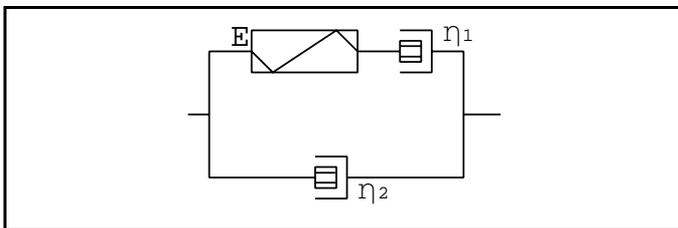


Abb. 2.-7: Der JEFFREYS-Körper zur Beschreibung einer viskoelastischen Flüssigkeit

Durch Drei-Elemente-Körper lassen sich komplexe Materialeigenschaften modellieren [2.3, 2.4]. Die viskoelastischen Eigenschaften von Flüssigkeiten können mit Körpern beschrieben werden, die durch die Hinzunahme eines

NEWTONschen Zylinders zu einem viskoelastischen Grundkörper (MAXWELL, KELVIN) entstehen. Die Parallelanordnung eines MAXWELL-Körpers mit einem NEWTON-Element ergibt den JEFFREYS-Körper (Abb. 2.-7). Die rheologische Gleichung ergibt sich unter Beachtung der Kopplungsvorschriften (2.2-4) bis (2.2-6):

$$\sigma + \frac{\eta_1}{E} \dot{\sigma} = (\eta_1 + \eta_2) \dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1 \eta_2}{E} \ddot{\varepsilon} \quad (2.2-10)$$

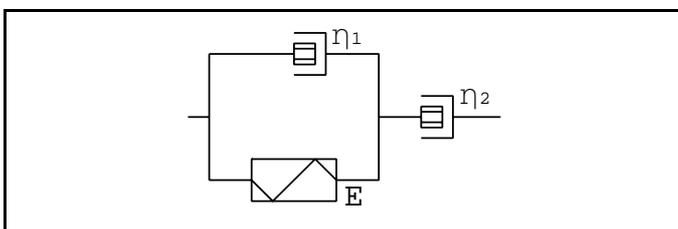


Abb. 2.-8: Der LETHERSICH-Körper zur Beschreibung einer viskoelastischen Flüssigkeit

Die Reihenanordnung eines KELVIN-Körpers mit einem NEWTON-Zylinder ergibt einen LETHERSICH-Körper (Abb. 2.-8), dessen rheologische Gleichung sich zu

$$\sigma + \frac{\eta_1 + \eta_2}{E} \dot{\sigma} = \eta_2 \dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1 \eta_2}{E} \ddot{\varepsilon} \quad (2.2-11)$$

ergibt.

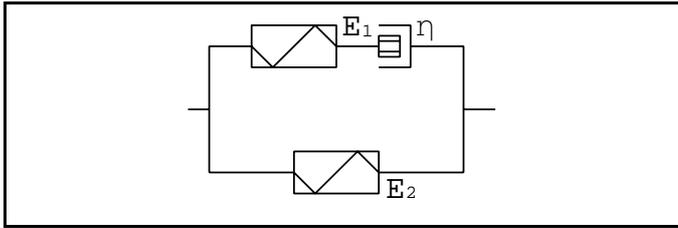


Abb. 2.-9: Der ZENER<sub>M</sub>-Körper zur Beschreibung viskoelastischer Festkörper

Die Beschreibung viskoelastischer Eigenschaften fester Stoffe erfolgt mit ZENER-Körpern. Hierbei werden die viskoelastischen Grundkörper mit einer HOOKEschen Feder kombiniert. Die Parallelanordnung MAXWELL-

Körper und HOOKE-Element ergibt den ZENER<sub>M</sub>-Körper (MAXWELL-Typ) (Abb. 2.-9).

Die rheologische Gleichung lautet:

$$\sigma + \frac{\eta}{E_1} \dot{\sigma} = E_2 \varepsilon + \frac{\eta(E_1 + E_2)}{E_1} \dot{\varepsilon} \quad (2.2-12)$$

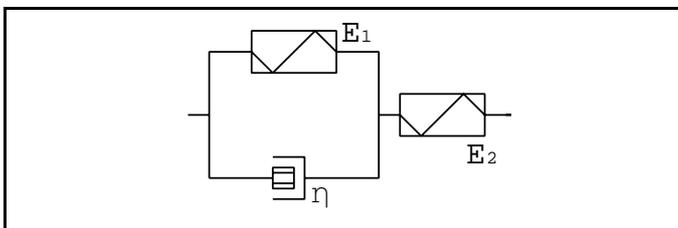


Abb. 2.-10: Der ZENER<sub>K</sub>-Körper zur Beschreibung viskoelastischer Festkörper

Die Reihenanzordnung eines KELVIN-Körpers mit einer HOOKEschen Feder ergibt den ZENER<sub>K</sub>-Körper vom KELVIN-Typ (Abb. 2.-10) mit der Gleichung

$$\sigma + \frac{\eta}{E_1 + E_2} \dot{\sigma} = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2} \varepsilon + \frac{E_2 \eta}{E_1 + E_2} \dot{\varepsilon} \quad (2.2-13)$$

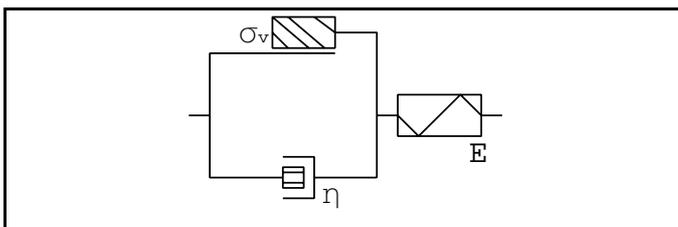


Abb. 2.-11: BINGHAM-HOOKE-Körper zur Beschreibung viskoplastischer Festkörper

Die Beschreibung plastischer Anteile am Verformungsprozeß erfolgt durch die Hinzunahme eines ST.-VENANT-Elementes. Als Modell für viskoplastische Festkörper eignet sich die Reihenanzordnung eines BINGHAM-

Körpers mit einer HOOKEschen Feder (Abb. 2.-11). Die rheologische Gleichung ergibt sich

zu:

$$\begin{aligned} \sigma &= E \varepsilon && \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \sigma + \frac{\eta}{E} \dot{\sigma} &= \eta \dot{\varepsilon} + \sigma_v && \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{aligned} \quad (2.2-14)$$

Bis zum Erreichen der kritischen Spannung  $\sigma_v$  wird das Material rein elastisch deformiert,

danach zeigt es MAXWELL-Verhalten.

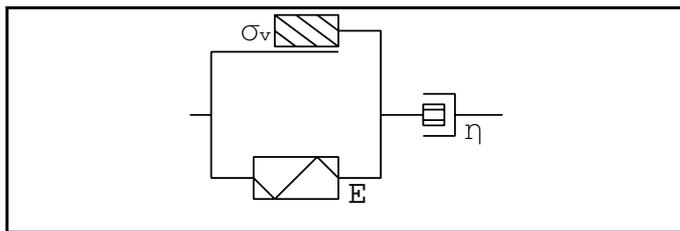


Abb. 2.-12: PRANDTL-NEWTON-Körper zur Beschreibung viskoplastischen Materialverhaltens

Eine weitere Kombinationsmöglichkeit aus den drei Grundelementen ist die Reihenanordnung eines PRANDTL-Körpers (Parallelanordnung eines ST.-VENANT-Elementes mit einer

HOOKESchen Feder) und eines NEWTONschen Zylinders (Abb. 2.-12). Die zugehörige Differentialgleichung

$$\begin{aligned} \sigma &= \eta \dot{\epsilon} && \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \sigma + \frac{\eta}{E} \dot{\sigma} &= \eta \dot{\epsilon} && \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{aligned} \quad (2.2-15)$$

zeigt, daß die Deformation bis zum Erreichen von  $\sigma_v$  rein viskosen Charakter hat, was für feste Stoffe nicht zu erwarten ist. Nachdem sich die kritische Spannung eingestellt hat, verhält sich dieser Körper wie ein MAXWELL-Körper.

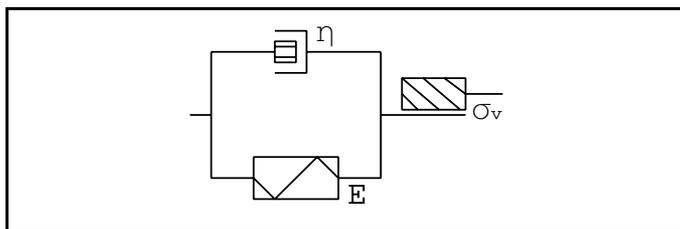


Abb. 2.-13: KELVIN-ST.-VENANT-Körper zur Beschreibung viskoplastischen Materialverhaltens

Die Reihenanordnung eines KELVIN-Körpers mit einem ST.-VENANT-Element (Abb. 2.-13) ergibt eine weitere Möglichkeit, plastische Deformationsanteile einzubeziehen. Die Gleichung

$$\begin{aligned} \sigma &= E \epsilon + \eta \dot{\epsilon} && \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \sigma &= E(\epsilon - \epsilon_p) + \eta(\dot{\epsilon} - \dot{\epsilon}_p) && \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{aligned} \quad (2.2-16)$$

zeigt KELVINSches Verhalten bis  $\sigma_v$ . Die Lösung der Differentialgleichung (2.2-16) für  $\sigma \geq \sigma_v$

ist nur dann möglich, wenn für das zeitabhängige Deformationsverhalten des ST.-VENANT-Elementes die Funktion  $\epsilon_p(t)$  aus Gl.(2.2-3) bekannt ist bzw. angesetzt wird (siehe Kap. 2.3).

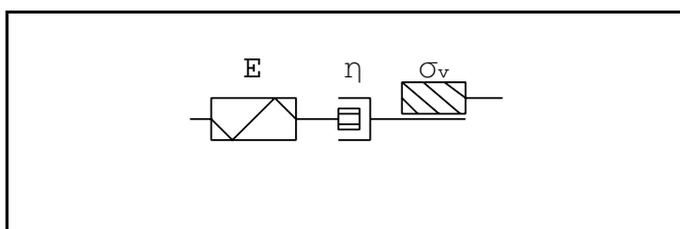


Abb. 2.-14: Reihenanordnung aller rheologischer Grundelemente zur Beschreibung viskoplastischen Materialverhaltens

Die Annahme der Additivität der ver

schiedenen Verformungsanteile ermöglicht als weitere Variante eine Reihenanordnung aller rheologischen Grundelemente (Abb. 2.-14). Die entsprechende Gleichung ergibt sich zu:

$$\begin{aligned} \sigma + \frac{\eta}{E} \dot{\sigma} &= \eta \dot{\varepsilon} && \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \sigma + \frac{\eta}{E} \dot{\sigma} &= \eta(\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_p) && \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{aligned} \quad (2.2-17)$$

Um die Gleichung für  $\sigma \geq \sigma_v$  lösen zu können, muß wie für Gl.(2.2-16) die Funktion  $\varepsilon_p(t)$  bekannt sein, während vor dem Erreichen der Fließspannung das Verhalten dem des MAXWELL-Körpers gleicht.

#### 2.2.4. Mehrelemente-Körper

Unter Mehrelemente-Körpern sollen rheologische Modelle verstanden werden, die mehr als drei Grundelemente enthalten. Es sei hier jedoch darauf hingewiesen, daß nicht jede beliebige Kombination sinnvoll ist. Beispielsweise ergibt die Reihenanordnung HOOKEscher Federn ein Modell mit rein HOOKEscher Charakteristik. In diesem Sinne sind auch die Reihenanordnung von MAXWELL-Körpern und die Parallelanordnung von KELVIN-Körpern physikalisch nicht sinnvoll, da daraus wiederum lediglich einfache MAXWELL- bzw. KELVIN-Charakteristiken entstehen [2.1]. Hingegen kann eine Parallelanordnung von MAXWELL-Körpern zur Untersuchung des Relaxationszeitspektrums von z.B. Polymeren verwendet werden [1.14].

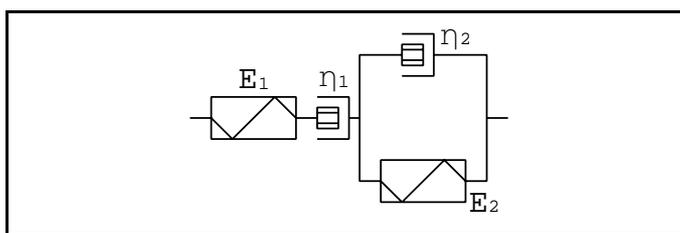


Abb. 2.-15: Der BURGERS-Körper

Zur Beschreibung des Fließverhaltens von Bitumen und Asphalt wurde von BURGERS (1935) die Reihenanordnung eines MAXWELL- und eines KELVIN-Körpers (Abb. 2.-15) vorgeschlagen [2.1]. Mit den Kopplungs-

vorschriften (2.2-4) bis (2.2-6) ergibt sich die rheologische Gleichung:

$$\sigma + \left( \frac{E_1 \eta_1 + E_1 \eta_2 + E_2 \eta_1}{E_1 E_2} \right) \dot{\sigma} + \frac{\eta_1 \eta_2}{E_1 E_2} \ddot{\sigma} = \eta_1 \dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1 \eta_2}{E_2} \ddot{\varepsilon} \quad (2.2-18)$$

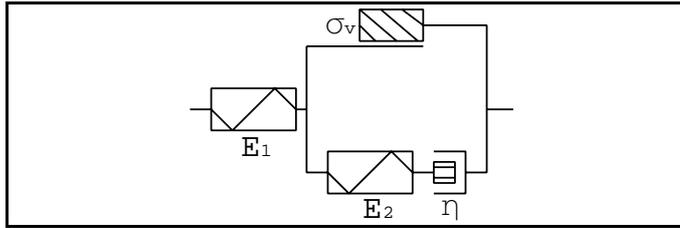


Abb. 2.-16: Der SCHWEDOFF-Körper

Untersuchungen von SCHWEDOFF (1890) an konzentrierter Gelatinelösung ergaben eine Reihenanzordnung einer HOOKEschen Feder mit der Parallelanordnung eines MAXWELL-Körpers mit einem ST.-VENANT-

Element (Abb. 2.-16) als gutes Modell zur Beschreibung des Materialverhaltens [2.1]. Die rheologische Gleichung lautet:

$$\begin{aligned} \sigma &= E_1 \varepsilon && \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \sigma + \frac{\eta(E_1 + E_2)}{E_1 E_2} \dot{\sigma} &= \eta \dot{\varepsilon} + \sigma_v && \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{aligned} \quad (2.2-19)$$

Bis zum Erreichen der kritischen Spannung  $\sigma_v$  ist das Deformationsverhalten rein elastisch und wird nur durch die HOOKEsche Feder 1 bestimmt. Danach ( $\sigma \geq \sigma_v$ ) unterscheidet sich das Verhalten qualitativ nicht von dem durch Gl.(2.2-14) beschriebenen Modell (Abb. 2.-11), wenn die elastischen Parameter durch einen effektiven E-Modul  $E^*$  als  $1/E^* = (E_1 + E_2)/(E_1 E_2)$  repräsentiert werden.

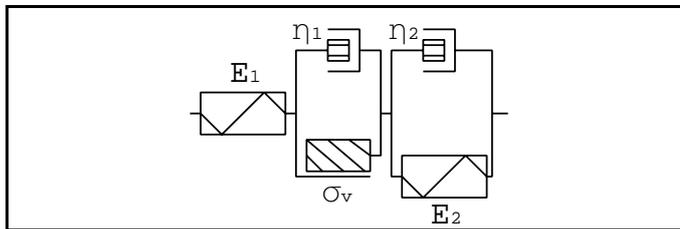


Abb. 2.-17: Der SCHOFIELD-SCOTT-BLAIR-Körper

Ein umfangreiches rheologisches Modell ist der SCHOFIELD-SCOTT-BLAIR-Körper, eine Reihenanzordnung aus HOOKE, KELVIN und der Parallelanordnung aus NEWTON und ST.-VENANT (Abb. 2.-17). Aus ihm

können alle bisher beschriebenen Körper als Spezialfälle abgeleitet werden, wenn die jeweiligen rheologischen Parameter Null (Viskositäten) bzw. Unendlich (E-Moduln) gesetzt werden.

Die zugehörige Gleichung

$$\begin{aligned} \sigma + \frac{\eta_2}{E_1 + E_2} \dot{\sigma} &= \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2} \varepsilon + \frac{E_1 \eta_2}{E_1 + E_2} \dot{\varepsilon} && \text{für } \sigma < \sigma_v \\ \sigma + \left( \frac{E_1 \eta_1 + E_1 \eta_2 + E_2 \eta_2}{E_1 E_2} \right) \dot{\sigma} + \frac{\eta_1 \eta_2}{E_1 E_2} \ddot{\sigma} &= \eta_1 \dot{\varepsilon} + \frac{\eta_1 \eta_2}{E_2} \ddot{\varepsilon} + \sigma_v && \text{für } \sigma \geq \sigma_v \end{aligned} \quad (2.2-20)$$

entspricht für  $\sigma < \sigma_v$  Gl.(2.2-13) für einen ZENER<sub>K</sub>-Körper. Bis auf die additive Konstante  $\sigma_v$ , die einer Zeitnullpunktstransformation nach  $\sigma = \sigma_v$  entspricht, ist für  $\sigma \geq \sigma_v$  Gl.(2.2-20) mit

Gl.(2.2-18) für einen BURGERS-Körper identisch.

Die allgemeine Differentialgleichung für das Spannungs-Dehnungs-Zeitverhalten der hier behandelten Modellkörper hat die Form (siehe auch [2.2])

$$\sigma + A_1 \dot{\sigma} + A_2 \ddot{\sigma} = B_0 \varepsilon + B_1 \dot{\varepsilon} + B_2 \ddot{\varepsilon} + C \sigma_v \quad (2.2-21)$$

Sie ist bis auf wenige Ausnahmen universell. Diese betreffen solche Modelle, die ein ST.-VENANT-Element enthalten und für die zur Aufstellung der rheologischen Gleichung die Funktion  $\varepsilon_p(t)$  für das zeitabhängige plastische Fließen bekannt sein muß. Die Koeffizienten  $A_i$  und  $B_i$  sind Kombinationen aus den Materialparametern  $E_i$  und  $\eta_i$ .  $C=0$  bedeutet, daß keine kritische Spannung existiert bzw.  $\sigma < \sigma_v$ , während  $C=1$  angibt, daß  $\sigma \geq \sigma_v$ . Für einige wichtige Modellkörper sind diese Koeffizienten in Tab. 2-1 dargestellt.

### 2.3. Nichtlineare Modellansätze

Für eine NEWTONsche Flüssigkeit besteht nach Gl.(2.2-2) ein linearer Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnungsrate. Viele Materialien zeigen im Experiment jedoch unter bestimmten Versuchsbedingungen Nichtlinearität, sie werden als "allgemeine Flüssigkeiten" ([2.1]) bezeichnet. Dieses inhomogene Fließverhalten kann durch einen Potenzansatz, das NORTON-BAILEYsche Kriechgesetz

$$\sigma = b \dot{\varepsilon}^m \quad (2.3-1)$$

beschrieben werden [2.5]. Hierbei ist  $b$  ein Viskositätsmaß und  $m$  kann als Maß für die Dehnungsratenempfindlichkeit des Materials interpretiert werden. Für  $m=1$  liegt NEWTONsches Fließen vor und damit ist  $b|_{m=1} \equiv \eta$  die NEWTONsche Viskosität. Für  $m < 1$  kommt es zu inhomogenem Fließen durch Lokalisierung der Deformation in Scherbändern [2.6, 2.7]. Der in [2.1] für Potenzansätze mit gebrochenen Exponenten (wie Gl.(2.3-1)) eingebrachte "Dimensionseinwand" läßt sich immer dann umgehen, wenn die Basis durch Division mit einer charakteristischen Größe dimensionslos gemacht werden kann. Für den Ansatz Gl.(2.3-1) ist das durch

$$\sigma = b^* \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^m \quad (2.3-1a)$$

möglich. Mit vorgegebenem  $\dot{\varepsilon}_0$  in der Einheit  $s^{-1}$  hat  $b^*$  die Dimension einer Spannung (Pa). Wenn alle Deformationsraten  $\dot{\varepsilon}$  dann auch mit der Einheit  $s^{-1}$  verwendet werden, sind die

Zahlenwerte von  $b^*$  aus Gl.(2.3-1a) und  $b$  aus Gl.(2.3-1) identisch und somit miteinander vergleichbar. Im folgenden wird der Potenzansatz immer in der Form von Gl.(2.3-1) verwendet, wie u.a. auch von HAN und TOMOZAWA [1.10] und von KEULEN [2.8] zur Beschreibung von Kriechexperimenten an Gläsern, da  $\dot{\epsilon}$  in dieser Arbeit stets mit der Einheit  $s^{-1}$  benutzt wird.

Eine weitere Möglichkeit, nichtlineares Fließverhalten zu beschreiben, bietet der Eyring-Ansatz

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_k \sinh\left(\frac{V\sigma}{kT}\right) \quad (2.3-2a)$$

Die Näherung für  $V\sigma > kT$  ergibt den Arrhenius-Ansatz

$$\dot{\epsilon} \approx \frac{1}{2} \dot{\epsilon}_k e^{\left(\frac{V\sigma}{kT}\right)} \quad (2.3-2b)$$

Neben der Boltzmannkonstanten  $k$  und der Temperatur  $T$  enthält dieser Ansatz mit  $\dot{\epsilon}_k$  und  $V$  zwei Materialparameter. Die Bedeutung dieser Parameter folgt aus der Ratentheorie der thermisch aktivierten Bewegung von mikroskopischen Strukturelementen im Gradienten eines mechanischen Spannungsfeldes ([2.9] in [2.2]). Der Vorfaktor  $\dot{\epsilon}_k$  ist wesentlich durch die Zahl der beweglichen Struktureinheiten bestimmt, während das Aktivierungsvolumen  $V$  ein Maß für die Ausdehnung der die Bewegung der Struktureinheiten kontrollierenden mikroskopischen "Hindernisse" darstellt.

Um nichtlineares Fließverhalten rheologisch zu beschreiben, wird Gl.(2.3-1) oder Gl.(2.3-2) für das NEWTON-Element angesetzt bzw. wird aus den Ansätzen die Funktion  $\epsilon_p(t)$  für das ST.-VENANT-Verhalten nach Erreichen der kritischen Schwellspannung  $\sigma_v$  gewonnen.

| Modellkörper                             | A1                                       | A2                    | B0                 | B1                    | B2                 | C |
|--|--|-----------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|---|
| HOOKE (H)                                | 0  | 0                     | E                  | 0                     | 0                  | 0 |
| NEWTON (N)                               | 0  | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 0 |
| KELVIN (K=H N)                           | 0  | 0                     | E                  | $\eta$                | 0                  | 0 |
| MAXWELL (M=H-N)                          | $\eta/E$                                 | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 0 |
| BINGHAM (B=N SV)                         | 0  | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 1 |
| PRANDTL (P=H SV)                         | 0  | 0                     | E                  | 0                     | 0                  | 1 |
| JEFFREYS (J=M N)                         | $\eta_1/E$                               | 0                     | 0                  | $\eta_1+\eta_2$       | $\eta_1\eta_2/E$   | 0 |
| LETHERSICH (L=K-N)                       | $(\eta_1+\eta_2)/E$                      | 0                     | 0                  | $\eta_2$              | $\eta_1\eta_2/E$   | 0 |
| ZENER <sub>M</sub> (Z <sub>M</sub> =M H) | $\eta/E_1$                               | 0                     | E <sub>2</sub>     | $\eta(E_1+E_2)/E_1$   | 0                  | 0 |
| ZENER <sub>K</sub> (Z <sub>K</sub> =K-H) | $\eta/(E_1+E_2)$                         | 0                     | $E_1E_2/(E_1+E_2)$ | $E_2\eta/(E_1+E_2)$   | 0                  | 0 |
| BINGHAM-HOOKE (B-H)                      | 0  | 0                     | E                  | 0                     | 0                  | 0 |
|  | $\eta/E$                                 | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 1 |
| PRANDTL-NEWTON (P-N)                     | 0  | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 0 |
|  | $\eta/E$                                 | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 1 |
| BURGERS (BU=M-K)                         | $(E_1\eta_1+E_1\eta_2+E_2\eta_2)/E_1E_2$ | $\eta_1\eta_2/E_1E_2$ | 0                  | $\eta_1$              | $\eta_1\eta_2/E_2$ | 0 |
| SCHWEDOFF (SCHW=H-(M SV))                | 0  | 0                     | E <sub>1</sub>     | 0                     | 0                  | 0 |
|  | $\eta(E_1+E_2)/E_1E_2$                   | 0                     | 0                  | $\eta$                | 0                  | 1 |
| SCHOFIELD-SCOTT-BLAIR<br>(SCH SCB=H-B-K) | $\eta_2/(E_1E_2)$                        | 0                     | $E_1E_2/(E_1+E_2)$ | $E_1\eta_2/(E_1+E_2)$ | 0                  | 0 |
|  | $(E_1\eta_1+E_1\eta_2+E_2\eta_2)/E_1E_2$ | $\eta_1\eta_2/E_1E_2$ | 0                  | $\eta_1$              | $\eta_1\eta_2/E_2$ | 1 |

Tab. 2-1: Bedeutung der in Gl.(2.2-21) enthaltenen Koeffizienten für einige wichtige rheologische Modelle

### 3. Deformationen bei lokaler Belastung

#### 3.1. Grundlagen

Wird ein Material durch einen härteren (idealisiert: nicht deformierbaren) Indenter belastet, so kommt es zu lokalen Deformationen. Das Maß für den Materialwiderstand gegen eine derartige Deformation ist der mittlere Kontaktdruck  $p_m$ , der sich als Quotient der belastenden Kraft  $F$  und der projizierten Kontaktfläche  $A_{proj}$  ergibt:

$$p_m = \frac{F}{A_{proj}} \quad (3.1-1)$$

Dieser Druck besteht in jedem Moment des Kontaktes zwischen Indenter und Probe. Der maximal erreichbare Druck wird durch die Plastizitäts- bzw. Fließgrenze des Materials bestimmt, die durch eine Fließbedingung beschrieben werden kann. Diese gibt an, wann ein plastischer Zustand erreicht oder verlassen wird und kennzeichnet den Übergang vom elastischen zum plastischen Zustand. Die maximal erreichbare Materialbeanspruchung  $p_{max}$ , die durch die Scherfestigkeit bestimmt wird, ist zur Härte proportional. Sie ist materialspezifisch und so zur Eigenschaftscharakterisierung geeignet. Für die Härte  $H$  gilt:

$$p_{max} \sim H = \frac{F}{A_K} \quad (3.1-2)$$

wobei  $F$  die den Indenter belastende Kraft und  $A_K$  die Größe der realen Kontaktfläche ist. Die Härte ist zur Fließspannung proportional.

Bei der konventionellen Härtemessung wird  $A_K$  aus Gl.(3.1-2) aus dem bleibenden Eindruck nach der Entlastung ausgewertet. Dabei bleibt der elastische Anteil am Eindringwiderstand unberücksichtigt. Bei modernen Härteprüfverfahren (Universalhärteprüfung, Kap.4) werden die Kraft  $F$  und die Eindringtiefe  $h$  unter Last gemessen, wodurch elastische Anteile Berücksichtigung finden, was der realen Beanspruchung näher kommt. Der Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang läßt sich derzeit im wesentlichen nur durch empirische Ansätze beschreiben, da eine exakte Theorie nur für ideal elastische Deformationen existiert.

## 3.2. Deformationsanteile

### 3.2.1. Elastische Deformation

Die Lösung für das Kontaktproblem sich berührender elastischer Körper ist zuerst H.HERTZ [3.1] 1881 gelungen. Danach gilt allgemein und unabhängig von der Form der Körper

$$F = C_{EG} h_{el}^{3/2} \quad (3.2-1)$$

wobei  $F$  die pressende Kraft und  $h_{el}$  die Annäherung der Körper ist. Für Indentereindruckexperimente entspricht  $h_{el}$  dem elastischen Eindringtiefenanteil. Der Vorfaktor  $C_{EG}$  in Gl.(3.2-1) enthält sowohl elastische Parameter der sich berührenden Körper als auch die Körpergeometrie beschreibende Größen. Die Beziehung (3.2-1) ist nur dann gültig, wenn das Berührungsgebiet als eben angenommen wird. Diese Annahme trifft für Körper zu, bei denen sich die elastischen Konstanten nur unwesentlich unterscheiden. Für stark differierende elastische Eigenschaften gilt Gl.(3.2-1) nur für sehr kleine Annäherungen. Die Bestimmung von  $C_{EG}$  ist zur Abschätzung der elastischen Deformationsanteile bei Eindruckversuchen von entscheidender Bedeutung.

Für die elastische Deformation zweier sich berührender Kugeln wird in [3.2]

$$h_{el} = F^{2/3} \left[ \frac{3}{4E_r} \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)^{1/2} \right]^{2/3} \quad (3.2-2)$$

angegeben. Hierbei sind  $R_1$  und  $R_2$  die Kugelradien und  $E_r$  ist der reduzierte Elastizitätsmodul, der durch

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (3.2-3)$$

gegeben ist, wobei  $\nu_i$  und  $E_i$  die Poissonzahlen bzw. die Elastizitätsmoduln der Kugelmaterialien sind. Durch entsprechende Umstellungen von Gl.(3.2-2) nach  $F$

$$F = \frac{4}{3} E_r \left( \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} \right)^{1/2} h_{el}^{3/2} \quad (3.2-4)$$

wird  $C_{EG}$  für diesen speziellen Berührungsfall ablesbar. Für den Übergang  $R_2 \rightarrow \infty$  in Gl.(3.2-2) ergibt sich der entsprechende Zusammenhang für den Fall, daß eine Kugel einen unendlich ausgedehnten elastischen Halbraum mit ebener Begrenzung belastet (siehe auch [3.3]):

$$F = \frac{4}{3} E_r R^{1/2} h_{el}^{3/2} \quad (3.2-5)$$

In diesem Fall ist  $C_{EG}=4/3E_rR^{1/2}$  eine Konstante. Für Körper mit anderen geometrischen Verhältnissen kann der Vorfaktor  $C_{EG}$  selbst von der elastischen Annäherung  $h_{el}$  abhängen. Der Zusammenhang zwischen  $F$  und  $h_{el}$  kann daher allgemeiner durch

$$F = \alpha h_{el}^\gamma \quad (3.2-6)$$

dargestellt werden, wobei der Exponent  $\gamma$  von der Geometrie der Körper abhängt. Für den Fall der Belastung mit einem flachen Stempel ist  $\gamma=1$ , für Belastungen mit Kugeln und Paraboloiden gilt  $\gamma=3/2$  (siehe Gl. (3.2-5)) und für konische Indenter ist  $\gamma = 2$  [3.4, 3.5].

In [3.2] wird für den Fall des Kugeleindrucks auch der Zusammenhang zwischen Berührungsfläche und der belastenden Kraft in der Form

$$a = \left( \frac{3 R}{4 E_r} \right)^{1/3} F^{1/3} \quad (3.2-7)$$

angegeben, wobei  $a$  der Radius des wiederum als eben betrachteten Berührungsgebietes ist.

Für die Berührungsfläche  $A$  ergibt sich damit:

$$A = \pi a^2 = \pi \left( \frac{3 R}{4 E_r} \right)^{2/3} F^{2/3} \quad (3.2-8)$$

Durch Elimination von  $R$  mit Gl.(3.2-5) in Gl.(3.2-8) ergibt sich:

$$h_{el} = \frac{3 \sqrt{\pi}}{4 E_r} \frac{F}{\sqrt{A}} \quad (3.2-9)$$

Im folgenden wird das Berührungsgebiet auch als nicht eben betrachtet, was den realen Bedingungen bei Eindruckexperimenten entspricht. Für kugelförmige Indenter, bei denen die Berührungsfläche  $A \sim h$  ist, ergibt sich der Zusammenhang (3.2-1), der auch durch PAGE u.a.

[3.6] an  $Al_2O_3$ - und  $SiC$ -Einkristallen bestätigt wurde.

Für konische Indenter oder Indenterpyramiden, für die  $A \sim h^2$  ist, ergibt sich

$$F = C_{EG}^* h_{el}^2 \quad (3.2-10)$$

wobei  $C_{EG}^*$  wiederum elastische und geometrische Konstanten enthält. SNEDDON [3.4, 3.5] gibt für konische Indenter

$$F = \frac{2}{\pi} E_r \tan(\Theta) h_{el}^2 \quad (3.2-11)$$

an, mit  $E_r$  aus Gl.(3.2-3) und  $\Theta$  als halbem Öffnungswinkel des Konus. Für geometrisch ähnliche Eindruckkörper kann bei rein elastische Verformung

$$F = C_G^* E_r h_{el}^2 \quad (3.2-12)$$

aufgestellt werden, wobei  $C_G^*$  nur noch von der Indentergeometrie abhängt. Für einen Pyramidenindenter mit einer Dreiecksgrundfläche wurde Gl.(3.2-12) durch MURAKAMI u.a. [3.7] an Glas bestätigt.

### 3.2.2. Plastische Deformation

Deformationen mit bleibender Formänderung heißen plastisch. Im Gegensatz zu elastischen Deformationen, bei denen die bestehende Anordnung der Atome bzw. Molekülsegmente des festen Körpers unverändert bleibt, werden bei plastischen Deformationen Bindungen aufgebrochen und neue eingegangen. Ein fester Körper beginnt sich plastisch zu verformen, wenn die Spannung eine Fließbedingung erfüllt, womit das Überschreiten einer kritischen, von der Beanspruchungsart abhängigen Fließspannung  $\sigma_v$  verbunden ist. Das grundsätzliche physikalische Problem der Plastizität liegt in der Bestimmung der Fließbedingung. Für isotropes und anisotropes Material werden in der Literatur verschiedene Fließbedingungen angegeben. Da hier nur die Deformation von isotropen Materialien untersucht wird, sollen nur zwei entsprechende Fließkriterien erwähnt werden.

Die HUBER-MISESSche ist eine reguläre Fließbedingung:

$$2 \sigma_v^2 = (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 \quad (3.2-13)$$

wobei  $\sigma_i$  die Hauptspannungen im Spannungsraum sind [3.8]. Für Gl.(3.2-13) werden folgende Voraussetzungen gemacht [3.9]: Die Fließbedingung ist unabhängig von der Belastungsvorgeschichte im elastischen Bereich und unbeeinflusst von der Formänderung. Unter diesen Bedingungen gilt auch das TRESCAsche Fließkriterium [3.8]

$$\sigma_v = \sigma_1 - \sigma_3 \quad (3.2-14)$$

wobei  $\sigma_1$  die maximale und  $\sigma_3$  die minimale Hauptspannung sind.

Bei einer lokalen Deformation durch einen Indenter äußert sich die plastische Verformung durch die Existenz eines beobachtbaren bleibenden Eindrucks nach der Entlastung. Dabei müssen nach SAMUELS und MULHEARN [3.10] bzw. MULHEARN [3.11] zwei prinzipiell

verschiedene Deformationsmechanismen unterschieden werden. Bei "scharfen" Indentern (kleiner Öffnungswinkel) dominieren Gleitprozesse, während sich bei "stumpfen" Indentern (großer Öffnungswinkel) im Material eine annähernd halbkugelförmige plastische Zone herausbildet. Hier ist nur der letztere Fall von Interesse, da alle Härteeindrücke mit einer Vickers-Pyramide (Flächenöffnungswinkel  $136^\circ$ , siehe Kap.4) durchgeführt wurden.

Nach dem "expanding cavity model" [3.12] ist das Verhältnis aus Radius der plastischen Zone  $R_{pl}$  und der Eindringtiefe  $h_{pl}$  konstant und wird durch die Materialsprödigkeit, dem Verhältnis aus Elastizitätsmodul  $E$  und der Härte  $H$ , und die Indentergeometrie bestimmt:

$$\frac{R_{pl}}{h_{pl}} = k \sim \left( \frac{E}{H} \right)^{1/2} \cot^{1/3} \Theta \quad (3.2-15)$$

Hierbei ist  $\Theta$  wieder der halbe Indenteröffnungswinkel. Dies ergibt sich unmittelbar aus dem KICKSchen Prinzip der geometrischen Ähnlichkeit [3.13]. Das bedeutet, daß bei rein plastischem Kontakt der mittlere Druck unter einem "stumpfen", konischen Indenter unabhängig von der Belastung und der Eindruckgröße ist [3.14]. Wegen Gl.(3.1-1) folgt daraus auch für plastische Deformationen durch Indenterbelastung

$$F = C_{PG}^* h_{pl}^2 \quad (3.2-16)$$

Die Größe der Konstanten  $C_{PG}^*$  hängt von der Indentergeometrie und von der Fließspannung des Materials ab.

### 3.2.3. Elastoplastische Deformation

Bei realen Formänderungsvorgängen ist eine plastische Deformation stets von einer elastischen überlagert, so daß sich die Gesamtdeformation als Summe der Anteile ergibt [3.15]

$$\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{pl} \quad (3.2-17)$$

was einer Reihenanzordnung entsprechender rheologischer Modellkörper entspricht.

Für Eindruckexperimente kann daraus geschlossen werden, daß sich während des Belastungsvorgangs bei elastoplastischen Materialien die Gesamteindringtiefe auch additiv aus einem elastischen und einem plastischen Anteil zusammensetzt:

$$h = h_{el} + h_{pl} \quad (3.2-18)$$

Aus den Gln.(3.2-10) und (3.2-16) folgt damit für stumpfe konische Indenter

$$F = C_{EP} h^2 \quad (3.2-19)$$

mit

$$C_{EP} = \left( \frac{1}{\sqrt{C_{EG}^*}} + \frac{1}{\sqrt{C_{PG}^*}} \right)^{-2} \quad (3.2-20)$$

Auf dieser Vorstellung beruht das Modell eines elastoplastischen Eindrucks von LOUBET u.a. [3.16], das durch die Abb.3.-1 illustriert wird. Die elastische Eindringtiefe entspricht danach der eines flachen Stempels mit einer Berührungsfläche  $A=\pi a^2$  (mit variablem Kontaktradius  $a$ ), die der projizierten Kontaktfläche  $A_{pr}$  des Indenters entspricht.

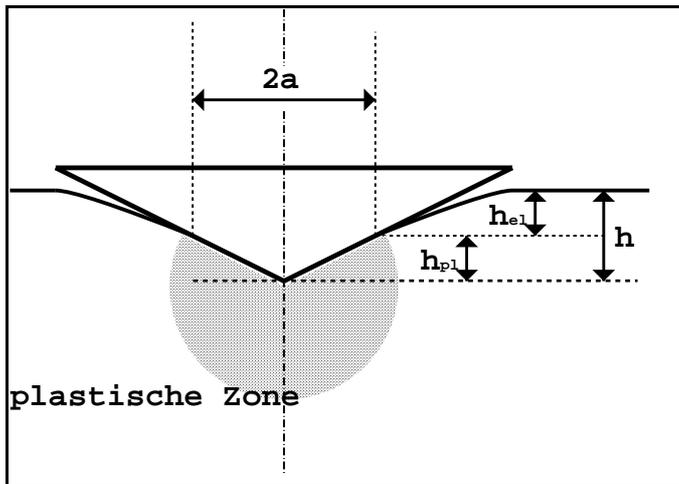


Abb. 3.-1: Elastoplastisches Eindrucksmodell nach [3.16]

gilt

Für einen flachen Stempel gilt nach SNEDDON [3.4] der Zusammenhang zwischen Kontaktfläche und der belastenden Kraft:

$$F = \frac{2 E_r}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_{pr}} h_{el} \quad (3.2-21)$$

mit  $E_r$  aus Gl.(3.2-3). Die Stempelkontaktfläche wird hier der projizierten Indenterkontaktfläche gleichgesetzt  $A_{pr}=\pi a^2$ . Für die Kontaktfläche

$$A_K = c h_{pl}^2 \quad (3.2-22)$$

wobei  $c$  die Indentergeometriekonstante ist. Mit einem Flächenverhältnis zwischen Kontakt- und projizierter Kontaktfläche  $\kappa=A_K/A_{pr}$  ergibt sich für den Zusammenhang aus Kraft und Gesamteindringtiefe durch Einsetzen der Gln.(3.2-21) und (3.2-22) in die Gln.(3.2-18) und (3.1-2):

$$F = \left( \frac{\sqrt{\pi \kappa H}}{2 E_r} + \frac{1}{\sqrt{c H}} \right)^{-2} h^2 \quad (3.2-23)$$

Für stumpfe konische Indenter ist  $\kappa$  eine Konstante. Für eine konstante Härte  $H$  ergibt sich in diesem Fall die Konstante  $C_{EP}$  aus Gl. (3.2-19).

Für die Entlastung, bei der nur der elastische Deformationsanteil zurückfedert, würde sich bei

konstanter Kontaktfläche nach Gl.(3.2-9) ein linearer Zusammenhang zwischen Kraft und rückfedernder Eindringtiefe ergeben. Untersuchungen von DOERNER und NIX [3.17] ergaben jedoch, daß ein solcher Zusammenhang für die von ihnen untersuchten Materialien bestenfalls im ersten Stadium der Entlastung vorliegt. Durch Messungen der Kontaktsteifigkeit  $S$ , mit

$$S = \frac{dF}{dh} \quad (3.2-24)$$

während der Entlastung, fanden OLIVER und PHARR [1.9] jedoch, daß sich bei verschiedenen amorphen und kristallinen Materialien die Kontaktfläche kontinuierlich ändert. Daraus kann abgelesen werden, daß die elastische Eindringtiefe nicht nur aus der Deformation am Eindruckrand besteht, sondern daß der Eindruck seine Form ändert, der Eindrucköffnungswinkel nicht konstant ist und die zur Kontaktfläche gehörende Kontakttiefe elastische Anteile enthält. In [1.9] wird daher vorgeschlagen, einen Härtewert  $H_p$  zu verwenden, der sich aus der zur Kontakttiefe  $h_t$  gehörenden Kontaktfläche ergibt:

$$H_p = \frac{F_{\max}}{c h_t^2} \quad (3.2-25)$$

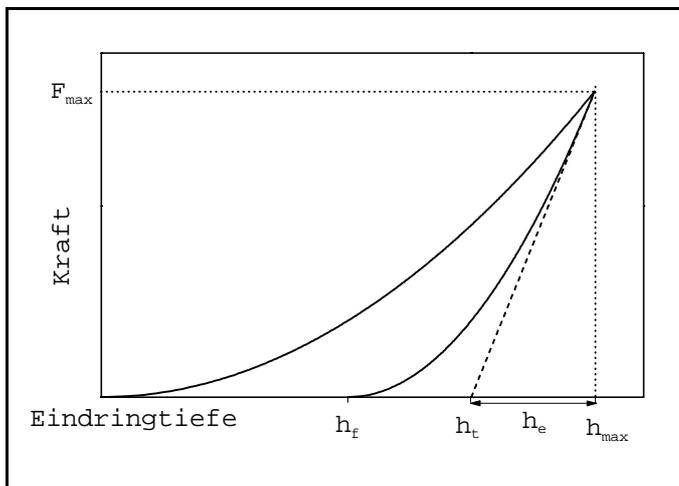


Abb. 3.-2: Schematisierte Kraft-Eindringtiefe-Kurve für Be- und Entlastung für ein elastoplastisches Material

Die Kontakttiefe ist die Differenz zwischen der Gesamteindringtiefe unter Maximallast  $h_{\max}$  und dem zugehörigen elastischen Anteil  $h_e$  (siehe Abb. 3.-2):

$$h_t = h_{\max} - h_e \quad (3.2-26)$$

Die Größe des elastischen Eindringtiefenanteils ist nach [1.9]:

$$h_e = \epsilon_G \frac{F_{\max}}{S_{\max}} \quad (3.2-27)$$

wobei  $S_{\max}$  die Entlastungssteifigkeit

bei maximaler Belastung ist, d.h. unmittelbar zu Beginn des Entlastungsvorgangs:

$$S_{\max} = \left. \frac{dF}{dh} \right|_{\max} \quad (3.2-28)$$

Die indenterabhängige Konstante  $\epsilon_G$  ist ein Maß für die Größe des elastischen Anteils an der Kontakttiefe. Für flache Stempel ist  $\epsilon_G=1$  und für ein Rotationsparaboloid gilt  $\epsilon_G=0,75$ . Die

Untersuchungen experimenteller Entlastungskurven in [1.9] ergaben, daß für konische und pyramidenförmige Indenter  $\epsilon_G=0,72$  gesetzt werden kann.

Durch Einsetzen von Gl.(3.2-27) in Gl.(3.2-26) und dann in Gl.(3.2-25) ergibt sich für dieses Verfahren die Vorschrift zur Berechnung des Härtewertes:

$$H_p = \frac{F_{\max}}{c \left( h_{\max} - \epsilon_G \frac{F_{\max}}{S_{\max}} \right)^2} \quad (3.2-29)$$

Der Zusammenhang zwischen reduziertem Elastizitätsmodul, der Kontaktsteifigkeit  $S_{\max}$  und der Kontaktfläche zu Beginn des Entlastungsvorganges  $A_K=c(h_{\max}-h_e)^2$  wird in [1.9] mit

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S_{\max}}{\sqrt{c} (h_{\max} - h_e)} \quad (3.2-30)$$

angegeben. Wegen der Auswertung der Entlastungskurve wird  $E_r$  häufig auch als Rückfederungsmodul bezeichnet.

#### 3.2.4. Viskoelastische Deformation

Für das lineare Fließverhalten wird von der rheologischen Grundgleichung (2.2-2) für ein NEWTON-Element ausgegangen. Für lokale Deformationen durch einen Indenter wird

$$\sigma = \frac{F}{c h_{fl}^2} \quad (3.2-31)$$

und

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}_{fl}}{h_{fl}} \quad (3.2-32)$$

gesetzt. Hier ist  $h_{fl}$  der Eindringtiefenanteil, der durch Kriech- bzw. Fließvorgänge entsteht.

Mit den Gln.(3.2-31) und (3.2-32) in Gl.(2.2-2) ergibt sich für den Zusammenhang zwischen Kraft und Eindringtiefe

$$F = c \eta \dot{h}_{fl} h_{fl} \quad (3.2-33)$$

mit  $\dot{h}_{fl} = dh_{fl}/dt$  .

## 4. Universalhärtemessungen

### 4.1. Grundlagen

#### 4.1.1. Meßverfahren und Prüfmaschinen

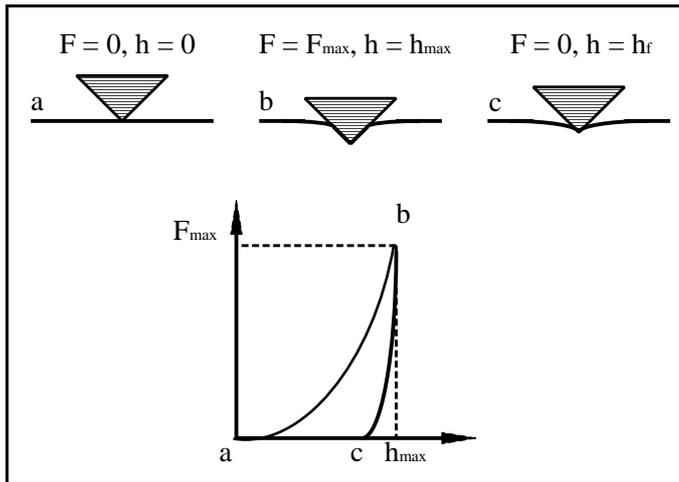


Abb. 4.-1: Schematische Darstellung eines Be- und Entlastungszyklus

- a) Kontaktbeginn
- b) maximale Belastung
- c) 100%ige Entlastung mit Resteindringtiefe  $h_r$

Bei der Universalhärtemessung (registrierende Härtemessung) wird während des gesamten Meßvorgangs die Prüfkraft  $F$ , die Eindringtiefe  $h$  und die Prüfzeit  $t$  kontinuierlich erfaßt.

Eine Einzelmessung enthält immer mindestens einen Be- und Entlastungszyklus und kann durch

Relaxations- und/oder Kriechzyklen

erweitert werden. In Abb. 4.-1 sind die

typische Registrierkurve für eine

Messung mit Be- und Entlastungs-

zyklus und die zugehörigen markanten

Indenterpositionen schematisch dargestellt. In der Tab. 4-1 sind die am häufigsten verwendeten Indenter aufgeführt.

Bei der Universalhärtemessung nach Norm wird immer mit einer Diamantpyramide nach VICKERS gemessen [1.15]. Zwei gegenüberliegende Flächen dieser Pyramide mit quadratischer Grundfläche bilden einen Winkel von  $136^\circ$ . Der Winkel zwischen zwei Pyramidenseitenkanten beträgt damit  $148^\circ$ . Das Verhältnis zwischen Grundflächendiagonalen und zugehöriger Pyramidenhöhe  $d/h$  beträgt

$$d/h = 2 \sqrt{2} \tan 68^\circ \approx 7 \quad (4.1-1)$$

Aus den kontinuierlich erfaßten  $F$ - $h$ -Wertepaaren des Belastungszyklus werden die Universalhärtewerte  $HU$  nach folgender Vorschrift ermittelt:

$$HU = \frac{F}{c h^2}, \quad c = 4 \frac{\tan 68^\circ}{\cos 68^\circ} = 26,43 \quad (\text{VICKERS}) \quad (4.1-2)$$

Bei solchen Messungen werden wegen der Meßfehler (siehe 4.1.2.) erst Härtewerte für  $h \geq h_{\text{lim}} = 200 \text{ nm}$  berücksichtigt [1.15]. Die größte aufzubringende Last bei der Universalhärteprüfung ist in [1.15] mit  $F=2 \text{ N}$  festgelegt.

| <b>Prüfverfahren</b> | <b>Indenter</b>  |
|----------------------|--|
| BERKOVICH            | Diamantpyramide mit gleichseitiger Dreiecksgrundfläche |
| BRINELL              | Stahl- bzw. Hartmetallkugel                            |
| KNOOP                | Diamantpyramide mit rhombischer Grundfläche            |
| ROCKWELL             | Diamantkegel mit abgerundeter Spitze                   |
| VICKERS              | Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche          |

Tab. 4-1: Die wichtigsten Prüfkörper für Härtemessungen

Bei den Härteprüfgeräten müssen prinzipiell zwei Typen unterschieden werden. Beim Load-Step-Typ bzw. soft testing design [4.1] (z.B. NANOINDENTER<sup>®</sup>II, siehe Kap.6) wird der Indenter durch mechanische Gewichtsbelastung schrittweise oder durch elektromagnetische Induktion kontinuierlich in die Probe getrieben. Die belastende Kraft wird hier vorgegeben und i.a. nicht direkt durch eine Kraftmeßdose gemessen. Die Eindringtiefe stellt sich als Reaktion auf die Belastung materialabhängig ein und ist bei diesem Maschinentyp neben der Zeit die einzige Meßgröße. Beim Closed-Loop-Typ bzw. hard testing design [4.1] (z.B. HMO 10R [4.2 - 4.4] und MTS 810 [1.8]) befinden sich Probe und Indenter nach dem Kontakt in einem geschlossenen Kraftkreis nach dem Vorbild konventioneller Materialprüfmaschinen. Hierbei wird die Probe i.a. kontinuierlich gegen den Indenter bewegt, wobei die sich als Widerstand gegen das Eindringen des Indenters einstellende Kraft meßtechnisch erfaßt wird. Außerdem wird die sich als Differenz von Probenverschiebung (oder auch Indenterverschiebung) und Maschinenverformung einstellende Eindringtiefe registriert.

Sowohl die Unterschiede im Prüfablauf entsprechend des Maschinentypes als auch unterschiedliche Maschinencharakteristiken (Meßgenauigkeit, Proben- oder Indenterbewegung) können dazu führen, daß Materialeffekte unterschiedlich stark registriert werden. In Abb.4.-2

sind für je eine Einzelmessung die Kraft-Eindringtiefe-Kurven und die sich mit Gl.(4.1-2) daraus ergebenden Härteverlaufskurven für Messungen an Kupfer mit Maschinen unterschiedlichen Types dargestellt. Die mit HMO 10R (Closed-Loop-Typ) im Anfangsbereich der Belastung registrierten Härteschwankungen sind in ihrer Ausprägung materialabhängige Artefakte der Prüfeinrichtung und werden vom NANOINDENTER®II (Load-Step-Typ) nicht wahrgenommen. Eine Diskussion dieser Effekte erfolgt in [4.5].

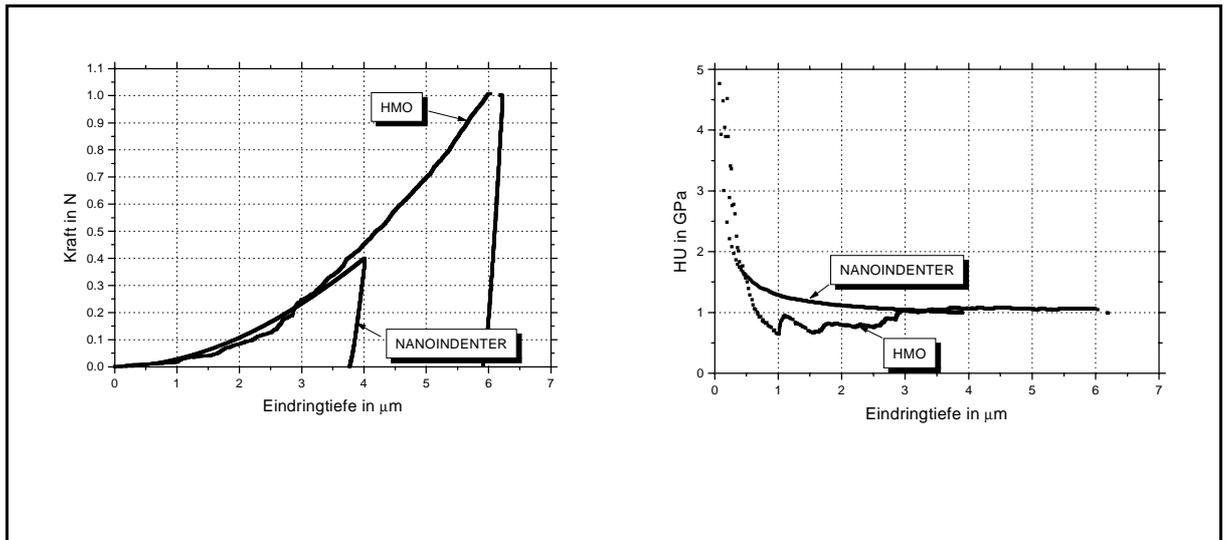


Abb. 4.-2: Darstellung einzelner Kraft-Eindringtiefe-Kurven (linkes Teilbild) und der zugehörigen Härteverlaufskurven (rechtes Teilbild) für Messungen an Kupfer mit dem NANOINDENTER®II und dem HMO 10R

#### 4.1.2. Korrektur meßtechnisch bedingter Fehler

Die Genauigkeit der Bestimmung der Position des Nullpunktes der Last-, Eindringtiefe- und Zeitskala sowie mögliche Abweichungen der Indentergeometrie vom Idealfall beeinflussen die Zuverlässigkeit der Härtewerte besonders im Bereich kleiner Eindringtiefen. Aus Gl.(4.1-2) ergibt sich die Zusammensetzung des relativen Härtewertfehlers aus den relativen Kraft- und Eindringtiefe Fehlern:

$$\frac{\Delta HU}{HU} = \frac{\Delta F}{F} + 2 \frac{\Delta h}{h} \quad (4.1-3)$$

Um das reale Materialverhalten auch im Bereich sehr kleiner Eindringtiefen zu ermitteln, müssen meßtechnisch bedingte Fehler unbedingt eliminiert werden.

#### 4.1.2.1. Nullpunktkorrektur

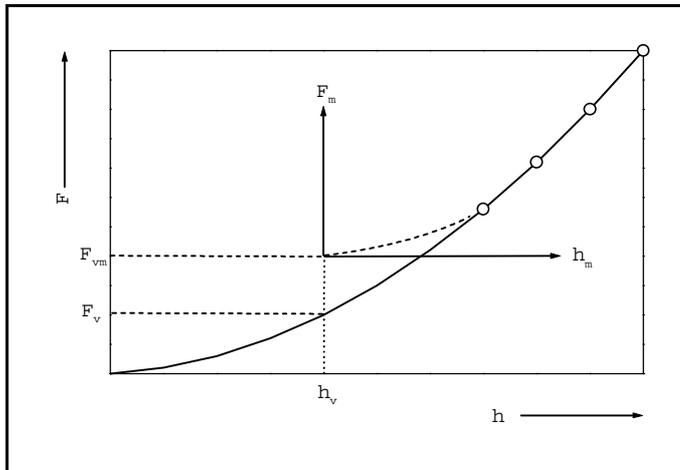


Abb. 4.-3: Schematische Darstellung der ersten Nachkontaktmeßpunkte

In Abb. 4.-3 sind schematisch die ersten Nachkontaktmeßpunkte einer Kraft-Eindringtiefe-Registrierung ( $F_m$ - $h_m$ -Registrierung) dargestellt. Diese Punkte liegen auf der tatsächlichen  $F$ - $h$ -Kurve (durchgezogene Linie). Die durch die Meßgenauigkeit des Systems bestimmte Vorlast  $F_{vm}$  kann von der theoretischen Vorlast  $F_v$  abweichen, was bedeutet, daß die exakte  $F$ - $h$ -Kurve nicht durch den Ursprung des

experimentellen  $F_m$ - $h_m$ -Koordinatensystem verläuft. Die zu  $F_v$  gehörende Eindringtiefe  $h_v$  kann durch Extrapolation der ersten Nachkontaktmeßpunkte gefunden werden [1.3]. Im ersten Schritt werden die Meßpunkte mit einer geeigneten Funktion  $F_m=f(h_m)$  angefitzt. In [1.3] werden die ersten Glieder einer Taylorreihe

$$F_m = a_0 + a_1 h_m + a_2 h_m^2 \quad (4.1-4)$$

verwendet, wobei das Absolutglied  $a_0$  ein Maß für die Genauigkeit der Angabe für  $F_{vm}$  ist. Im zweiten Schritt wird die Funktion (4.1-4) auf den tatsächlichen Nullpunkt bei  $F_m=-F_{vm}$  mit

$$-F_{vm} = f(-h_v) \quad , \quad F_{vm} > 0 \quad , \quad h_v > = 0 \quad (4.1-5)$$

extrapoliert.

Die Parameter  $a_i$  ( $i=0,1,2$ ) der Gl.(4.1-4) werden mit der Methode der minimalen Abweichungsquadrate aus den ersten Nachkontaktmeßpunkten ermittelt. In [4.6] wird empfohlen, alle Meßpunkte in diese Prozedur mit einzubeziehen, für die

$$F_{vm} + \sigma_F \leq F_m \leq F_m + 10 \sigma_F \quad (4.1-6)$$

gilt, wobei  $\sigma_F$  ein Maß für die Unsicherheit der Kraftwertangabe ist.

Aus der Gl.(4.1-4) folgt mit Gl.(4.1-5):

$$h_v = \frac{a_1}{2 a_2} \left( 1 - \sqrt{1 - 4 a_2 \frac{a_0 + F_{vm}}{a_1^2}} \right) \quad (4.1-7)$$

Das Minuszeichen in der Klammer gibt an, daß der erste (größte) Schnittpunkt mit der h-Achse den korrekten Wert für  $h_v$  angibt.

Treten bei der Auswertung nach Gl.(4.1-7) systematisch negative Radikanden auf, muß die Vorgabe für die Meßpunktauswahl überprüft werden. Zum einen müssen für den 3-Parameter-Fit nach Gl.(4.1-4) wegen der statistischen Sicherheit hinreichend viele Punkte einbezogen werden, zum anderen müssen diese Punkte genügend dicht am Kontaktpunkt liegen, damit materialspezifische Funktionsverläufe ausgeschlossen werden können. Das entscheidende Kriterium für diese in [1.3] vorgeschlagene Methode ist die Meßempfindlichkeit und die sich aus der Datenerfassungsrate ergebende Meßpunktdichte im Kontaktbereich des verwendeten Prüfsystems.

Der Fehler  $\Delta h$  in Gl.(4.1-3) für die Eindringtiefenangabe setzt sich aus dem Meßfehler  $\Delta h_m$  und dem Fehler  $\Delta h_v$  der Nullpunktsbestimmungsprozedur zusammen:

$$\Delta h = \Delta h_m + \Delta h_v \quad (4.1-8)$$

Dabei ist  $\Delta h_v$  die Standardabweichung bei der  $h_v$ -Bestimmung nach Gl.(4.1-7). Da die Parameter  $a_i$  nicht voneinander unabhängig sind, sind sowohl die Varianzen  $V(a_i)$  aller Parameter  $a_i$  als auch deren Kovarianzen  $CV(a_i, a_j)$  zu berücksichtigen. Damit ergibt sich (siehe z.B. [4.7])

$$\begin{aligned} \Delta h_v^2 = & \frac{1}{4a_2^2 R^2} V(a_0) + \left( \frac{1}{2a_2} - \frac{a_1}{4a_2^2 R} \right)^2 + \left( -\frac{a_1}{2a_2^2} + \frac{a_1^2 - 2a_2(a_0 + F_{vm})}{4a_2^3 R} \right)^2 V(a_2) + \\ & + \frac{1}{a_2 R} \left( \frac{1}{2a_2} - \frac{a_1}{4a_2^2 R} \right) CV(a_0, a_1) + \frac{1}{a_2 R} \left( -\frac{a_1}{2a_2^2} + \frac{a_1^2 - 2a_2(a_0 + F_{vm})}{4a_2^3 R} \right) CV(a_0, a_2) + \\ & + 2 \left( \frac{1}{a_2} - \frac{a_1}{2a_2^2 R} \right) \left( -\frac{a_1}{2a_2^2} + \frac{a_1^2 - 2a_2(a_0 + F_{vm})}{4a_2^3 R} \right) CV(a_1, a_2) + \frac{1}{4a_2^2 R^2} \sigma_F^2 \end{aligned} \quad (4.1-9)$$

mit der Abkürzung

$$R = \sqrt{\frac{a_1^2}{4a_2^2} - \frac{a_0 + F_{vm}}{a_2}} \quad (4.1-9a)$$

Die Varianzen und Kovarianzen ergeben sich aus der o.g. Fitprozedur nach Gl.(4.1-3). Die Standardabweichung  $\sigma_F$  im letzten Term der Gl.(4.1-9) ist identisch mit der Unsicherheit  $\Delta F$  in Gl.(4.1-3). Wenn das Rauschen des Kraftmeßsystems kleiner als die Digitalisierungsstufe ist, wird  $\Delta F$  maximal die Größe eines halben Digitalabstandes ( $1/2 \Delta F_{digit}$ ) erreichen [1.3]. In

jedem Fall kann  $\sigma_F$  und damit  $\Delta F$  aus der Fitprozedur nach der Methode der kleinsten Abweichungsquadrate für Gl.(4.1-3) gewonnen werden.

#### 4.1.2.2. Berücksichtigung von Indenterspitzenfehlern

Für die Berechnung von Härtewerten nach Gl.(4.1-2) wird durch die Verwendung einer Geometriekonstanten  $c$  von einer idealen Indenterspitze ausgegangen. Herstellungsbedingt bzw. durch Abnutzung weicht die reale Indentergeometrie jedoch stets von der idealen ab [1.4, 4.8-4.10]. In [4.10] werden verschiedene Geometrieabweichungen für Vickerspyramiden behandelt, die in Abb. 4.-4 schematisch dargestellt sind.

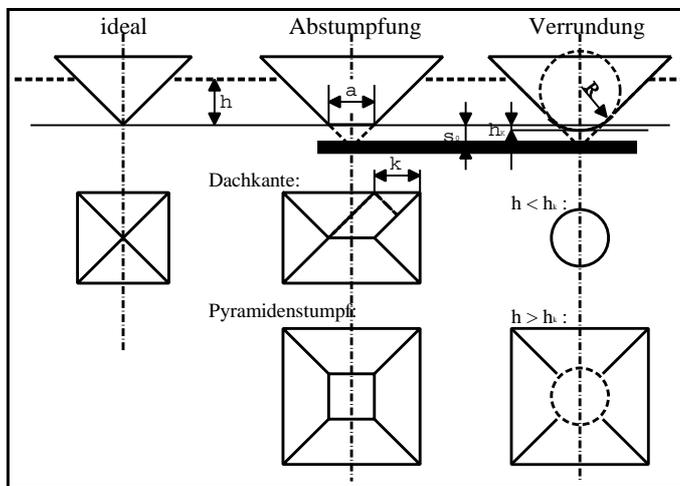


Abb. 4.-4: Schematische Darstellung möglicher Spitzenschädigungen für Vickersindenter

Alle in [4.10] behandelten Varianten für Abweichungen von der Pyramidengeometrie sind Idealisierungen und werden in der Realität so nicht in reiner Form auftreten. Beispielsweise ist ein stetiger Übergang einer Kugelkappe in die Mantelfläche einer Pyramide nur angenähert möglich.

Der Aufwand bei der Bestimmung der tatsächlichen Indentergeometrie sollte gegenüber dem Einfluß nicht fehler-

freier Belastungs- und Eindringtiefenmessung nicht übertrieben werden. Für hochpräzise Prüfmaschinen kann die Geometrie des Indenters durch REM- bzw. AFM-Messungen ermittelt werden (siehe z.B. [4.11] und Kap. 6.3.2.). Jede so ermittelte Flächenfunktion läßt sich in der allgemeinen Form

$$A_{\text{real}} = c \sum_{i=1}^p \alpha_i h^i \quad (4.1-10)$$

beschreiben [4.12], wobei sich der Startwert  $i=1$  aus der Forderung  $A_{\text{real}}(h \rightarrow 0) \rightarrow 0$  für reale Berührungen ergibt. Der Grad  $p$  des Polynoms sollte nicht höher gewählt werden, als es die Meßgenauigkeit der Härteprüfmaschine erfordert.

## 4.2. Der Indentation Size Effect (ISE)

Die Universalhärte  $H_U$  ist nur dann eine von den Meßgrößen Last  $F$  und Eindringtiefe  $h$  unabhängige Materialgröße, wenn entsprechend dem KICKschen Ähnlichkeitsprinzip [3.13] zu jedem Zeitpunkt des Kontaktes zwischen Indenter und Material während des Belastungsvorgangs  $F \sim h^2$  gilt. Schon mit dem konventionellen Meßverfahren wurde jedoch eine Abhängigkeit der Härtewerte von der Last und mithin von der Eindringtiefe unabhängig von der Geometrie des Indenters festgestellt. Diese Härtezunahme mit kleiner werdender Eindruckdimension wurde in Analogie zu anderen Gebieten der Physik als Maßstabseffekt betrachtet, weswegen sich die Bezeichnung Indentation Size Effect (ISE) nach [1.2] einbürgerte. Die Ursachen des ISE wurden ursprünglich mit Eigenschaften in Verbindung gebracht, deren Einfluß sich mit der Eindruckgröße ändert, wie es z.B. bei Schicht-Substrat- bzw. Korn-Matrix-Härteunterschieden der Fall ist.

Mit der enormen Zunahme der Empfindlichkeit der Kraft- bzw. Eindringtiefmessung bis in den  $\mu\text{N}$ - bzw.  $\text{nm}$ -Bereich, wird der ISE verstärkt wahrgenommen. Obwohl in den damit genauer untersuchbaren oberflächennahen Bereichen die Genauigkeit der Nullpunktbestimmung und die reale Indentergeometrie großen Einfluß auf die Härtewerte und somit auch auf die Registrierung des ISE haben, ist die Hinzunahme solcher methodischer Unzulänglichkeiten zur Erklärung des ISE unzureichend, da solche Fehler prinzipiell beherrschbar sind und somit eliminiert werden können ([1.3, 4.10]).

In Abb. 4.-5 sind beispielhaft die Härteverlaufskurven nach der Nullpunktkorrektur (Kap. 4.1.2.1.) von je einer Einzelmessung an optischem Glas BK7 und Tafelglas sowie an dem Polymer PMMA dargestellt. Alle abgebildeten Messungen wurden mit der eigenentwickelten Härteprüfmaschine HMO 10R ( $\Delta F_{\text{digit}}=0,5\text{mN}$ ,  $\Delta h_{\text{digit}}=2,5\text{nm}$ ) [4.2-4.4] mit einer Tischgeschwindigkeit von  $v_T=10\mu\text{m}/\text{min}$  ( $v_T=166,7\text{nm}/\text{s}$ ) durchgeführt. Dabei wurde ein und derselbe Vickersindenter benutzt, für den vor den Eindruckexperimenten durch REM-Abbildungen ein mittlerer Spitzenverrundungsradius von  $R \approx 3\mu\text{m}$  abgeschätzt wurde. Für eine Verrundung, bei der davon ausgegangen wird, daß die Mantelfläche der Kugelkalotte ohne Stufe und mit gleicher Neigung in die Mantelfläche der Pyramide übergeht, wird in [4.10] als reale Fläche

$$\begin{aligned} A_r &= 26,43 (0,238 R h) & \text{für } h < 0,0728 R \\ A_r &= 26,43 (0,000573 R^2 + 0,157 R h + h^2) & \text{für } h \geq 0,0728 R \end{aligned} \quad (4.2-1)$$

angegeben. Eine dadurch erzeugte Flächenfunktion wurde mit Gl.(4.1-10) für  $p=2$  bis  $2\mu\text{m}$

angefittet, woraus die Parameter

$$\begin{aligned}\alpha_1 &= 0,483 \text{ } \mu\text{m} \\ \alpha_2 &= 0,995\end{aligned}\tag{4.2-2}$$

ermittelt wurden.

In Abb. 4.-5 sind nun die Werte für HU nach Gl.(4.1-2) (geschlossene Symbole), bei denen eine ideale Indentergeometrie zugrundegelegt wurde, den Härtewerten  $H_A$  (offene Symbole) mit

$$H_A = \frac{F}{A_{\text{real}}(h)}\tag{4.2-3}$$

gegenübergestellt, bei denen die reale Kontaktfläche nach Gl.(4.1-10) berücksichtigt wurde.

Die fast vollständige Eindringtiefenunabhängigkeit der  $H_A$ -Werte für BK7 (Abb. 4.-5a) nach der Berücksichtigung einer realen Indenterfläche ist eher zufällig und kann für Tafelglas nicht beobachtet werden, obwohl die Härtewerte dieselbe Größenordnung haben. Bei PMMA (Abb. 4.-5b) wird der ISE durch die Verwendung der Indenterflächenfunktion gegenüber der idealen Pyramide kaum beeinflusst. Es läßt sich auch hieraus zwingend ableiten, daß der ISE ein materialbedingter Effekt ist, der nicht durch Unzulänglichkeiten der Messung bedingt ist (siehe auch [4.4]).

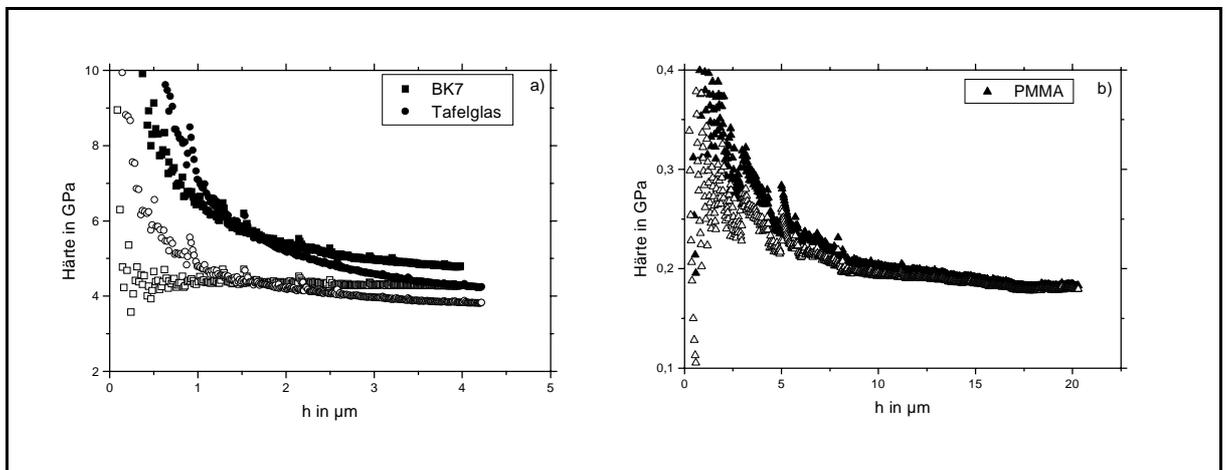


Abb. 4.-5: Härteverlaufskurven für HU nach Gl.(4.1-2) (geschlossene Symbole) und für  $H_A$  nach Gl.(4.2-3) (offene Symbole) zur Demonstration des ISE für BK7 und Tafelglas (a) sowie für PMMA (b)

Zur Beschreibung des ISE existieren verschiedene Ansätze, von denen hier beispielhaft einige behandelt werden. Alle diese Ansätze lassen sich allgemein in der Form

$$F(h) = A(h) \cdot H(h)\tag{4.2-4}$$

darstellen, bei dem Material- ( $H(h)$ ) und Methodeneinflüsse ( $A(h)$ ) getrennt behandelt werden.

Hierbei wird der Härteeindringversuch durch die Kraft  $F$  definiert, die sich als Widerstand des Materials gegen das Eindringen des Indenters einstellt, was der ursprünglichen Definition der Härte durch MARTENS [1.1] entspricht. An die Materialfunktion  $H(h)$  sind folgende Anforderungen zu stellen:

$$\lim_{h \rightarrow 0} H(h) = H_0 = \text{const.} \quad (4.2-4a)$$

$$\lim_{h \rightarrow \infty} H(h) = H_V = \text{const.} > 0$$

Für vermeintlich härtehomogene Materialien wurde experimentell bisher stets  $H_0 > H_V$  gefunden.

#### 4.2.1. Das MEYERsche Potenzgesetz

Schon bei konventionellen Eindruckversuchen nach VICKERS wurde eine Abhängigkeit der Härtewerte von der Last festgestellt (z.B. [4.13]), was eine Abweichung vom KICKSchen Ähnlichkeitsprinzip [3.13] (vgl. 3.2.2.), wonach  $F \sim h^2$  gilt, bedeutet. Diese Abweichung läßt sich formal durch einen Potenzansatz beschreiben:

$$F(h) = a \cdot h^n \quad (4.2-5)$$

In Anlehnung an die Verwendung einer solchen Potenzabhängigkeit zur Auswertung von Kugeleindruckversuchen an Metallen durch MEYER [4.14] im Jahre 1908, wird Gl.(4.2-5) verbreitet als MEYERsches Potenzgesetz bezeichnet. Allerdings verwendet MEYER eine Proportionalität  $F \sim (d/D)^n$ , wobei  $D$  der Durchmesser der verwendeten Prüfkugel und  $d$  der Durchmesser des Kugeleindrucks ist. Für diesen Fall ist der Exponent stets  $n > 2$  und macht eine Aussage über den Kaltverfestigungszustand des Metalls.

Für Vickerseindrücke gilt für Gl.(4.2-5) prinzipiell  $n < 2$ . Die Größe der Abweichung von  $n=2$  ist ein Maß für die Stärke des ISE. In diesem Sinne ist die Bedeutung des Exponenten  $n$  für Kugeleindruck- und Vickershärteuntersuchungen nicht miteinander vergleichbar.

Als Materialfunktion gemäß Gl.(4.2-4) ergibt sich für den MEYER-Ansatz mit Gl.(4.2-5)

$$H(h) = \frac{a}{A(h)} h^n \quad (4.2-6a)$$

als allgemeine Darstellung bzw.

$$H(h) = \frac{a}{c} h^{n-2} \quad (4.2-6b)$$

für vernachlässigbar kleine Indenterspitzenbeschädigungen.

Für keine der Flächenfunktionen, die durch Gl.(4.1-10) gegeben sind, erfüllt Gl.(4.2-6a) für  $n \neq 2$  die Forderung von Gl.(4.2-4a). Für  $n=2$  ergibt sich  $H(h \rightarrow \infty) \rightarrow ca/\alpha_2$ , wenn für die Flächenfunktion  $p=2$  in Gl.(4.1-10) gewählt wird. Für  $n < 2$  konvergiert  $H(h \rightarrow \infty) \rightarrow 0$ .

Bei Unterstellung einer idealen Indenterspitze (dann gilt für den MEYER-Ansatz die Gl.(4.2-6b)) ist nur für  $n=2$  (also bei Erfüllung der KICKschen Ähnlichkeitsbedingung) die Forderung aus Gl.(4.2-4a) mit  $H_0=H_V=a/c$  erfüllt. Bei  $n < 2$  konvergiert  $H(h \rightarrow 0) \rightarrow \infty$  bzw.  $H(h \rightarrow \infty) \rightarrow 0$ .

#### 4.2.2. Der BERNHARDT-Ansatz

Eine weitere Möglichkeit, den ISE zu beschreiben, ist die Formulierung des Kraftgesetzes als Potenzreihe [4.3]:

$$F(h) = C_1 h + C_2 h^2 \quad (4.2-7)$$

Dieser Ansatz wurde von BERNHARDT [4.15] bereits 1941 zur Auswertung konventioneller Härtemessungen vorgeschlagen. Die Aufteilung der Kraft wird mit unterschiedlichen Arten der durch die Kraft zu leistenden Arbeit interpretiert. Der lineare Term steht für die Arbeit, die zur Oberflächenvergrößerung zu leisten ist. Der quadratische Term entspricht dem KICKschen Ähnlichkeitsprinzip und repräsentiert die Volumenarbeit, die bei plastischen Materialdeformationen zu leisten ist.

Für den BERNHARDT-Ansatz ergibt sich mit Gl.(4.2-7) gemäß Gl.(4.2-4):

$$H(h) = \frac{C_1}{A(h)} h + \frac{C_2}{A(h)} h^2 \quad (4.2-8a)$$

Bei Zugrundelegung einer idealen Indenterspitze ergibt sich:

$$H(h) = \frac{C_1}{c} \frac{1}{h} + \frac{C_2}{c} \quad (4.2-8b)$$

Bei Verwendung einer Flächenfunktion gemäß Gl.(4.1-10) vom Grad  $p=2$  erfüllt Gl.(4.2-8a) die Forderungen der Gl.(4.2-4a) mit  $H(h \rightarrow 0) \rightarrow C_1/(c\alpha_1)$  und  $H(h \rightarrow \infty) \rightarrow C_2/(c\alpha_2)$ . Für  $p > 2$  wird wegen  $H(h \rightarrow \infty) \rightarrow 0$  die Forderung nicht mehr erfüllt, wobei jedoch immer  $H(h \rightarrow 0) \rightarrow C_1/(c\alpha_1)$  gilt. Wegen  $H(h \rightarrow 0) \rightarrow \infty$  wird Gl(4.2-4a) durch Gl.(4.2-8b) stets verletzt.

### 4.2.3. Der Arcustangens-Ansatz

Die Beschreibung des ISE kann prinzipiell auch durch einen direkten Ansatz für die Materialfunktion  $H(h)$  erfolgen [4.4, 4.16]. Es wird dabei davon ausgegangen, dass alle Materialien im oberflächennahen Bereich ein anderes Härteverhalten zeigen als im Volumen. Beim Eindringversuch wird zu Kontaktbeginn ein Oberflächenhärtewert  $H_O$  registriert, der für größer werdende Eindringtiefen gegen einen Volumenwert  $H_V$  (vgl. Gl.(4.2-4a)) konvergiert. Allgemein läßt sich dieser Härteverlauf durch

$$H(h) = H_O - (H_O - H_V) \cdot b(h) \quad (4.2-9)$$

beschreiben [4.17]. Gleichwertig mit der Forderung der Gl.(4.2-4a) muß die Übergangsfunktion  $b(h)$  folgende Eigenschaften haben:

$$b(h \rightarrow 0) = 0 \quad (4.2-9a)$$

$$b(h \rightarrow \infty) = 1$$

Es gibt viele Funktionen  $f(x)$ , die diese Eigenschaften erfüllen. Beispielhaft seien hier

$$f(x) = \frac{x}{1 + x} \quad (4.2-10a)$$

$$f(x) = 1 - e^{-x} \quad (4.2-10b)$$

$$f(x) = \frac{2}{\pi} \arctan(x) \quad (4.2-10c)$$

aufgeführt [4.16]. In Abb. 4.-6 sind diese Übergangsfunktionen dargestellt. Sie unterscheiden sich in ihrem Übergangsverhalten.

In Anlehnung an die mathematische Simulation von Stufenprofilen [4.18] wird die Arcustangensfunktion Gl.(4.2-10c) auch erfolgreich zur Beschreibung von Härteprofilen verschiedener Schicht-Substrat-Systeme verwendet [4.19, 4.20]. Für  $x=1$  ist für die Gln.(4.2-10a) und (4.2-10c)  $f(x=1)=0.5$ . Für eine Materialfunktion mit Gl.(4.2-10c) wird daher

$$H(h) = H_O - (H_O - H_V) \frac{2}{\pi} \arctan \left( \frac{h}{t_h} \right) \quad (4.2-11)$$

angesetzt, wobei  $t_h$  als Halbwertstiefe bezeichnet wird, für die  $H(h=t_h)=1/2(H_O+H_V)$  gilt.

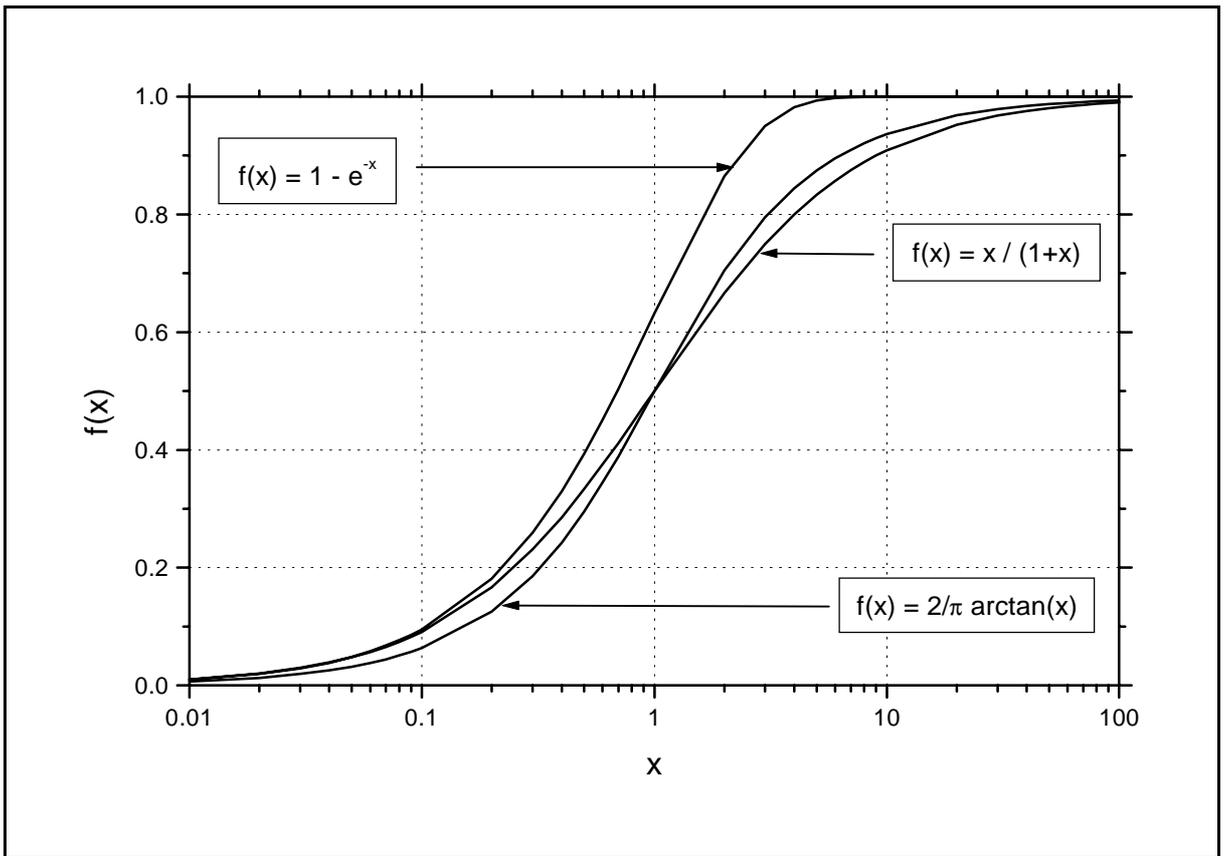


Abb. 4.-6: Mögliche Profilfunktionen, die die Eigenschaften der Gl.(4.2-9a) besitzen

#### 4.2.4. Vergleich der Ansätze

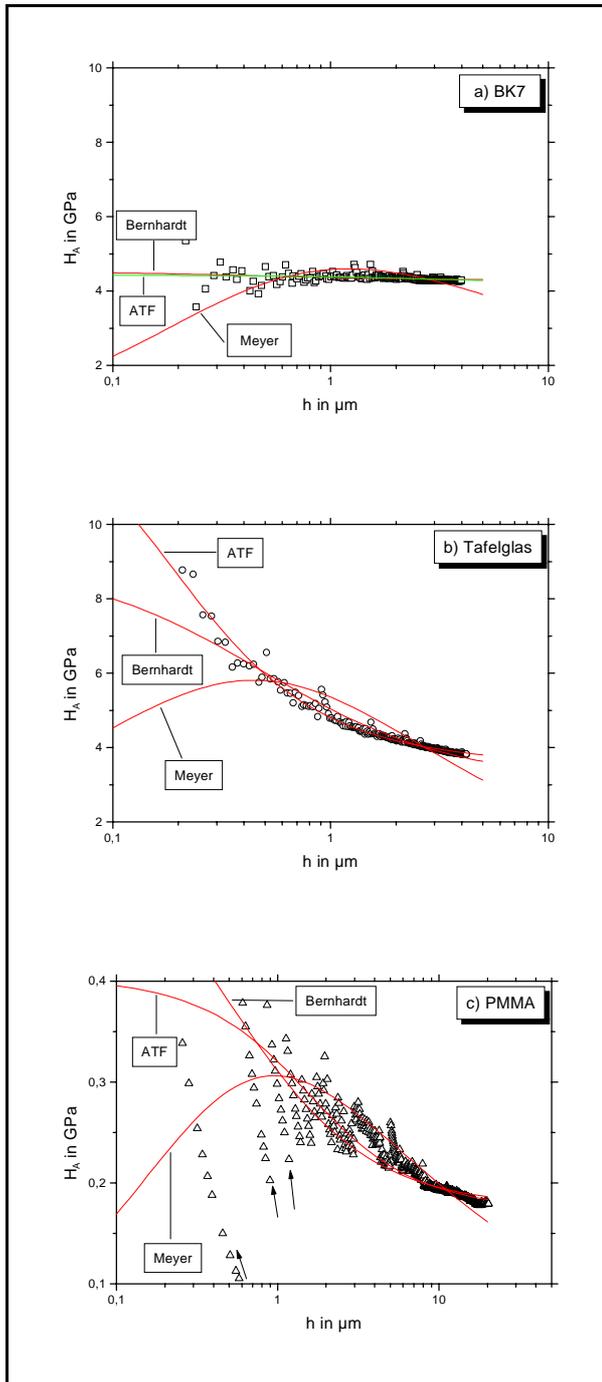


Abb. 4.-7: Darstellung der Fitkurven für verschiedene Ansätze zur Beschreibung des ISE und der nullpunkt- und flächenkorrigierten Härtemessdaten

Alle in Kap. 4.2. behandelten Ansätze zur Beschreibung des ISE sind phänomenologisch. Das MEYERsche Potenzgesetz und der BERNHARDT-Ansatz verwenden zwei Parameter, während der Arcustangens-Ansatz drei Parameter benutzt, woraus zwangsläufig eine bessere Anpassung an experimentelle Daten folgt. Das Kriterium für die Anwendbarkeit der Ansätze ist durch Gl.(4.2-4a) vorgegeben. Das MEYERsche Potenzgesetz kann diese Forderungen nicht erfüllen. Der BERNHARDT-Ansatz erfüllt diese nur dann, wenn die Materialfunktion  $H(h)$  mit einer Flächenfunktion  $A(h)$  der Form von Gl.(4.1-10) vom Grad  $p=2$  gebildet wird.

Im Gegensatz zum MEYER- und BERNHARDT-Formalismus, bei denen das Kraftgesetz  $F(h)$  aus Gl.(4.2-4) angesetzt wird, wird durch den Arcustangens-Ansatz die Materialfunktion  $H(h)$  direkt beschrieben. Dabei wird die Übergangsfunktion gerade so gewählt, daß die Forderungen der Gl.(4.2-4a) erfüllt werden.

In Abb. 4.-7 sind die Meßpunktfolgen der Härteverläufe  $H_A$  nach Gl.(4.2-3) mit Verwendung einer Flächenfunktion  $A(h)$  (nach Gl.(4.1-10) mit  $p=2$  und Gl.(4.2-2) ) und die

Fitkurven der 3 Ansätze dargestellt. Auf diese Weise wurde der Einfluß möglicher Indenterspitzenfehler bereits vor der Anpassung an die Materialfunktionen eliminiert. Die Ergebnisse

der Fits sind in Tab. 4-2 angegeben. Um den großen Unterschied in der Qualität der Anpassung gerade bei kleineren Eindringtiefen zu demonstrieren, wurde für  $h$  eine logarithmische Skalierung gewählt. Es ist deutlich zu erkennen, daß nur der Arcustangens-Ansatz das Verhalten aller Beispielmaterialien auch für sehr kleine Eindringtiefen beschreiben kann. Die Abb. 4.-7c zeigt außerdem eine besonders für weiche Materialien (starke Eindringtiefezunahme bei relativ geringer Kraftzunahme zu Kontaktbeginn, wie bei PMMA) charakteristische Meßpunktfolge (Pfeile in Abb. 4.-7c). Diese kommt immer dann zustande, wenn ein digitalisierter Kraftwert mit verschiedenen Eindringtiefewerten belegt ist.

| <b>Material</b>                | <b>BK7</b>                                      | <b>Tafelglas</b>                                | <b>PMMA</b>                                     |
|--------------------------------|---|---|---|
| <b>Parameter</b>               |   |   |   |
| <b>MEYER</b>                   |   |   |   |
| a<br>(N/m <sup>n</sup> )       | 3,427 10 <sup>9</sup><br>±2,297 10 <sup>8</sup> | 1,517 10 <sup>8</sup><br>±1,694 10 <sup>7</sup> | 1,125 10 <sup>8</sup><br>±1,164 10 <sup>7</sup> |
| n                              | 1,714<br>±0,0054                                | 1,477<br>±0,0088                                | 1,662<br>±0,009                                 |
| <b>BERNHARDT</b>               |   |   |   |
| C <sub>1</sub><br>(N/m)        | 57961<br>±560,1                                 | 115251<br>±867,7                                | 7510,7<br>±194,3                                |
| C <sub>2</sub> /26,43<br>(GPa) | 4,267<br>±0,013                                 | 3,092<br>±0,019                                 | 0,176<br>±0,002                                 |
| <b>ATF</b>                     |   |   |   |
| H <sub>0</sub><br>(GPa)        | 4,429<br>±0,023                                 | 14,043<br>±0,623                                | 0,405<br>±0,016                                 |
| H <sub>v</sub><br>(GPa)        | 4,213<br>±0,0011                                | 3,554<br>±0,011                                 | 0,172<br>±0,003                                 |
| t <sub>h</sub><br>(µm)         | 2,93<br>±0,67                                   | 0,190<br>±0,014                                 | 1,56<br>±0,22                                   |

Tab. 4-2: Die Parameter der Anpassung für den MEYER-Ansatz nach Gl.(4.2-6a), für den BERNHARDT-Ansatz nach Gl.(4.2-8a) und für den Arcustangens-Ansatz (ATF) nach Gl.(4.2-11)

### 4.3. Fließverhalten und ISE

Bei keinem der in Kap. 4.2. behandelten Ansätze wird das Fließverhalten und damit die Dehnungsratenempfindlichkeit des Materials berücksichtigt. Gerade bei Polymeren aber auch bei Gläsern sind die Härteparameter von der Deformationsgeschwindigkeit abhängig. Die Auswertung kann daher über eine allgemeine Fließgleichung der Form

$$\sigma = b \dot{\epsilon}^m \quad (4.3-1)$$

erfolgen (vgl. Kap. 2.3., Gl.(4.3-1) ist identisch mit Gl.(2.3-1)). Die Härte  $H$  wird dabei mit der Fließspannung  $\sigma$  identifiziert und die Dehnungsrate ist die auf die Eindringtiefe normierte Eindringgeschwindigkeit:

$$\sigma = H \quad , \quad \dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} \quad , \quad \dot{h} = \frac{dh}{dt} \quad (4.3-2)$$

Als Materialfunktion ergibt sich daraus

$$H(h, \dot{h}) = b \left( \frac{\dot{h}}{h} \right)^m \quad (4.3-3)$$

Gemäß Gl.(4.2-4) ergibt sich für den Kraftansatz

$$F(h, \dot{h}) = A(h) b \left( \frac{\dot{h}}{h} \right)^m \quad (4.3-4)$$

bzw.

$$F(h, \dot{h}) = c h^2 b \left( \frac{\dot{h}}{h} \right)^m \quad (4.3-5)$$

wenn von einer idealen VICKERS-Pyramide ausgegangen wird.

Zur experimentellen Untersuchung der Gl.(4.3-1) können verschiedene Belastungsarten für Härteeindruckexperimente vorgegeben werden:

- ① konstante Eindringgeschwindigkeit (cir = constant indentation rate)

$$\dot{h} = \dot{h}_c = \text{const.} \quad (4.3-6a)$$

- ② konstante Belastungsgeschwindigkeit (clr = constant load rate)

$$\dot{F} = \dot{F}_c = \text{const.} \quad (4.3-6b)$$

- ③ veränderliche Eindringgeschwindigkeit, die bei Verwendung einer konstanten Tischgeschwindigkeit bei closed-loop-Maschinen entsteht (vir = variable indentation rate)

$$h = \alpha t^\beta \quad , \quad \dot{h} = \alpha \beta t^{\beta-1} \quad (4.3-6c)$$

- ④ Kriechversuch ( $cl = \text{constant load}$ )

$$F = F_c = \text{const.} \quad (4.3-6d)$$

- ⑤ Relaxationsversuch ( $cd = \text{constant depth}$ )

$$h = h_c = \text{const.} \quad (4.3-6e)$$

Die Lösungen der Gl.(4.3-4) wurden für die verschiedenen Versuchsführungen in [4.21] bereitgestellt. Als Lösungen für alle Abhängigkeiten wurden stets Potenzgesetze gefunden:

$$F(h) = a h^n \quad (4.3-7a)$$

$$F(t) = a' t^{n'} \quad (4.3-7b)$$

$$h(t) = A t^B \quad (4.3-7c)$$

Die Verwendung eines Potenzgesetzes zur Beschreibung der Dehnungsratenabhängigkeit (Gl.(4.3-1)) hat also zwangsläufig Potenzgesetze für alle Abhängigkeiten zwischen den Meßgrößen Kraft, Eindringtiefe und Kontaktzeit zur Folge.

Die Gl.(4.3-7a) ist mit dem MEYERschen Potenzgesetz (Gl.(4.2-5)) identisch. Die Parameter  $a$ ,  $a'$  und  $A$  bzw.  $n$ ,  $n'$  und  $B$  sind durch den Viskositätsfaktor  $b$  und den Dehnungsratenempfindlichkeitsexponenten  $m$  der allgemeinen Fließgleichung Gl.(4.3-1) bestimmt. Die Zusammenhänge dieser Parameter sind als Ergebnisse der theoretischen Ableitung in [4.21] in Tab. 4-3 für die möglichen Belastungsarten ①-③ dargestellt (vgl. auch [1.8]).

Die Konsistenzuntersuchungen in [4.21] und [1.8] haben gezeigt, daß für eine feste Belastungsart die Parameter  $b$  und  $m$  der allgemeinen Fließgleichung aus einem beliebigen Zusammenhang der experimentell zugänglichen Größen (Gl.(4.3-7) und Tab. 4-3) gewonnen werden können.

In [4.21] konnte gezeigt werden, daß der Exponent  $m$  der allgemeinen Fließgleichung (4.3-1) für eine feste Belastungsart unabhängig von der Deformationsgeschwindigkeit konstant ist. Für unterschiedliche Belastungsarten jedoch unterscheidet sich  $m$  signifikant.

Wichtiges Ergebnis der Untersuchungen in [4.21] und [1.8] ist es, daß für dehnungsratenempfindliche Materialien der ISE eine zwangsläufige Folge der spezifischen Methode des Härteeindruckversuches ist. Aus Gl.(4.3-2) ist ersichtlich, daß die Dehnungsrate  $de/dt$  für kleine Eindringtiefen ( $h \rightarrow 0$ ) sehr groß ist. Wenn  $b$  und  $m$  aus Gl.(4.3-1) als Materialkonstanten betrachtet werden, folgt daraus zwingend, daß für die Belastungsarten ①-③ die Härtewerte für

kleinere Eindringtiefen größer werden müssen. Eine über den gesamten Eindringtiefenbereich konstante Härte kann demnach nur mit einer Versuchsführung

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_c = \text{const.} \quad (4.3-8)$$

registriert werden. Aus den Gln.(4.1-2) und (4.3-2) ergibt sich

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{h}}{h} = \frac{1}{2} \left( \frac{\dot{F}}{F} - \frac{H\dot{U}}{HU} \right) \quad (4.3-9)$$

In [4.22] wird von der Annahme ausgegangen, daß  $H\dot{U} \equiv 0$  ist und somit gilt:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{2} \frac{\dot{F}}{F} \quad (4.3-10)$$

Eine Versuchsführung mit  $\dot{F}/F = \text{const.}$  ist mit einem Zusatzmodul mit dem NANOINDENTER<sup>®</sup> II möglich. Damit konnte die Gl.(4.3-10) in [4.22] experimentell bestätigt werden, jedoch nur für Eindringtiefen  $h > 2000\text{nm}$ .

| <b>Belastungsart</b>                               | $F = a h^n$   | $F = a' t^{n'}$                                  | $h = A t^B$  |
|--|---|--|--|
| <b>cir</b><br>$\dot{h} = \dot{h}_c$                | $n = 2 - m$<br>$a = c b \dot{h}_c^m$  | $n' = 2 - m$<br>$a' = c b \dot{h}_c^2$           | $B = 1$<br>$A = \dot{h}_c$   |
| <b>clr</b><br>$\dot{F} = \dot{F}_c$                | $n = \frac{2}{m+1}$<br>$a = (c b)^{\frac{1}{m+1}} \left( \frac{m+1}{2} \dot{F}_c \right)^{\frac{m}{m+1}}$ | $n' = 1$<br>$a' = \dot{F}_c$                     | $B = \frac{m+1}{2}$<br>$A = \left( \frac{\dot{F}_c}{c b} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{2}{m+1} \right)^{\frac{m}{2}}$ |
| <b>vir</b><br>$\dot{h} = \alpha \beta t^{\beta-1}$ | $n = 2 - \frac{m}{\beta}$<br>$a = c b \beta^m \alpha^{\frac{m}{\beta}}$                                   | $n' = 2\beta - m$<br>$a' = c b \beta^m \alpha^2$ | $A = \alpha$<br>$B = \beta$  |

Tab. 4-3: Beziehungen zwischen den Parametern der Gl.(4.3-7) und der allgemeinen Fließgleichung Gl.(4.3-1)

## 5. Rheologische Modellansätze und Überprüfung der physikalischen Relevanz für glasartige Substanzen

### 5.1. Ansätze für die Modellrechnungen

#### 5.1.1. Die Kopplungsvorschriften

Bei Punktbelastungsexperimenten an glasartigen Substanzen treten elastische und viskoplastische Deformationsanteile auf, deren Summe die Gesamtdeformation ergibt. Zur Modellierung kommen daher vorzugsweise und in dieser Arbeit ausschließlich Reihenanordnungen entsprechender rheologischer Körper in Betracht. Die Kräfte werden demnach immer für jeden der rheologischen Körper gleichermaßen wirksam (vgl. Kap. 2):

$$F = F_i \quad (5.1-1)$$

(i = Zahl der rheologischen Körper).

Für die Eindringtiefenanteile werden zwei Kopplungsvorschriften untersucht. In der ersten Kopplungsvorschrift wird analog zum einachsigen Versuch von der Addition der Eindringtiefenanteile ausgegangen:

##### **Kopplung 1** (Symbol "K1")

$$h = \sum_i h_i \quad (5.1-2)$$

Beim einachsigen Zug- oder Druckversuch bleiben die Querschnittsflächen mit der Dehnungsänderung nahezu unverändert. Bei Härteeindruckexperimenten dagegen ist das Eindringen des Indenters, charakterisiert durch die Eindringtiefe  $h$ , verbunden mit einer Vergrößerung der Kontaktfläche, die proportional  $h^2$  ist, so daß in einer zweiten Variante eine Addition von Flächenanteilen untersucht werden soll:

##### **Kopplung 2** (Symbol "K2")

$$h^2 = \sum_i h_i^2 \quad (5.1-3)$$

### 5.1.2. Die untersuchten Modelle

Die Eindringtiefe eines Indenters unter Last setzt sich immer aus reversiblen und irreversiblen Anteilen zusammen. Unter reversiblen werden solche Eindringtiefenanteile verstanden, die sich bei vollständiger Entlastung auch vollständig zurückgebildet haben. Sie werden immer mit elastischer Deformation in Verbindung gebracht und treten unter Belastung immer auf. Die irreversiblen Eindringtiefenanteile dagegen, die nach vollständiger Entlastung erhalten bleiben, können sowohl durch viskose als auch durch plastische Deformations- bzw. durch Verdichtungsprozesse entstehen.

Zur Beschreibung des Materialverhaltens werden in dieser Arbeit zwei rheologische Modelle behandelt. Im Modell 1 wird für Spannungen unterhalb des kritischen Wertes  $\sigma < \sigma_v$  davon ausgegangen, daß sich elastische und newtonsch-viskose Verformungsanteile addieren. Für  $\sigma \geq \sigma_v$  kommt in diesem Modell ein zeitunabhängiger, kraftproportionaler, plastischer Deformationsanteil hinzu:

#### Modell 1 (Symbol "M1")

$\sigma < \sigma_v$  elastische + newtonsch-viskose Verformung

$\sigma \geq \sigma_v$  elastische + newtonsch-viskose + plastische Verformung

Im Modell 2 wird das Material für  $\sigma < \sigma_v$  rein elastisch deformiert. Nach Überschreiten der kritischen Spannung werden plastische und viskose Verformungen gemeinsam durch einen nichtlinearen Ansatz (Gl.(2.3-1)) beschrieben, womit sich die Anzahl der zu addierenden Deformationsanteile gegenüber Modell 1 von drei auf zwei reduziert:

#### Modell 2 (Symbol "M2")

$\sigma < \sigma_v$  elastische Verformung

$\sigma \geq \sigma_v$  elastische + nichtlinear-viskose Verformung

Für beide Modelle werden beide Kopplungsvorschriften untersucht, so daß sich die vier Varianten

(M1,K1); (M1,K2); (M2,K1); (M2,K2)

ergeben.

### 5.1.3. Ansätze für die Grundelemente

Beim einachsigen Zug- bzw. Druckversuch wird durch die Modellkörper der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung bzw. entsprechenden zeitlichen Ableitungen beschrieben (siehe Gl.(2.2-21)). Das Materialverhalten bei Härteeindruckexperimenten soll dagegen mit Modellen erfolgen, die den Kraft-Eindringtiefen-Zusammenhang beschreiben, da nur diese Größen meßtechnisch direkt zugänglich sind.

Bei idealen Indenterpyramiden ist zu erwarten, daß die kritische Fließspannung  $\sigma_V$  bereits bei infinitesimal kleinen Eindringtiefen bzw. Belastungskräften erreicht wird. Bei realen Diamantpyramiden treten jedoch abnutzungs- bzw. herstellungsbedingte Abweichungen von der Idealgeometrie auf, die als Verrundungen mit einem mittleren Radius betrachtet werden können. Der Zusammenhang zwischen Kraft und elastischem Eindringtiefenanteil wird daher für kleine Eindringtiefen mit

$$F = \frac{4}{3} E_r R^{1/2} h_{el}^{3/2} \quad (5.1-4a)$$

angesetzt (vgl. Gl.(3.2-5)). Zur Vereinfachung wird davon ausgegangen, daß der Übergang von der Kugel zur Pyramide genau dann erfolgt, wenn die kritische Fließspannung  $\sigma_V$  erreicht wurde. Somit gilt für die elastische Wechselwirkung für  $\sigma \geq \sigma_V$  (vgl. Gl.(3.2-12))

$$F = C_G E_r h_{el}^2 \quad (5.1-4b)$$

Die Geometriekonstante hat für Vickersindenter den Wert  $C_G=2,22$  ( $C_G=(2/\pi) \tan(148^\circ/2)$ , vgl. Gl.(3.2-11)).  $E_r$  steht für den reduzierten Elastizitätsmodul gemäß Gl.(3.2-3).

Für plastische Deformationsanteile, die stets erst für  $\sigma \geq \sigma_V$  auftreten, wird von der Härte- definition Gl.(3.1-2) ausgegangen, womit sich

$$F = c H h_{pl}^2 \quad (5.1-5)$$

ergibt, wobei  $H$  die Härte und  $c=26,43$  (für Vickers, siehe Gl.(4.1-2)) eine Geometriekonstante ist.

Für die Beschreibung von NEWTONschem Fließen wird

$$F = c \eta h_{fl} \dot{h}_{fl} \quad (5.1-6)$$

angesetzt (vgl. Gl.(3.2-33)). Dabei ist  $\eta$  die NEWTONsche Viskosität und  $h_{fl}$  der zum Fließvorgang gehörende Eindringtiefenanteil.

Für inhomogenes Fließen ergibt sich aus Gl.(2.3-1) und den Gln.(3.2-31) und (3.2-32) der Zusammenhang

$$F = c b h_{fl}^{2-m} \dot{h}_{fl}^m \quad (5.1-7)$$

Hier ist  $b$  ein Viskositätsmaß und  $m$  ein Maß für die Dehnungsratenempfindlichkeit des Materials (vgl. Kap. 2.3). Für  $m=1$  (NEWTONsches Fließen) geht Gl.(5.1-7) in Gl.(5.1-6) über.

#### 5.1.4. Die unterschiedlichen Versuchsbedingungen

Für alle Modelle werden die Versuchsbedingungen untersucht, die dem Arbeitsprinzip des NANOINDENTER®II entsprechen. Dieses Gerät arbeitet kraftgesteuert, d.h., es werden Kräfte vorgegeben und die Indentereindringtiefe stellt sich als Reaktion des untersuchten Materials auf die Krafteinwirkung ein (siehe Kap. 6). Die Modelle werden daher für folgende Versuchsbedingungen untersucht:

**Belastung** (Symbol "V1")

$$\dot{F} = \dot{F}_c = \text{const.}, \quad F = \dot{F}_c t \quad (5.1-8a)$$

**Haltesegment** (Kriechversuch, Symbol "V2")

$$F = F_c = \text{const.} \quad (5.1-8b)$$

**Entlastung** (Symbol "V3")

$$\dot{F} = \dot{F}_c = \text{const.}, \quad F = F_{me} - \dot{F}_c t \quad (5.1-8c)$$

Dabei ist  $F_{me}$  die Maximalkraft zu Beginn der Entlastung.

Die Modellrechnungen werden hier für eine Vickersdiamantpyramide durchgeführt. Der Abweichung von der Idealgeometrie, die praktisch immer auftritt, wird dadurch Rechnung getragen, daß ein Verrundungsradius von  $R=342\text{nm}$  (vgl. Kap. 6.3.2.) angenommen wird. Als maximale Belastung wird für die Beispielrechnungen  $F_{max}=500\text{mN}$  verwendet. Um den Einfluß der Belastungsrate zu verdeutlichen, wird das Materialverhalten für  $dF/dt=1\text{mN/s}$  (praktisch sehr häufig verwendete und praktisch gut realisierbare Geschwindigkeit, d.h. genügend große Meßdatendichte bei auf 6/s begrenzter Erfassungsrate des NANOINDENTER®II) und für  $dF/dt=1000\text{mN/s}$  (bedeutet für  $F_{max}=500\text{mN/s}$  eine Belastungszeit von 0,1s und ist praktisch nicht mehr realisierbar) simuliert. Als Materialbeispiel wird ein gewöhnliches Glas (wird hier als Modellglas bezeichnet) mit den Materialparametern  $E_r=90\text{GPa}$ ,  $H=9\text{GPa}$ ,  $\eta(\text{RT})=10^{18}\text{Pas}$  und  $\eta(\text{T}_g)=10^{12,3}\text{Pas}$  (vgl. [1.13]) gewählt.

## 5.2. Modellrechnungen für das Verformungsverhalten

Es soll hier prinzipiell gezeigt werden, wie der Einfluß der Temperatur, ausgedrückt durch die Viskosität  $\eta$ , und der Verformungsgeschwindigkeit auf das F-h-Verhalten bei den verschiedenen Modellen zum Ausdruck kommt.

### 5.2.1. Modell 1 (M1)

In diesem Modell wird eine Reihenanordnung eines elastischen Elements mit Gl.(5.1-4a) für  $\sigma < \sigma_v$  bzw. Gl.(5.1-4b) für  $\sigma \geq \sigma_v$ , eines plastischen Elements mit Gl.(5.1-5) für  $\sigma \geq \sigma_v$  und eines NEWTONschen Elements mit Gl.(5.1-6) betrachtet. Für eine Belastung nach Gl.(5.1-8a) ergibt sich bei  $\sigma < \sigma_v$  für die Kopplung 1:

**V1(M1,K1),  $\sigma < \sigma_v$**

$$h = \left( \frac{3 \dot{F}_c t}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{2/3} + \left( \frac{\dot{F}_c t^2}{c \eta} \right)^{1/2} \quad (5.2-1a)$$

Durch Elimination von t nach Gl.(5.1-8a) erhält man immer auch den Zusammenhang zwischen Eindringtiefe und belastender Kraft

**V1(M1,K1),  $\sigma < \sigma_v$**

$$h = \left( \frac{3 F}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{2/3} + \left( \frac{F^2}{c \eta \dot{F}_c} \right)^{1/2} \quad (5.2-1b)$$

In Abb. 5.-1 ist der Einfluß der Viskosität bei RT bzw.  $T_g$  und der Belastungsrate auf den F-h-Verlauf nach Gl.(5.2-1b) dargestellt.

Für die Kopplung 2 gilt:

**V1(M1,K2),  $\sigma < \sigma_v$**

$$h = \sqrt{\left( \frac{3 \dot{F}_c t}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{4/3} + \frac{\dot{F}_c t^2}{c \eta}} \quad (5.2-2a)$$

$$h = \sqrt{\left( \frac{3 F}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{4/3} + \frac{F^2}{c \eta \dot{F}_c}} \quad (5.2-2b)$$

Die Abb. 5.-2 zeigt, daß der Einfluß der Viskosität bzw. Belastungsgeschwindigkeit für K1

und K2 analog ist. Ein Viskositätsunterschied der hier untersuchten Größenordnung beeinflusst den Verlauf im Gegensatz zur Kopplung 1 vernachlässigbar wenig und ist für RT gleich dem von K1. Für  $T_g$  ist der Geschwindigkeitseinfluß bei beiden Kopplungen sichtbar, jedoch fällt er bei K2 geringer aus. Bei RT beeinflusst ein Geschwindigkeitsunterschied von drei Größenordnungen den F-h-Verlauf für beide Kopplungen nicht erkennbar, was auch für den Unterschied zwischen den beiden Kopplungen gilt.

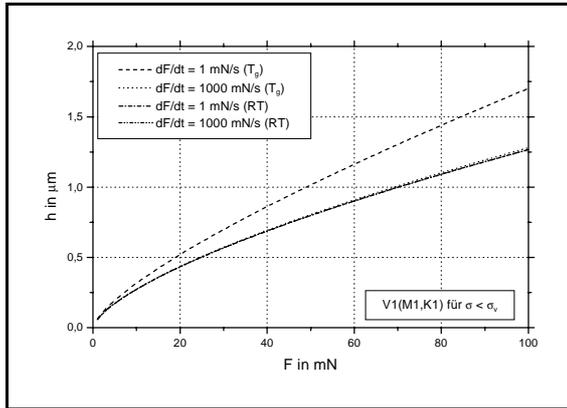


Abb. 5.-1: Darstellung des F-h-Zusammenhanges für die Belastung (V1) nach Modell 1 mit Kopplung 1 für das Modellglas ( $E_r=90\text{GPa}$ ,  $H=9\text{GPa}$ ,  $\eta(\text{RT})=10^{18}\text{Pas}$ ,  $\eta(\text{T}_g)=10^{12,3}\text{Pas}$  bei  $\sigma < \sigma_v$

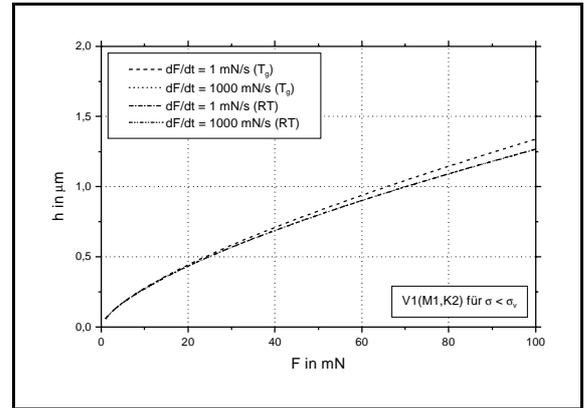


Abb. 5.-2: Darstellung des F-h-Zusammenhanges für die Belastung (V1) nach Modell 1 mit Kopplung 2 für das Modellglas bei  $\sigma < \sigma_v$

Nach dem Erreichen der kritischen Fließspannung ergibt sich für die Kopplung 1 (siehe Anhang 1)

**V1(M1,K1),  $\sigma \geq \sigma_v$**

$$h = \left( \frac{1}{\sqrt{C_G E_r}} + \frac{1}{\sqrt{c H}} \right) \sqrt{\dot{F}_c t} + \sqrt{\frac{\dot{F}_c t^2}{c \eta}} + h_v \quad (5.2-3a)$$

$$h = \left( \frac{1}{\sqrt{C_G E_r}} + \frac{1}{\sqrt{c H}} \right) \sqrt{F} + \sqrt{\frac{1}{c \eta \dot{F}_c}} F + h_v \quad (5.2-3b)$$

und für die Kopplung 2

**V1(M1,K2),  $\sigma \geq \sigma_v$**

$$h = \sqrt{\left( \frac{1}{C_G E_r} + \frac{1}{c H} \right) \dot{F}_c t + \frac{1}{c \eta} \dot{F}_c t^2 + h_v^2} \quad (5.2-4a)$$

$$h = \sqrt{\left( \frac{1}{C_G E_r} + \frac{1}{c H} \right) F + \frac{1}{c \eta \dot{F}_c} F^2 + h_v^2} \quad (5.2-4b)$$

wenn  $h_v$  jeweils die zu  $\sigma_v$  gehörende Eindringtiefe ist. Aus den Gln.(5.2-1) und (5.2-2) geht hervor, daß  $h_v$  für dieses Modell sowohl von der Kraft als auch von der Belastungsgeschwindigkeit abhängt. Der mittlere Kontaktdruck  $p_m$  für einen kugelförmigen Indenter mit dem Radius  $R$  beträgt mit Gln.(3.1-1) und (5.1-4a)

$$p_m = \frac{F}{A_K} = \frac{2 E_r h^{1/2}}{3 \pi R^{1/2}} \quad (5.2-5)$$

Wird nun  $p_m$  der Spannung  $\sigma$  gleichgesetzt, so ergibt sich für die kritische Fließspannung

$$\sigma_v = \frac{2 E_r h_v^{1/2}}{3 \pi R^{1/2}} \quad (5.2-6)$$

mit der zugehörigen Eindringtiefe  $h_v$ .

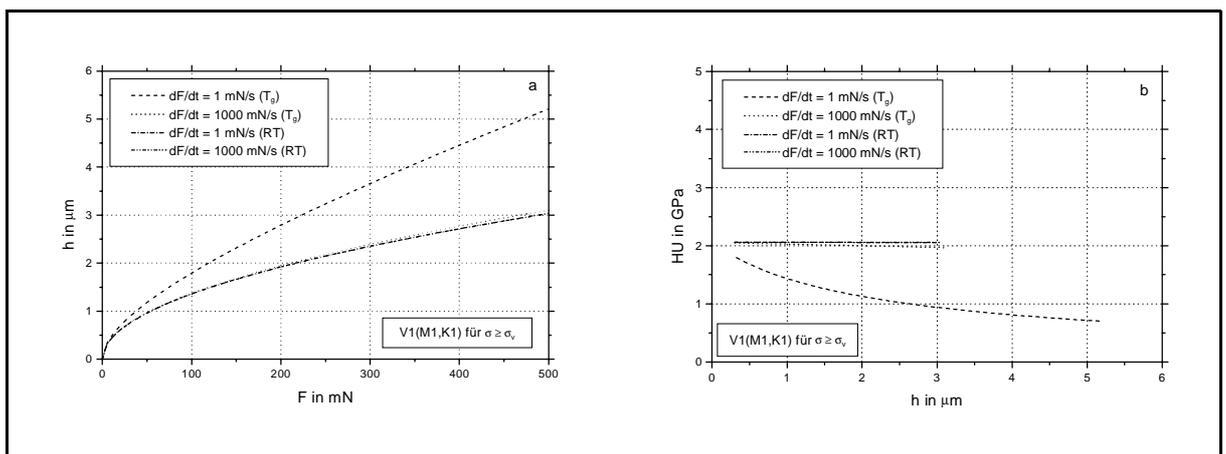


Abb. 5.-3: F-h-Zusammenhang (a) und zugehörige Härteverlaufskurven nach Gl.(4.1-2) (b) für die Belastung nach Modell 1 und Kopplung 1 für das Modellglas

Bei den Darstellungen der Zusammenhänge der Gln.(5.2-3b) und (5.2-4b) wurde von einer idealen Vickerspyramide ausgegangen, d.h., die kritische Fließspannung wird schon bei infinitesimal kleinen Eindringtiefen erreicht. Die Abbn. 5.-3 und 5.-4 zeigen die F-h-Abhängigkeiten für K1 bzw. K2 für die Viskositäten und Belastungsgeschwindigkeiten wie für die Abbn. 5.-1 und 5.-2. Der Einfluß der Viskosität ist hier auch für K2 erkennbar, obgleich geringer als für K1. Eine Geschwindigkeitsabhängigkeit ist für beide Kopplungen nur bei  $T_g$  sichtbar. In jedem Fall sind die Eindringtiefen bei einer Maximallast von 500mN für K1 deutlich größer als für K2. In den Teilabbn. 5.-3b und 5.-4b ist die Universalhärte HU nach Gl.(4.2-2) gegen die Eindringtiefe dargestellt. Bemerkenswert ist hier, daß für beide Kopplungsvor-

schriften HU mit zunehmender Eindringtiefe abnimmt, obwohl eine konstante plastische Härte  $H=9\text{GPa}$  vorgegeben wurde. Der indentation size effect für die Universalhärte (ISE, siehe Kap. 4.3.) wird also durch dieses Modell allein durch die Berücksichtigung newtonscher viskoser Deformationsanteile beschrieben. Besonders ausgeprägt ist der ISE modellgemäß für kleinere Deformationsraten und kleinere Viskositäten.

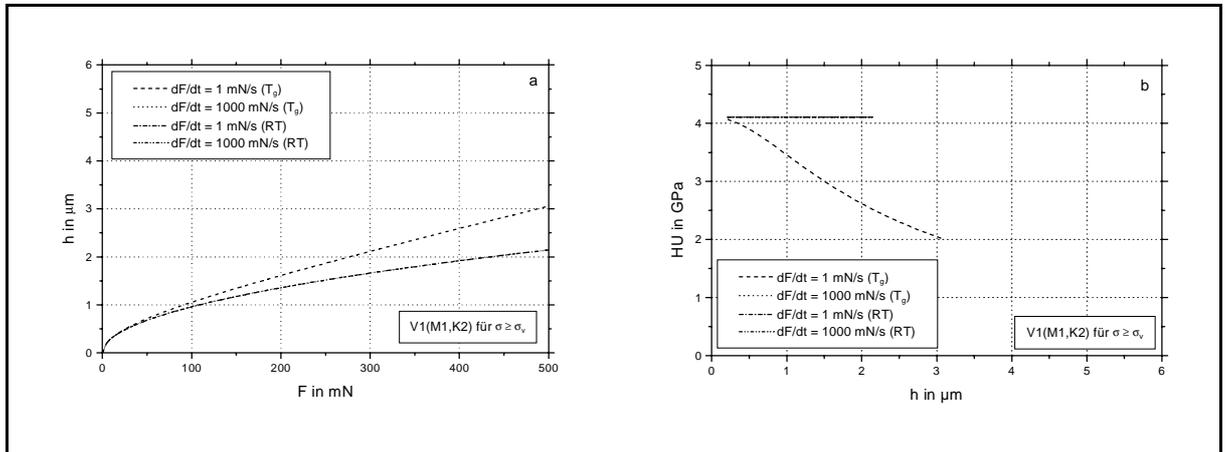


Abb. 5.-4: F-h-Zusammenhang (a) und zugehörige Härteverlaufskurven nach Gl.(4.1-2) (b) für die Belastung nach Modell 1 und Kopplung 2 für das Modellglas

Beim Kriechvorgang mit Gl.(5.1-8b) gilt für die Kopplung 1

**V2(M1,K1)**

$$h = \left( \frac{1}{\sqrt{C_G E_r}} + \frac{1}{\sqrt{c H}} \right) \sqrt{F_c} + \sqrt{\frac{2}{c \eta} \left( F_c t + \frac{F_c^2}{2 \dot{F}_c} \right)} + h_v \quad (5.2-7)$$

wenn davon ausgegangen wird, daß  $F_c$  durch einen einzigen Belastungszyklus unter der Bedingung Gl.(5.1-8a) erreicht wurde (siehe Anhang 1). Unter diesen Bedingungen ergibt sich für die Kopplung 2:

**V2(M1,K2)**

$$h = \sqrt{\left( \frac{1}{C_G E_r} + \frac{1}{c H} \right) F_c + \frac{2}{c \eta} \left( F_c t + \frac{F_c^2}{2 \dot{F}_c} \right)} + h_v^2 \quad (5.2-8)$$

Den Einfluß von Viskositäts- und Geschwindigkeitsunterschieden auf das Kriechverhalten bei einer konstanten Belastung von 500mN zeigen die Abbn. 5.-5 und 5.-6. Für beide Kopplungen ist bei RT ein Kriechen erst durch eine vergrößerte Darstellungen sichtbar (Abb 5.-5a: 800fach für V2(M1,K1), Abb 5.-6a: 400000fach für V2(M1,K2)). Bei  $T_g$  ist zu erkennen, daß für beide Kopplungen eine größere Geschwindigkeit aus den vorangegangenen Belastungs-

zyklen zu deutlich stärkerem Kriechen führt.

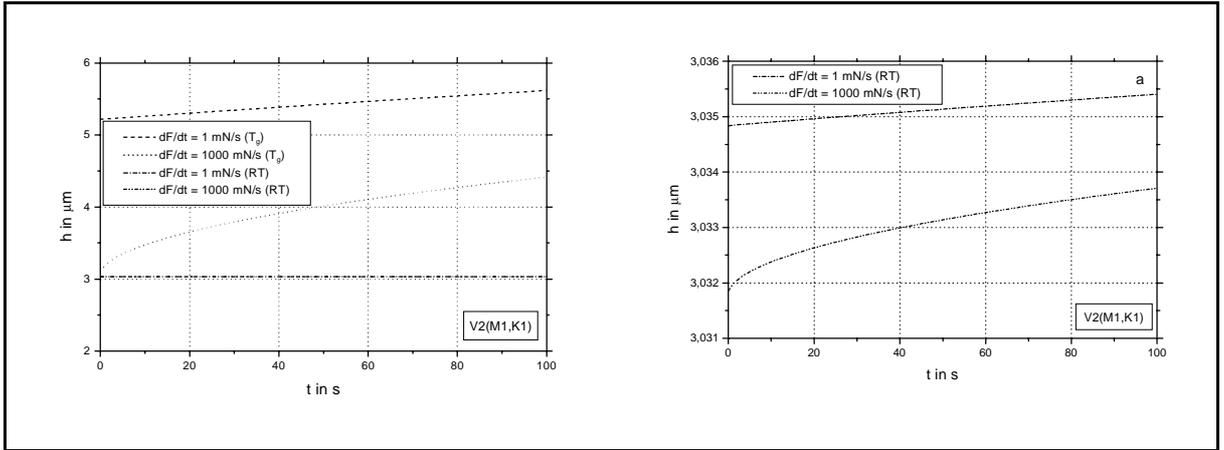


Abb. 5.-5: h-t-Zusammenhang für ein Haltesegment nach Modell 1 und Kopplung 1 für das Modellglas und eine 800fache Vergrößerung des Ordinatenmaßstabes (a) für RT

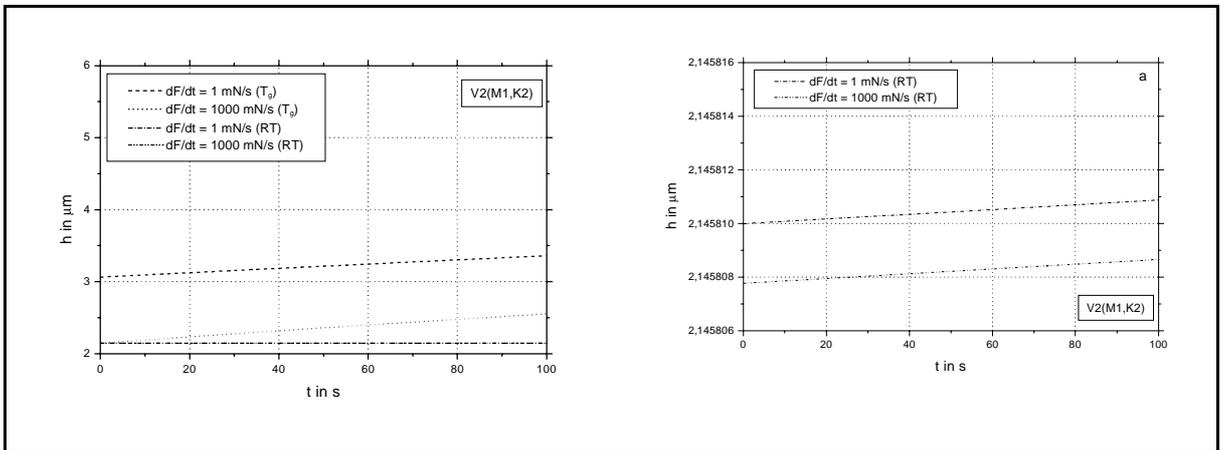


Abb. 5.-6: h-t-Zusammenhang für ein Haltesegment nach Modell 1 und Kopplung 2 für das Modellglas und eine 400000fache Vergrößerung des Ordinatenmaßstabes (a) für RT

Bei der Entlastung (V3) nach Gl.(5.1-8c) wird für dieses Modell davon ausgegangen, daß plastische Eindringtiefenanteile unverändert erhalten bleiben und daß NEWTONsches Fließen weiterhin in Krafrichtung stattfindet. Unter der Voraussetzung, daß der Entlastungszyklus nach genau einem Belastungs- bzw. Haltesegment erfolgt und daß Be- und Entlastungsgeschwindigkeit den gleichen Betrag haben, gilt für die Kopplung 1

**V3(M1,K1)**

$$h = \sqrt{\frac{F_c}{cH}} + \sqrt{\frac{F_c - \dot{F}_c t}{C_G E_r}} + \sqrt{\frac{2}{c\eta} \left( F_c t - \frac{1}{2} \dot{F}_c t^2 + F_c t_H + \frac{F_c}{2\dot{F}_c} \right)} + h_v \quad (5.2-9a)$$

$$h = \sqrt{\frac{F_c}{cH}} + \sqrt{\frac{F}{C_G E_r}} + \sqrt{\frac{2}{c\eta} \left( \frac{F_c^2 + F_c - F^2}{2 \dot{F}_c} + F_c t_H \right)} + h_v \quad (5.2-9b)$$

und für die Kopplung 2 entsprechend

**V3(M1,K2)**

$$h = \sqrt{\frac{F_c}{cH} + \frac{F_c - \dot{F}_c t}{C_G E_r} + \frac{2}{c\eta} \left( F_c t - \frac{1}{2} \dot{F}_c t^2 + F_c t_H + \frac{F_c}{2 \dot{F}_c} \right)} + h_v \quad (5.2-10a)$$

$$h = \sqrt{\frac{F_c}{cH} + \frac{F}{C_G E_r} + \frac{2}{c\eta} \left( \frac{F_c^2 + F_c - F^2}{2 \dot{F}_c} + F_c t_H \right)} + h_v^2 \quad (5.2-10b)$$

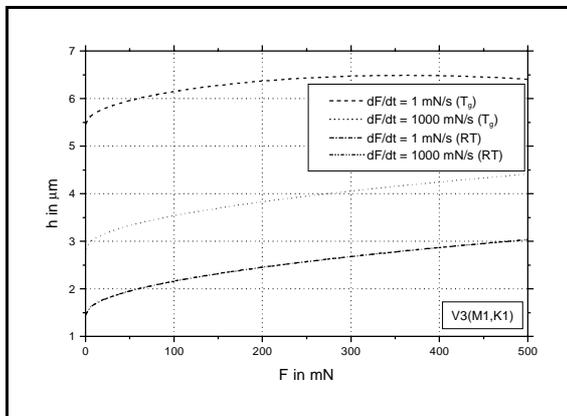


Abb. 5.-7: F-h-Zusammenhang für die Entlastung (V3) nach Modell 1 mit Kopplung 1 für das Modellglas

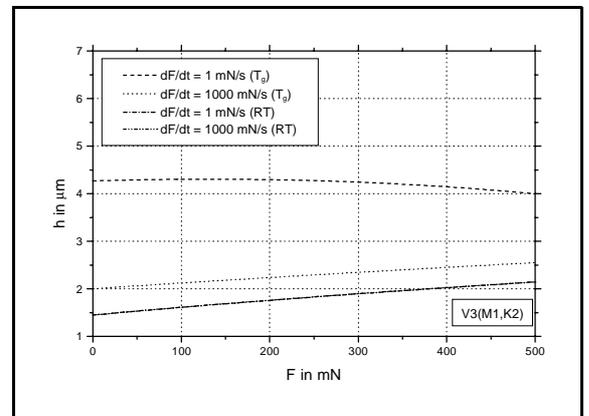


Abb. 5.-8: F-h-Zusammenhang für die Entlastung (V3) nach Modell 1 mit Kopplung 2 für das Modellglas

Die Abbn. 5.-7 und 5.-8 zeigen den Entlastungsvorgang nach einem Belastungs- und einem Haltesegment ( $t_H=100s$ ). Bemerkenswert ist hier die Entlastung bei  $T_g$  mit relativ kleinen Geschwindigkeiten. Bei Kopplung 2 wird hier sogar der Fall beschrieben, daß die Eindringtiefe nach vollständiger Entlastung größer ist als am Ende des Haltesegmentes. Das bedeutet, daß die Kriechanteile des Entlastungsvorgangs größer sind als die elastischen Anteile. In solch einem Fall ist die Bestimmung des Elastizitätsmoduls nach der Methode von OLIVER und PHARR ([1.9], siehe Kap. 3.2.3.), die nur die Entlastung brücksichtigt, nicht möglich.

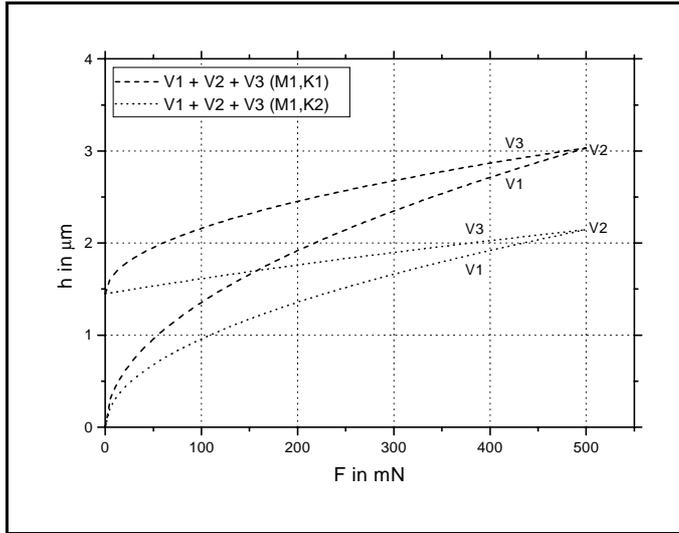


Abb. 5.-9: Vergleich der Kraft-Eindringtiefe-Verläufe für das gesamte Eindruckexperiment (V1+V2+V3) nach Modell 1 für beide Kopplungen für das Modellglas bei RT, eoner Be- und Entlastungsgeschwindigkeit von 50 mN/s und einer Haltezeit von 100 s

In Abb 5.-9 werden die F-h-Verläufe beider Kopplungen für ein gesamtes Eindruckexperiment (V1 + V2 + V3) miteinander verglichen (bei RT). Für die Be- und Entlastungsgeschwindigkeit wurde 50mN/s angenommen. Die Haltezeit wurde bei 500mN mit 100s festgesetzt, wobei die Änderungen der Eindringtiefen dabei so gering sind, daß sie in der Darstellung Abb. 5.-9 nicht erkennbar sind. Es ist hier nochmals deutlich zu erkennen, daß für K2 bei gleichen Kräften geringere Eindringtiefen erreicht werden, während die Eindringtiefen nach Entlastung identisch sind. Aus den Entlastungskurven (V3) der Abb. 5.-9 können nach der Methode von OLIVER und PHARR ([1.9], vgl. Kap. 3.2.3., Gl.(3.2-30)) ein Elastizitätsmodul  $E_r$  bestimmt werden. Für V3(M1,K1) ergibt sich  $E_r=79,3\text{GPa}$  und für V3(M1,K2) ist  $E_r=93,9\text{GPa}$ . Diese Werte stimmen in der Größenordnung mit der Vorgabe (90GPa) gut überein.

5.2.2. **Modell 2 (M2)**

In diesem Modell wird die Reihenanordnung eines elastischen Elements und eines nichtlinearen Dämpfungszylinders nach Gl.(5.1-7) untersucht. Für die Belastung wird bis zum Erreichen von  $\sigma_v$  von rein elastischer Deformation nach Gl.(5.1-4a) ausgegangen. Es ist also für  $\sigma < \sigma_v$

$$\mathbf{V1(M2,K1 bzw. K2), \sigma < \sigma_v}$$

$$h = \left( \frac{3 \dot{F}_c t}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{2/3} \quad (5.2-11a)$$

$$h = \left( \frac{3 F}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{2/3} \quad (5.2-11b)$$

für beide Kopplungen, wenn gemäß V1=Gl.(5.1-8a) belastet wird. Für  $\sigma \geq \sigma_v$  ist für V1 und K1

**V1(M2,K1),  $\sigma \geq \sigma_v$**

$$h = \left( \frac{\dot{F}_c t}{C_G E_r} \right)^{\frac{1}{2}} + \left( \frac{\dot{F}_c}{cb} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{2}{m+1} \right)^{\frac{m}{2}} t^{\frac{m+1}{2}} + h_v \quad (5.2-12a)$$

$$h = \left( \frac{F}{C_G E_r} \right)^{\frac{1}{2}} + \left( \frac{1}{cb} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{2}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^{\frac{m}{2}} F^{\frac{m+1}{2}} + h_v \quad (5.2-12b)$$

und für K2 (siehe Anhang 1)

**V1(M2,K2),  $\sigma \geq \sigma_v$**

$$h = \sqrt{\frac{\dot{F}_c t}{C_G E_r} + \frac{\dot{F}_c}{cb} \left( \frac{2}{m+1} \right)^m t^{m+1} + h_v^2} \quad (5.2-13a)$$

$$h = \sqrt{\frac{F}{C_G E_r} + \frac{1}{cb} \left( \frac{2}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^m F^{m+1} + h_v^2} \quad (5.2-13b)$$

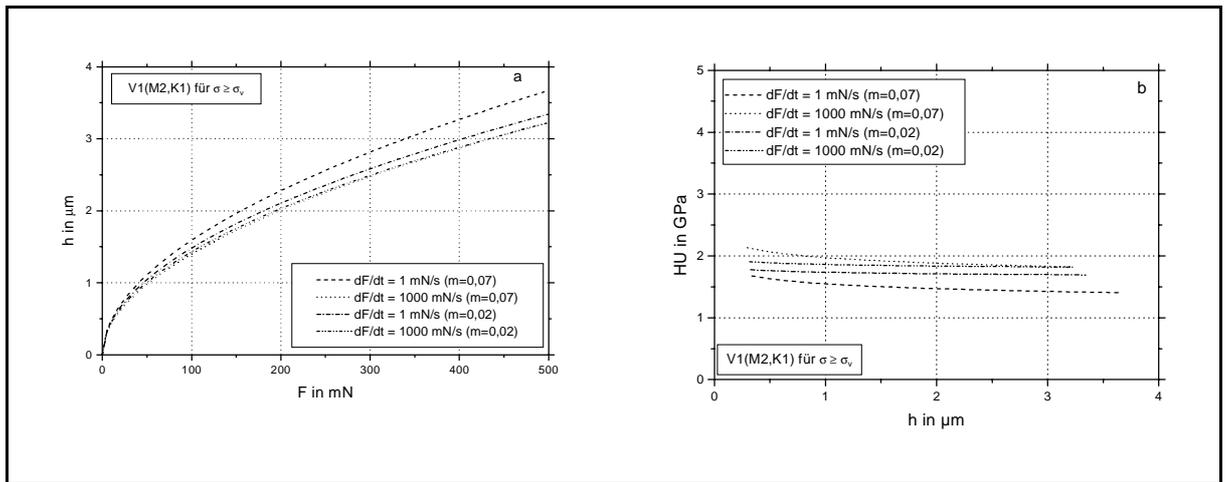


Abb. 5.-10: F-h-Zusammenhang (a) und zugehörige Härteverlaufskurven nach Gl.(4.1-2) (b) für die Belastung nach Modell 2 mit Kopplung 1 für das Modellglas ( $b=7 \cdot 10^9 \text{ Pa s}^m$ )

In den Abbn. 5.-10 und 5.-11 wird der Einfluß des Exponenten für die Dehnungsratenempfindlichkeit und der Belastungsrate dargestellt. Für beide Kopplungen bedeutet ein größeres  $m$  eine kleinere Viskosität und mithin eine größere Eindringtiefe bei vergleichbaren Kräften, wobei für K2 wie bei Modell 1 in jedem Fall kleinere Eindringtiefen erreicht werden. Unabhängig von den Kopplungsvorschriften ergibt sich auch für dieses Modell eine Abnahme der Universalhärte  $HU$  mit der Eindringtiefe (Abbn. 5.-10b und 5.-11b). Auch für das Modell 2 ergibt sich also trotz Vorgabe konstanter Materialparameter in jedem Falle ein ISE.

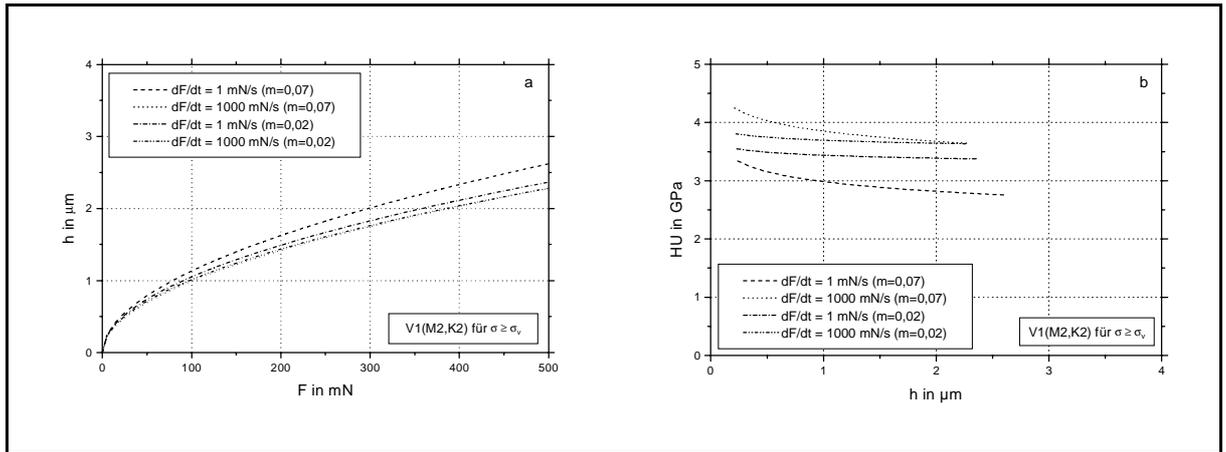


Abb. 5.-11: F-h-Zusammenhang (a) und zugehörige Härteverlaufskurven nach Gl.(4.1-2) (b) für die Belastung nach Modell 2 mit Kopplung 1 für das Modellglas ( $b=7 \cdot 10^9 \text{ Pa s}^m$ )

Für den Kriechvorgang (V2) nach Gl.(5.1-8b) gilt für K1

**V2(M2,K1)**

$$h = \left( \frac{F_c}{C_G E_r} \right)^{\frac{1}{2}} + \left( \frac{F_c}{cb} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{2 t}{m} + \frac{2 F_c^{m+1}}{\dot{F}_c (m+1)} \right)^{\frac{m}{2}} + h_v \quad (5.2-14)$$

und für K2 (siehe Anhang 1)

**V2(M2,K2)**

$$h = \sqrt{\frac{F_c}{C_G E_r} + \frac{F_c}{cb} \left( \frac{2 t}{m} + \frac{2 F_c^{m+1}}{\dot{F}_c (m+1)} \right)^m} + h_v^2 \quad (5.2-15)$$

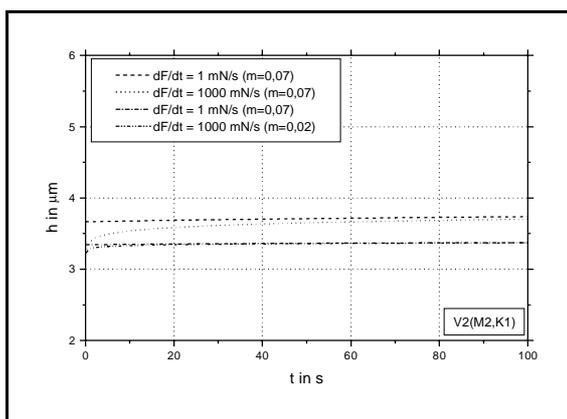


Abb. 5.-12: h-t-Zusammenhang für ein Haltesegment (V2) nach Modell 2 mit Kopplung 1 für das Modellglas

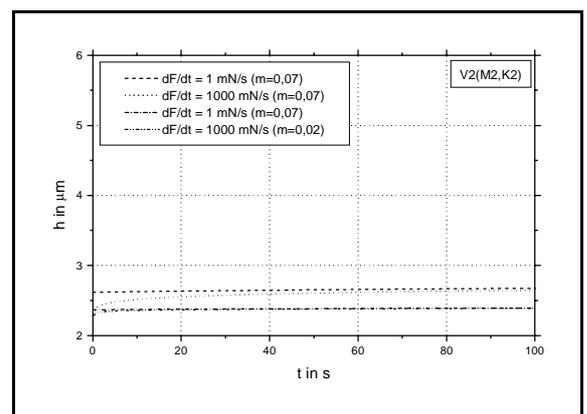


Abb. 5.-13: h-t-Zusammenhang für ein Haltesegment (V2) nach Modell 2 mit Kopplung 2 für das Modellglas

Die Abbn. 5.-12 und 5.-13 zeigen, daß für beide Kopplungen ein größerer Exponent m ein

intensiveres Kriechverhalten bewirkt. Außerdem ist für beide Kopplungen festzustellen, daß bei größeren  $m$  die Geschwindigkeitsabhängigkeit des Kriechverhaltens deutlicher ist. Für den Entlastungszyklus (V3) nach Gl.(5.1-8c) gilt unter den gleichen Bedingungen wie bei Modell 1 für die Kopplung 1

**V3(M2,K1)**

$$h = \left( \frac{F_c - \dot{F}_c t}{C_G E_r} \right)^{\frac{1}{2}} + \left( \frac{1}{cb} \right)^{\frac{1}{2}} \left( 2F_c^{\frac{1}{m}} \left( \frac{t_H}{m} + \frac{3F_c^{m+1}}{\dot{F}_c(m+1)} \right) - \frac{2(F_c - \dot{F}_c t)^{\frac{m+1}{m}}}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^{\frac{m}{2}} + h_v \quad (5.2-16a)$$

$$h = \left( \frac{F}{C_G E_r} \right)^{\frac{1}{2}} + \left( \frac{1}{cb} \right)^{\frac{1}{2}} \left( 2F_c^{\frac{1}{m}} \left( \frac{t_H}{m} + \frac{3F_c^{m+1}}{\dot{F}_c(m+1)} \right) - \frac{2F^{\frac{m+1}{m}}}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^{\frac{m}{2}} + h_v \quad (5.2-16b)$$

und für die Kopplung 2 (siehe Anhang 1)

**V3(M2,K2)**

$$h = \sqrt{ \frac{F_c - \dot{F}_c t}{C_G E_r} + \frac{1}{cb} \left( 2F_c^{\frac{1}{m}} \left( \frac{t_H}{m} + \frac{3F_c^{m+1}}{\dot{F}_c(m+1)} \right) - \frac{2(F_c - \dot{F}_c t)^{\frac{m+1}{m}}}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^m } + h_v^2 \quad (5.2-17a)$$

$$h = \sqrt{ \frac{F}{C_G E_r} + \frac{1}{cb} \left( 2F_c^{\frac{1}{m}} \left( \frac{t_H}{m} + \frac{3F_c^{m+1}}{\dot{F}_c(m+1)} \right) - \frac{2F^{\frac{m+1}{m}}}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^m } + h_v^2 \quad (5.2-17b)$$

wobei  $t_H$  wiederum die Dauer des Haltesegmentes ist.

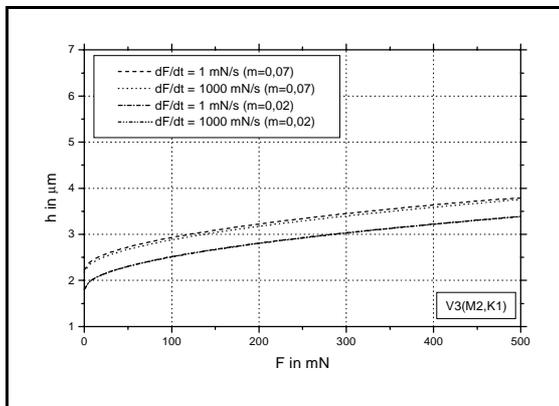


Abb. 5.-14: F-h-Zusammenhang für den Entlastungsvorgang (V3) nach Modell 2 mit Kopplung 1 für das Modellglas

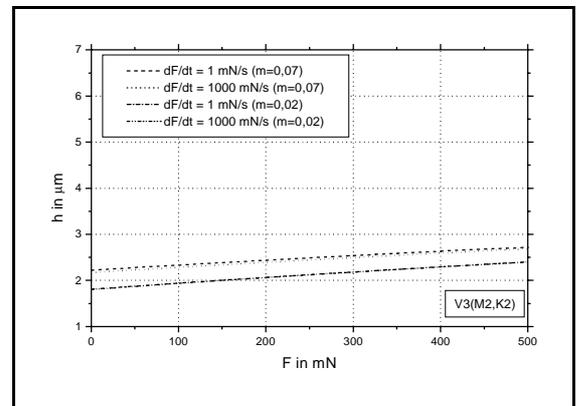


Abb. 5.-15: F-h-Zusammenhang für den Entlastungsvorgang (V3) nach Modell 2 mit Kopplung 2 für das Modellglas

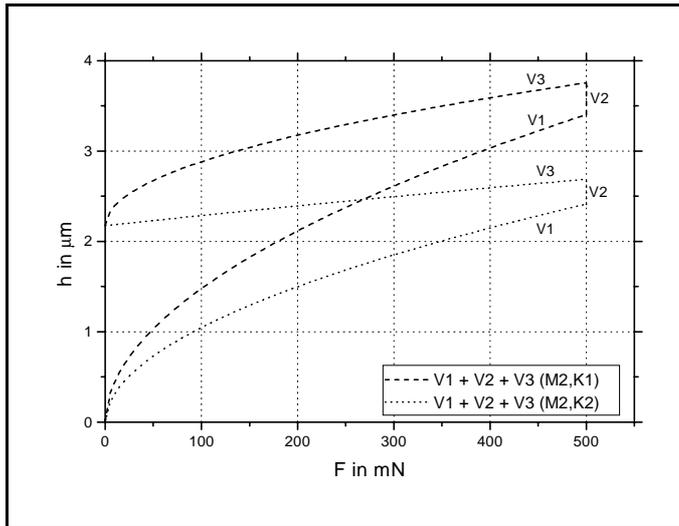


Abb. 5.-16: Vergleich der Kraft-Eindringtiefe-Verläufe für das gesamte Eindruckexperiment ( $V1+V2+V3$ ) nach Modell 2 für beide Kopplungen für das Modellglas mit  $m=0,07$ ,  $b=7 \cdot 10^9 \text{ Pa s}^m$ , einer Be- und Entlastungsgeschwindigkeit von  $50 \text{ mN/s}$  und einer Haltezeit von  $100 \text{ s}$

Die Zusammenhänge der Gln.(5.2-16b) bzw. (5.2-17b) sind für verschiedene Exponenten und Entlastungsgeschwindigkeiten in den Abbn. 5.-14 und 5.-15 dargestellt. Die Abb. 5.-16 zeigt den Vergleich beider Kopplungen für das Modell 2. Hierbei wurde von einer Be- und Entlastungsgeschwindigkeit von  $50 \text{ mN/s}$ , einer Haltezeit von  $t_H=100 \text{ s}$ , einem Exponenten für die Dehnratenempfindlichkeit von  $m=0,07$  und einem Vorfaktor  $b=7 \cdot 10^9 \text{ Pa s}^m$  ausgegangen.

Auch bei diesem Modell sind die Eindringtiefen für die Kopplung 2 deutlich geringer als für die Kopplung 1. Auch hier sind jedoch die Eindringtiefen nach vollständiger Entlastung identisch. Die Auswertung der Entlastungskurven (V3) aus Abb. 5.-16 nach [1.9] ergeben  $E_r=76,5 \text{ GPa}$  für  $V3(M2,K1)$  und  $E_r=86,3 \text{ GPa}$  für  $V3(M2,K2)$ .

Die Ergebnisse der Modellrechnungen können wie folgt zusammengefasst werden:

1. Alle untersuchten Modelle zeigen bei Vorgabe konstanter Parameter  $H$  bzw.  $b$  und  $m$  eine Abnahme der Härtewerte  $H_U$  (vgl. Kap. 4.1.1.) mit zunehmender Eindringtiefe, zeigen also einen ISE (vgl. Abbn. 5.-3, 5.-4, 5.-10 und 5.-11).
2. Die Kriechanteile an der Gesamteindringtiefe sind für das Modell 1 sehr gering.
3. Die Auswertung des Entlastungsteils (V3) der Modellkurven nach der Methode von OLIVER und PHARR [1.9] liefert Elastizitätsmoduln, die in der Größenordnung mit der Vorgabe für die Modellrechnungen übereinstimmen.

## 6. Experimentelle Untersuchungen

### 6.1. Probenmaterial und Probenpräparation

Alle Messungen wurden parallel an dem optischen Glas BK7 ( $\text{SiO}_2$  [50...70],  $\text{B}_2\text{O}_3$  [10...20],  $\text{Na}_2\text{O}+\text{N}_2\text{O}$  [10..20],  $\text{CaO}$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [Zahlenangaben in Masse-%]), [6.1]) und an Polymethylmetacrylat (PMMA) durchgeführt. Vor den Härteeindruckexperimenten wurden die Probenoberflächen mit reinem Alkohol gereinigt und anschließend an Luft bei Raumtemperatur (RT) getrocknet. Für die Messungen mit dem NANOINDENTER<sup>®</sup>II wurden die Proben mit Phtalat auf Spezialprobenhalter aufgeklebt.

### 6.2. Probenrauheit

Der Mittenrauhwert  $R_a$  (nach DIN 4768/1) wurde mit dem HOMMEL-Tester T 2000 vermessen und nach

$$R_a = \frac{1}{l_m} \int_{x=0}^{x=l_m} |y| dx \quad (6.2-1)$$

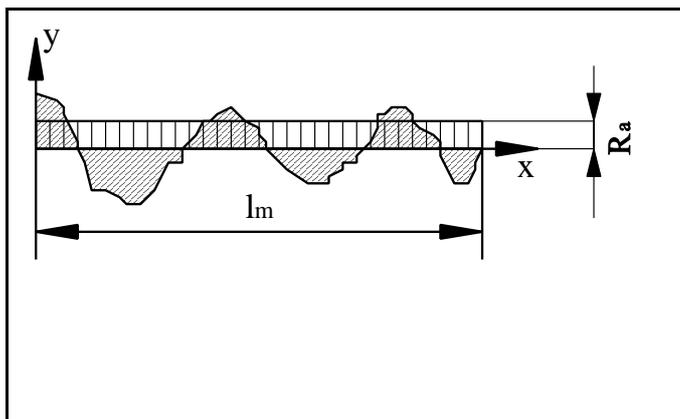


Abb. 6.-1: Prinzipskizze zur Ermittlung des Mittenrauhwertes  $R_a$  nach Gl.(6.2-1) gemäß DIN 4768/1

berechnet, wobei  $l_m=5\text{mm}$  die auszuwertende Meßstrecke ist (Abb. 6.-1, [6.2]). Es wurden für BK7  $R_a=(8\pm 4)\text{nm}$  und für PMMA  $R_a=(16\pm 5)\text{nm}$  als Mittelwerte von jeweils 10 Einzelprofilmessungen gefunden. Der Zusammenhang zwischen Rauheitswerten und der Unsicherheit von Härtemeßwerten wird in [6.3] be-

sprochen. Danach bleibt der rauheitsbedingte Meßfehler für die Härtezahl HU (Gl.(4.1-2)) unter 10%, wenn die Eindringtiefe einen kritischen Wert  $h \geq h_{\text{crit}} \approx 20R_a$  überschritten hat. Daraus ergeben sich für BK7  $h_{\text{crit}}(\text{BK7}) \approx 160\text{nm}$  und für PMMA  $h_{\text{crit}}(\text{PMMA}) \approx 320\text{nm}$ . Bei den

Untersuchungen des Kontaktbeginns müssen diese kritischen Eindringtiefen konsequent berücksichtigt werden.

### 6.3. Messungen mit dem NANOINDENTER®II

#### 6.3.1. Aufbau und Funktionsweise

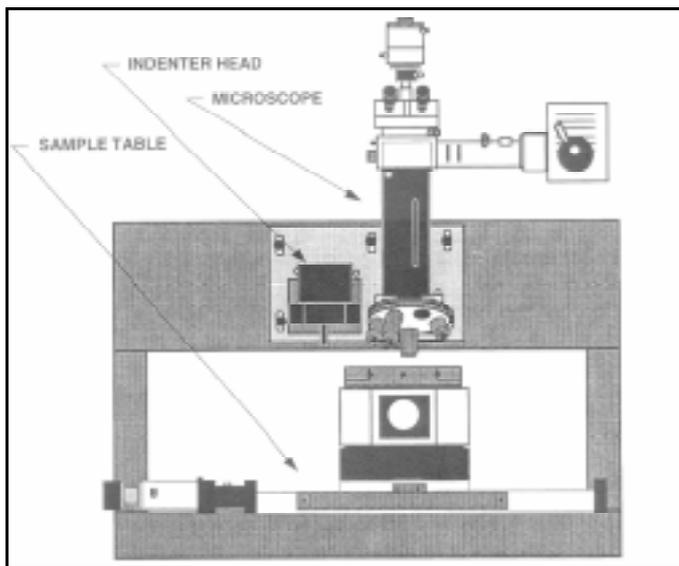


Abb. 6.-2: Schematische Darstellung des NANOINDENTER®II mit seinen 3 Hauptelementen

Alle Eindruckexperimente wurden mit dem NANOINDENTER®II (Nano Instruments, Inc., Oak Ridge, TN, USA) durchgeführt. Dieses Gerät ist eine "Mikrosonde" zur Ermittlung mechanischer Kenngrößen fester Materialien mittels Penetrations- bzw. Ritztechnik bei sehr kleinen Indenterbelastungen und bei einer theoretischen Kraftauflösung von  $\Delta F_{\text{Digit}}=0,04\mu\text{N}$  (siehe Tab. 6-1) im empfindlichsten Lastbereich [6.4]. Im

wesentlichen besteht der NANOINDENTER®II aus drei Funktionselementen: dem Indenterkopf, dem Mikroskop und dem Präzisionsprobentisch (Abb. 6.-2). Die Probeneinstellung in x-y-Richtung kann mit einer Positioniergenauigkeit von ca.  $\pm 0,5\mu\text{m}$  erfolgen. Das Mikroskop dient zur Positionierung der Eindrücke auf der Probenoberfläche und zu deren Inspektion nach dem Experiment, die Fokussierung erfolgt mit dem Probentisch in z-Richtung.

Das entscheidende Bauteil des NANOINDENTER®II ist der Indenterkopf (Abb. 6.-3). Er besteht aus einem Indenterstab (Indenter Column), einem speziellen 3-Platten-Kondensator und einem Spulensystem zur Krafterzeugung (Force Coil). Der Indenterstab besteht aus einem Doppelrohr. Am äußeren Rohr ist die Mittelplatte des Kondensators befestigt, während die Außenplatten fest mit dem Maschinenrahmen verbunden sind. Die Kraftaufbringung auf den austauschbaren Indenter, der am unteren Ende des Indenterstabes eingeschraubt ist, erfolgt

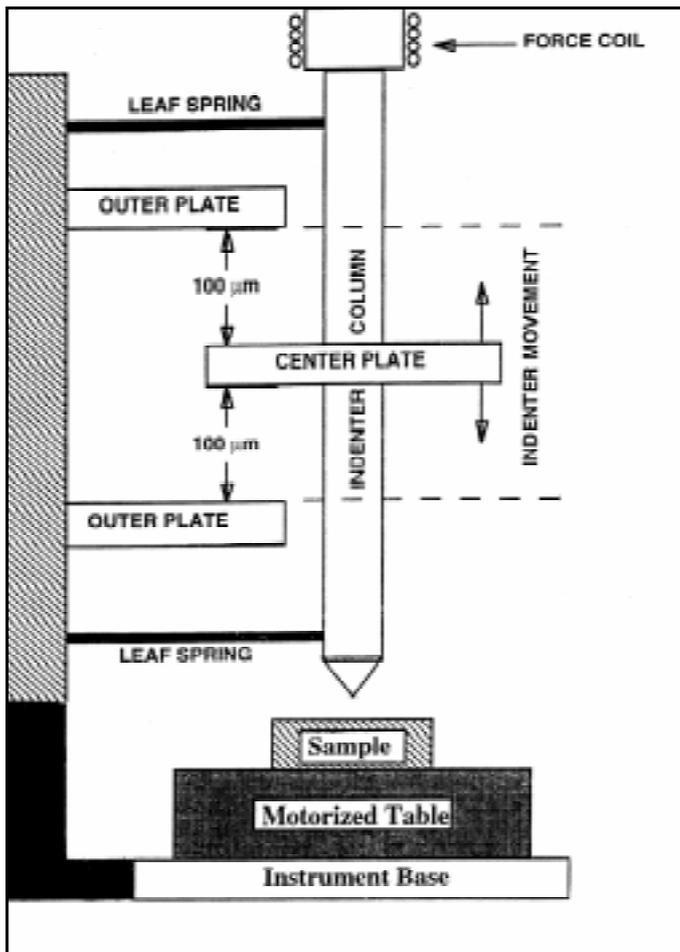


Abb. 6.-3: Schematische Darstellung des Indenterkopfes mit 3-Plattenkondensator, Indenterstab und Spule zur Kraftumwandlung

durch einen Eisenkern, der sich im Magnetfeld der Spule befindet, über das innere Rohr. Auf diese Weise ist gewährleistet, daß es zu keiner kraftschlüssigen Verbindung mit dem Wegmeßelement kommt. Das gesamte Doppelrohr ist über eine Blattfeder-aufhängung (Leaf Spring) mit dem Rahmen verbunden, deren Federsteifigkeit konstant etwa bei  $S_{LS}=50\text{N/m}$  liegt.

Als Indenterkopf stand für die durchgeführten Messungen eine Low-Load-Version zur Verfügung, mit der Kräfte bis maximal 450mN vorgegeben werden können. Die Krafterzeugung wird über eine Hochpräzisionsstromquelle, die die Spule speist, deren Magnetfeld eine Kraft auf den Eisenkern am Innenrohr ausübt, geregelt. Zur Kraft-

anzeige dient der Spannungsabfall über einen der Spule nachgeschalteten Widerstand. Die Größe der relativen Verschiebung der Mittelplatte gegen die Außenplatten des Kondensators wird aus der Symmetrieverstimmung ermittelt und entsprechend den Kalibrierdaten in den Indenterweg bzw. in die Eindringtiefe  $h$  umgewertet. Die theoretische Auflösung beträgt dabei  $\Delta h_{\text{Digit}}=0,04\text{nm}$  (siehe Tab. 6-1).

| Bezeichnung | Lastbereich<br>in mN | Digitalisierung                 |  |
|-------------|----------------------|---------------------------------|--|
|             |                      | $\Delta h_{\text{Digit}}$ in nm | $\Delta F_{\text{Digit}}$ in $\mu\text{N}$ |
| 0           | 0 - 10               | 0,04                            | 0,04                                       |
| 1           | 10 - 50              | 0,04                            | 0,2  |
| 2           | 50 - 100             | 0,04                            | 0,2  |
| 3           | 100 - 450            | 0,04                            | 0,2  |

Tab. 6-1: Die unterschiedlichen Lastbereiche mit den entsprechenden Digitalisierungsstufen des NANOINDENTER<sup>®</sup>II

Zu Beginn eines jeden Eindruckexperimentes erfährt der Indenterstab während der Bewegung in Probenrichtung (i.a. mit 10nm/s) die notwendige Gegenkraft ausschließlich von der Feder-aufhängung. Die Kraft- und Wegmeßsignale registrieren deshalb im Vorkontaktbereich eine konstante Steifigkeit (50N/m). Sobald sich dieser Steifigkeitswert infolge der Kontaktaufnahme zwischen Indenter und Probe um ein vorgebbares Vielfaches (i.a. 4-faches) erhöht, wird der eigentliche Belastungszyklus gestartet. Die vorgewählte Belastungsgeschwindigkeit stellt sich also erst ein, nachdem Kontakt bereits vorliegt, also bei Eindringtiefen  $h > 0$ .

### 6.3.2. Indentergeometriebestimmung mit AFM

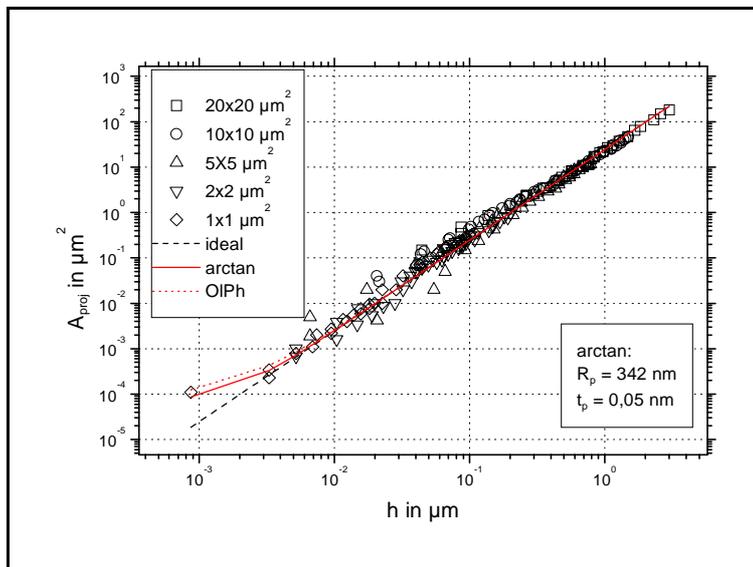


Abb. 6.-4: Mit einem AFM ermittelte  $h$ - $A_{\text{proj}}$ -Wertepaare verschiedener Scanbereiche und verschiedener Flächenfunktionen

Alle Materialien wurden mit einer VICKERS-Pyramide belastet. Für die Bewertung der Meßdaten, insbesondere von kleinen Eindringtiefen, ist die Kenntnis der realen Indentergeometrie von großer Wichtigkeit (siehe Kap. 4.1.2.). Der verwendete Indenter wurde daher mit einem Atomic Force Microscope (Autoprobe 100CP, Park Scientific Instruments,

Sunnyvale, CA, USA) vermessen (mit freundlicher Unterstützung des Fraunhofer-Institutes

für Werkstoffmechanik Freiburg, Außenstelle Halle). Im z-detection-mode wurde die Indenterspitze mit fünf Feldgrößen abgerastert (1x1, 2x2, 5x5, 10x10 und 20x20  $\mu\text{m}^2$ ). Mit der Gerätesoftware wurden für jedes Rasterbild Wertepaare aus Höhe h und projizierter Oberfläche  $A_{\text{proj}}$  bzw. Indentermantelfläche  $A_{\text{kont}}$ , die gegebenenfalls der Kontaktfläche entspricht, gebildet. Allerdings ist die Auflösung (Meßpunktdichte) im Nanometerbereich recht gering. Außerdem sei hier darauf verwiesen, daß Messungen mit einem AFM stets mit Fehlern durch die Nichtlinearität der Piezotranslatoren, die sich nicht vollständig korrigieren läßt, behaftet sind.

Die in [4.10] beschriebene Verrundung (Übergang der Kugelkalotte in die Pyramidenflächen) ist ein idealisierter Grenzfall. Um einen stetigen Übergang von einer Kugel in eine Pyramide zu beschreiben, wurde eine arctan-Funktion benutzt. Für die Flächenfunktion A(h) ergibt sich dann

$$A(h) = A_{x,K}(h) - (A_{x,K}(h) - A_{x,P}(h)) \arctan\left(\frac{h}{t_x}\right) \quad (6.3-1)$$

Hierbei sind  $A_{x,K}$  die jeweilige Flächenfunktion für die Kugel,  $A_{x,P}$  die der idealen Pyramide und  $t_x$  ist der jeweilige Übergangparameter für den  $A(h=t_x)=1/2(A_{x,K}-A_{x,P})$  gilt. Die Funktion für die projizierte Fläche (Index x=p) ergibt sich dann mit

$$\begin{aligned} A_{p,K} &= 2 \pi R_p h - \pi h^2 \\ A_{p,P} &= 24,5 h^2 \end{aligned} \quad (6.3-2a)$$

bzw. für die Kontaktfläche (Index x=k) mit

$$\begin{aligned} A_{k,K} &= 2 \pi R_k h \\ A_{k,P} &= 26,43 h^2 \end{aligned} \quad (6.3-2b)$$

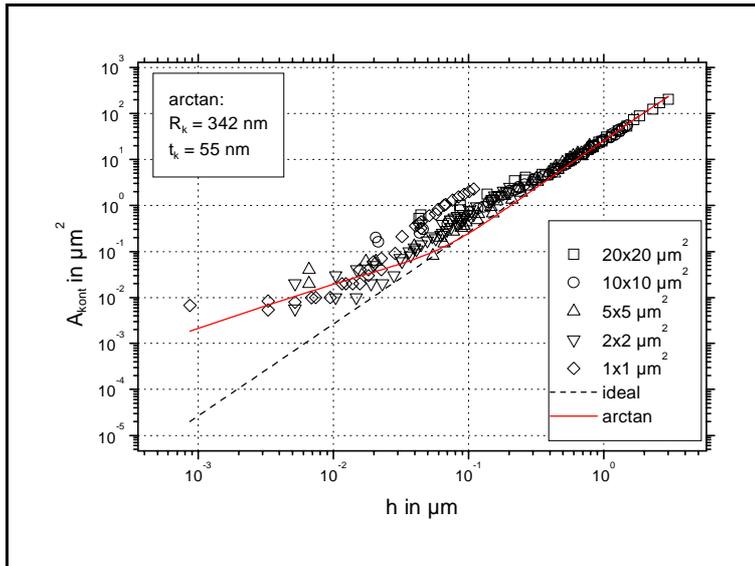


Abb. 6.-5: Mit einem AFM ermittelte  $h$ - $A_{\text{kont}}$ -Wertepaare verschiedener Scanbereiche und verschiedener Flächenfunktionen

Aus den AFM-Meßpunkten für projizierte- und Mantelfläche wurde iterativ nach der Gl.(6.3-1) mit Gl.(6.3-2a) bzw. mit Gl.(6.3-2b) ein Verrundungsradius  $R_p \approx R_k \approx R = 342 \text{ nm}$  bestimmt. Bei der Auswertung der Messungen nach den Modellansätzen (Kap. 7) wurde stets von diesem Radius ausgegangen.

In Abb. 6.-4 sind die Punkte der AFM-Messung für die projizierte Fläche mit logarithmischer Achseneinteilung gegeneinander aufgetragen. Die durchgezogene Linie zeigt den Verlauf nach Gl.(6.3-1) mit Gl.(6.3-2a) mit  $R_p = 342 \text{ nm}$  und  $t_p = 0,05 \text{ nm}$ . Die Strichlinie zeigt den Verlauf für eine ideale Vickerspyramide. Durch OLIVER und PHARR wird in [1.9] vorgeschlagen, die Funktion für die projizierte Kontaktfläche durch ein Polynom der Form

$$A_{\text{proj}} = 24,5 h^2 + \sum_{i=1}^8 |m_i| h^{1/2^{i-1}} \quad (6.3-3)$$

| Parameter | Wert  |
|-----------|---|
| $m_1$     | $-8,097 \cdot 10^{-9} \text{ m}$            |
| $m_2$     | $-4,427 \cdot 10^{-13} \text{ m}^{3/2}$     |
| $m_3$     | $1,124 \cdot 10^{-14} \text{ m}^{7/4}$      |
| $m_4$     | $-1,622 \cdot 10^{-17} \text{ m}^{15/8}$    |
| $m_5$     | $8,144 \cdot 10^{-18} \text{ m}^{31/16}$    |
| $m_6$     | $-9,111 \cdot 10^{-18} \text{ m}^{63/32}$   |
| $m_7$     | $9,519 \cdot 10^{-18} \text{ m}^{127/64}$   |
| $m_8$     | $-1,122 \cdot 10^{-17} \text{ m}^{255/128}$ |

Tab. 6-2: Die Parameter der Anpassung nach OLIVER und PHARR (Gl.(6.3-3), [1.9]) für die projizierte Indenterkontaktfläche

zu beschreiben. Die Punktlinie in Abb. 6.-4 zeigt eine solche Anpassung, deren Parameter in der Tab. 6-2 dargestellt sind. Es ist zu erkennen, daß die Gl.(6.3-3) mit acht Parametern keine wesentlich bessere Anpassung liefert als der Ansatz Gl.(6.3-1) mit zwei Parametern.

In der Abb. 6.-5 sind die AFM-Meßpunkte für die Indentermantelfläche mit der Anpassung nach Gl.(6.3-1) mit Gl.(6.3-2b)

für  $R_k=342\text{nm}$  und  $t_k=55\text{nm}$  (durchgezogene Linie) und für eine ideale Vickerspyramide (Strichlinie) dargestellt.

Die Diskrepanz zwischen  $t_p$  und  $t_k$  wird zum einen der größeren Unsicherheit bei der Berechnung der Indentermantelfläche aus den AFM-Meßdaten mit der zugehörigen Gerätesoftware zugeschrieben und zum anderen reagiert die projizierte Fläche unempfindlicher auf kleine Gestaltsänderungen als die Manteloberfläche.

### **6.3.3. Die Meßroutine**

Der NANOINDENTER®II erlaubt die Programmierung von Eindrucksexperimenten, die aus maximal 12 Segmenten bestehen können. Das erste ist dabei immer das Annäherungssegment, an dessen Ende der Indenter mit der Probe in Kontakt kommt, und das letzte Segment ist die vollständige Entlastung. Die verbleibenden 10 Segmente sind im Rahmen der gerätetechnischen Möglichkeiten Be- und Entlastungssegmente bzw. Haltesegmente.

Da der NANOINDENTER®II ein kraftgeregeltes System ist (soft testing design, Kap.4.1.1.), wurden wegen der größeren Zuverlässigkeit nur Be- und Entlastungszyklen mit konstanter Krafrate ( $\dot{F} = \dot{F}_c = \text{const.}$ ) bzw. Haltesegmente mit konstanter Kraft ( $F = F_c = \text{const.}$ ) verwendet, obwohl für dieses Gerät auch eine Versuchsführung mit konstanter Eindringgeschwindigkeit ( $\dot{h} = \dot{h}_c = \text{const.}$ ), wird durch eine closed-loop-Regelung realisiert) vorgesehen ist. Alle durchgeführten Experimente bestanden aus folgenden Segmenten:

#### *Segment 1 - Annäherung:*

Der Indenter bewegt sich in Probenrichtung, wobei die Steifigkeit ständig registriert wird. Sobald diese das Vierfache des konstanten Wertes der Federaufhängung erreicht hat, wird das nächste Segment gestartet.

#### *Segment 2 - Belastung (V1):*

Mit einer vorgegebenen konstanten Krafrate wird bis zu einer eingestellten Maximalkraft belastet. Alle Messungen wurden im Lastbereich 3 durchgeführt. Für jede Kombination von Versuchsbedingungen wurden 12 Einzeleindrücke gesetzt. Für alle Versuche wurde eine Maximalkraft von 450mN vorgegeben. Die Be- und Entlastung erfolgte mit 6 verschiedenen Geschwindigkeiten: 1, 2, 5, 10, 20 und 50mN/s.

#### *Segment 3 - Haltesegment (V2):*

Die erreichte Maximalkraft wird für eine Dauer von  $t_H=100\text{s}$  konstant gehalten.

*Segment 4 - Entlastung (V3):*

Mit demselben Betrag der Krafrate wie bei der Belastung wird bis zu einem Wert von 5% der Maximalkraft entlastet.

*Segment 5 - Haltesegment:*

Zur Bestimmung der thermischen Drift wird die Kraft bei 5% des Maximalwertes 100s lang konstant gehalten.

*Segment 6 - Entlastung:*

Die Probe wird vollständig entlastet.

Während des gesamten Meßvorgangs wird kontinuierlich die Kraft  $F$ , die Eindringtiefe  $h$  und die Meßzeit  $t$  mit entsprechender Auflösung (Tab. 6-1) registriert.

#### **6.4. Die Datenauswertung**

Die Datensätze jeder Einzelmessung wurden mit einer speziell entwickelten Software bearbeitet. Zunächst wurden die digitalisierten Spannungswerte der Kraft- und Eindringtiefmessung entsprechend den Kalibrierdaten in tatsächliche  $F$ - und  $h$ -Werte umgewandelt. Aus den ersten 80% der  $F$ - $h$ -Werte des Annäherungssegmentes (Seg.1) wurde dann durch lineare Regression die Steifigkeit der Federaufhängung ermittelt und der wegproportionale Kraftanteil von allen Meßwerten abgezogen. Wesentliche Korrekturen ergeben sich nur in Bereichen, in denen die Kontaktsteifigkeit in der Größenordnung der Steifigkeit der Federaufhängung (50 N/m) liegt. Aus den letzten 50% der Eindringtiefe-Zeit-Daten des 2. Haltesegmentes (Seg.5, bei 5% der Maximalkraft) wurde durch lineare Regression ein Faktor für die thermische Drift berechnet unter den Voraussetzungen, daß während der Versuchsdauer keine Änderung der Drift auftritt und daß in diesem Bereich Materialeffekte (Kriechen) vernachlässigt werden können. Alle Eindringtiefenwerte wurden thermisch zeitproportional korrigiert.

Nach der in Kap. 4.1.2.1. beschriebenen Methode wurden die Nullpunkte der  $F$ - und  $h$ -Skalen (erster Kontakt zwischen Probe und Indenter) bestimmt. Der Zeitnullpunkt wurde aus dem  $h$ -Nullpunkt ermittelt. Bei dem 1. Haltesegment (Seg.3, 100s Halten bei Maximalkraft) wurde für das erste  $F$ - $h$ -Wertepaar die Zeit genullt.

Für die Maximalkraft  $F_{\max}$  wurde für jede Einzelmessung ein Universalhärtewert  $HU(F_{\max})$  nach Gl.(4.1-2) ermittelt. Außerdem wurden aus den ersten 80% des 1. Entlastungssegmentes

(Seg.4) die Werte für eine plastische Härte  $H_p$  nach Gl.(3.2-29) (OLIVER und PHARR, [1.9]) und der Elastizitätsmodul (Rückfederungsmodul) nach den Gln.(3.2-3) und (3.2-30) bestimmt. Die Mittelwerte der 12 Einzelmessungen für diese Kenngrößen sind im Anhang 2 (Tab. A2-1) dargestellt.

## 6.5. Die Modellanpassung

Für die Segmente 2, 3 und 4 (Belastung (V1), 1. Halten (V2) und 1. Entlastung (V3)) wurden aus den 12 Einzelmessungen für jede Versuchsparameterkombination Mittelwertpunkte gebildet. Diese Daten wurden mit dem Nonlinear Least Squares Fitter des Programms ORIGIN™ 4.1 (Microcal Software, Inc., Northampton, MA, USA) entsprechend der zu untersuchenden Modelle für beide Kopplungen (Addition der einzelnen Eindringtiefenanteile zur Gesamteindringtiefe und Addition der Quadrate der Anteile zum Quadrat der Gesamteindringtiefe, Gln.(5.2-1a) und (5.2-2a)) aus Kap. 5 analysiert.

Die Größe  $\chi^2$  ist ein Maß für die Güte der Anpassung und ist mit

$$\chi^2 = \frac{1}{n - p} \sum_{i=1}^n (y_i - f(x_i))^2 \quad (6.5-1)$$

definiert, wobei  $n$  die Anzahl der Meßpunkte  $\{x_i, y_i\}$  und  $p$  die Anzahl der Fitparameter ist.  $\chi$  hat somit die Dimension der Größe  $y$  und kann als Analogon zu einer Standardabweichung betrachtet werden. Der Fehler der einzelnen Parameter ist mit

$$\delta_{p_i} = \sqrt{C_{ii} \chi^2} \quad (6.5-2)$$

definiert, wobei  $C_{ii}$  das zum  $i$ -ten Parameter gehörende Diagonalelement der Varianz-Kovarianz-Matrix ist.

## 7. Auswertung der Messungen nach den Modellansätzen

In diesem Kapitel wird an Beispielen für eine feste Belastungsgeschwindigkeit demonstriert, wie aus den Meßkurven die Modellparameter ermittelt wurden.

### 7.1. Der Belastungsvorgang (V1)

Zunächst soll hier der unmittelbare Kontaktbeginn untersucht werden. Für beide Modelle wird die kritische Fließspannung  $\sigma_v$  mit der zugehörigen Eindringtiefe  $h_v$  erreicht. Für alle Varianten ((M1,K1); (M1,K2); (M2,K1); (M2,K2)) ermittelte die Fitprozedur für eine Maximallast von 450mN immer  $h_v=0$  (Gln.(5.2-4), (5.2-5), (5.2-13) und (5.2-14)). Das bedeutet in keinem Fall, daß für die Fließspannung gemäß Gl.(5.2-6)  $\sigma_v \approx 0$  angenommen werden muß, sondern, daß die Meßpunktdichte bzw. -genauigkeit unterhalb der Größenordnung von  $h_v$  liegt. Eine Abschätzung nach Gl.(5.2-6) ergibt bei einem Kontaktdruck in der Größenordnung der zu erwartenden Härte für BK7 von 6,3GPa, einem  $E_r=79,8$ GPa und bei einem mittleren Verrundungsradius von  $R=342$ nm (Kap. 6.3.2.) ein  $h_v=47,2$ nm (das entspricht etwa 2,4% der maximalen Eindringtiefe bei 450mN). Für PMMA ( $H_p=0,21$ GPa,  $E_r=3,68$ GPa) ergibt sich  $h_v=24,8$ nm (etwa 0,23% von  $h_{max}$ ).

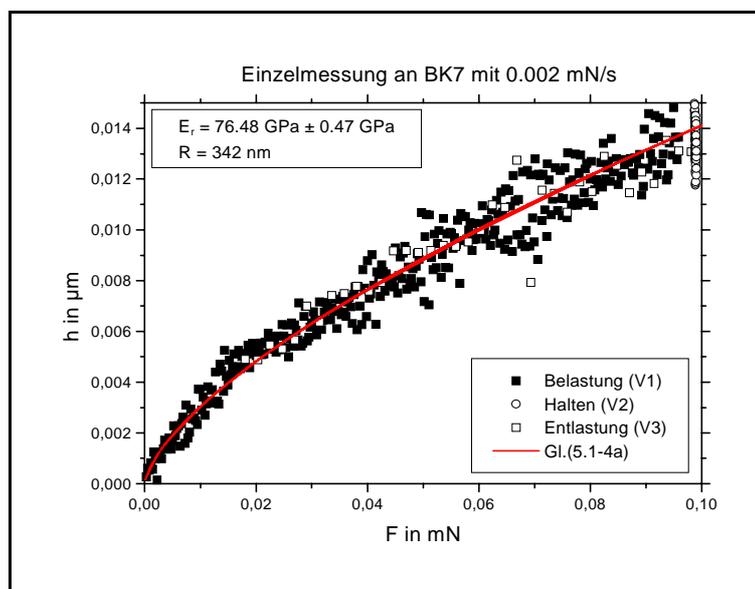


Abb. 7.-1: Einzelmessung an BK7 bei  $F_{max}=0,1$ mN mit rein elastischem Kontakt

Natürlich sind mit dem NA-NOINDENTER®II Messungen mit hinreichender Genauigkeit möglich, bei denen die Maximalkraft so gewählt wird, daß die Eindringtiefe das zu erwartende  $h_v$  nicht überschreitet. Die Abb. 7.-1 zeigt beispielhaft für BK7 eine Einzelmessung für  $F_{max}=0,1$ mN, bei der  $h_{max} \leq h_v$ . Die Entlastungs- liegt über der Belastungskurve, was auf eine rein elastische Deformation

hindeutet. Für diese Einzelmessung ergibt sich nach HERTZ (Gl.(5.1-4a)) ein  $E_T=76,5\text{GPa}$  bzw.  $E=78,3\text{GPa}$ , wenn der Verrundungsradius von  $R=342\text{nm}$  angesetzt wird. Die Wegänderung während des Haltesegementes ( $t_H=100\text{s}$ ) entspricht der Meßwertstreuung.

Zur experimentellen Absicherung dieser Aussagen wurden mit  $dF/dt=0,001, 0,002, 0,005$  und  $0,01\text{ mN/s}$  jeweils 10 Eindruckexperimente durchgeführt und mit Gl.(5.1-4a) ausgewertet. Daraus ergibt sich für BK7 als gemittelter Elastizitätsmodul  $E=(74,4\pm 10,7)\text{GPa}$ , unabhängig von der Belastungsgeschwindigkeit.

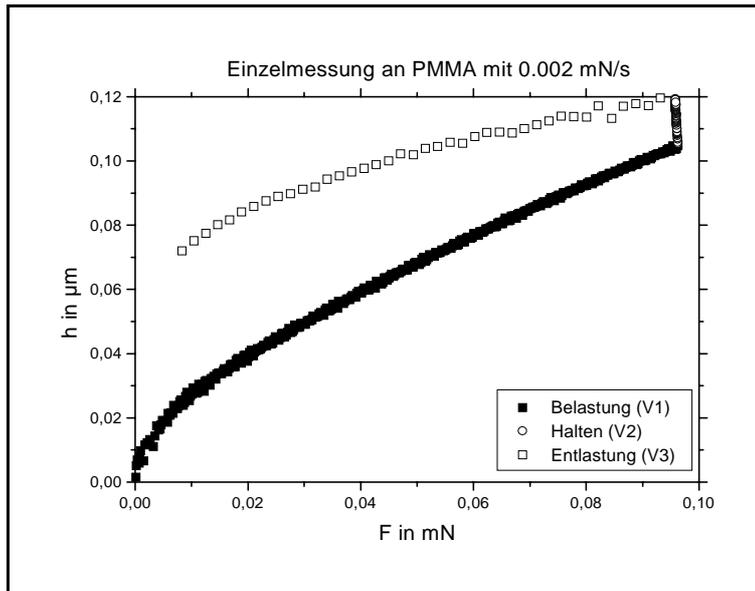


Abb. 7.-2: Einzelmessung an PMMA bei  $F_{\max}=0,1\text{mN}$

Eine analoge Messung, wie in Abb. 7.-1 gezeigt, ist für PMMA in Abb. 7.-2 dargestellt. Daraus ist ersichtlich, daß bei  $F_{\max}=0,1\text{mN}$  die erreichte Eindringtiefe weit oberhalb von  $h_v=24,8\text{nm}$  liegt. Zu Eindringtiefen der Größenordnung  $h_{\max}\approx 25\text{nm}$  gehören für PMMA Kräfte von  $F_{\max}\approx 8\mu\text{N}$ . In diesem Bereich sind bisher keine registrierenden Messungen mit

verlässlicher Genauigkeit durchgeführt worden. Es sind jedoch Geräte in der Entwicklung, deren Empfindlichkeit für derartige Messungen ausreichen soll [7.1].

Für beide Kopplungen K1 und K2 lassen sich für Modell 1 die Belastungskurven (V1) für jede Geschwindigkeit sehr gut anpassen. Beispielhaft sind für die Messungen an BK7 mit  $dF/dt=2\text{mN/s}$  in Abb. 7.-3 sowohl die Meßpunkte (Mittelwerte) als auch die Modellkurven nach den entsprechenden Fitparametern angegeben. (Wegen der Vorgabe der Kraft als unabhängige Variable beim NANOINDENTER®II wird in allen Darstellungen von Be- und Entlastungsvorgängen  $F$  an der Abszisse und  $h$  an der Ordinate abgetragen.) Erst eine Ausschnittsvergrößerung im Teilbild (a) macht die geringen Abweichungen der Fitkurven von den Meßpunkten deutlich. Zur Orientierung ist durch Pfeile die entsprechende  $\chi$ -Schwankung um die Fitkurven angegeben.

Die Abb. 7.-4 zeigt denselben Sachverhalt für PMMA. Die Fitparameter für alle Geschwindigkeiten und beide Materialien sind im Anhang 2, Tab. A2-3 zusammengefaßt und werden in

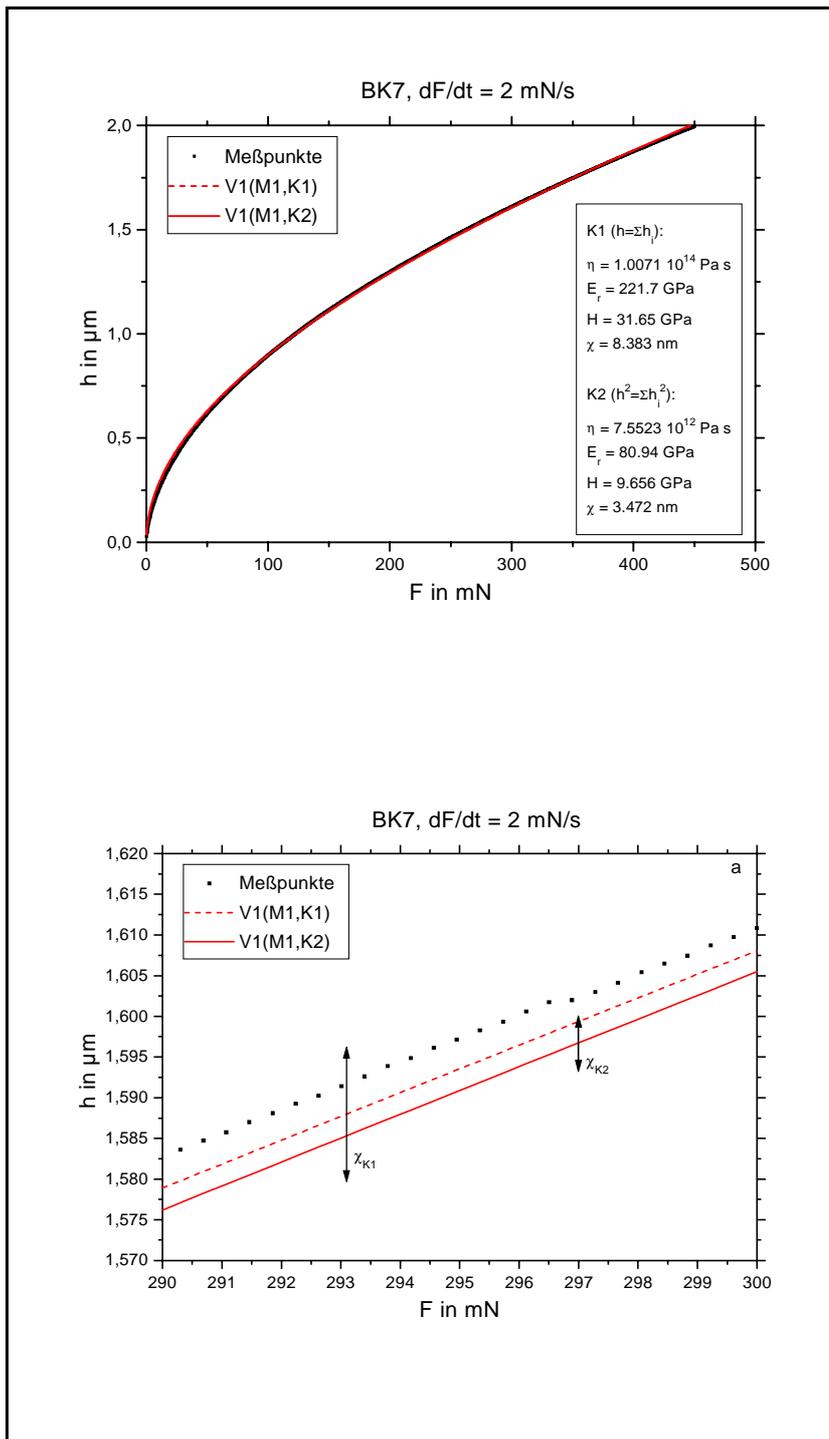


Abb. 7.-3: Der Belastungsvorgang für BK7 mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 1 sowie eine etwa 50fache Ausschnittsvergrößerung (a)

Der Belastungsvorgang für BK7 mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 1 sowie eine etwa 50fache Ausschnittsvergrößerung (a) kaum sichtbar. Für beide Varianten wurde  $E_r$  mit dem Literaturwert (79,8GPa) vorgegeben und nicht variiert. Als freier Parameter geht  $E_r \rightarrow \infty$ , was bedeutet, daß elastische Deformationsanteile verschwinden würden und der Ansatz mit Kopplung 1 in den TOMOZAWA-Ansatz übergeht. Die Abb. 7.-6 zeigt den analogen Sachverhalt für PMMA mit festem  $E_r=3,68\text{GPa}$ . Die Fitergebnisse sind im Anhang 2, Tab. A2-4 angegeben.

Kap. 8. diskutiert.

Zusätzlich zu den in Kap. 5 angegebenen Varianten wurden für Modell 2 (Ansatz mit nichtlinearem Fließen) Fitparameter ermittelt, die sich ergeben, wenn man die allgemeine Fließgleichung (Gl.(4.3-1)) auf die Gesamtieindringtiefe anwendet. Dieser Ansatz (Kap. 4, Tab. 4-3, TOMOZAWA-Ansatz, [1.10], [4.21]) berücksichtigt keine elastischen Deformationsanteile.

Die Abb. 7.-5 zeigt für BK7 (dF/dt=2mN/s) die sehr gute Anpassbarkeit der Meßpunkte durch die Modellfunktionen. Unterschiede zwischen den einzelnen Modellen werden selbst bei einer Ausschnittsvergrößerung

(Teilbild (a)) kaum sichtbar.

Für beide Varianten wurde  $E_r$  mit dem Literaturwert

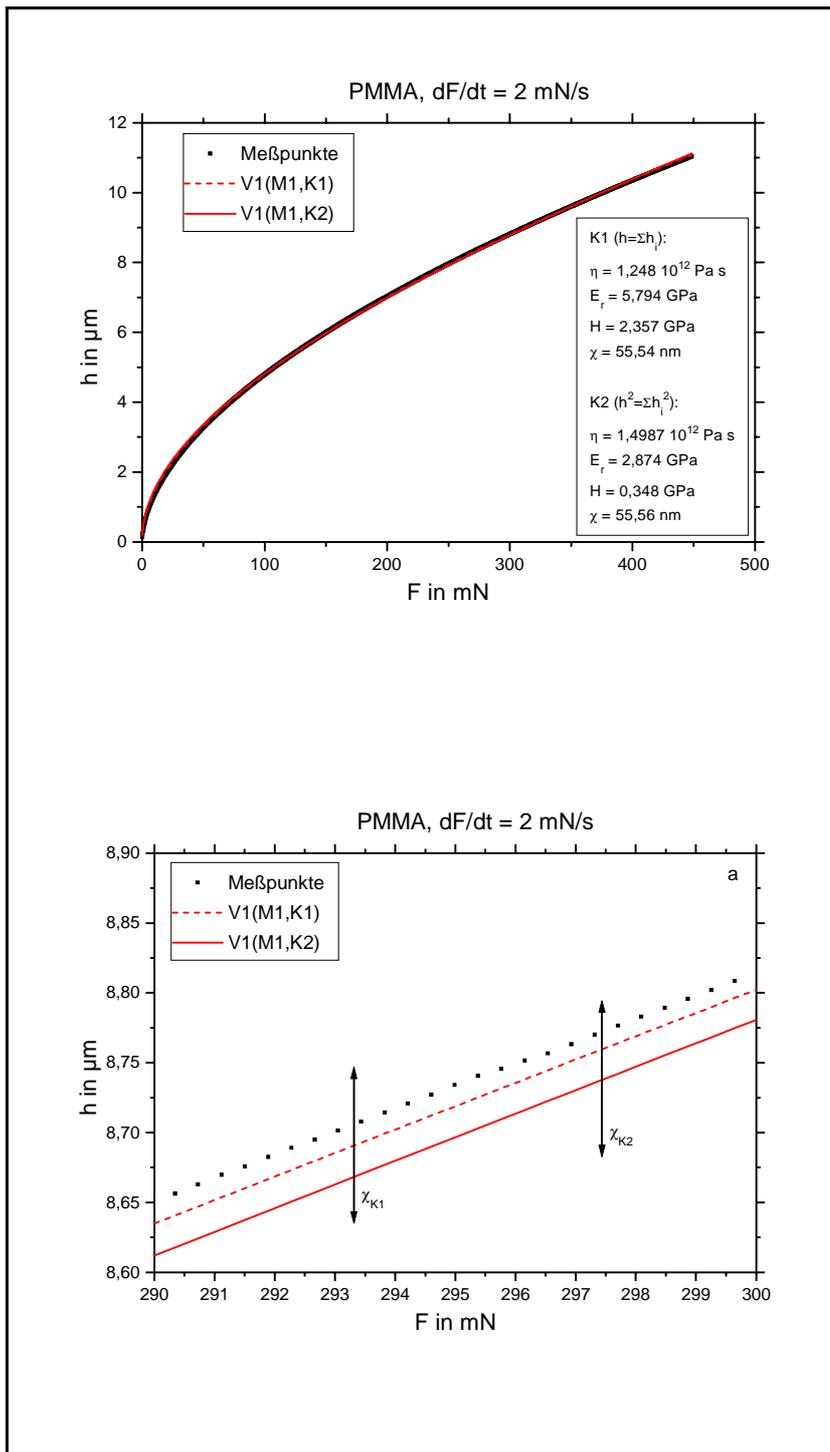


Abb. 7.-4: Der Belastungsvorgang für PMMA mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 1 sowie eine etwa 50fache Ausschnittsvergrößerung (a)

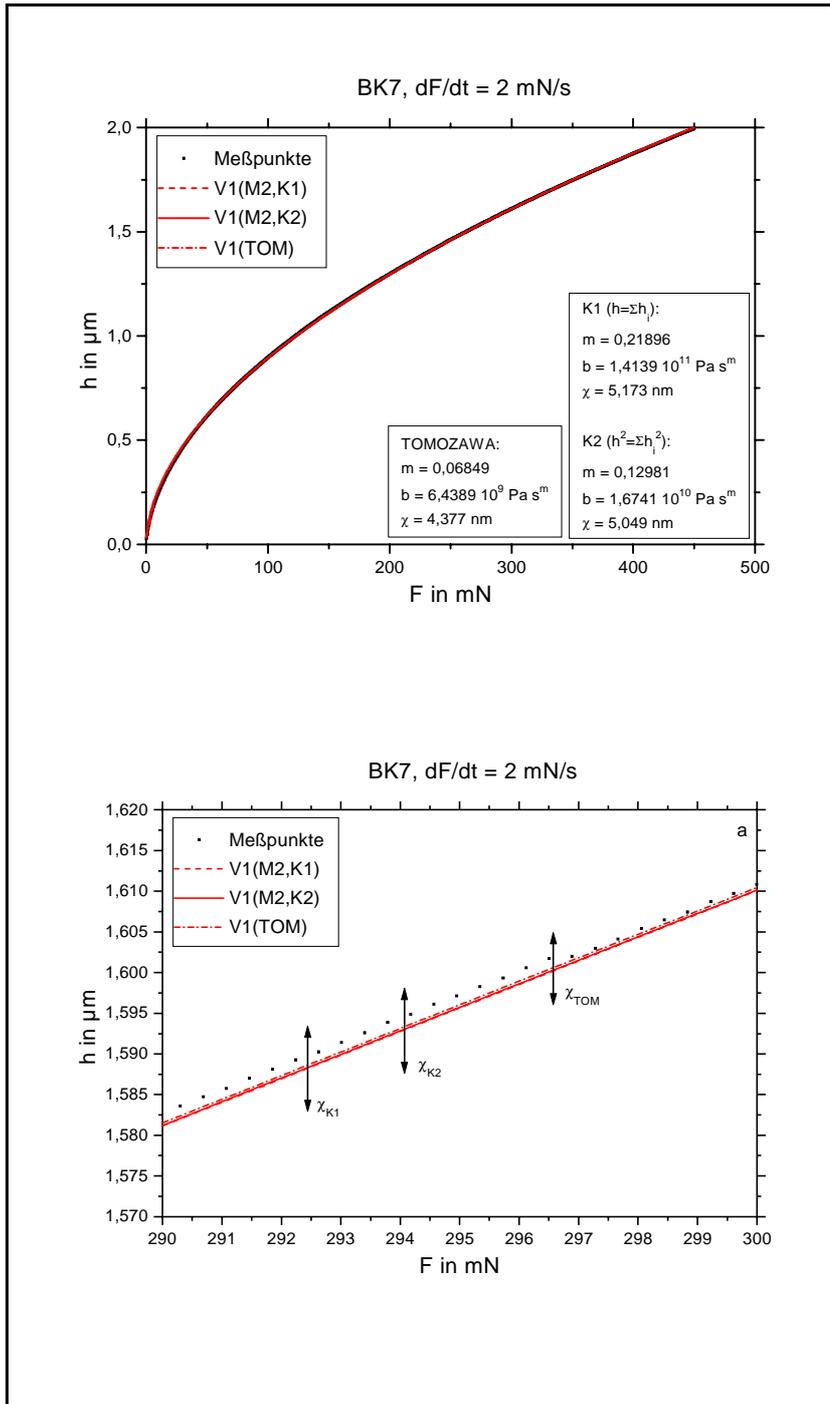


Abb. 7.-5: Der Belastungsvorgang für BK7 mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 2 und den TOMOZAWA-Ansatz sowie eine etwa 50fache Ausschnittsvergrößerung (a)

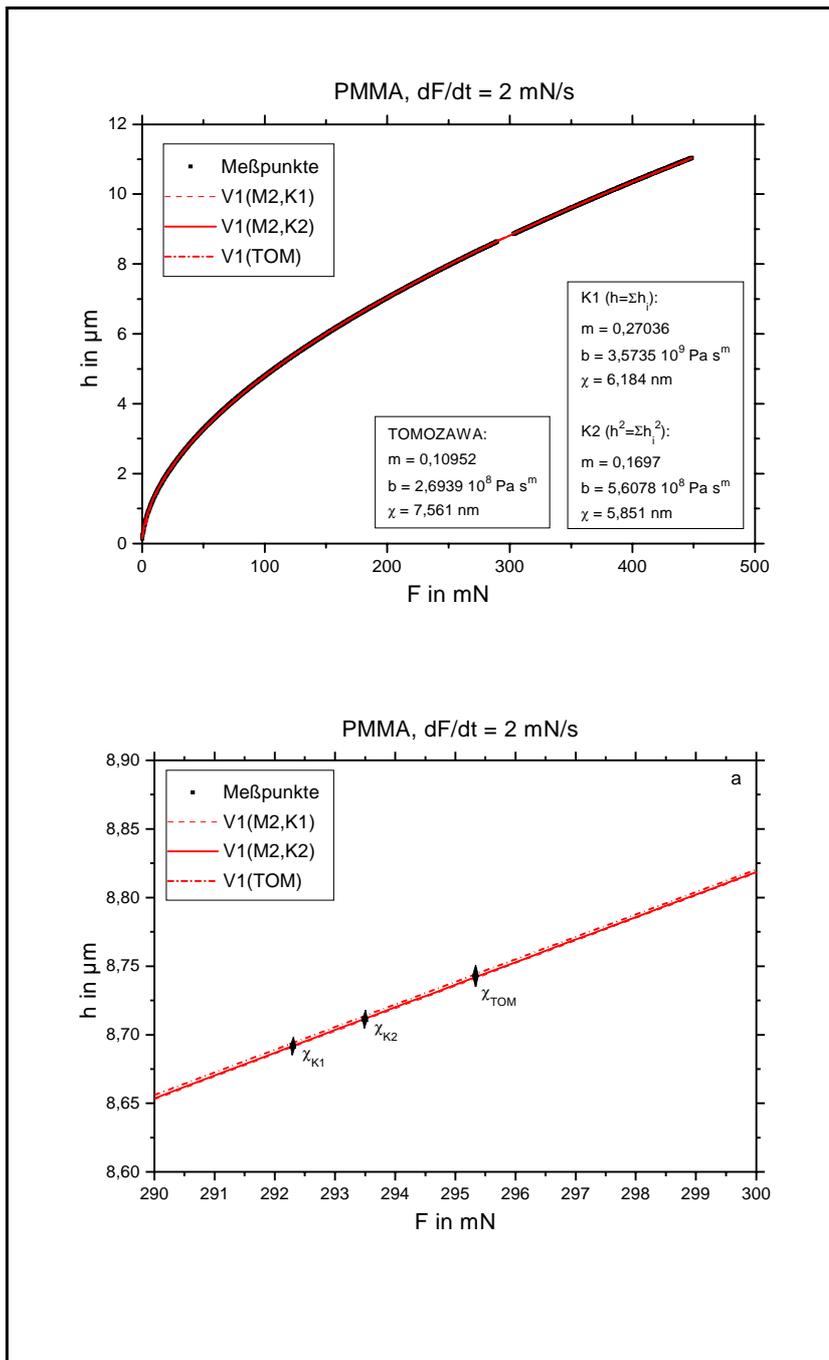


Abb. 7.-6: Der Belastungsvorgang für PMMA mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 2 und den TOMOZAWA-Ansatz sowie eine etwa 50fache Ausschnittsvergrößerung (a)

## 7.2. Das Haltesegment (V2)

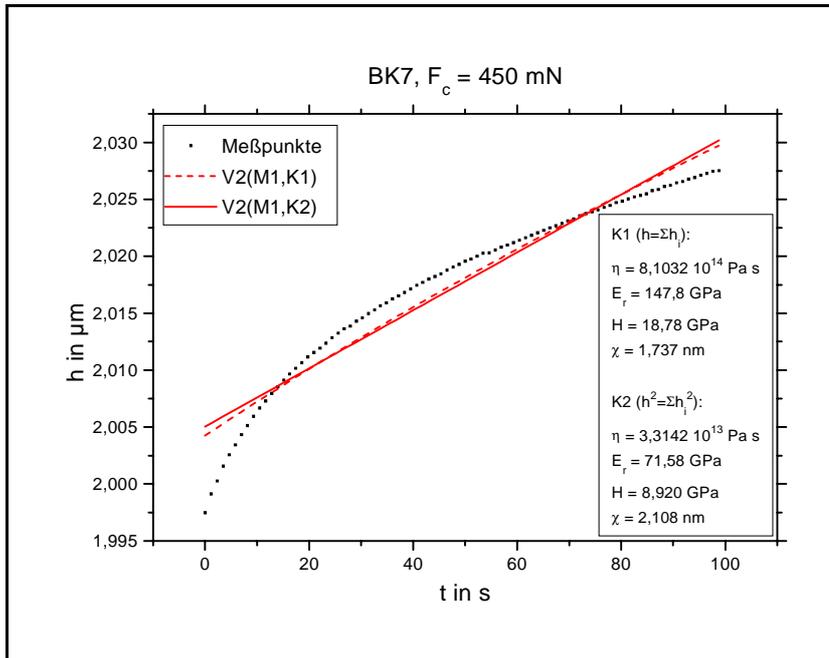


Abb. 7.-7: Das Haltesegment für BK7 mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 1

wiedergegeben. Für K1 liegen die Werte für  $E_r$  und  $H$  wie bei der Belastung weit oberhalb der Literaturwerte, während sie für K2 in guter Näherung übereinstimmen. Für PMMA (Abb. 7.-

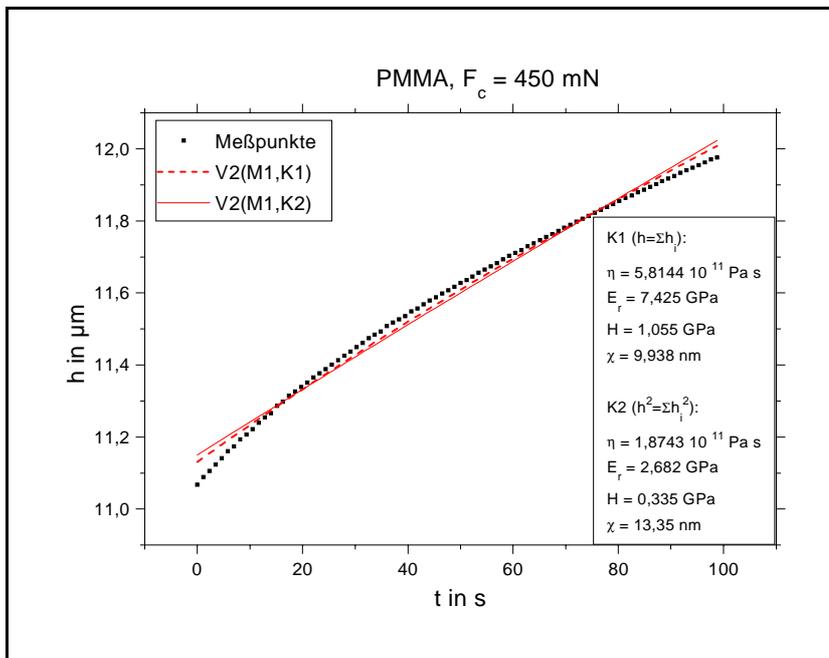


Abb. 7.-8: Das Haltesegment für PMMA mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 1

In der Abb. 7.-7 sind für Modell 1 Modellkurven und Meßpunkte für BK7 nach einer Belastung mit 2mN/s dargestellt. Danach beträgt die Änderung der Eindringtiefe während der Haltezeit  $t_H = 100 \text{ s}$  etwa 30nm, das sind ca. 1,5% der maximalen Eindringtiefe am Ende der Belastung. Die Krümmung der h-t-Meßkurve wird für beide Kopplungen nicht

wiedergegeben. Für K1 liegen die Werte für  $E_r$  und  $H$  wie bei der Belastung weit oberhalb der Literaturwerte, während sie für K2 in guter Näherung übereinstimmen. Für PMMA (Abb. 7.-8) sind diese Aussagen für Modell 1 ebenso gültig. Die relative Eindringtiefenänderung während des Haltens beträgt hier etwa 10%. Die Ergebnisse der Fits sind im Anhang 2, Tab. A2-5 dargestellt. Die Abbn. 7.-9 und 7.-10 zeigen, daß das Modell 2 für beide Kopplungen und für beide Materialien den experimentellen h-t-Verlauf sehr gut wiedergibt.

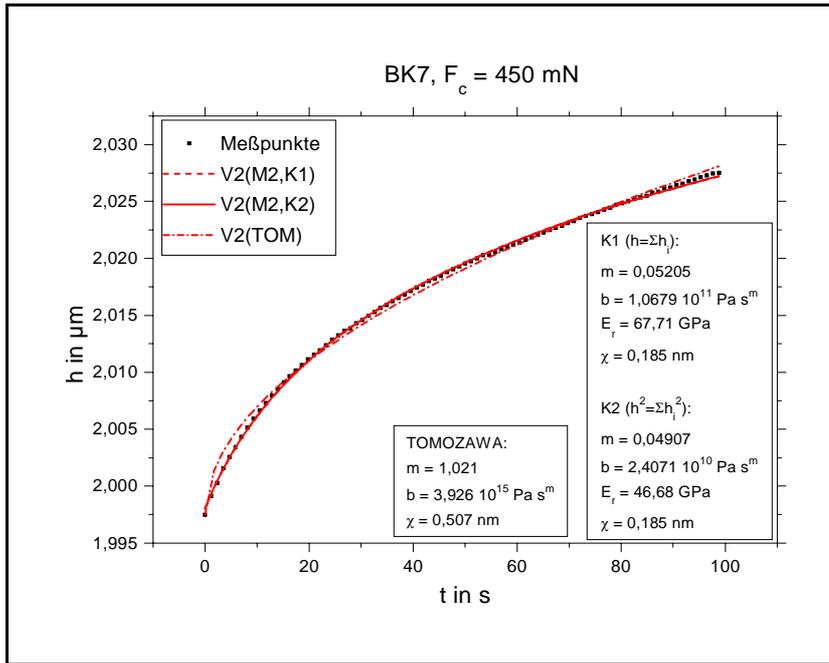


Abb. 7-9: Das Haltesegment für BK7 mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 2 und den TOMOZAWA-Ansatz

Auch für das Halteseg-  
ment wurden die Messun-  
gen zusätzlich zu Modell 2  
nach dem TOMOZAWA-  
Ansatz analysiert. Auch  
dieser Ansatz gibt den ex-  
perimentellen Verlauf sehr  
gut wieder. Die Ergebnisse  
der Parameterbestimmung  
sind für alle Modellansät-  
ze im Anhang 2, Tab. A2-  
6 zusammengefaßt.

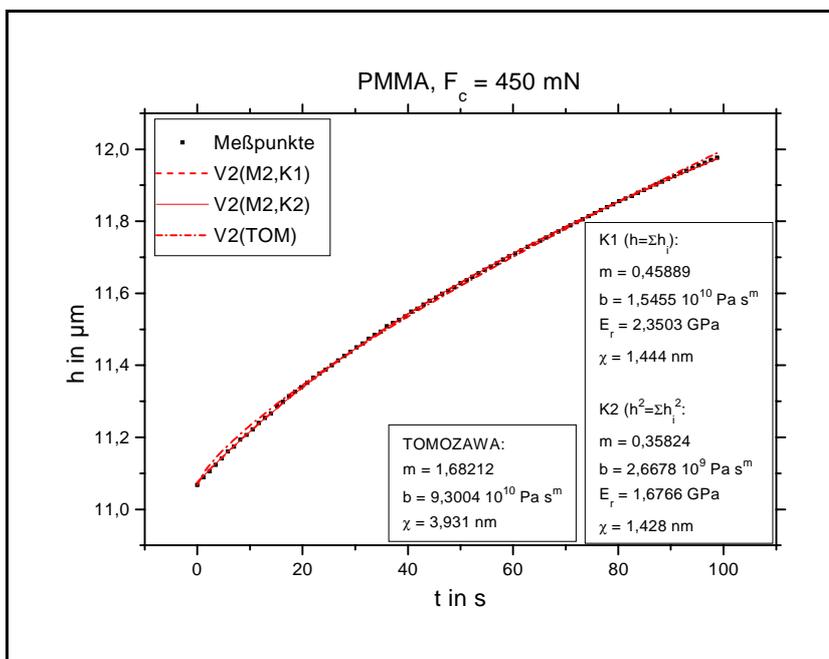


Abb. 7-10: Das Haltesegment für PMMA mit Meßpunkten und Fitkurven für das Modell 2 und den TOMOZAWA-Ansatz

### 7.3. Der Entlastungsvorgang (V3)

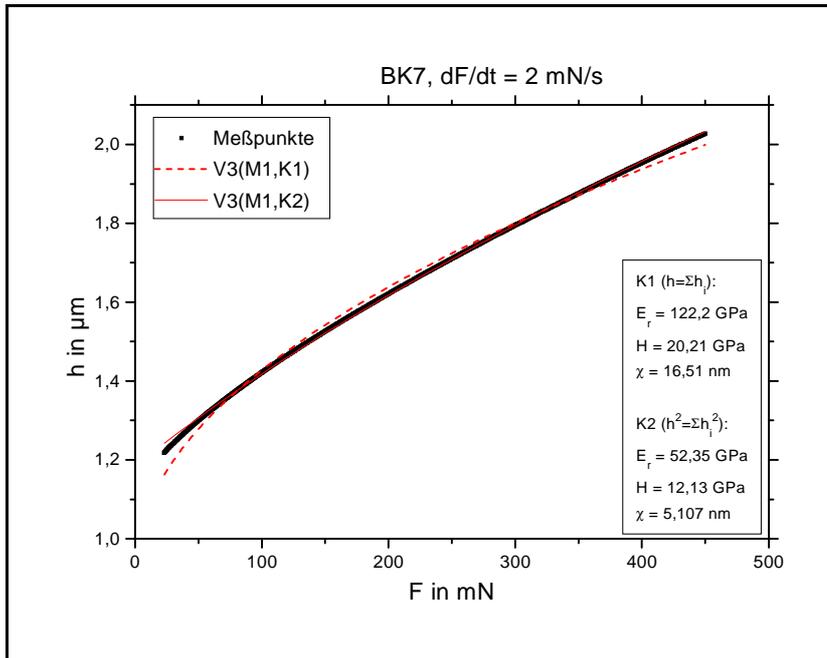


Abb. 7.-11: Die Entlastung für BK7 mit Meßpunkten und Modellkurven nach Modell 1

Die Ergebnisse aller Fits sind im Anhang 2, Tabn. A2.-7 und A2.-8 zusammengetragen.

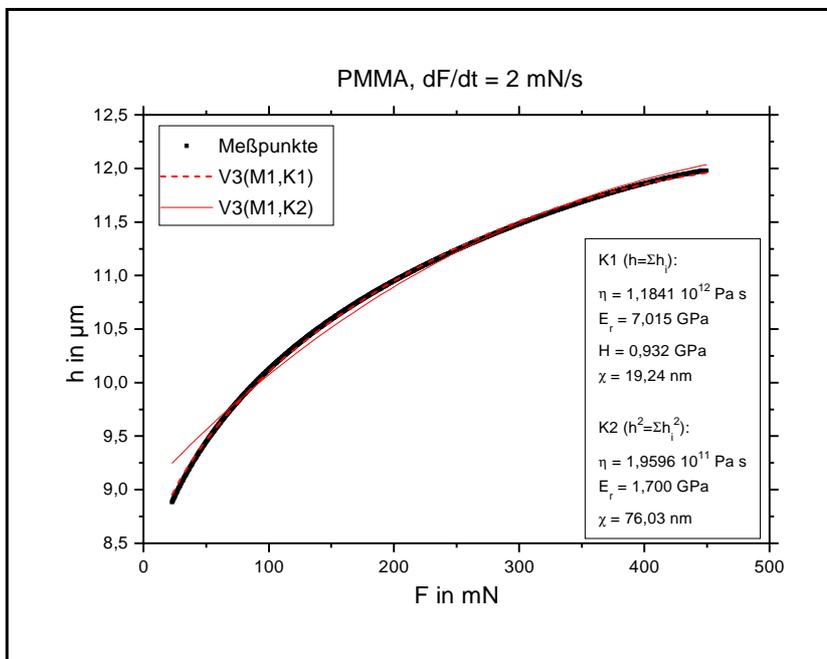


Abb. 7-12: Die Entlastung für PMMA mit Meßpunkten und Modellkurven nach Modell 1

Für BK7 wird V3 stets durch K2,

Die Abbn. 7.-11 bis 7.-14 zeigen für  $dF/dt=2mN/s$  die Anpassungen für den Entlastungsvorgang. Für BK7 wird für K2 bei beiden Modellen der Verlauf besser, während für PMMA die Kopplung 1 günstiger ist. Für BK7 ergibt sich bei Modell 1 für alle Geschwindigkeiten für beide Kopplungen  $\eta \rightarrow \infty$ . Für PMMA ergibt sich für K2 stets  $H \rightarrow \infty$ . Die

Zusammenfassend kann über die Modellanpassungen folgendes festgestellt werden:

Der Belastungsvorgang (V1) läßt sich durch alle Modellansätze mit hoher Genauigkeit anpassen.

Die Haltesegmente (V2) werden durch das Modell 2 besser angepaßt.

Der Entlastungsvorgang (V3) wird durch die Modelle, abhängig von der

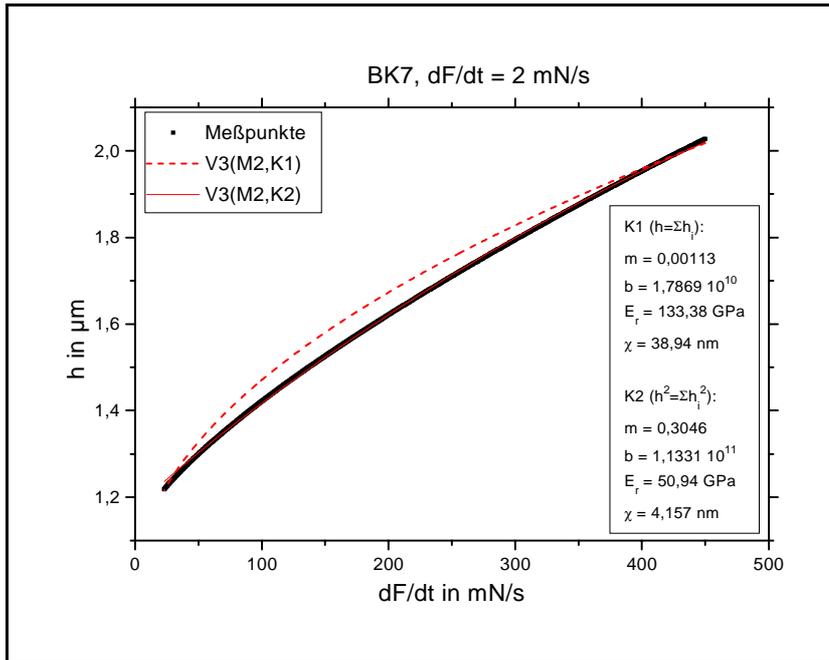


Abb. 7.-13: Die Entlastung für BK7 mit Meßpunkten und Modellkurven nach Modell 2

während für PMMA V3 immer durch K1 besser angepaßt wird.

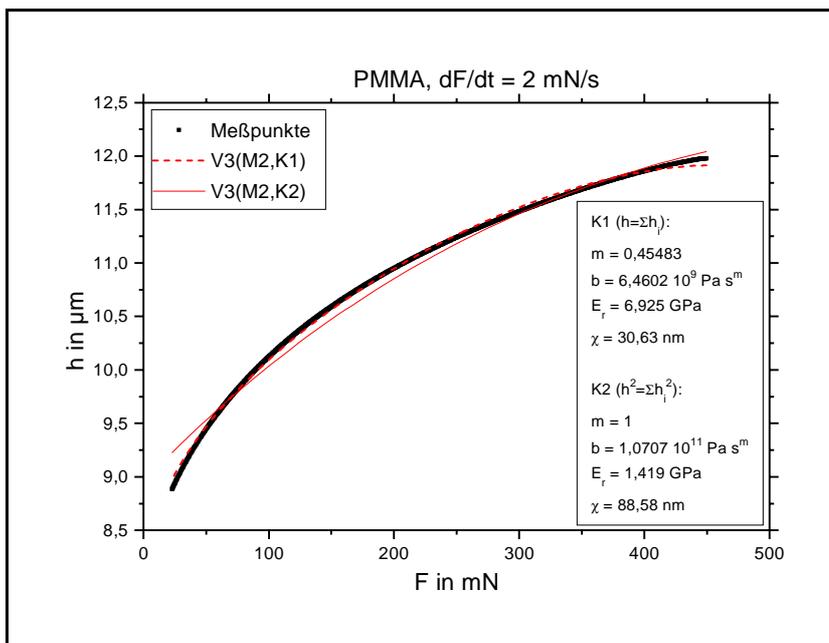


Abb. 7.-14: Die Entlastung für PMMA mit Meßpunkten und Modellkurven nach Modell 2

## 8. Diskussion der Ergebnisse in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit

In diesem Kapitel werden die verschiedenen Modellansätze qualitativ beurteilt, einmal durch den Vergleich der Parameterwerte mit entsprechenden Literaturwerten und zum anderen durch ihr Verhalten bei unterschiedlichen Belastungsgeschwindigkeiten. Dabei werden die Fitparameter der Haltesegmente (V2) formal den Geschwindigkeiten der Be- und Entlastung zugeordnet, um zu überprüfen, ob die untersuchten Modelle dem allgemeinen Anspruch der Rheologie entsprechen, daß die Parameter unabhängig von der Versuchsführung sind. Für die Untersuchung der Geschwindigkeitsabhängigkeit sind die Parameter der Haltesegmente nicht relevant. Zum einen ist die Krafrate  $dF/dt=0$  und zum anderen ist die Änderung der Dehnung und damit die Dehnungsrate wegen der sehr kleinen Eindringtiefenänderung unbedeutend.

### 8.1. Der elastische Modellparameter E

Der Parameter Elastizitätsmodul E ergibt sich mit Gl.(3.2-3) aus  $E_r$  (mit den Konstanten für Diamantindenter aus Tab. A2-2a). In Abb. 8.-1 sind die Parameter E mit Fehlerangaben nach Gl.(6.5-2) als Ergebnisse der Fits nach dem Modell 1 (M1) und nach der Methode von OLIVER und PHARR [1.9] (siehe auch Kap. 3.2.3.) für BK7 (a) und PMMA (b) den Literaturwerten für die E-Moduln (Tab. A2-2a) gegenübergestellt. Die Ergebnisse der Kopplung 1 (K1) liegen weit über dem Katalogwert. Um die Abweichungen vergleichbar zu machen, wird ein Korrekturfaktor eingeführt:

$$E_{(MK)} = k_{E(MK)} E_L \quad (8.1-1)$$

wobei  $E_{(MK)}$  der Modellparameter,  $k_{E(MK)}$  der Korrekturfaktor und  $E_L$  der Literaturwert ist (Index "M"=1,2=Modell, Index "K"=1,2=Kopplung). Für K1 ergibt sich materialunabhängig  $k_{E(11)} \approx 2$ . Die Ergebnisse der Kopplung 2 (K2) stimmen insbesondere für Belastung (V1) und Haltesegment (V2) für beide Materialien gut mit dem Katalogwert überein, d.h.  $k_{E(12)} \approx 1$ . Die Parameterwerte nach OLIVER und PHARR (V3(Ol,Ph)) liegen zwar sehr dicht am Literaturwert, jedoch versagt diese Methode, die sich nur auf Informationen aus der Entlastungskurve stützt, für Materialien mit ausgeprägter "Kriechneigung" bei kleinen Entlastungsgeschwindig-

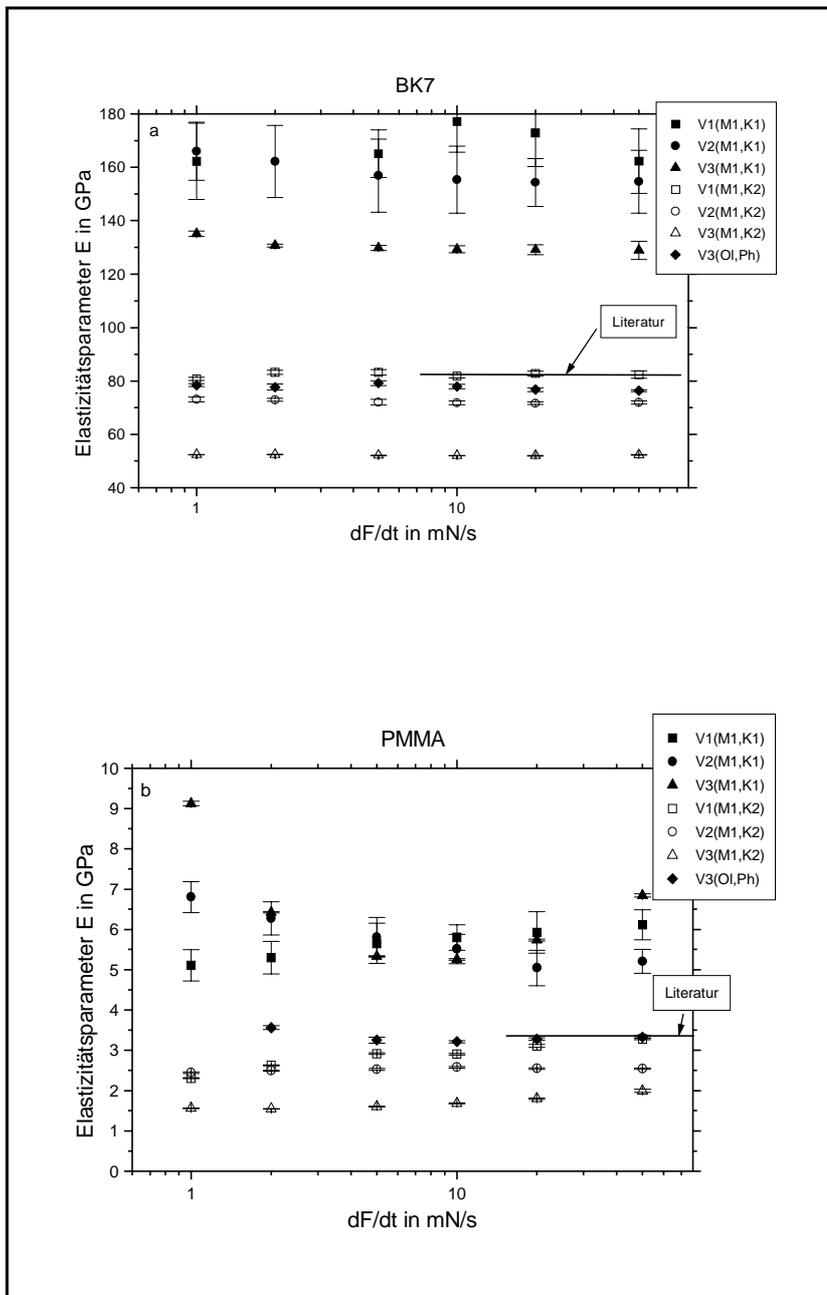


Abb. 8.-1: Die Elastizitätsparameter  $E$  aus Modell 1 und nach OLIVER und PHARR in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b)

keiten. Für PMMA war für die geringste Entlastungsgeschwindigkeit (1 mN/s) diese Methode nicht mehr anwendbar.

Die Ergebnisse der Auswertung nach Modell 2 (M2) sind in Abb. 8.-2 dargestellt. Es sei daran erinnert, daß zur Analyse des Belastungssegmentes (V1) der Parameter  $E$  mit dem Literaturwert fest vorgegeben und nicht variiert wurde, da sich bei der Fitprozedur durch die Minimierung der Summe der Abweichungsquadrate  $\chi^2$  sonst  $E \rightarrow \infty$  eingestellt hätte, womit elastische Deformationsanteile verschwinden würden. Das bedeutet, daß sich die experimentellen Daten der Belastungssegmente durch einen zweiparametrischen Potenz-

ansatz wie Gl.(4.3-7a) (vgl. [4.21]) nicht schlechter anpassen lassen als mit dem sich durch Hinzunahme elastischer Anteile ergebenden 3-Parameter-Ansatz Gl.(5.2-12). Die Werte für die Kopplung 1 (K1) liegen im Mittel in der Nähe des Literaturwertes ( $k_{E(21)} \approx 1$ ), wobei es große Unterschiede zwischen Haltesegment (V2) und Entlastung (V3) gibt. Für die Kopplung 2 (K2) liegen die Werte dicht beieinander, sind jedoch kleiner als  $E_L$ . Aber auch hier läßt sich nach Gl.(8.1-1) ein Korrekturfaktor  $k_{E(22)} \approx 0,5$  angeben, der für beide Materialien gleicherma-

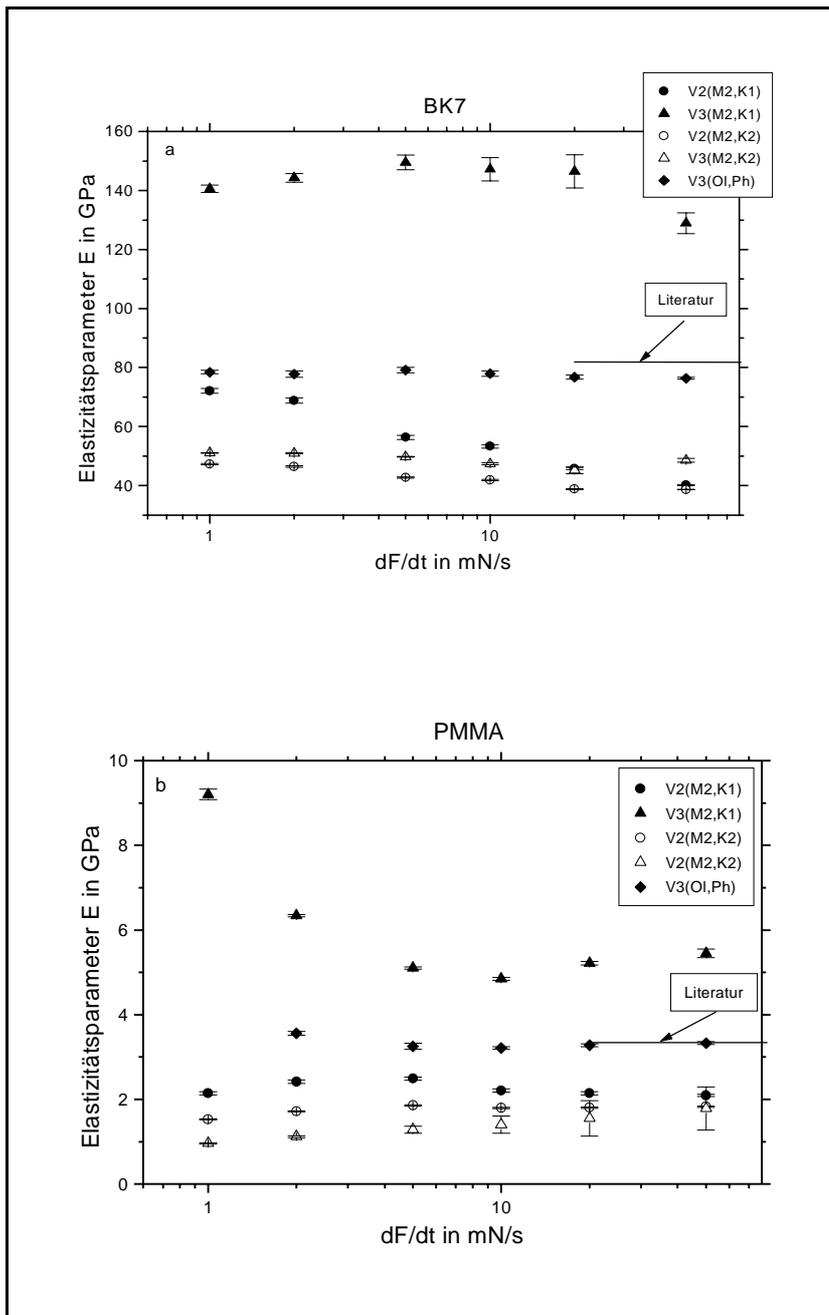


Abb. 8.-2: Die Elastizitätsparameter  $E$  aus Modell 2 und nach OLIVER und PHARR in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b)

geschwindigkeitsunabhängigkeit für  $E$  beobachtet.

An dieser Stelle sei noch eine Bemerkung zum elastischen Materialverhalten bei Härteeindruckexperimenten gemacht. Der lineare Zusammenhang zwischen Spannung  $\sigma$  und Dehnung  $\epsilon$ , wie er in den hier untersuchten Modellen angesetzt wurde, gilt im allgemeinen nur für Dehnungen  $\epsilon \leq 1\%$ . Nach TABOR [8.1, 8.2] gilt für die elastische Dehnung bei Kugelindentern

ßen gültig ist.

Nach dem HOOKEschen Gesetz, welches bei beiden Modellen für die Beschreibung der elastischen Deformationsanteile angesetzt wurde, muß der Elastizitätsmodul  $E$  von der Deformationsgeschwindigkeit unabhängig sein. Bei Modell 1 (M1) trifft dies für BK7 für jede Kopplung zu. Für PMMA hingegen ist für die Entlastungsauswertung eine Geschwindigkeitsabhängigkeit von  $E$  zu erkennen, die im Zusammenhang mit dem plastischen Parameter  $H$  (Kap. 8.2.) bzw. mit dem Sprödigkeitsparameter  $E/H$  (Kap. 8.3.) diskutiert wird. Bei Modell 2 (M2) wird für beide Materialien nur für die Kopplung 2 (K2) eine Ge-

$$\epsilon_{\text{Kugel}} = 0,2 \frac{d}{D} \quad (8.1-2a)$$

wobei  $d$  der Durchmesser des Kugeleindrucks und  $D$  der Kugeldurchmesser ist. Für die Beziehung zwischen Dehnung  $\epsilon_{\text{Kugel}}$  und Eindringtiefe  $h$  ergibt sich daraus für eine Kugel mit dem Radius  $R$

$$\epsilon_{\text{Kugel}} = 0,2 \frac{\sqrt{h(2R-h)}}{R} \quad (8.1-2b)$$

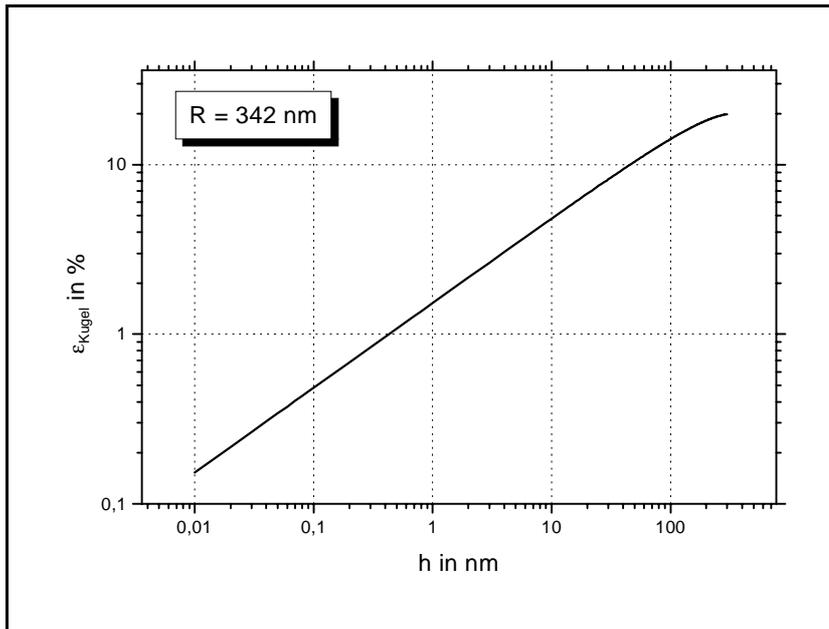


Abb. 8.-3: Zusammenhang zwischen Eindringtiefe  $h$  und Dehnung  $\epsilon_{\text{Kugel}}$  für einen Kugelinrenter mit dem Radius  $R=342\text{nm}$  nach TABOR [8.1, 8.2]

Die Abb. 8.-3 zeigt diesen Zusammenhang für eine Kugel mit  $R=342\text{nm}$  (vgl. Kap. 6.3.2.). Daraus ist ersichtlich, daß bereits für Eindringtiefen  $h>0,5\text{nm}$  (das sind bei  $F_{\text{max}}=450\text{mN}$  für BK7 0,025% von  $h_{\text{max}} \approx 2\mu\text{m}$  und für PMMA 0,0045% von  $h_{\text{max}} \approx 11\mu\text{m}$ ) die Dehnung  $\epsilon_{\text{Kugel}}>1\%$  ist. Für  $h>46\text{nm}$  (für BK7 2,3% von  $h_{\text{max}}$ , für PMMA 0,42% von  $h_{\text{max}}$ ) ist gar

$\epsilon_{\text{Kugel}}>10\%$ . Insgesamt bedeutet das, daß bei Härteeindruckversuchen Dehnungen erreicht werden, bei denen ein linearer Elastizitätsansatz nur als Näherung betrachtet werden kann.

## 8.2. Der plastische Modellparameter H

Der Modellparameter  $H$  beschreibt gemäß den Gln.(5.1-5) und (3.1-2) irreversible Deformationsanteile im Modell 1 (M1). In Abb. 8.-4 ist  $H$  gemeinsam mit dem konventionell ermittelten Vickershärtewert  $HV$  (Tab. A2-2b) dargestellt. Wie beim Elastizitätsmodul  $E$  liegen auch hier die Werte für die Kopplung 1 ( $K1$ ) weit über den zu erwartenden ( $HV$ ). Auch hier läßt sich jedoch ein materialunabhängiger Korrekturfaktor  $k_{H(11)} \approx 4$  nach

$$H_{(MK)} = k_{H(MK)} HV \quad (8.2-1)$$

in Analogie zu Gl.(8.1-1) angeben. Für die Kopplung 2 (K2) ergibt sich  $k_{H(12)} \approx 2$ . Die Parameter  $H_p$  nach Gl.(3.2-29) (OLIVER und PHARR) stimmen gut mit den HV-Werten überein. Für PMMA bilden die Parameter H, die aus den Entlastungskurven gewonnen wurden, eine Ausnahme. Für K1 ist eine physikalisch nicht begründbar starke Geschwindigkeitsabhängigkeit zu verzeichnen, wobei die Fitprozedur für die größte Entlastungsgeschwindigkeit (50

mN/s) gar  $H \rightarrow \infty$  liefert. Für K2 wird für jede Geschwindigkeit  $H \rightarrow \infty$  gefunden. Diese Tatsache ist damit zu begründen, daß es modellgemäß bei M1 keine Änderung der plastischen Eindringtiefenanteile bei der Entlastung mehr gibt. Es wird dann H nur aus den Informationen über die Eindringtiefe vor Beginn der Entlastung angepaßt, was offensichtlich einen zu "schwachen" Einfluß auf die Anpassung der Entlastungsdaten hat. In Abb. 8.-4 ist zu erkennen, daß der Parameter H der Belastungssegmente insbesondere für PMMA mit der Belastungsgeschwindigkeit zunimmt. Diese Abhängigkeit soll hier durch einen Ratenansatz diskutiert werden,

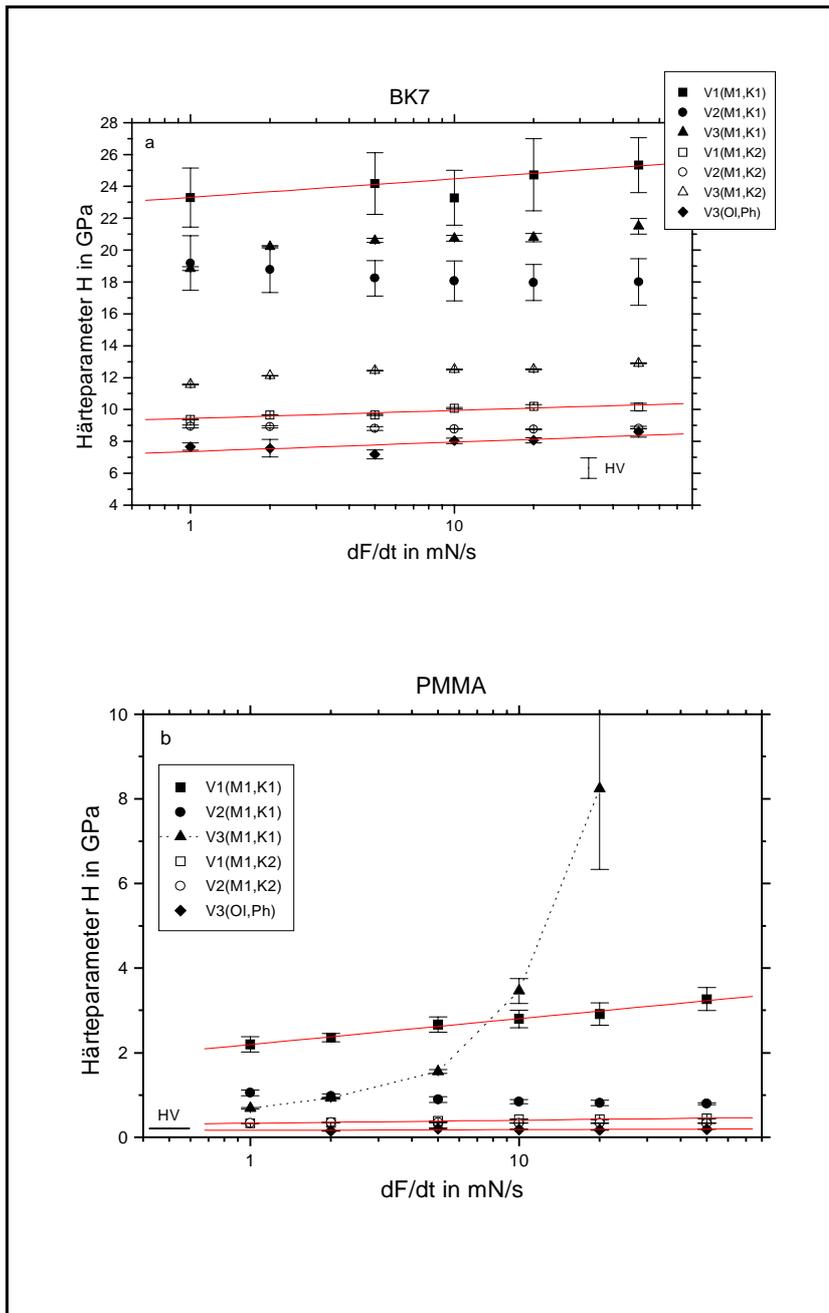


Abb. 8.-4: Die Härteparameter H aus Modell 1 und nach OLIVER und PHARR in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b)

wie er zur Beschreibung thermisch aktivierter Prozesse üblich ist (vgl. Kap. 2.3., Gl.(2.3-2b)):

$$\dot{F} = \dot{F}_k e^{\left(\frac{V H}{k T}\right)} \quad (8.2-2)$$

Dabei ist  $k$  die Boltzmann-Konstante,  $T$  die absolute Temperatur und  $\dot{F}_k$  und  $V$  sind Materialparameter. Das Aktivierungsvolumen  $V$  kann aus einer Darstellung gemäß Abb. 8.-4 abgeschätzt werden, wenn dabei davon ausgegangen wird, daß  $T$  während des gesamten Belastungsvorganges konstant ist. Die Diskussion der Viskositätsparameter (Kap. 8.4.) zeigt jedoch, daß diese Voraussetzung für Indentereindruckexperimente für die nähere Eindruckumgebung vermutlich nicht erfüllt ist. Die Tab. 8-1 zeigt die nach Gl.(8.2-2) aus den Daten der Abb. 8.-4 ermittelten Aktivierungsvolumina. Diese stimmen in der Größenordnung gut mit den in [8.3] für Alkalihalogenidkristalle bestimmten Werten überein. Für PMMA wurde aus experimentellen Spannungs-Dehnungsraten-Daten aus [8.4] ein  $V \approx 5 \cdot 10^{-28} \text{ m}^3$  ermittelt. Für geschwindigkeitsabhängige Kugeleindruckexperimente wurde in [8.5] für das Thermoplast SAN ein Aktivierungsvolumen von  $V \approx 8 \cdot 10^{-30} \text{ m}^3$  abgeschätzt. Für  $\text{B}_2\text{O}_3$ -Schmelzen werden in [8.6] durch die Messung der induzierten Doppelbrechung räumliche Assoziate in der Größenordnung  $10^{-27} \text{ m}^3$  nachgewiesen. Als Größe der kooperierenden Bereiche beim viskosen Fließen von Glas in der Nähe der Transformationstemperatur  $T_g$  wird in [8.7] auch ein Wert dieser Größenordnung berechnet.

| Versuchsbedingung | V in m <sup>3</sup>     |                         |
|-------------------|-------------------------|-------------------------|
|                   | BK7                     | PMMA                    |
| V1(M1,K1)         | 8,163 10 <sup>-30</sup> | 1,552 10 <sup>-29</sup> |
| V1(M1,K2)         | 1,918 10 <sup>-29</sup> | 1,324 10 <sup>-28</sup> |
| V3(Ol,Ph)         | 1,600 10 <sup>-29</sup> | 6,559 10 <sup>-28</sup> |

Tab. 8-1: Die aus dem  $dF/dt$ -H-Zusammenhang der Abb. 8.-4 ermittelten Aktivierungsvolumina

### 8.3. Der Sprödigkeitsparameter E/H

Wie aus den Gln.(5.2-4) und (5.2-5) hervorgeht, sind E und H bei Modell 1 (M1) keine voneinander unabhängigen Parameter, da sie in einem Vorfaktor gemeinsam auftreten. Deshalb wird hier der die Materialsprödigkeit kennzeichnende Quotient E/H diskutiert. In Abb. 8.-5 sind die Fitparameter für beide Kopplungen in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit gegenübergestellt. Der Quotient E/H hängt danach von der Geschwindigkeit innerhalb eines Ansatzes nicht signifikant ab. Ausnahme sind für PMMA wiederum die Entlastungsparameter und hier auch die nach der Methode von OLIVER und PHARR, bei der ja die Parameter auch aus den Entlastungsdaten gewonnen werden. Das Verhalten des Parameters H für die Entlastung mit den in Kap. 8.2. genannten Gründen ist wegen der Unabhängigkeit von E und H auch der Grund für die nicht begründbare Geschwindigkeitsabhängigkeit von E bei M1 (vgl. Abb. 8.-1). Wegen der Abhängigkeit von E und H verschwindet auch der Unterschied von E/H zwischen den beiden Kopplungen K1 und K2, der für E und H im einzelnen sehr ausgeprägt war. Dies folgt bereits aus dem Korrekturfaktor für E/H, der sich aus den Faktoren  $k_E$  aus Gl.(8.1-1) bzw.  $k_H$  aus Gl.(8.2-1) ergibt, der kopplungs- und materialunabhängig  $k_E/k_H \approx 0,5$  ist.

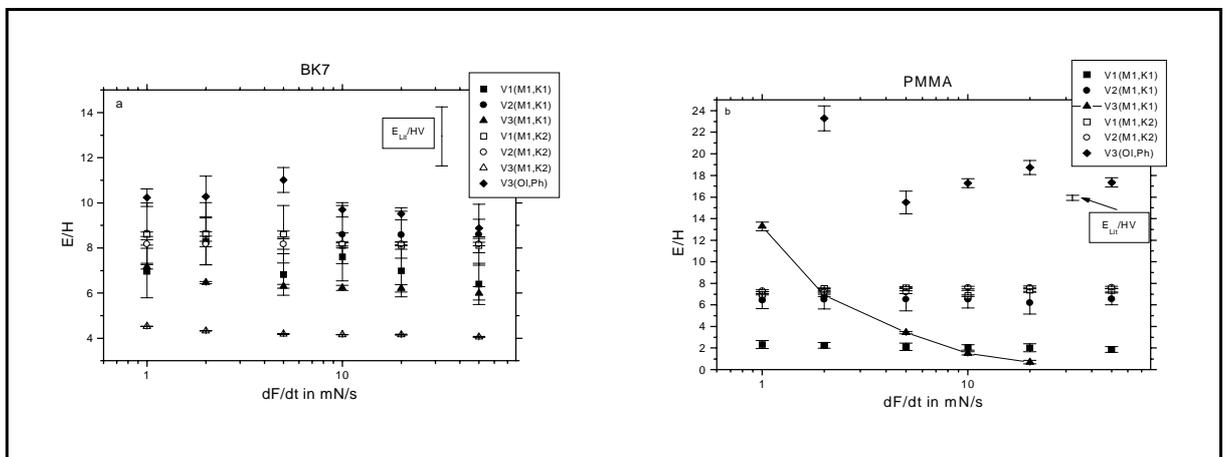


Abb. 8.-5: Die Parameter E/H aus Modell 1 und nach OLIVER und PHARR in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b)

### 8.4. Die Viskositätsparameter

Für die Diskussion der Parameter  $\eta$  aus Modell 1 bzw. b und m aus Modell 2, als die das Fließverhalten des Materials charakterisierenden Parameter, wird die Viskositätshypothese,

nach der das viskose Fließen der entscheidende Mechanismus für die Erzeugung rißfreier, bleibender Härteeindrücke in glasartigen Substanzen ist, hinterfragt.

Die Viskosität von glasartigen Substanzen hängt stärker von der Temperatur ab, als es der ARRHENIUS-Ansatz zuläßt:

$$\eta = \eta_0 e^{-\frac{E_A}{k T}} \quad (8.4-1)$$

Dabei ist  $E_A$  die Aktivierungsenergie,  $k$  die Boltzmann-Konstante und  $T$  die absolute Temperatur.

Zur empirischen Beschreibung dieser Abhängigkeit für Gläser und Polymere in der Nähe der Transformationstemperatur  $T_g$  reicht für praktische Belange meist die Genauigkeit der VOGEL-FULCHER-TAMMANN-Gleichung (VFT-Gl.) aus [1.11]:

$$\log \eta = A + \frac{B}{\vartheta - \vartheta_0} \quad (8.4-2)$$

Dabei sind  $A$ ,  $B$  und  $\vartheta_0$  materialspezifische Konstanten, während  $\vartheta$  (in °C) die Temperatur des Materials ist. Die VFT-Gleichung ist ein Grenzfall eines ARRHENIUS-Formalismus bei  $\vartheta_0=0$ .

Für BK7 ist dieser Zusammenhang nach Gl.(8.4-2) in Abb. 8.-6 mit aus Katalogwerten [A.5] ermittelten Parametern dargestellt (vgl. auch Tab. A2-9). Prinzipiell ist die VFT-Gleichung

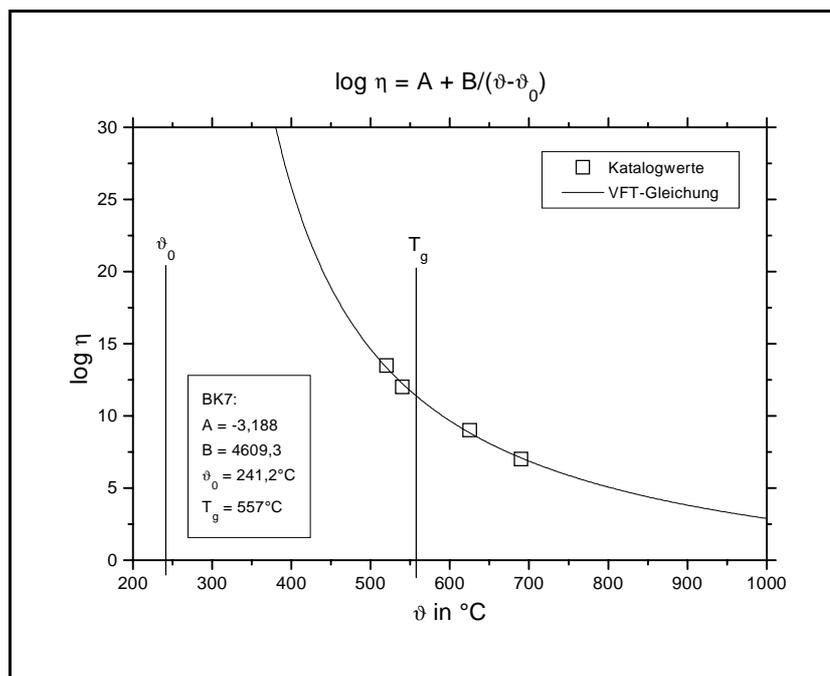


Abb. 8.-6: Der VFT-Zusammenhang für BK7

nur für Temperaturen

$\vartheta > \vartheta_0$  gültig.

Da die Temperatur für die Viskosität von großer Bedeutung ist, soll hier eine mögliche maximale Temperaturerhöhung  $\Delta T_{\max}$  in der Umgebung eines Indentereindrucks bei Belastung abgeschätzt werden. Dabei wird davon ausgegangen, daß die gesamte eingebrachte mechanische Energie zur Temperatur-

erhöhung beiträgt und daß keinerlei Wärmetransport stattfindet, was wenigstens für die Wärmeleitung wegen der geringen Wärmeleitfähigkeiten der untersuchten Materialien (siehe Tab. A2-9) sinnvoll ist. Außerdem wird die Temperaturabhängigkeit der Stoffdichten  $\rho$  und der spezifischen Wärmekapazitäten  $c_p$  vernachlässigt. Mit diesen vereinfachenden Annahmen ergibt sich:

$$\Delta T_{\max} = \frac{1}{c_p \rho V} \int_0^h F \, dh \quad (8.4-3)$$

Für das Volumen  $V$  werden hier bewußt zwei Ansätze gemacht. Zum einen wird das Volumen einer Vickerspyramide mit der Gesamteindringtiefe  $h$  als Höhe betrachtet:

$$V_p = \frac{49}{6} h^3 \quad (8.4-4a)$$

Zum anderen wird als deformiertes Volumen eine Halbkugel angenommen, deren Durchmesser gleich der zur Gesamteindringtiefe  $h$  gehörenden Eindruckdiagonalen ist, was den Vorstellungen über die Größe der plastischen Zone im "expanding cavity model" entspricht (vgl. Kap. 3.2.2.):

$$V_k = \frac{343}{12} \pi h^3 \quad (8.4-4b)$$

Der Zusammenhang zwischen der belastenden Kraft  $F$  und der Eindringtiefe  $h$  wird für diese Abschätzung beispielhaft mit dem BERNHARDT-Ansatz Gl.(4.2-7)  $F=C_1h+C_2h^2$  ([4.15, 4.3], vgl Kap. 4.3.2.) beschrieben. Die aus den Experimenten ermittelten Parameter sind gemeinsam mit den geschwindigkeitsabhängigen maximalen Eindringtiefen  $h_{\max}$  (für  $F_{\max} = 450$  mN) in Tab. 8-2 zusammengestellt.

Für die maximale Temperaturerhöhung ergibt sich unter Annahme des Volumens  $V_p$  aus Gl.(8.4-4a) mit den Gln.(8.4-3) und (4.2-7)

$$\Delta T_{\max,p} = \frac{6}{49 c_p \rho h^3} \left( \frac{C_1}{2} h^2 + \frac{C_2}{3} h^3 \right) \quad (8.4-5a)$$

bzw. für  $V_k$  aus Gl.(8.4-4b)

$$\Delta T_{\max,k} = \frac{12}{343 \pi c_p \rho h^3} \left( \frac{C_1}{2} h^2 + \frac{C_2}{3} h^3 \right) \quad (8.4-5b)$$

| dF/dt in<br>mN/s | BK7                            |                      |   | PMMA                           |                       |  |
|------------------|--------------------------------|----------------------|---|--------------------------------|-----------------------|--|
|                  | $h_{\max}$<br>in $\mu\text{m}$ | $C_1$<br>in N/m      | $C_2$<br>in $\text{N/m}^2$                    | $h_{\max}$<br>in $\mu\text{m}$ | $C_1$<br>in N/m       | $C_2$<br>in $\text{N/m}^2$                 |
| 1                | 2,017<br>$\pm 0,005$           | 18073<br>$\pm 139,2$ | $1,02 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 8,48 \cdot 10^7$ | 12,004<br>$\pm 0,046$          | 7112,2<br>$\pm 77,28$ | $2,56 \cdot 10^9$<br>$\pm 8,00 \cdot 10^6$ |
| 2                | 1,992<br>$\pm 0,008$           | 18473<br>$\pm 55,31$ | $1,04 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 3,56 \cdot 10^7$ | 11,055<br>$\pm 0,031$          | 5715,3<br>$\pm 32,16$ | $3,19 \cdot 10^9$<br>$\pm 3,66 \cdot 10^6$ |
| 5                | 1,984<br>$\pm 0,002$           | 16860<br>$\pm 76,47$ | $1,06 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 4,74 \cdot 10^7$ | 10,231<br>$\pm 0,136$          | 4967,0<br>$\pm 43,35$ | $3,80 \cdot 10^9$<br>$\pm 5,19 \cdot 10^6$ |
| 10               | 1,977<br>$\pm 0,002$           | 18064<br>$\pm 177,3$ | $1,06 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,10 \cdot 10^8$ | 9,934<br>$\pm 0,043$           | 4491,6<br>$\pm 43,68$ | $4,13 \cdot 10^9$<br>$\pm 5,95 \cdot 10^6$ |
| 20               | 1,973<br>$\pm 0,013$           | 18707<br>$\pm 213,8$ | $1,06 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,33 \cdot 10^8$ | 9,684<br>$\pm 0,045$           | 4226,6<br>$\pm 54,72$ | $4,36 \cdot 10^9$<br>$\pm 7,02 \cdot 10^6$ |
| 50               | 1,946<br>$\pm 0,007$           | 15472<br>$\pm 1130$  | $1,10 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 7,11 \cdot 10^8$ | 9,369<br>$\pm 0,041$           | 4342,2<br>$\pm 159,0$ | $4,63 \cdot 10^9$<br>$\pm 2,10 \cdot 10^7$ |

Tab. 8-2: Die aus den experimentellen Daten ermittelten BERNHARDT-Parameter und die mittlere maximale Eindringtiefe  $h_{\max}$  bei  $F_{\max} = 450 \text{ mN}$

Für die untersuchten Belastungsgeschwindigkeiten kann mit den Daten der Tab. 8-2 für beide Volumenansätze  $\Delta T_{\max}$  jeweils für  $h_{\max}$  abgeschätzt werden. Dabei ergibt sich für BK7  $\Delta T_{\max,p} \approx 2000\text{K}$  und für PMMA ist  $\Delta T_{\max,p} \approx 100\text{K}$ . Diese Werte sind jedoch unrealistisch groß, da das betrachtete Eindruckvolumen erheblich kleiner ist, als das an der Deformation beteiligte Volumen. Wenn  $V_k$  zur Abschätzung herangezogen wird, ergibt sich  $\Delta T_{\max,k} \approx 220\text{K}$  für BK7 und  $\Delta T_{\max,k} \approx 10\text{K}$  für PMMA. Diese Werte sind realistischer als  $\Delta T_{\max,p}$ . Allerdings vergrößert sich bei der Betrachtung eines größeren Volumens auch dessen Oberfläche, wodurch die Vernachlässigung des Wärmetransportes kritisch wird. In jedem Fall muß die Änderung der Temperatur unter dem Indenter bei der Belastung in der Zukunft genauer untersucht werden.

Wenn die Gültigkeit der VFT-Gl.(8.4-2) unterstellt wird, dann kann man zu den Werten des  $\eta$ -Parameters aus Modell 1 zugehörige Temperaturen ermitteln (Tab. 8-3), die wegen des eingeschränkten Gültigkeitsbereiches der VFT-Gleichung nur größer als  $\vartheta_0$  sein können. Die Abb. 8.-7a zeigt für BK7 diese "VFT-Temperaturen" gemeinsam mit den Abschätzungen für

$\Delta T_{\max}$ . Analog sind diese Abhängigkeiten für PMMA in Abb. 8.-7b dargestellt, wobei die zu den  $\eta$ -Parametern gehörenden Temperaturen aus einem in [8.8] angegebenen  $\eta$ -T-Zusammenhang extrapoliert wurden (vgl. Tab. 8-3).

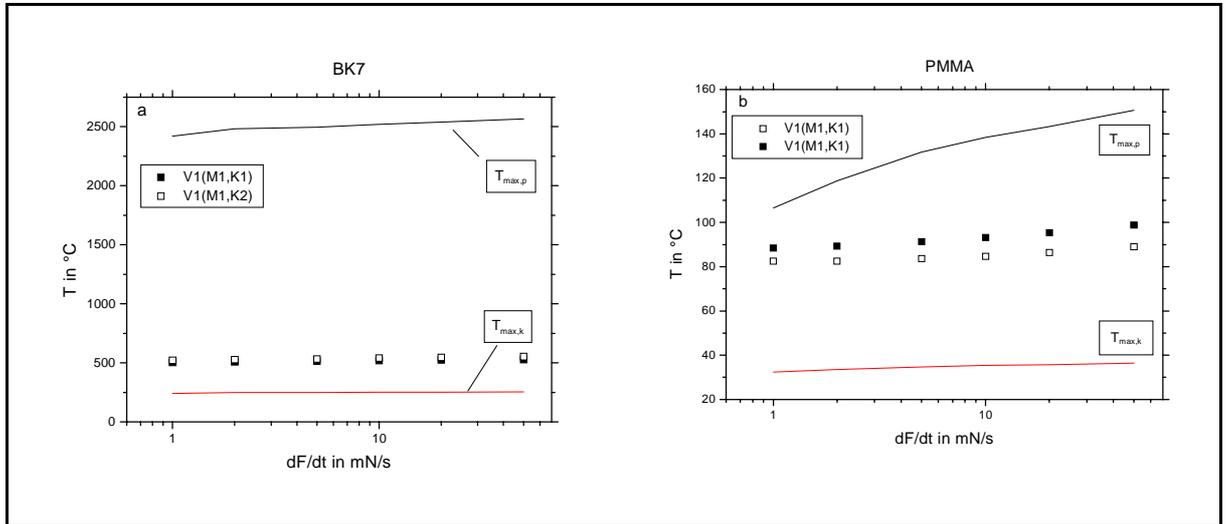


Abb. 8.-7: Die Temperaturen für die Abschätzungen nach Gl.(8.4-5) und für BK7 (a) nach Gl.(8.4-2) bzw. nach [8.8] für PMMA aus den Parametern  $\eta$  für Modell 1

| dF/dt in mN/s | BK7          |       | PMMA               |       |
|---------------|--------------|-------|--------------------|-------|
|               | T(VFT) in °C |       | T nach [8.8] in °C |       |
|               | K1           | K2    | K1                 | K2    |
| 1             | 504,5        | 522,8 | 82,46              | 88,33 |
| 2             | 509,3        | 528,1 | 82,45              | 89,29 |
| 5             | 514,6        | 534,7 | 83,63              | 91,36 |
| 10            | 520,0        | 540,7 | 84,75              | 93,20 |
| 20            | 526,0        | 547,0 | 86,33              | 95,39 |
| 50            | 530,1        | 553,5 | 89,00              | 98,85 |

Tab. 8-3: Die nach der VFT-Gl.(8.4-2) bzw. nach [8.8] ermittelten Temperaturen zu den entsprechenden Fitwerten für  $\eta$  nach Modell 1 für K1 und K2

Untersuchungen des Fließverhaltens von Glas in der Umgebung der Transformationstemperatur  $T_g$  wurden durch BRÜCKNER u.M. ausführlich z.B. in [8.9 - 8.13] beschrieben. In [8.14]

wurden einachsige Druckversuche an Glaszylindern mit unterschiedlichen Beanspruchungsgeschwindigkeiten analysiert. In [8.13] und [8.15] werden verschiedene Ansätze zur mathematischen Beschreibung des Zusammenhanges zwischen der Spannung  $\sigma$  bzw. der Viskosität  $\eta$  und der Deformationsrate  $\dot{\epsilon}$  verglichen. Dabei stellte sich heraus, daß

$$\eta_{\text{app}} = \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty}) \left( 1 - e \left( \frac{-\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_g} \right) \right) \frac{\dot{\epsilon}_g}{\dot{\epsilon}} \quad (8.4-6)$$

die beste Anpassung an Meßergebnisse liefert [8.13]. Dabei wird unter  $\eta_{\text{app}}$  die wirksame, nicht-NEWTONsche Viskosität verstanden, die für sehr kleine Deformationsraten ( $\dot{\epsilon} \rightarrow 0$ ) die NEWTONsche Viskosität  $\eta_0$  als oberen und für  $\dot{\epsilon} \rightarrow \infty$  die sogenannte BINGHAM-Viskosität  $\eta_{\infty}$  als unteren Grenzwert hat. Für die sog. Fließrelaxationsrate  $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_g$  ist

$$\eta_{\text{app}}(\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_g) = \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty}) (1 - e^{-1}) = 0,63 \eta_0 + 0,37 \eta_{\infty} .$$

Der Ansatz Gl.(8.4-6), der die Abhängigkeit der Viskosität von der Deformationsrate in  $T_g$ -Nähe beschreibt, soll hier für die Anpassung der Versuchsergebnisse für die Eindruckexperimente, die bei Temperaturen weit unterhalb  $T_g$  (bei RT) durchgeführt wurden, angewendet werden. Als Maß für die Deformationsgeschwindigkeit wird die Kraftrate  $\dot{F}$  verwendet.

Der Zusammenhang zwischen  $\eta$  und  $\dot{F}$  kann dann durch

$$\eta = \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty}) b(\dot{F}) \quad (8.4-7)$$

beschrieben werden. An die Übergangsfunktion sind dabei folgende Forderungen zu stellen:

$$\begin{aligned} b(\dot{F} \rightarrow 0) &= 0 \\ b(\dot{F} \rightarrow \infty) &= 1 \end{aligned} \quad (8.4-8)$$

Neben der Übergangsfunktion, die sich aus Gl.(8.4-6) ergibt

$$b_a(\dot{F}) = \left( 1 - e \left( \frac{-\dot{F}}{\dot{F}_a} \right) \right) \quad (8.4-9a)$$

soll hier noch die arctan-Funktion getestet werden, die oft zur Beschreibung von Übergangserscheinungen verwendet wird (z.B. der Übergang von Oberflächen- zur Substrathärte, vgl. Kap. 4.2.3.):

$$b_b(\dot{F}) = \frac{2}{\pi} \arctan \left( \frac{\dot{F}}{\dot{F}_b} \right) \quad (8.4-9b)$$

Für den Übergang von NEWTONscher zur BINGHAM-Viskosität ergeben sich damit

$$\eta = \eta_{\infty,a} + (\eta_{0,a} - \eta_{\infty,a}) \left( 1 - e^{\left( -\frac{\dot{F}}{\dot{F}_a} \right)} \right) \frac{\dot{F}_a}{\dot{F}} \quad (8.4-10a)$$

mit  $\eta(\dot{F}=\dot{F}_a) = 0,63 \eta_{0,a} + 0,37 \eta_{\infty,a}$

und

$$\eta = \eta_{\infty,b} + (\eta_{0,b} - \eta_{\infty,b}) \frac{2}{\pi} \arctan\left( \frac{\dot{F}}{\dot{F}_b} \right) \quad (8.4-10b)$$

mit  $\eta(\dot{F}=\dot{F}_b) = 0,5 \eta_{0,b} + 0,5 \eta_{\infty,b}$

Die Abb. 8.-8 zeigt die Parameter der Meßkurvenanpassung nach Modell 1 für beide Kopp- lungen in Abhängigkeit von der Kraftrate. Sowohl für BK7 als auch für PMMA ist eine deut- liche Abnahme des Viskositätsparameters  $\eta$  mit der Belastungsgeschwindigkeit zu erkennen, wie das auch bei Messungen in  $T_g$ -Nähe beobachtet wird.

Das Materialverhalten wird also bei Zugrundelegung von linearem Fließen (in Modell 1) durch eine  $\eta$ -Abnahme für Geschwindigkeits- und damit Spannungszunahme beschrieben. Die durchgezogenen Linien in Abb. 8.-8 kennzeichnen die Anpassungen des Viskositäts- Geschwindigkeits-Zusammenhanges nach den Gln.(8.4-10a) und (8.4-10b). Die beiden Ansät- ze sind in dieser Darstellung voneinander nicht unterscheidbar. Bei Extrapolation für  $dF/dt \rightarrow 0$  muß sich ein Viskositätswert  $\eta_0$  einstellen, der der NEWTONschen Viskosität bei Prüftempe- ratur (RT) nahe kommt ( $\eta_0(RT) \approx 10^{18}$  Pa s für Glas nach [1.13]). Für  $dF/dt \rightarrow \infty$  stellt sich ein Viskositätswert  $\eta_{\infty}$  ein, der dem NEWTONschen Wert für die Transformationstemperatur  $T_g$  nahe kommt. Die Parameter der Anpassungen nach den Gln.(8.4-10a) und (8.4-10b) sind in Tab. 8-4 dargestellt. Bei der Auswertung der Haltesegmente (V2) ergibt sich aus  $dF/dt = \text{const.} = 0$  folgerichtig eine Geschwindigkeitsunabhängigkeit des Viskositätsparameters  $\eta$  (K2) bzw. nur kleine Änderungen von  $\eta$  mit  $dF/dt$  der vorangegangenen Belastung (K1). Für die Dehnungsrate selbst gilt bei V2  $\dot{\epsilon} \neq 0$ . Sie ist jedoch wegen der sehr kleinen Eindring- tiefenänderung beim Kriechen auch sehr gering. Für die Fits der Entlastungsdaten ergab sich für BK7 stets  $\eta \rightarrow \infty$ . Dies ist auf den geringen Deformationsanteil durch Fließen gegenüber elastischen Anteilen zurückzuführen. Bei genügend großen Fließanteilen, wie bei PMMA zu beobachten, stellen sich bei kleinen Geschwindigkeiten gleiche Parameterwerte wie beim Belastungsvorgang ein.

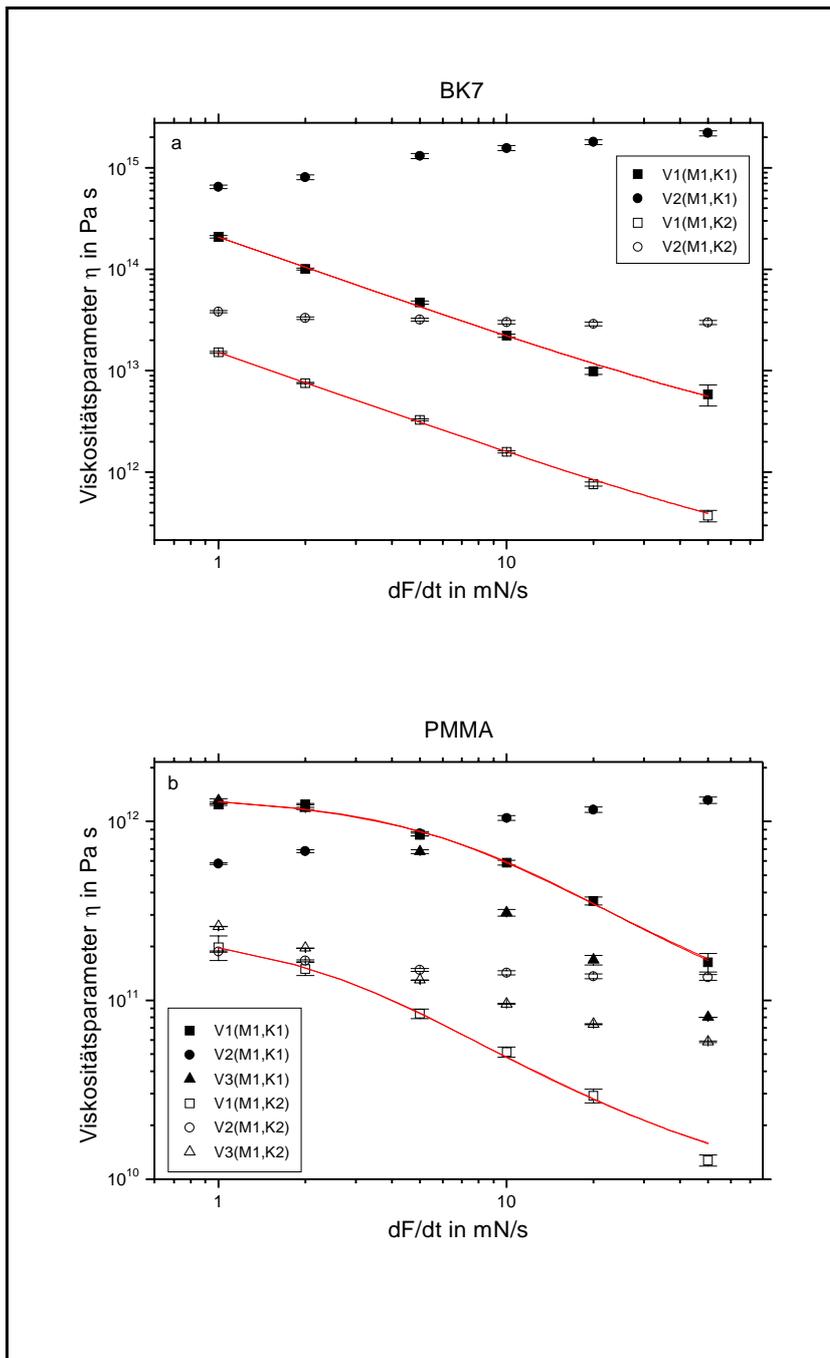


Abb. 8.-8: Die Viskositätsparameter  $\eta$  aus Modell 1 in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b) und die Anpassung nach Gl.(8.4-10)

| Material | Versuchsbedingung | Parameter                  | a                     | b                     |
|----------|-------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------------|
| BK7      | V1(M1,K1)         | $\eta_0(\text{Pa s})$      | $1,437 \cdot 10^{18}$ | $1,657 \cdot 10^{18}$ |
|          |                   | $\eta_\infty(\text{Pa s})$ | $1,484 \cdot 10^{12}$ | $1,484 \cdot 10^{12}$ |
|          |                   | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$   | $1,437 \cdot 10^{-4}$ | $1,958 \cdot 10^{-4}$ |
|          | V1(M1,K2)         | $\eta_0(\text{Pa s})$      | $1,831 \cdot 10^{16}$ | $2,247 \cdot 10^{16}$ |
|          |                   | $\eta_\infty(\text{Pa s})$ | $9,211 \cdot 10^{10}$ | $9,211 \cdot 10^{10}$ |
|          |                   | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$   | $8,239 \cdot 10^{-4}$ | $1,055 \cdot 10^{-3}$ |
| PMMA     | V1(M1,K1)         | $\eta_0(\text{Pa s})$      | $1,442 \cdot 10^{12}$ | $1,410 \cdot 10^{12}$ |
|          |                   | $\eta_\infty(\text{Pa s})$ | $4,436 \cdot 10^{10}$ | $4,747 \cdot 10^{10}$ |
|          |                   | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$   | 4,38                  | 7,16                  |
|          | V1(M1,K2)         | $\eta_0(\text{Pa s})$      | $2,633 \cdot 10^{11}$ | $2,526 \cdot 10^{11}$ |
|          |                   | $\eta_\infty(\text{Pa s})$ | $7,921 \cdot 10^9$    | $7,439 \cdot 10^9$    |
|          |                   | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$   | 1,57                  | 2,67                  |

Tab. 8-4: Die aus dem  $dF/dt-\eta$ -Zusammenhang der Abb. 8.-8 (durchgezogene Linien) ermittelten Parameter nach den Gln.(8.4-10a) und (8.4-10b)

Bei Modell 2 beschreiben die zwei Parameter  $m$  und  $b$  nichtlineares Fließverhalten. Die Abb. 8.-9 zeigt den als Dehnungsratenempfindlichkeitsexponenten bezeichneten Parameter  $m$  in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit. Die Werte der Enlastungssegmente sind bewußt ausgegliedert, da sie meist sehr fehlerbehaftet sind und z.T. physikalisch nicht interpretierbare Werte  $m > 1$  annehmen. In Abb. 8.-9 sind auch die adäquaten Ergebnisse der Auswertung nach dem TOMOZAWA-Ansatz dargestellt. Für alle Ansätze ist für die Belastungsauswertung  $m$  unabhängig von der Geschwindigkeit, was nach dem rheologischen Grundprinzip erwartet wird, wenn die Versuchsbedingungen definitiv in den Ansätzen berücksichtigt werden. Beim TOMOZAWA-Ansatz geht jedoch die Belastungsgeschwindigkeit bei der Auswertung des Haltesegmentes nicht ein. Das zeitabhängige Fließverhalten  $h(t)$  wird aber entscheidend von der Geschwindigkeit der vorangegangenen Belastung beeinflusst. Wenn dies im Ansatz unberücksichtigt bleibt, kann sich das geschwindigkeitsabhängige Materialverhalten nur in der entsprechenden Parameterabhängigkeit äußern. Die Abb. 8.-9 zeigt eine deutliche Abnahme von  $m$  (aus V2) mit der Belastungsgeschwindigkeit für beide Materialien für

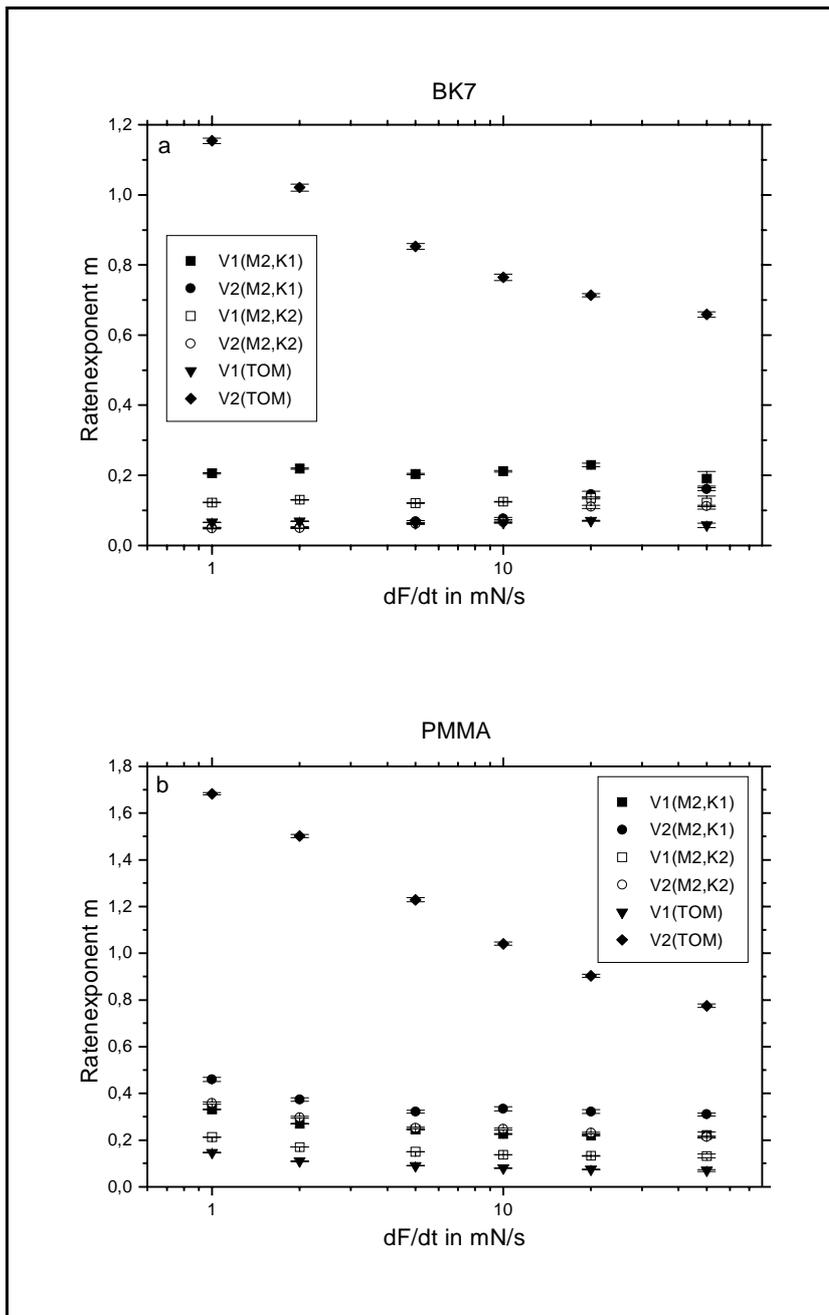


Abb. 8.-9: Die Ratenexponenten  $m$  aus Modell 2 und dem TOMOZAWA-Ansatz für Belastungs- und Haltesegmente in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b)

die TOMOZAWA-Auswertung der Haltesegmente. So ist es nicht verwunderlich, daß für die in [1.10 und 2.8] verwendeten Belastungsraten (theoretisch  $\rightarrow \infty$ ) sehr kleine  $m$  ( $\approx 0.02$ ) gefunden wurden. Der Viskositätsparameter  $b$  hängt für den Belastungsvorgang von der Belastungsgeschwindigkeit qualitativ so ab, wie der Parameter  $\eta$  aus Modell 1. Deshalb wurde diese Abhängigkeit auch mit den Ansätzen Gln.(8.4-10a) und (8.4-10b) analog beschrieben (mit  $\eta$  ersetzt durch  $b$ ). Die Ergebnisse dieser Anpassung sind in Tab. 8-5 und in der Abb. 8.-10 als durchgezogene Linien dargestellt. Im Gegensatz zum Parameter  $\eta$  aus dem Modell 1 ist  $b$

nach der Auswertung der Haltesegmente für BK7 auch bei der Kopplung 2 von der Geschwindigkeit der vorangegangenen Belastung stark abhängig. Für PMMA hingegen ist  $b$  für V2 nahezu konstant. Für die Entlastung ist  $b$  nur für BK7 bei Kopplung 1 konstant, für die anderen Varianten steigt  $b$  mit der Geschwindigkeit stark an.

Zusammenfassend kann man über die Viskositätsparameter folgende Aussagen machen: Sowohl  $\eta$  aus M1 als auch  $b$  aus M2 nehmen bei Auswertung der Belastungssegmente mit zu-

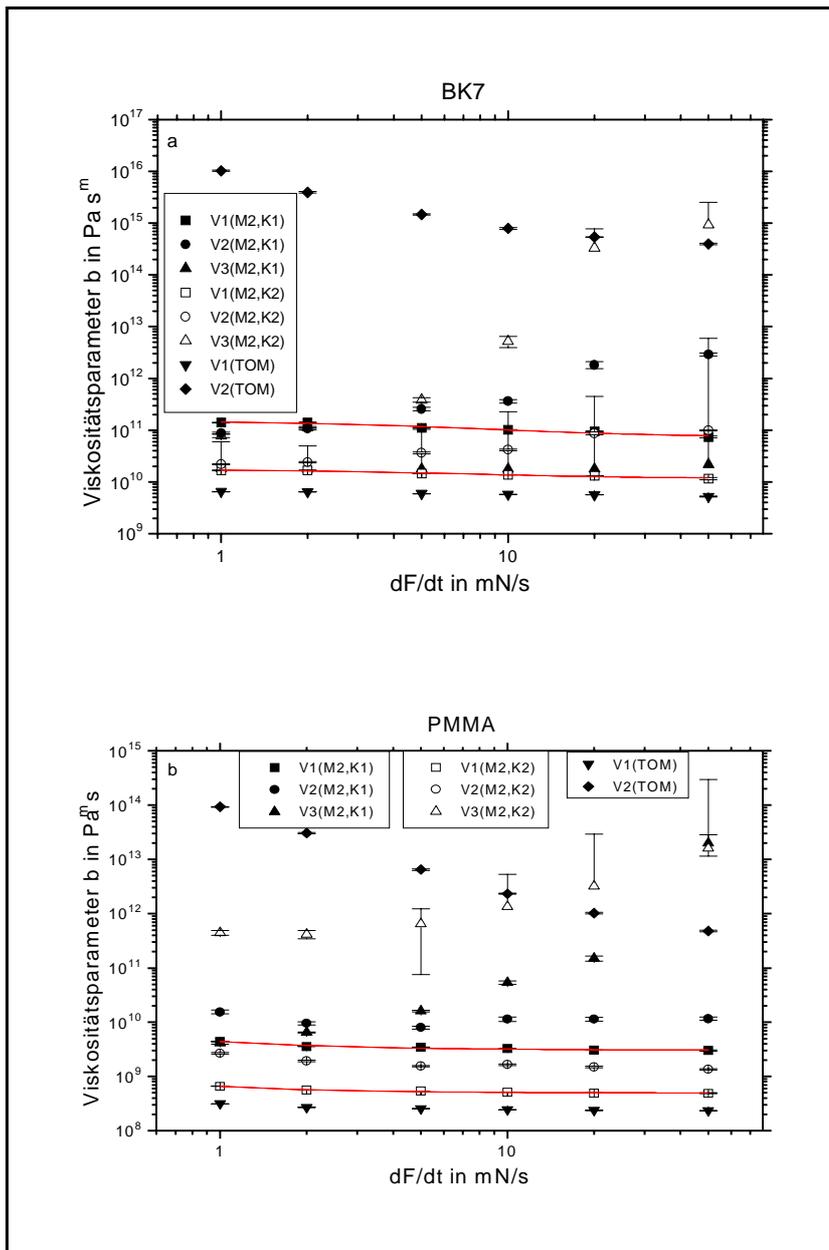


Abb. 8.-10: Die Viskositätsparameter  $b$  aus Modell 2 und dem TOMOZAWA-Ansatz in Abhängigkeit von der Belastungsgeschwindigkeit für BK7 (a) und PMMA (b)

nehmender Belastungsgeschwindigkeit ab. Dieses Verhalten wird auch für einachsige Druckversuche an Glasstempeln in  $T_g$ -Nähe von BRÜCKNER beschrieben. Um den Beitrag der Viskositätsniedrigung durch Temperaturerhöhung während des Eindruckexperimentes richtig zu berücksichtigen, müssen weitere Untersuchungen folgen. Die Abhängigkeit der Viskositätsparameter von der Geschwindigkeit stützt die Auffassung, daß der glasspezifische Mechanismus des viskosen Fließens die Ursache dafür ist, daß in glasartigen Substanzen rißfreie Härteeindrücke entstehen können (Viskositätshypothese). Eine Extrapolation

der Viskositätsparameter nach  $dF/dt \rightarrow 0$  ergibt Werte, die mit Abschätzungen über die Glasviskosität bei RT gut übereinstimmen. Dies kann als weiteres Indiz für die Viskositätshypothese gewertet werden. Außerdem eröffnet sich mit der hier verwendeten, die Belastungsgeschwindigkeit variierenden Indentereindruckmethode (Penetrationsexperiment bzw. Penetrationsviskosimetrie) die Möglichkeit, RT-Viskositäten zu bestimmen, die experimentell sonst nicht oder nur sehr schwer zugänglich sind. Befriedigend ist jedoch, daß sich  $\eta$  und  $b$  bezüglich der Geschwindigkeitsabhängigkeit qualitativ gleich verhalten, obwohl zum einen

ein linearer Ansatz ( $\eta$ ) und zum anderen ein nichtlinearer Ansatz verwendet wurde.

| Material | Versuchsbe-<br>dingung | Parameter                 | a                     | b                     |
|----------|------------------------|---------------------------|-----------------------|-----------------------|
| BK7      | V1(M2,K1)              | $b_0(\text{Pa s}^m)$      | $1,521 \cdot 10^{11}$ | $1,509 \cdot 10^{11}$ |
|          |                        | $b_\infty(\text{Pa s}^m)$ | $7,134 \cdot 10^{10}$ | $7,227 \cdot 10^{10}$ |
|          |                        | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$  | 0,00409               | 0,00637               |
|          | V1(M2,K2)              | $b_0(\text{Pa s}^m)$      | $1,760 \cdot 10^{10}$ | $1,750 \cdot 10^{10}$ |
|          |                        | $b_\infty(\text{Pa s}^m)$ | $1,146 \cdot 10^{10}$ | $1,152 \cdot 10^{10}$ |
|          |                        | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$  | 0,00403               | 0,00631               |
| PMMA     | V1(M2,K1)              | $b_0(\text{Pa s}^m)$      | $8,154 \cdot 10^{12}$ | $9,421 \cdot 10^{12}$ |
|          |                        | $b_\infty(\text{Pa s}^m)$ | $3,056 \cdot 10^9$    | $3,056 \cdot 10^9$    |
|          |                        | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$  | $1,631 \cdot 10^{-7}$ | $2,217 \cdot 10^{-7}$ |
|          | V1(M2,K2)              | $b_0(\text{Pa s}^m)$      | $9,086 \cdot 10^{11}$ | $1,067 \cdot 10^{12}$ |
|          |                        | $b_\infty(\text{Pa s}^m)$ | $4,928 \cdot 10^8$    | $4,928 \cdot 10^8$    |
|          |                        | $\dot{F}_g(\text{mN/s})$  | $1,817 \cdot 10^{-7}$ | $2,432 \cdot 10^{-7}$ |

Tab. 8-6: Die aus dem  $dF/dt$ - $b$ -Zusammenhang der Abb. 8.-10 (durchgezogene Linien) ermittelten Parameter nach den Gln.(8.4-10a) und (8.4-10b) mit  $\eta$  ersetzt durch  $b$

## 8.5. Bewertung der Modellansätze

In diesem Kapitel sollen die untersuchten Modelle (M1 und M2) mit den verschiedenen Kopplungen (K1 und K2) bezüglich ihrer Anpassungsgüte, ihrer Konsistenz und der Geschwindigkeitsabhängigkeit ihrer Parameter bewertet werden.

Die Güte der Anpassung der verschiedenen Modellvarianten wurde in Kap. 7 an repräsentativen Einzelbeispielen untersucht. Für die Anpassung der Belastungssegmente (V1) können keine qualitativen Unterschiede zwischen den vier Varianten festgestellt werden (vgl. Abbn. 7.-3 bis 7.-6). Die Haltesegmente werden durch Modell 2 prinzipiell besser beschrieben als durch Modell 1 (vgl. Abbn. 7.-7 bis 7.-10). Es sei in diesem Zusammenhang jedoch nochmals auf die geringe relative Eindringtiefenänderung während dieses Segmentes hingewiesen. Die

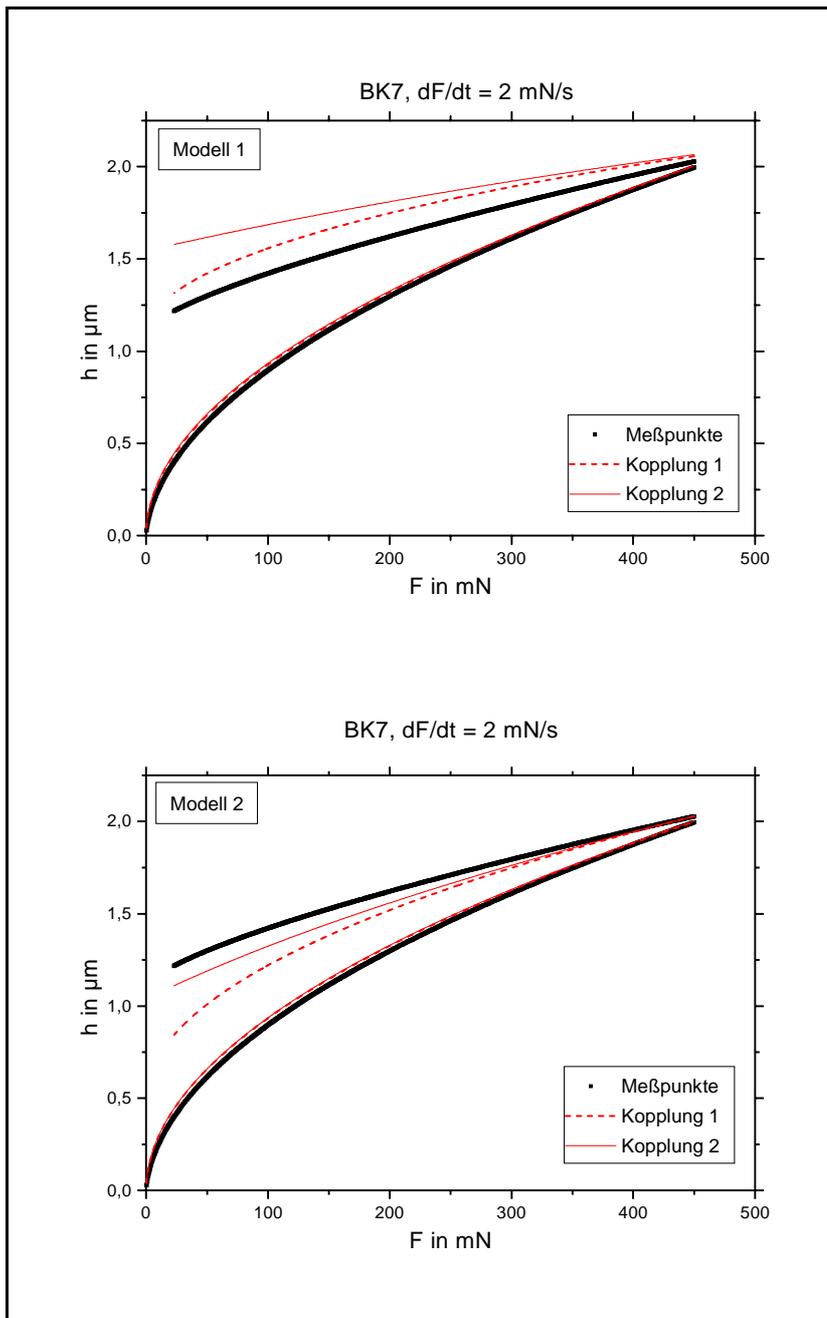


Abb. 8.-11: Die Modellierung des Gesamtexperimentes mit den Fitparametern des Haltesegementes für beide Modelle

das Gesamtexperiment ein Minimum annimmt. In erster Näherung wird hier jedoch das Gesamtexperiment für alle Kombinationen mit den Parameterwerten beschrieben, die beim Fit der Haltesegemente (V2) ermittelt wurden, denen eine Belastung mit  $dF/dt=2\text{mN/s}$  vorausging (für diese Geschwindigkeit sind auch alle Beispiele aus Kap. 7 dargestellt), da die Werte für V2 in der Regel zwischen denen von V1 und V3 lagen. Für BK7 sind in der Abb. 8.-11 die aus diesen Parametern gewonnenen Modellkurven für den Be- und Entlastungsvorgang den

Beschreibung der Entlastung erfolgt durch alle Modellvarianten qualitativ gleichwertig (vgl. Abbn. 7.-11 bis 7.-14). Insgesamt kann also festgestellt werden, daß die Teilerperimente (Belastung, Haltesegment, Entlastung) einzeln durch alle Modellvarianten beschrieben werden können.

Unter der Konsistenz der Modelle soll hier verstanden werden, wie gut sich das Gesamtexperiment durch einen Parametersatz beschreiben läßt. Für jedes Modell ließe sich mit größerem numerischem Aufwand durch iterative Anpassung der Daten der Teilerperimente der Parametersatz finden, für den die Abweichung zwischen Modell und Meßdaten für

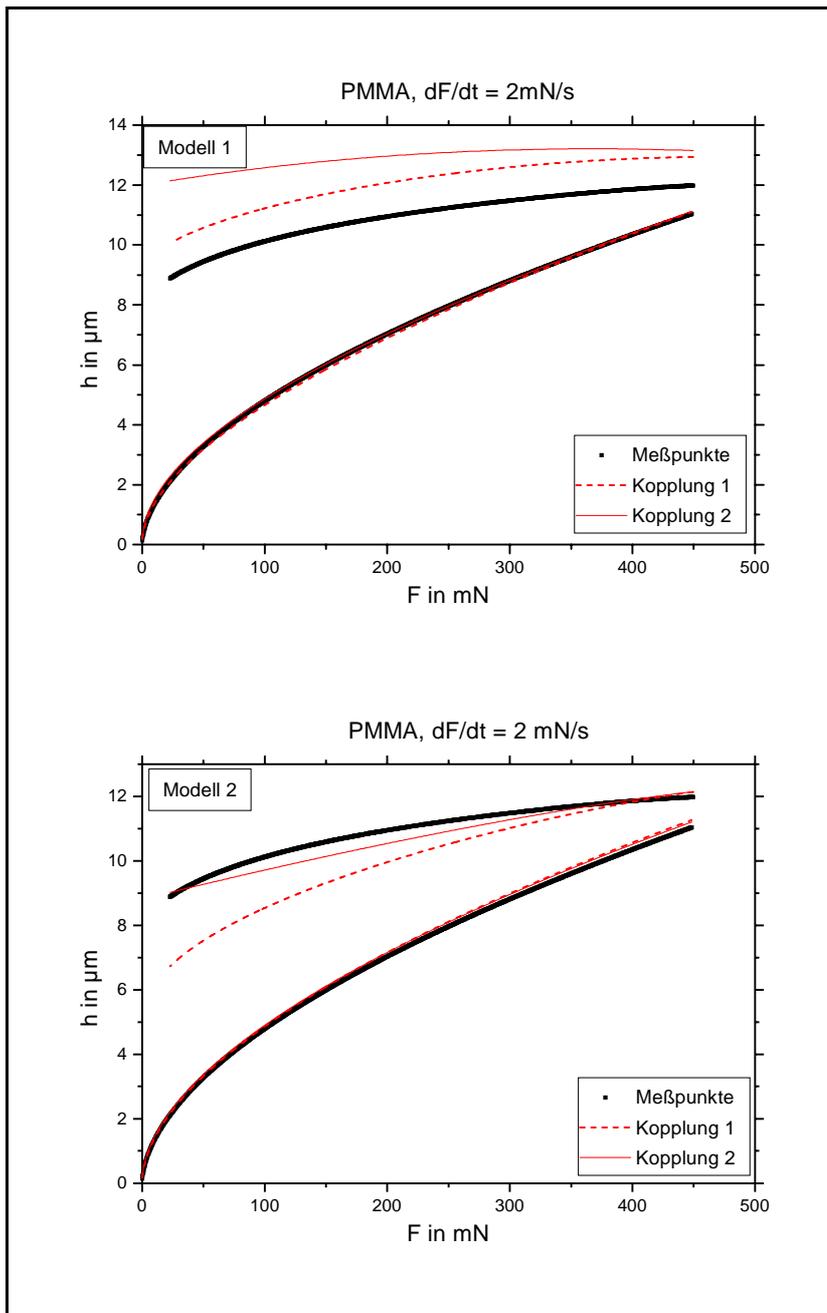


Abb. 8.-12: Die Modellierung des Gesamtexperimentes mit den Fitparametern des Haltesegementes für beide Modelle

gute Anpassung realisiert wie die mit einem nichtlinear-viskosen Element (M2).

Obwohl bei Härteeindruckexperimenten Dehnungen  $\epsilon$  weit über 1% erreicht werden, wird in allen Modellen von linear-elastischer Deformation ausgegangen (vgl. Kap. 8.1.). Die Anpassungsergebnisse zeigen, daß diese Näherung zur Beschreibung der Experimente berechtigt ist. Für BK7 (ca. 40% der Gesamtdeformation ist elastischer Anteil, vgl. Abb. 8.-11) ergibt sich nur bei Modell 1 für beide Kopplungen und für alle Telexperimente eine Geschwindigkeitsunabhängigkeit des Parameters E (Abb. 8.-1a). Für PMMA (ca. 25% elastischer Defor-

Meßpunkten gegenübergestellt (wegen der hohen Meßpunktdichte sind die Meßpunkte in den Abbn. 8.-11 und 8.-12 als "fette" Linien zu sehen). Die Abb. 8.-12 ist die analoge Darstellung für PMMA. Für dieses Geschwindigkeitsbeispiel (2mN/s) ist aus den Abbildungen zunächst nicht definitiv zu entscheiden, welche Modellvariante das Gesamtexperiment besser zu beschreiben vermag. Es ist jedoch zu erkennen, daß alle Varianten das Gesamtexperiment wenigstens in erster Näherung geschlossen beschreiben können. Bemerkenswert ist also, daß die Beschreibung mit einem linear-viskosen Element (M1) eine gleichermaßen

mationsanteil, vgl. Abb. 8.-12) wird bei Modell 1 diese Forderung nur durch die Kopplung 2 erfüllt (Abb. 8.-1b). Bei Modell 2 mußte E für die Anpassung der Belastung festgehalten werden (vgl. Kap. 8.1.). Für V2 und V3 sind auch bei M2 nur bei Kopplung 2 die Parameter E unabhängig von der Geschwindigkeit (Abb. 8.-2). Die von der Theorie geforderte Geschwindigkeitsunabhängigkeit von E wird bei beiden Modellen nur dann beschrieben, wenn die Deformationsanteile durch die Kopplung 2 ( $h^2 = \sum h_i^2$ ) verknüpft sind.

Die Geschwindigkeitsabhängigkeit des Parameters H (M1) liefert Aktivierungsvolumina, die für beide Kopplungen in der Größenordnung liegen, wie sie auch durch andere Methoden abgeschätzt wurden ([8.8-8.7], vgl. Kap. 8.2.). Die Parameterwerte der Einzelexperimente liegen jedoch für beide Materialien bei Kopplung 2 dichter beieinander als bei Kopplung 1 (Konsistenz, Abb. 8.-4).

Der Viskositätsparameter  $\eta$  (M1) nimmt mit der Geschwindigkeit unabhängig von der Kopplungsart ab. Dies kann mit einer mit der Geschwindigkeit zunehmenden Temperaturerhöhung in der Eindruckumgebung begründet werden (vgl. Kap. 8.4., Abb. 8.-8). Für die Extrapolation  $dF/dt \rightarrow \infty$  werden bei Kopplung 1 für  $\eta$  Werte erreicht, die mit Viskositätsangaben für Raumtemperatur sehr gut übereinstimmen ( $\eta(RT) \approx 10^{18}$  Pas für BK7 und  $\eta(RT) \approx 10^{12}$  Pas für PMMA nach [8.8]). Der Exponent m (M2) ist für beide Materialien bei V1 und V2 für beide Kopplungen nahezu geschwindigkeitsunabhängig. Allerdings ist für V3 immer  $m > 1$ , was physikalisch nicht interpretierbar ist. Der Parameter b (M2) verhält sich sowohl bezüglich der Absolutwerte bei  $dF/dt \rightarrow 0$  als auch bezüglich der Geschwindigkeitsabhängigkeit wie  $\eta$  (M1).

Als Ergebnis der Untersuchung kann festgestellt werden: Das Materialverhalten von glasartigen Substanzen bei Härteeindruckexperimenten läßt sich geschlossen bzw. konsistent durch ein Modell mit linear-elastischen, plastischen und linear-viskosen (newtonsch-viskosen) Deformationsanteilen beschreiben. Dieses Modell hat drei Parameter E, H und  $\eta$ , von denen E und H voneinander nicht unabhängig sind. Die beste Anpassung wird immer dann erreicht, wenn die Deformationsanteile so gekoppelt sind, daß das Quadrat der Gesamteindringtiefe die Summe der Quadrate der Eindringtiefenanteile ist.

Indentereindruckexperimente sind zur Charakterisierung mechanischer Eigenschaften von Materialien, vor allem im oberflächennahen Bereichen, weit verbreitet, obwohl die physikalischen Vorgänge bisher nicht vollständig verstanden werden. Insbesondere die als Indentation Size Effect (ISE) bezeichnete und experimentell immer wieder gefundene Abweichung vom KICKSchen Ähnlichkeitsprinzip, wonach für selbstähnliche Eindringkörper die Härtewerte von der Kraft bzw. Eindringtiefe unabhängig sein müssen, wird kontrovers diskutiert. Inzwischen ist jedoch allgemein anerkannt, daß der ISE nach der Berücksichtigung aller meßtechnischer Unzulänglichkeiten ein vom Material bestimmter Effekt ist, der durch die Methodik der Eindringversuche induziert wird.

Bei modernen Härteprüfverfahren werden belastende Kraft, Indentereindringtiefe und die Prüfzeit registriert. Die Beziehungen zwischen diesen Größen werden durch die rheologischen Eigenschaften des Materials bestimmt, genauso wie Spannung, Dehnung und Zeit beim einachsigen Zug- bzw. Druckversuch. Mit rheologischen Modellen sollte es daher möglich sein, Härteeindruckexperimente geschlossen und analytisch handhabbar zu beschreiben.

Bei Härtemessungen setzt sich die Gesamteindringtiefe aus Einzelbeiträgen zusammen, die durch verschiedene rheologische Eigenschaften bestimmt sind. Für die Modellierung wurden daher nur Reihenanordnungen rheologischer Grundelemente betrachtet, bei denen die Kräfte dann für jedes Element gleichermaßen wirksam werden. Für die Kopplung der Eindringtiefeanteile wurden zwei Fälle untersucht (Kap. 5.1.1.). Zum einen wird davon ausgegangen, daß sich die Gesamteindringtiefe als Summe aller Eindringtiefeanteile ergibt (K1, Gl.(5.1-2)) und zum anderen, daß sich das Quadrat der Gesamteindringtiefe als Summe der Quadrate der Eindringtiefeanteile ergibt (K2, Gl.(5.1-3)).

Zur Beschreibung von Eindruckexperimenten wurden zwei Modelle untersucht (Kap. 5.1.2.). Im Modell 1 (M1) wird für Spannungen unterhalb des kritischen Wertes  $\sigma_v$  davon ausgegangen, daß sich elastische und newtonsch-viskose Verformungsanteile addieren. Für  $\sigma \geq \sigma_v$  kommt ein zeitunabhängiger und kraftproportionaler plastischer Anteil hinzu. Im Modell 2 (M2) wird für  $\sigma < \sigma_v$  von rein elastischer Verformung ausgegangen. Für  $\sigma \geq \sigma_v$  kommt ein nicht-lineares Element hinzu, welches plastische und viskose Verformungen gemeinsam beschreibt. Die rheologischen Grundelemente wurden entsprechend der Bedingungen für Härteexperi-

mente modifiziert (Kap. 5.1.3.). Für alle Modell wurden drei Teilerperimente untersucht (Kap. 5.1.4.), die Belastung (V1) mit konstanter Krafrate (Gl.(5.1-8a)), ein Haltesegment (V2) bei einer konstanten Kraft (Gl.(5.1-8b)) und die Entlastung (V3) mit konstanter Krafrate (Gl.(5.1-8c)).

Wichtigstes Ergebnis der Modellrechnungen in Kap. 5 ist, daß für alle Kombinationen durch das Einbeziehen zeitabhängigen, viskosen Materialverhaltens die Universalhärtewerte HU (Gl.(4.1-2)) von der Eindringtiefe abhängen (ISE), wenn mit konstanter Krafrate belastet wird. Da allen Materialien viskose Eigenschaften zugeschrieben werden können, ist der ISE also zwangsläufige, materialbedingte Folge der Methodik der Eindruckexperimente. Dies gilt auch für Modell 1, bei dem von einer konstanten plastischen Härte ausgegangen wurde.

Für Metalle existiert die Auffassung, daß der ISE auch eine Folge von Versetzungserzeugungen durch das Eindringen des Indenters in das Material ist. Um diesen Effekt auszuschließen, wurden die Eindruckexperimente bewußt an glasartigen Substanzen durchgeführt, bei denen wegen ihrer amorphen Struktur Versetzungen nicht auftreten können.

Alle Härtemessungen wurden daher an BK7 und PMMA mit dem NANOINDENTER®II (Kap. 6.1.3.) durchgeführt. Dieses Gerät ist bezüglich der Empfindlichkeit der Kraft- und Eindringtiefenregistrierung, der Vielfalt der Einsatzmöglichkeiten (indentation, scratch test, continuous stiffness measurement) und der Reproduzierbarkeit der Messungen das derzeit weltweit ausgereifteste. Als konstante Krafraten für die Be- und Entlastung wurden 1, 2, 5, 10, 20 und 50 mN/s vorgegeben. Nach dem Erreichen der maximalen Kraft  $F_{\max}=450\text{mN}$  wurde diese immer für eine Haltezeit  $t_H=100\text{s}$  konstant gehalten. Die Kraft-Eindringtiefe-Zeit-Daten wurden mit einer eigens entwickelten Software bearbeitet, die Nullpunktfindungs- und Indenterflächenkorrekturroutinen enthält (Kap. 6.3.). Die Oberfläche des verwendeten Vickersindenters wurde mit einem AFM untersucht (Kap. 6.3.2.). Zur analytischen Beschreibung des Übergangs von einer verrundeten Indenterspitze zur idealen Pyramide wurde eine arctan-Funktion verwendet, die nur zwei Parameter enthält, einen mittleren Radius der Verrundung und ein Maß für den Ort des Übergangs. Der so ermittelte Verrundungsradius ( $R=342\text{nm}$ ) wurde konsequent bei der Meßdatenauswertung berücksichtigt. Aus den entsprechend bearbeiteten Daten für jeweils 12 Eindrücke für jede Geschwindigkeit wurden Mittelwertkurven erzeugt. Diese Kurven wurden entsprechend der zu untersuchenden Modelle angefitet (Kap. 7.).

Die elastischen und plastischen Parameter E bzw. H stimmen für beide Modelle und beide

Kopplungen entweder gut mit Katalogwerten überein oder unterscheiden sich materialunabhängig von diesen durch einen konstanten Faktor (vgl. Abbn. 8.-1, 8.-2, 8.-4). Für das Modell 1 lassen sich aus der Geschwindigkeitsabhängigkeit des Parameters  $H$  Aktivierungsvolumina abschätzen, die gut mit Literaturwerten übereinstimmen, wenn  $H$  mit der plastischen Härte identifiziert wird (Kap. 8.2.). Für die viskosen Parameter ist ein Vergleich mit Katalogwerten nicht möglich, da Viskositäten von Gläsern und glasartigen Substanzen (u.a. Polymere) bei Raumtemperatur (RT) nur sehr schwer oder gar nicht bestimmbar sind. Wenn der Parameter  $\eta$  aus Modell 1 als eine glasspezifische Viskosität interpretiert wird, die von der Belastungsgeschwindigkeit abhängt, ist es möglich, eine NEWTONsche Viskosität für RT zu extrapolieren (Kap. 8.4., Abb. 8.-8). Diese Werte der Größenordnung  $\eta \approx 10^{18} \text{Pas}$  stimmen mit Abschätzungen in der Literatur überein. Der Parameter  $b$  aus dem Modell 2 zeigt qualitativ dieselbe Geschwindigkeitsabhängigkeit (Abb. 8.-10) wie  $\eta$  aus dem Modell 1.

Die Parameteranpassung zeigt, daß prinzipiell alle Modell-Kopplungs-Kombinationen eine geschlossene Beschreibung eines Härteeindruckexperimentes mit Belastungs- Halte- und Entlastungssegment ermöglichen (Abb. 8.-11 und 8.-12). Bemerkenswert dabei ist, daß das Modell 2, welches einen nichtlinearen Ansatz für viskoses Fließen enthält, keine qualitativ bessere Anpassung ermöglicht als sie mit dem Modell 1 mit linear-viskosem Fließen erreicht wird. Die Konsistenz ist im allgemeinen bei Verwendung der Kopplung 2 ( $h^2 = \sum h_i^2$ ) besser.

**10.****Literaturverzeichnis**

- [1.1] A.MARTENS                      Handbuch der Materialkunde für den Maschinenbau,  
Springer, Berlin, 1898
- [1.2] M.P.SARGENT                    Use indentation size effect on microhardness of materi-  
als characterisation. In P.J.Blau, B.R.Lawn (Edts): Mi-  
croindentation techniques in material science and engi-  
neering, ASTM **STP 889** ASTM, Philadelphia, 1986,  
160
- [1.3] P.GRAU, G.BERG,                Recording Hardness Testing-Problems of Measurement  
W.FRÄNZEL,                            at Small Indentation Depth,  
H.MEINHARD                            phys.stat.sol.(a) **146**(1994), 537
- [1.4] P.GRAU, G.BERG,                Vickershärte richtig messen, Materialprüfung  
D.DENGEL                                **35**(1993)11-12, 339
- [1.5] D.DENGEL,                        Über Ursache und Unterdrückung der Prüfkraftabhän-  
E.KROESKE                                gigkeit der Vickershärte,  
Härterei-Tech.Mitt. **39**(1984)5, 194
- [1.6] A.JOST, R.BIGOT                 Indentaion size effect: reality or artefact?,  
J.Mater.Sci. **38**(1996), 3537
- [1.7] T.Y.TSUI,                            Indenter geometry effects on the measurement of mecha-  
W.C.OLIVER,                            nical properties by nanoindentation with sharp indenters,  
G.M.PHARR                                Mat.Res.Soc.Symp.Proc. **436**(1997), 147
- [1.8] H.MEINHARD,                        Hardness and flow behaviour of glass on the nanometer  
P.GRAU, G.BERG,                        range - An interpretation of the load dependence of the  
S.MOSCH                                    hardness,  
Glastechn.Ber.Glass Sci.Technol. **70**(1997)No.11, 333
- [1.9] W.C.OLIVER,                        An Improved Technique for Determining Hardness and  
G.M.PHARR                                Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing  
Indentation Experiments, J.Mater.Res. **7**(1992)6, 1564

- [1.10] W.T.HAN, M.TOMOZAWA Indentation Creep of Na<sub>2</sub>O-3SiO<sub>2</sub> Glasses with Various Water Content, J.Am.Ceram.Soc. **73**(1990)12, 3626
- [1.11] H.SCHOLZE Glas - Natur, Struktur und Eigenschaften, Springer, Berlin, 1988
- [1.12] R.W.DOUGLAS Some comments on indentation tests on glass, J.Soc.Glass Technol. **42**(1958), 145
- [1.13] S.LOHMEYER u.a. Werkstoff Glas I, expert, Ehningen bei Böblingen, 1987
- [1.14] C.W.MACOSCO Rheology - Principles, Measurements and Applications, VCH Publishers, New York, Weinheim, Cambridge, 1994
- [1.15] DIN 50359: Prüfung metallischer Werkstoffe - Universalhärteprüfung - Teil 1: Prüfverfahren, Oktober 1996
- [2.1] M.REINER Rheologie in elementarer Darstellung, Fachbuchverlag, Leipzig, 1972
- [2.2] P.GRAU, G.BERG, E.-J.GIESSMANN Rheologische Untersuchungen fester Stoffe mit Dehnungsratenwechselversuchen, Technische Mechanik **4**(1983)3, 54
- [2.3] C.-H.HSUEH Mathematical Model of Viscosity Measurements for Viscoelastic Solids, J.Am.Ceram.Soc. **69**(1986)3, C48
- [2.4] G.BERG, P.GRAU Estimating the Viscosity of Viscoelastic Solids Based on a Three-Parameter Model, J.Am.Ceram.Soc. **72**(1989)11, 2187
- [2.5] J.BETTEN Kontinuumsmechanik - Elasto-, Plasto- und Kriechmechanik, Springer, Berlin u.a., 1993
- [2.6] F.SPEAPEN A Microscopic Mechanism for Steady-State Inhomogeneous Flow in Metallic Glasses, Acta Metall. **25**(1977), 407
- [2.7] A.S.ARGON Plastic Deformation in Metallic Glasses Acta Metall. **27**(1979), 47

- [2.8] N.M.KEULEN Indentation Creep of Hydrated Soda-Lime Glass Determined by Nanoindentation, *J.Am.Ceram.Soc.* **76**(1993)4, 904
- [2.9] H.EYRING,  
E.M.EYRING Modern Ceramical Kinetics, Wiley, New York, 1965
- [3.1] H.HERTZ Über die Berührung fester elastischer Körper, *J.reine und angewandte Math.* **92**(1881), 156
- [3.2] L.D.LANDAU,  
E.M.LIFSCHITZ Lehrbuch der Theoretischen Physik, Bd.VII: Elastizitätstheorie, Akademie-Verlag, Berlin, 1989
- [3.3] P.GRAU, G.BERG Kunststoffhärte prüfen, *Materialprüfung* **36**(1994)6, 227
- [3.4] I.N.SNEDDON The Relationship between Load and Penetration in the Axisymmetric Boussinesq Problem for a Punch of Arbitrary Profile, *Int.J.Eng.Sci.* **3**(1965), 47
- [3.5] I.N.SNEDDON Boussinesq's Problem for Rigid Cone, *Proc.Camb.Phil.Soc.* **44**(1968)
- [3.6] T.F.PAGE,  
W.C.OLIVER,  
C.J.McHARGUE The deformation behavior of ceramic crystals subjected to very low load (nano)indentation, *J.Mater.Res.* **7**(1992), 450
- [3.7] Y.MURAKAMI,  
K.TANAKA,  
M.ITOKAZU,  
A.SHIMAMOTO Elastic Analysis of Triangular Pyramidal Indentation by the Finite-Element Method and its Application to Nanoindentation Measurement of Glasses, *Phil.Mag.A.* **69**(1994)6, 1131
- [3.8] H.GÖLDNER,  
F.HOLZWEISSIG Leitfaden der Technischen Mechanik, Fachbuchverlag, Leipzig, 1989
- [3.9] R.LENK,  
W.GELLERT (Eds.) Physik, Brockhaus, Leipzig, 1972
- [3.10] L.E.SAMUELS  
T.O.MULHEARN An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions, *J.Mech.Phys.Solids* **5**(1957), 125

- [3.11] T.O.MULHEARN            The deformation of metals by Vickers-type pyramidal indenters, *J.Mech.Phys.Solids* **7**(1959), 85
- [3.12] B.R.LAWN,  
A.G.EVANS,  
D.B.MARSHALL            Elastic/plastic indentation damage in ceramics: The median/radial crack system, *J.Am.Ceram.Soc.* **63**(1980), 574
- [3.13] F.KICK                    Das Gesetz der proportionalen Widerstände und seine Anwendungen, Felix, Leipzig, 1885
- [3.14] D.TABOR                  The Hardness of Solids, *Review of Physics in Technology* **1**(1970), 145
- [3.15] P.PAUFLER,  
G.E.R.SCHULZ            Physikalische Grundlagen mechanischer Festkörpereigenschaften, Bd.II, Akademie-Verlag, Berlin, 1978
- [3.16] J.L.LOUBET,  
J.M.GEORGES,  
G.MEILLE                  Vickers Indentation Curves of Elastoplastic Materials, *Microindentation Techniques in Material Science and Engineering*, **ASTM STP 889**, P.J.Blau, B.R.Lawn (Eds.), Am.Soc. for Testing Materials, Philadelphia, 1986
- [3.17] M.F.DOERNER,  
W.D.NIX                    A Method for Interpreting the Data from Depth-Sensing Indentation Instruments, *J.Mater.Res.* **1**(1986)4
- [4.1] H.M.POLLOCK            Nanoindentation in *ASM Handbook*, Vol.18: Friction Lubrication, and Wear Technology, ASM International, Materials Park, Ohio, 1992
- [4.2] F.FRÖHLICH,  
P.GRAU                    Patentschrift DD 121 386 (WP G01N/188 542), 1975
- [4.3] F.FRÖHLICH,  
P.GRAU,  
W.GRELLMANN            Performance and Analysis of Recording Microhardness Tests, *phys.stat.sol.(a)* **42**(1977), 79
- [4.4] P.GRAU, G.BERG,  
H.MEINHARD,  
W.FRÄNZEL                Ermittlung lokaler Kennwerte für Härte und Elastizitätsmodul durch Ultramikrohärteprüfung, *Schlußbericht FKZ 029A03118* beim Kultusministerium des Landes Sachsen-Anhalt, 1994



- [4.16] P.GRAU, G.BERG, W.FRÄNZEL, A.WEISS Ermittlung lokaler Kennwerte für Härte und Elastizitätsmodul durch Ultramikrohärteprüfung, Schlußbericht **FKZ 029A8283** beim Kultusministerium des Landes Sachsen-Anhalt, 1995
- [4.17] P.GRAU, G.BERG, H.OETTEL, R.WIEDEMANN Comparison of Profile Functions for the Estimation of the Film Hardness Measurements by a Depth-Sensitive Method, *phys.stat.sol.(a)* **159**(1997), 447
- [4.18] N.W.TSCHOEGL The phenomenological theory of linear elastic behaviour, Springer, Berlin, 1989, S. 550
- [4.19] P.GRAU, G.BERG Messung der Härte von dünnen Schichten, *Härterei-Tech.Mitt.* **48**(1993), 317
- [4.20] S.MOSCH Mechanische Eigenschaften von Sol-Gel beschichteten Systemen, Diplomarbeit, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, FB Physik, 1995
- [4.21] P.GRAU, G.BERG, H.MEINHARD, S.MOSCH Strain rate dependence of hardness of glass and Meyer's law, *J.Am.Ceram.Soc.* **81**(1998)6, 1557
- [4.22] B.N.LUCAS An experimental investigation of creep and viscoelastic properties using depth-sensing indentation techniques, Dissertation, University of Tennessee, Knoxville, 1997
- [6.1] W.VOGEL Glaschemie, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1979
- [6.2] Dokumentation zum HOMMEL-Tester T 2000, HOMMELWERKE GmbH
- [6.3] P.GRAU, Ch.ULLNER, H.-H.BEHNCKE Uncertainty of Depth Sensing Hardness - Effect of Roughness, *Materialprüfung*, **39**(1997)9, 362
- [6.4] NANOINDENTER®II, Operating Instructions, Version 2.0, NANO INSTRUMENTS Inc. Oak Ridge, TN, USA, 1995
- [7.1] W.C.OLIVER Persönliche Mitteilung, 1997

- [8.1] D.TABOR The Hardness of Metals, Clarendon Press, Oxford, 1951
- [8.2] D.TABOR Indentation hardness: fifty years on - A personal view, *Phil.Mag.A* **74**(1996)5, 1207
- [8.3] P.GRAU Einfluß von Aggregations- und Ausscheidungsphänomenen auf die plastische Deformation von dotierten Alkalihalogenidkristallen, Habilitationsschrift (Diss. B), Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 1980
- [8.4] M.SCHLIMMER Zeitabhängiges mechanisches Werkstoffverhalten, Springer, Berlin, 1984
- [8.5] K.NEIDECK Kugeleindruckexperimente an glasartigen Substanzen, Diplomarbeit, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, FB Physik, 1997
- [8.6] R.BRÜCKNER,  
H.H.KÄS Induzierte Orientierungsdoppelbrechung und struktureller Aufbau von Glasschmelzen, *Glastech.Ber.* **38**(1965)No.12, 473
- [8.7] E.-J.DONTH The size of cooperatively rearranging regions at the glass transition, *J.Non-Cryst.Solids* **53**(1982), 325
- [8.8] H.SCHMIEDEL u.a. Prüfung hochpolymerer Werkstoffe, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1977
- [8.9] R.BRÜCKNER,  
Y.YUE Non-Newtonian flow behaviour of glass melts as a consequence of viscoelasticity and anisotropic flow, *J.Non-Cryst.Solids* **175**(1994), 118
- [8.10] Y.YUE,  
R.BRÜCKNER A new description and interpretation of the flow behaviour of glass forming melts, *J.Non-Cryst.Solids* **180**(1994), 66
- [8.11] Y.YUE,  
R.BRÜCKNER Rheological properties and isochomal workability of lead silicate, *Glastech.Ber.Glass Sci.Technol.* **69**(1996)No.9, 278

- [8.12] M.EBERSTEIN,  
A.HABECK,  
R.BRÜCKNER Rheological investigations in the decomposition range of the system  $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ , *Glastech.Ber.Glass Sci.Technol.* **70**(1997)No.4, 101
- [8.13] R.BRÜCKNER,  
Y.YUE,  
J.DEUBENER Progress in the rheology of glass melts - A survey, *Glastech.Ber.Glass Sci.Technol.* **70**(1997)No.9, 261
- [8.14] R.BRÜCKNER,  
Y.YUE,  
A.HABECK Determination of the rheological properties of high-viscous glass melts by the cylinder compression method, *Glastech.Ber.Glass Sci.Technol.* **67**(1994)No.5, 114
- [8.15] Y.YUE,  
R.BRÜCKNER Comparison of some non-Newtonian flow equations for inorganic glass melts and amorphous polymers, *J.Non-Cryst.Solids* **202**(1996), 253
- [A.1] Katalog "Optisches Glas", SCHOTT-Werke
- [A.2] J.BANDRUP,  
E.H.IMMERGUT Polymer Handbook, John Wiley & Sons, Inc., 1989
- [A.3] H.SCHAUMBURG  
(Hrsg.) Polymere, B.G.Teubner, Stuttgart, 1997
- [A.4] H.SCHMIEDEL  
H.SCHIEFER Hochpolymere und ihre Prüfung, Fachbuchverlag, Leipzig, 1972
- [A.5] Katalog "Optisches Glas"; VEB Glaswerk Schott und Gen., Jena

## Anhang 1

### Berechnungen zum Modell 1

Durch Einsetzen der Versuchsbedingung Gl.(5.1-8a) in Gl.(5.1-4a) für  $\sigma < \sigma_v$  ergibt sich für elastische Deformationsanteile

$$h_{el} = \left( \frac{3 \dot{F}_c t}{4 E_r R^{1/2}} \right)^{2/3} \quad (\text{A1.1-1})$$

Für NEWTONsches Fließen ergibt sich aus Gl.(5.1-6) mit Gl.(5.1-8a)

$$\dot{F}_c t = c \eta_0 h_{fl} \dot{h}_{fl} \quad (\text{A1.1-2})$$

Die Integration mit der Randbedingung  $h_{fl}(t=0)=0$  führt zu

$$h_{fl} = \left( \frac{\dot{F}_c t^2}{c \eta_0} \right)^{1/2} \quad (\text{A1.1-3})$$

Aus der Kopplungsvorschrift 1 Gl.(5.1-2) ergibt sich für  $\sigma < \sigma_v$  Gl.(5.2-1) für das Modell 1.

Für die Kopplung 2 gemäß Gl.(5.1-3) ergibt sich Gl.(5.2-2).

Für  $\sigma \geq \sigma_v$  werden die Gln.(5.1-4b), (5.1-5) und (5.1-6) angesetzt. Mit Gl.(5.1-8a) ergeben sich für elastische Eindringtiefenanteile

$$h_{el} = \sqrt{\frac{\dot{F}_c t}{C_G E_r}} \quad (\text{A1.1-4})$$

und für plastische

$$h_{pl} = \sqrt{\frac{\dot{F}_c t}{c H}} \quad (\text{A1.1-5})$$

bzw. Gl.(A1.1-3) für NEWTONsche. Mit den Kopplungsvorschriften Gln.(5.1-2) bzw. (5.1-3) ergeben sich Gl.(5.2-3) für die Kopplung 1 bzw. Gl.(5.2-4) für die Kopplung 2.

Für einen Kriechversuch mit Gl.(5.1-8b) ergibt sich für den elastischen Eindringtiefenanteil direkt aus Gl.(5.1-4b)

$$h_{el} = \sqrt{\frac{F_c}{C_G E_r}} \quad (\text{A1.1-6})$$

für den plastischen aus Gl.(5.1-5)

$$h_{pl} = \sqrt{\frac{F_c}{c H}} \quad (\text{A1.1-7})$$

und für den NEWTONschen Anteil aus Gl.(5.1-6) die Differentialgleichung

$$F_c = c \eta_0 h_{fl} \dot{h}_{fl} \quad (\text{A1.1-8})$$

mit der Lösung

$$F_c t = \frac{1}{2} c \eta_0 h_{fl}^2 + C_{il} \quad (\text{A1.1-9})$$

Die Integrationskonstante  $C_{il} \neq 0$  ergibt sich aus der Tatsache, daß zu Beginn des Kriechexperimentes ( $t=0$ ) bereits ein NEWTONscher Eindringtiefenanteil existiert. Wenn davon ausgegangen wird, daß die Kraft  $F_c$  durch einen einzigen Belastungszyklus mit Gl.(5.1-8a) erreicht wurde, ergibt sich aus Gl.(A1.1-3)

$$C_{il} = - \frac{F_c^2}{2 \dot{F}_c} \quad (\text{A1.1-10})$$

Der NEWTONsche Kriechanteil ist damit

$$h_{fl} = \sqrt{\frac{2}{c \eta_0} \left( F_c t + \frac{F_c^2}{2 \dot{F}_c} \right)} \quad (\text{A1.1-11})$$

Gemäß der Kopplungsvorschriften für die Kopplung 1 erhält man Gl.(5.2-7) bzw. Gl.(5.2-8) für die Kopplung 2.

Für den Entlastungsvorgang nach Gl.(5.1-8c) wird hier davon ausgegangen, daß genau ein Belastungszyklus nach Gl.(5.1-8a) und ein ein Kriechvorgang nach Gl.(5.1-8b) vorausgegangen sind. Die Beträge der Be- und Entlastungsgeschwindigkeit sollen gleich sein und die Dauer des Haltesegmentes betrage  $t_H$ . Die plastische Eindringtiefe ist mit

$$h_{pl} = \sqrt{\frac{F_c}{c H}} \quad (\text{A1.1-12})$$

nur von der maximalen Kraft des Gesamtexperimentes abhängig und bei einer Entlastung unverändert. Für elastische Eindringtiefenanteile ergibt sich

$$h_{el} = \sqrt{\frac{F_c - \dot{F}_c t}{C_G E_r}} \quad (\text{A1.1-13})$$

Die Lösung der entsprechenden Differentialgleichung für das NEWTONsche Fließen

$$F_c - \dot{F}_c t = c \eta_0 h_{fl} \dot{h}_{fl} \quad (\text{A1.1-14})$$

ist

$$F_c t - \frac{1}{2} \dot{F}_c t^2 = \frac{1}{2} c \eta_0 h_{fl}^2 + C_{i2} \quad (\text{A1.1-15})$$

Die Bestimmung des Wertes für die Integrationskonstante  $C_{i2}$  ergibt sich unter o.g. Voraussetzungen nach Gl.(A1.1-16) mit

$$C_{i2} = - \left( F_c t_H + \frac{F_c^2}{2 \dot{F}_c} \right) \quad (\text{A1.1-16})$$

Somit ist

$$h_{fl} = \sqrt{\frac{2}{c \eta_0} + \left( F_c t - \frac{1}{2} \dot{F}_c t^2 + F_c t_H + \frac{F_c^2}{2 \dot{F}_c} \right)} \quad (\text{A1.1-17})$$

der NEWTONsche Eindringtiefenanteil bei einem Eindringvorgang. Die entsprechenden Kopplungsvorschriften ergeben die Gln.(5.2-9) bzw. (5.2-10).

### Berechnungen zum Modell 2

Für die Belastung nach Gl.(5.1-8a) ergibt sich für  $\sigma \geq \sigma_v$

$$h_{el} = \sqrt{\frac{\dot{F}_c t}{C_G E_r}} \quad (\text{A1.1-18})$$

für elastische Deformationsanteile und die Differentialgleichung

$$\dot{F}_c t = c b h_{fl}^{2-m} \dot{h}_{fl}^m \quad (\text{A1.1-19})$$

mit der Lösung

$$h_{fl} = \left( \frac{2}{m+1} \right)^{\frac{m}{2}} \left( \frac{\dot{F}_c}{c b} \right)^{\frac{1}{2}} t^{\frac{m+1}{2}} \quad (\text{A1.1-20})$$

mit der Randbedingung  $h_{fl}(t=0)=0$  für Fließanteile. Die Kopplungsvorschriften Gln.(5.1-2) bzw. (5.1-3) ergeben dann die Gln.(5.2-12) bzw. (5.2-13).

Für ein Haltesegment nach Gl.(5.1-8b) gilt wie bei Modell 1 für elastische Eindringtiefe-anteile die Gl.(A1.1-6). Für den Fließanteil hat die Differentialgleichung

$$F_c = c b h_{fl}^{2-m} \dot{h}_{fl}^m \quad (\text{A1.1-21})$$

die Lösung

$$\frac{2}{m} \left( \frac{F_c}{c b} \right)^{\frac{1}{m}} t = h_{fl}^{\frac{2}{m}} + \frac{2}{m} C_{i3} \quad (\text{A1.1-22})$$

Zur Bestimmung der Integrationskonstanten  $C_{i3}$  wird wiederum davon ausgegangen, daß zu Beginn des Haltesegments ( $t=0$ ) ein Fließanteil aus dem Belastungssegment vorliegt. Somit gilt

$$C_{i3} = - \frac{m}{2} \left( \frac{2}{\dot{F}_c(m+1)} \right) \left( \frac{1}{c b} \right)^{\frac{1}{m}} F_c^{\frac{m+1}{m}} \quad (\text{A1.1-23})$$

woraus

$$h_{fl} = \left( \frac{F_c}{c b} \right)^{\frac{1}{2}} \left( \frac{2 t}{m} + \frac{2 F_c^{m+1}}{\dot{F}_c (m+1)} \right)^{\frac{m}{2}} \quad (\text{A1.1-24})$$

folgt. Die Kopplungsvorschriften führen dann zu den Gln.(5.2-14) und (5.2-15).

Die Fließanteile bei der Entlastung werden durch

$$F_c - \dot{F}_c t = c b h_{fl}^{2-m} \dot{h}_{fl}^m \quad (\text{A1.1-25})$$

beschrieben. Die Lösung dieser Differentialgleichung ist

$$- 2 \left( \frac{1}{c b} \right)^{\frac{1}{m}} \frac{(F_c - \dot{F}_c t)^{\frac{m+1}{m}}}{\dot{F}_c(m+1)} = h_{fl}^{\frac{2}{m}} + \frac{2}{m} C_{i4} \quad (\text{A1.1-26})$$

Zum Zeitpunkt  $t=0$  der Entlastung liegen Fließanteile aus dem Belastungs- und Haltesegment vor. Daraus ergeben sich

$$C_{i4} = - \left( \frac{F_c}{c b} \right)^{\frac{1}{m}} \left( t_H + \frac{3 m F_c^{m+1}}{\dot{F}_c (m+1)} \right) \quad (\text{A1.1-27})$$

und

$$h_{fl} = \left( \frac{1}{cb} \right)^{\frac{1}{m}} \left( 2F_c^{\frac{1}{m}} \left( \frac{t_H}{m} + \frac{3F_c^{m+1}}{\dot{F}_c(m+1)} \right) - \frac{2(F_c - \dot{F}_c t)^{\frac{m+1}{m}}}{\dot{F}_c(m+1)} \right)^{\frac{m}{2}} \quad (\mathbf{A1.1-28})$$

wobei  $t_H$  die Dauer des Halteedgmentes angibt.

## Anhang 2

| dF/dt (mN/s) | HU (GPa)    | H <sub>p</sub> (GPa) | E <sub>OP</sub> (GPa) |
|--------------|-------------|----------------------|-----------------------|
| 1            | 4,177±0,022 | 7,669±0,233          | 78,47±0,57            |
| 2            | 4,287±0,033 | 7,563±0,553          | 77,77±1,13            |
| 5            | 4,321±0,009 | 7,184±0,278          | 79,17±0,89            |
| 10           | 4,355±0,009 | 8,037±0,176          | 77,94±0,87            |
| 20           | 4,372±0,058 | 8,071±0,153          | 76,79±0,72            |
| 50           | 4,460±0,024 | 8,602±0,034          | 76,38±0,33            |

Tab. A2-1a: Mittelwerte der Ergebnisse der Auswertung nach Gl.(4.1-2) für HU, nach Gl.(3.2-29) für H<sub>p</sub> und nach Gl.(3.2-30) für E<sub>OP</sub> für die Messungen an BK7

| dF/dt (mN/s) | HU (GPa)     | H <sub>p</sub> (GPa)    | E <sub>OP</sub> (GPa) |
|--------------|--------------|-------------------------|-----------------------|
| 1            | 0,118±0,0009 | kein Auswertung möglich |                       |
| 2            | 0,139±0,0008 | 0,153±0,0056            | 3,563±0,045           |
| 5            | 0,162±0,0046 | 0,210±0,0096            | 3,254±0,072           |
| 10           | 0,172±0,0015 | 0,186±0,0029            | 3,214±0,028           |
| 20           | 0,181±0,0017 | 0,175±0,0046            | 3,279±0,029           |
| 50           | 0,194±0,0017 | 0,192±0,0030            | 3,330±0,031           |

Tab. A2-1b: Mittelwerte der Ergebnisse der Auswertung nach Gl.(4.1-2) für HU, nach Gl.(3.2-29) für H<sub>p</sub> und nach Gl.(3.2-30) für E<sub>OP</sub> für die Messungen an PMMA

| Material | E in GPa | Poissonzahl | Quelle |
|----------|----------|-------------|--------|
| BK7      | 82       | 0,206       | [A.1]  |
| PMMA     | 3,36     | 0,3         | [A.2]  |
| Diamant  | 1141     | 0,07        | [3.18] |

Tab. A2-2a: Literaturwerte der elastischen Konstanten von BK7, PMMA und Diamant (Indenter)

|                            | BK7         | PMMA          |
|----------------------------|-------------|---------------|
| Vickershärte bei 2N in GPa | 6,33 ± 0,64 | 0,211 ± 0,003 |

Tab. A2-2b: Mittelwerte aus jeweils 12 Einzelmessungen der konventionellen Vickershärte für BK7 und PMMA

| dF/dt (mN/s) | $\eta$ (Pa s)                                      | E (GPa)               | H (GPa)               | E/H                | $\chi^2$               |
|--------------|--|-----------------------|-----------------------|--------------------|------------------------|
| Kopplung 1   |  |                       |                       |                    |                        |
| 1            | $2,092 \cdot 10^{14}$<br>$\pm 6,234 \cdot 10^{12}$ | 162,24<br>$\pm 14,25$ | 23,30<br>$\pm 1,85$   | 6,96<br>$\pm 1,17$ | $4,142 \cdot 10^{-17}$ |
| 2            | $1,008 \cdot 10^{14}$<br>$\pm 2,052 \cdot 10^{12}$ | 262,76<br>$\pm 12,08$ | 31,65<br>$\pm 2,49$   | 8,30<br>$\pm 1,04$ | $7,028 \cdot 10^{-17}$ |
| 5            | $4,714 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 1,668 \cdot 10^{12}$ | 165,10<br>$\pm 8,88$  | 24,18<br>$\pm 1,94$   | 6,83<br>$\pm 0,91$ | $6,396 \cdot 10^{-17}$ |
| 10           | $2,220 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 7,984 \cdot 10^{11}$ | 177,05<br>$\pm 11,45$ | 23,28<br>$\pm 1,72$   | 7,61<br>$\pm 1,05$ | $3,532 \cdot 10^{-17}$ |
| 20           | $9,920 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 6,859 \cdot 10^{11}$ | 172,90<br>$\pm 12,62$ | 24,72<br>$\pm 2,27$   | 6,99<br>$\pm 1,15$ | $7,275 \cdot 10^{-17}$ |
| 50           | $5,870 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 1,381 \cdot 10^{12}$ | 162,31<br>$\pm 12,04$ | 25,33<br>$\pm 1,72$   | 6,41<br>$\pm 0,91$ | $2,301 \cdot 10^{-16}$ |
| Kopplung 2   |  |                       |                       |                    |                        |
| 1            | $1,518 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 3,353 \cdot 10^{11}$ | 80,83<br>$\pm 0,57$   | 9,386<br>$\pm 0,039$  | 8,61<br>$\pm 0,10$ | $8,406 \cdot 10^{-17}$ |
| 2            | $7,552 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 1,287 \cdot 10^{11}$ | 83,25<br>$\pm 0,75$   | 9,656<br>$\pm 0,028$  | 8,62<br>$\pm 0,10$ | $1,205 \cdot 10^{-16}$ |
| 5            | $3,293 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 9,254 \cdot 10^{10}$ | 83,27<br>$\pm 0,95$   | 9,659<br>$\pm 0,045$  | 8,62<br>$\pm 0,14$ | $1,118 \cdot 10^{-16}$ |
| 10           | $1,590 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 4,386 \cdot 10^{10}$ | 81,82<br>$\pm 0,64$   | 10,078<br>$\pm 0,056$ | 8,12<br>$\pm 0,11$ | $7,719 \cdot 10^{-17}$ |
| 20           | $7,646 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 3,718 \cdot 10^{10}$ | 82,78<br>$\pm 0,90$   | 10,204<br>$\pm 0,107$ | 8,11<br>$\pm 0,17$ | $1,303 \cdot 10^{-16}$ |
| 50           | $3,730 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 4,964 \cdot 10^{10}$ | 82,39<br>$\pm 1,32$   | 10,155<br>$\pm 0,234$ | 8,11<br>$\pm 0,32$ | $2,716 \cdot 10^{-16}$ |

Tab. A2-3a: Die Fitparameter der Untersuchung des Belastungssegmentes nach dem Modell 1 für BK7

| dF/dt (mN/s) | $\eta$ (Pa s)                                      | E (GPa)              | H (GPa)                | E/H                | $\chi^2$               |
|--------------|--|----------------------|------------------------|--------------------|------------------------|
| Kopplung 1   |  |                      |                        |                    |                        |
| 1            | $1,244 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 1,313 \cdot 10^{10}$ | 5,109<br>$\pm 0,390$ | 2,197<br>$\pm 0,183$   | 2,33<br>$\pm 0,37$ | $8,939 \cdot 10^{-16}$ |
| 2            | $1,248 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 1,037 \cdot 10^{10}$ | 5,299<br>$\pm 0,405$ | 2,357<br>$\pm 0,094$   | 2,25<br>$\pm 0,26$ | $3,520 \cdot 10^{-16}$ |
| 5            | $8,439 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,566 \cdot 10^{10}$ | 5,652<br>$\pm 0,497$ | 2,664<br>$\pm 0,184$   | 2,12<br>$\pm 0,33$ | $9,913 \cdot 10^{-16}$ |
| 10           | $5,895 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,708 \cdot 10^{10}$ | 5,780<br>$\pm 0,313$ | 2,798<br>$\pm 0,204$   | 2,07<br>$\pm 0,26$ | $9,929 \cdot 10^{-16}$ |
| 20           | $3,599 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,850 \cdot 10^{10}$ | 5,925<br>$\pm 0,516$ | 2,915<br>$\pm 0,262$   | 2,03<br>$\pm 0,36$ | $1,246 \cdot 10^{-15}$ |
| 50           | $1,633 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,956 \cdot 10^{10}$ | 6,115<br>$\pm 0,373$ | 3,268<br>$\pm 0,271$   | 1,87<br>$\pm 0,29$ | $2,548 \cdot 10^{-15}$ |
| Kopplung 2   |  |                      |                        |                    |                        |
| 1            | $1,979 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 2,273 \cdot 10^9$    | 2,311<br>$\pm 0,012$ | 0,3308<br>$\pm 0,0011$ | 6,99<br>$\pm 0,06$ | $4,195 \cdot 10^{-15}$ |
| 2            | $1,499 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,140 \cdot 10^9$    | 2,626<br>$\pm 0,009$ | 0,3482<br>$\pm 0,0010$ | 7,54<br>$\pm 0,05$ | $3,087 \cdot 10^{-15}$ |
| 5            | $8,407 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 1,313 \cdot 10^9$    | 2,918<br>$\pm 0,022$ | 0,3839<br>$\pm 0,0015$ | 7,60<br>$\pm 0,09$ | $2,673 \cdot 10^{-15}$ |
| 10           | $5,137 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 1,163 \cdot 10^9$    | 2,905<br>$\pm 0,017$ | 0,4233<br>$\pm 0,0020$ | 6,86<br>$\pm 0,07$ | $2,293 \cdot 10^{-15}$ |
| 20           | $2,929 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 2,211 \cdot 10^9$    | 3,106<br>$\pm 0,038$ | 0,4214<br>$\pm 0,0060$ | 7,37<br>$\pm 0,20$ | $2,509 \cdot 10^{-15}$ |
| 50           | $1,272 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 8,910 \cdot 10^{10}$ | 3,285<br>$\pm 0,023$ | 0,4475<br>$\pm 0,0066$ | 7,34<br>$\pm 0,16$ | $3,384 \cdot 10^{-15}$ |

Tab. A2-3b: Die Fitparameter der Untersuchung des Belastungssegmentes nach dem Modell 1 für PMMA

| dF/dt (mN/s)    | m                   | b (Pa s <sup>m</sup> )                           | $\chi^2$                |
|-----------------|---------------------|--|-------------------------|
| Kopplung 1      |                     |  |                         |
| 1               | 0,2056<br>±0,0016   | 1,407 10 <sup>11</sup><br>±1,313 10 <sup>9</sup> | 1,020 10 <sup>-17</sup> |
| 2               | 0,2190<br>±0,0014   | 1,414 10 <sup>11</sup><br>±1,041 10 <sup>9</sup> | 2,676 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 0,2040<br>±0,0022   | 1,110 10 <sup>11</sup><br>±1,086 10 <sup>9</sup> | 2,349 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,2115<br>±0,0019   | 1,018 10 <sup>11</sup><br>±7,170 10 <sup>8</sup> | 8,332 10 <sup>-18</sup> |
| 20              | 0,2295<br>±0,0050   | 9,489 10 <sup>10</sup><br>±1,426 10 <sup>9</sup> | 2,761 10 <sup>-17</sup> |
| 50              | 0,1901<br>±0,0210   | 7,368 10 <sup>10</sup><br>±3,329 10 <sup>9</sup> | 1,977 10 <sup>-16</sup> |
| Kopplung 2      |                     |  |                         |
| 1               | 0,1224<br>±0,0009   | 1,673 10 <sup>10</sup><br>±9,104 10 <sup>7</sup> | 9,487 10 <sup>-18</sup> |
| 2               | 0,1298<br>±0,0008   | 1,674 10 <sup>10</sup><br>±7,274 10 <sup>7</sup> | 2,549 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 0,1208<br>±0,0013   | 1,448 10 <sup>10</sup><br>±8,377 10 <sup>7</sup> | 2,242 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,1249<br>±0,0011   | 1,374 10 <sup>10</sup><br>±5,692 10 <sup>7</sup> | 7,791 10 <sup>-18</sup> |
| 20              | 0,1354<br>±0,0029   | 1,320 10 <sup>10</sup><br>±1,189 10 <sup>8</sup> | 2,633 10 <sup>-17</sup> |
| 50              | 0,1220<br>±0,0186   | 1,164 10 <sup>10</sup><br>±5,409 10 <sup>8</sup> | 1,988 10 <sup>-16</sup> |
| TOMOZAWA-Ansatz |                     |  |                         |
| 1               | 0,06577<br>±0,00038 | 6,476 10 <sup>9</sup><br>±1,526 10 <sup>7</sup>  | 6,428 10 <sup>-18</sup> |
| 2               | 0,06849<br>±0,00035 | 6,439 10 <sup>9</sup><br>±1,248 10 <sup>7</sup>  | 1,916 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 0,06335<br>±0,00056 | 5,951 10 <sup>9</sup><br>±1,549 10 <sup>7</sup>  | 1,727 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,06451<br>±0,00046 | 5,771 10 <sup>9</sup><br>±1,035 10 <sup>7</sup>  | 5,639 10 <sup>-18</sup> |
| 20              | 0,06981<br>±0,00124 | 5,653 10 <sup>9</sup><br>±2,269 10 <sup>7</sup>  | 2,035 10 <sup>-17</sup> |
| 50              | 0,05700<br>±0,00501 | 5,212 10 <sup>9</sup><br>±7,369 10 <sup>7</sup>  | 1,954 10 <sup>-16</sup> |

Tab. A2-4a: Die Fitparameter der Untersuchung des Belastungssegmentes nach dem Modell 2 für BK7 bei vorgegebenem  $E_r = 79,81$  GPa und nach dem TOMOZAWA-Ansatz

| dF/dt (mN/s)    | m                 | b (Pa s <sup>m</sup> )                          | $\chi^2$                |
|-----------------|-------------------|---|-------------------------|
| Kopplung 1      |                   |   |                         |
| 1               | 0,3308<br>±0,0007 | 4,525 10 <sup>9</sup><br>±1,840 10 <sup>7</sup> | 1,304 10 <sup>-16</sup> |
| 2               | 0,2704<br>±0,0002 | 3,574 10 <sup>9</sup><br>±4,381 10 <sup>6</sup> | 3,824 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 0,2445<br>±0,0007 | 3,481 10 <sup>9</sup><br>±1,088 10 <sup>7</sup> | 9,071 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,2259<br>±0,0016 | 3,253 10 <sup>9</sup><br>±1,847 10 <sup>7</sup> | 2,101 10 <sup>-16</sup> |
| 20              | 0,2190<br>±0,0032 | 3,072 10 <sup>9</sup><br>±2,954 10 <sup>7</sup> | 3,891 10 <sup>-16</sup> |
| 50              | 0,2216<br>±0,0133 | 3,020 10 <sup>9</sup><br>±8,405 10 <sup>7</sup> | 2,381 10 <sup>-15</sup> |
| Kopplung 2      |                   |   |                         |
| 1               | 0,2126<br>±0,0005 | 6,616 10 <sup>8</sup><br>±2,146 10 <sup>6</sup> | 1,849 10 <sup>-16</sup> |
| 2               | 0,1697<br>±0,0001 | 5,608 10 <sup>8</sup><br>±4,168 10 <sup>5</sup> | 3,423 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 0,1499<br>±0,0004 | 5,413 10 <sup>8</sup><br>±9,643 10 <sup>5</sup> | 7,472 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,1370<br>±0,0009 | 5,156 10 <sup>8</sup><br>±1,760 10 <sup>6</sup> | 1,945 10 <sup>-16</sup> |
| 20              | 0,1319<br>±0,0019 | 4,964 10 <sup>8</sup><br>±2,901 10 <sup>6</sup> | 3,683 10 <sup>-16</sup> |
| 50              | 0,1317<br>±0,0079 | 4,894 10 <sup>8</sup><br>±8,593 10 <sup>6</sup> | 2,393 10 <sup>-15</sup> |
| TOMOZAWA-Ansatz |                   |   |                         |
| 1               | 0,1459<br>±0,0006 | 3,142 10 <sup>8</sup><br>±1,084 10 <sup>6</sup> | 4,582 10 <sup>-16</sup> |
| 2               | 0,1095<br>±0,0001 | 2,694 10 <sup>8</sup><br>±1,647 10 <sup>5</sup> | 5,717 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 0,0898<br>±0,0002 | 2,546 10 <sup>8</sup><br>±1,926 10 <sup>5</sup> | 3,874 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,0790<br>±0,0004 | 2,444 10 <sup>8</sup><br>±4,176 10 <sup>5</sup> | 1,495 10 <sup>-16</sup> |
| 20              | 0,0741<br>±0,0009 | 2,376 10 <sup>8</sup><br>±6,909 10 <sup>5</sup> | 2,929 10 <sup>-16</sup> |
| 50              | 0,0696<br>±0,0042 | 2,334 10 <sup>8</sup><br>±2,240 10 <sup>6</sup> | 2,489 10 <sup>-15</sup> |

Tab. A2-4b: Die Fitparameter der Untersuchung des Belastungssegmentes nach dem Modell 2 bei vorgegebenem  $E_r = 3,68$  GPa und nach dem TOMOZAWA-Ansatz für PMMA

| dF/dt (mN/s) | $\eta$ (Pa s)                                      | E (GPa)               | H (GPa)              | E/H                | $\chi^2$               |
|--------------|--|-----------------------|----------------------|--------------------|------------------------|
| Kopplung 1   |  |                       |                      |                    |                        |
| 1            | $6,500 \cdot 10^{14}$<br>$\pm 2,731 \cdot 10^{13}$ | 165,98<br>$\pm 10,83$ | 19,18<br>$\pm 1,71$  | 8,65<br>$\pm 1,34$ | $1,515 \cdot 10^{-18}$ |
| 2            | $8,103 \cdot 10^{14}$<br>$\pm 4,137 \cdot 10^{13}$ | 162,14<br>$\pm 13,45$ | 18,78<br>$\pm 1,44$  | 8,63<br>$\pm 1,38$ | $3,018 \cdot 10^{-18}$ |
| 5            | $1,310 \cdot 10^{15}$<br>$\pm 7,454 \cdot 10^{13}$ | 156,88<br>$\pm 13,71$ | 18,23<br>$\pm 1,11$  | 8,60<br>$\pm 1,28$ | $4,009 \cdot 10^{-18}$ |
| 10           | $1,571 \cdot 10^{15}$<br>$\pm 9,388 \cdot 10^{13}$ | 155,36<br>$\pm 12,55$ | 18,07<br>$\pm 1,25$  | 8,60<br>$\pm 1,29$ | $5,199 \cdot 10^{-18}$ |
| 20           | $1,797 \cdot 10^{15}$<br>$\pm 9,506 \cdot 10^{13}$ | 154,33<br>$\pm 8,95$  | 17,97<br>$\pm 1,13$  | 8,59<br>$\pm 1,04$ | $4,332 \cdot 10^{-18}$ |
| 50           | $2,200 \cdot 10^{15}$<br>$\pm 1,270 \cdot 10^{14}$ | 154,64<br>$\pm 11,75$ | 18,00<br>$\pm 1,46$  | 8,59<br>$\pm 1,35$ | $5,049 \cdot 10^{-18}$ |
| Kopplung 2   |  |                       |                      |                    |                        |
| 1            | $3,837 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 8,959 \cdot 10^{11}$ | 73,10<br>$\pm 0,86$   | 8,934<br>$\pm 0,101$ | 8,18<br>$\pm 0,19$ | $1,876 \cdot 10^{-18}$ |
| 2            | $3,314 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 9,805 \cdot 10^{11}$ | 72,98<br>$\pm 0,53$   | 8,920<br>$\pm 0,067$ | 8,18<br>$\pm 0,12$ | $4,072 \cdot 10^{-18}$ |
| 5            | $3,199 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 1,153 \cdot 10^{12}$ | 72,09<br>$\pm 1,06$   | 8,812<br>$\pm 0,118$ | 8,18<br>$\pm 0,23$ | $6,349 \cdot 10^{-18}$ |
| 10           | $3,024 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 1,227 \cdot 10^{12}$ | 71,86<br>$\pm 0,70$   | 8,784<br>$\pm 0,021$ | 8,18<br>$\pm 0,10$ | $9,144 \cdot 10^{-18}$ |
| 20           | $2,905 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 1,173 \cdot 10^{12}$ | 71,67<br>$\pm 0,46$   | 8,762<br>$\pm 0,027$ | 8,18<br>$\pm 0,08$ | $9,491 \cdot 10^{-18}$ |
| 50           | $2,995 \cdot 10^{13}$<br>$\pm 1,403 \cdot 10^{12}$ | 72,01<br>$\pm 0,59$   | 8,803<br>$\pm 0,012$ | 8,18<br>$\pm 0,08$ | $1,234 \cdot 10^{-17}$ |

Tab. A2-5a: Die Fitparameter der Untersuchung des Haltesegmentes nach dem Modell 1 für BK7

| dF/dt (mN/s) | $\eta$ (Pa s)                                      | E (GPa)              | H (GPa)                | E/H                | $\chi^2$               |
|--------------|--|----------------------|------------------------|--------------------|------------------------|
| Kopplung 1   |  |                      |                        |                    |                        |
| 1            | $5,814 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 5,883 \cdot 10^9$    | 6,801<br>$\pm 0,387$ | 1,0546<br>$\pm 0,0672$ | 6,45<br>$\pm 0,78$ | $9,758 \cdot 10^{-17}$ |
| 2            | $6,823 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,185 \cdot 10^{10}$ | 6,273<br>$\pm 0,409$ | 0,9674<br>$\pm 0,0064$ | 6,48<br>$\pm 0,85$ | $4,199 \cdot 10^{-16}$ |
| 5            | $8,560 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 2,342 \cdot 10^{10}$ | 5,812<br>$\pm 0,488$ | 0,8923<br>$\pm 0,0705$ | 6,51<br>$\pm 1,06$ | $1,475 \cdot 10^{-15}$ |
| 10           | $1,046 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 3,333 \cdot 10^{10}$ | 5,513<br>$\pm 0,364$ | 0,8439<br>$\pm 0,0481$ | 6,53<br>$\pm 0,80$ | $2,240 \cdot 10^{-15}$ |
| 20           | $1,165 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 4,284 \cdot 10^{10}$ | 5,044<br>$\pm 0,442$ | 0,8128<br>$\pm 0,0661$ | 6,21<br>$\pm 1,05$ | $3,351 \cdot 10^{-15}$ |
| 50           | $1,316 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 5,550 \cdot 10^{10}$ | 5,206<br>$\pm 0,300$ | 0,7944<br>$\pm 0,0214$ | 6,55<br>$\pm 0,55$ | $4,686 \cdot 10^{-15}$ |
| Kopplung 2   |  |                      |                        |                    |                        |
| 1            | $1,874 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,275 \cdot 10^9$    | 2,447<br>$\pm 0,018$ | 0,3346<br>$\pm 0,0014$ | 7,31<br>$\pm 0,08$ | $1,761 \cdot 10^{-16}$ |
| 2            | $1,663 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,998 \cdot 10^9$    | 2,494<br>$\pm 0,011$ | 0,3472<br>$\pm 0,0019$ | 7,18<br>$\pm 0,07$ | $8,005 \cdot 10^{-16}$ |
| 5            | $1,478 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 2,996 \cdot 10^9$    | 2,527<br>$\pm 0,022$ | 0,3523<br>$\pm 0,0031$ | 7,17<br>$\pm 0,13$ | $3,231 \cdot 10^{-15}$ |
| 10           | $1,425 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 3,639 \cdot 10^9$    | 2,579<br>$\pm 0,019$ | 0,3389<br>$\pm 0,0028$ | 7,61<br>$\pm 0,12$ | $5,619 \cdot 10^{-15}$ |
| 20           | $1,362 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 4,238 \cdot 10^9$    | 2,548<br>$\pm 0,021$ | 0,3346<br>$\pm 0,0030$ | 7,62<br>$\pm 0,13$ | $9,196 \cdot 10^{-15}$ |
| 50           | $1,345 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 5,032 \cdot 10^9$    | 2,541<br>$\pm 0,016$ | 0,3332<br>$\pm 0,0024$ | 7,63<br>$\pm 0,10$ | $1,397 \cdot 10^{-14}$ |

Tab. A2-5b: Die Fitparameter der Untersuchung des Haltesegmentes nach dem Modell 1 für PMMA

| dF/dt (mN/s)    | m                 | b (Pa s <sup>m</sup> )                            | E (GPa)           | $\chi^2$                |
|-----------------|-------------------|---|-------------------|-------------------------|
| Kopplung 1      |                   |   |                   |                         |
| 1               | 0,0506<br>±0,0012 | 8,746 10 <sup>10</sup><br>±3,435 10 <sup>9</sup>  | 72,133<br>± 0,792 | 1,774 10 <sup>-20</sup> |
| 2               | 0,0521<br>±0,0014 | 1,068 10 <sup>11</sup><br>±5,311 10 <sup>9</sup>  | 68,789<br>± 0,875 | 3,418 10 <sup>-20</sup> |
| 5               | 0,0681<br>±0,0026 | 2,551 10 <sup>11</sup><br>±1,994 10 <sup>10</sup> | 56,335<br>± 0,682 | 6,920 10 <sup>-20</sup> |
| 10              | 0,0767<br>±0,0030 | 3,625 10 <sup>11</sup><br>±3,063 10 <sup>10</sup> | 53,309<br>± 0,580 | 8,062 10 <sup>-20</sup> |
| 20              | 0,1456<br>±0,0086 | 1,827 10 <sup>12</sup><br>±2,732 10 <sup>11</sup> | 45,802<br>± 0,388 | 2,065 10 <sup>-19</sup> |
| 50              | 0,1605<br>±0,0043 | 2,874 10 <sup>12</sup><br>±2,036 10 <sup>11</sup> | 40,157<br>± 0,130 | 4,632 10 <sup>-20</sup> |
| Kopplung 2      |                   |   |                   |                         |
| 1               | 0,0484<br>±0,0011 | 2,207 10 <sup>10</sup><br>±4,925 10 <sup>8</sup>  | 47,276<br>± 0,256 | 1,698 10 <sup>-20</sup> |
| 2               | 0,0491<br>±0,0012 | 2,407 10 <sup>10</sup><br>±6,429 10 <sup>8</sup>  | 46,519<br>± 0,290 | 3,143 10 <sup>-20</sup> |
| 5               | 0,0613<br>±0,0020 | 3,646 10 <sup>10</sup><br>±1,442 10 <sup>9</sup>  | 42,717<br>± 0,249 | 6,061 10 <sup>-20</sup> |
| 10              | 0,0665<br>±0,0021 | 4,190 10 <sup>10</sup><br>±1,669 10 <sup>9</sup>  | 41,919<br>± 0,215 | 6,594 10 <sup>-20</sup> |
| 20              | 0,1100<br>±0,0049 | 8,743 10 <sup>10</sup><br>±5,774 10 <sup>9</sup>  | 38,838<br>± 0,164 | 1,671 10 <sup>-19</sup> |
| 50              | 0,1128<br>±0,0020 | 9,904 10 <sup>10</sup><br>±2,665 10 <sup>9</sup>  | 38,663<br>± 0,059 | 3,029 10 <sup>-20</sup> |
| TOMOZAWA-Ansatz |                   |   |                   |                         |
| 1               | 1,1543<br>±0,0079 | 1,027 10 <sup>16</sup><br>±3,043 10 <sup>14</sup> | -                 | 8,562 10 <sup>-20</sup> |
| 2               | 1,0210<br>±0,0102 | 3,926 10 <sup>15</sup><br>±1,536 10 <sup>14</sup> | -                 | 2,570 10 <sup>-19</sup> |
| 5               | 0,8532<br>±0,0083 | 1,476 10 <sup>15</sup><br>±4,888 10 <sup>13</sup> | -                 | 2,765 10 <sup>-19</sup> |
| 10              | 0,7647<br>±0,0088 | 7,857 10 <sup>14</sup><br>±2,807 10 <sup>13</sup> | -                 | 4,599 10 <sup>-19</sup> |
| 20              | 0,7141<br>±0,0045 | 5,367 10 <sup>14</sup><br>±9,840 10 <sup>12</sup> | -                 | 1,453 10 <sup>-19</sup> |
| 50              | 0,6585<br>±0,0079 | 3,964 10 <sup>14</sup><br>±1,306 10 <sup>13</sup> | -                 | 5,228 10 <sup>-19</sup> |

Tab. A2-6a: Die Fitparameter der Untersuchung des Haltesegmentes nach dem Modell 2 und dem TOMOZAWA-Ansatz für BK7

| dF/dt (mN/s)    | m                 | b (Pa s <sup>m</sup> )                            | E (GPa)          | $\chi^2$                |
|-----------------|-------------------|---|------------------|-------------------------|
| Kopplung 1      |                   |   |                  |                         |
| 1               | 0,4589<br>±0,0092 | 1,546 10 <sup>10</sup><br>±1,293 10 <sup>9</sup>  | 2,143<br>± 0,040 | 2,086 10 <sup>-18</sup> |
| 2               | 0,3730<br>±0,0071 | 9,488 10 <sup>9</sup><br>±6,403 10 <sup>8</sup>   | 2,417<br>± 0,040 | 6,794 10 <sup>-18</sup> |
| 5               | 0,3211<br>±0,0062 | 7,936 10 <sup>9</sup><br>±4,959 10 <sup>8</sup>   | 2,492<br>± 0,040 | 1,922 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,3339<br>±0,0089 | 1,139 10 <sup>10</sup><br>±1,001 10 <sup>9</sup>  | 2,208<br>± 0,041 | 5,396 10 <sup>-17</sup> |
| 20              | 0,3214<br>±0,0081 | 1,139 10 <sup>10</sup><br>±9,373 10 <sup>8</sup>  | 2,144<br>± 0,036 | 6,765 10 <sup>-17</sup> |
| 50              | 0,3097<br>±0,0062 | 1,161 10 <sup>10</sup><br>±7,460 10 <sup>8</sup>  | 2,092<br>± 0,027 | 5,624 10 <sup>-17</sup> |
| Kopplung 2      |                   |   |                  |                         |
| 1               | 0,3582<br>±0,0048 | 2,668 10 <sup>9</sup><br>±1,014 10 <sup>8</sup>   | 1,528<br>± 0,011 | 2,040 10 <sup>-18</sup> |
| 2               | 0,2972<br>±0,0039 | 1,928 10 <sup>9</sup><br>±5,998 10 <sup>7</sup>   | 1,717<br>± 0,012 | 6,108 10 <sup>-18</sup> |
| 5               | 0,2518<br>±0,0033 | 1,553 10 <sup>9</sup><br>±4,290 10 <sup>7</sup>   | 1,856<br>± 0,014 | 1,625 10 <sup>-17</sup> |
| 10              | 0,2468<br>±0,0044 | 1,646 10 <sup>9</sup><br>±6,116 10 <sup>7</sup>   | 1,796<br>± 0,016 | 4,584 10 <sup>-17</sup> |
| 20              | 0,2300<br>±0,0039 | 1,490 10 <sup>9</sup><br>±5,005 10 <sup>7</sup>   | 1,806<br>± 0,016 | 5,521 10 <sup>-17</sup> |
| 50              | 0,2131<br>±0,0028 | 1,355 10 <sup>9</sup><br>±3,391 10 <sup>7</sup>   | 1,828<br>± 0,013 | 4,299 10 <sup>-17</sup> |
| TOMOZAWA-Ansatz |                   |   |                  |                         |
| 1               | 1,6821<br>±0,0049 | 9,300 10 <sup>13</sup><br>±1,582 10 <sup>12</sup> | -                | 1,545 10 <sup>-17</sup> |
| 2               | 1,5014<br>±0,0074 | 3,047 10 <sup>13</sup><br>±7,959 10 <sup>11</sup> | -                | 6,506 10 <sup>-17</sup> |
| 5               | 1,2258<br>±0,0091 | 6,479 10 <sup>12</sup><br>±2,177 10 <sup>11</sup> | -                | 2,208 10 <sup>-16</sup> |
| 10              | 1,0405<br>±0,0070 | 2,331 10 <sup>12</sup><br>±6,251 10 <sup>10</sup> | -                | 2,166 10 <sup>-16</sup> |
| 20              | 0,9028<br>±0,0072 | 1,026 10 <sup>12</sup><br>±2,901 10 <sup>10</sup> | -                | 3,504 10 <sup>-16</sup> |
| 50              | 0,7747<br>±0,0074 | 4,783 10 <sup>11</sup><br>±1,440 10 <sup>10</sup> | -                | 5,553 10 <sup>-16</sup> |

Tab. A2-6b: Die Fitparameter der Untersuchung des Haltesegmentes nach dem Modell 2 und dem TOMOZAWA-Ansatz für PMMA

| dF/dt (mN/s) | $\eta$ (Pa s)        | E (GPa)              | H (GPa)             | E/H                | $\chi^2$               |
|--------------|----------------------|----------------------|---------------------|--------------------|------------------------|
| Kopplung 1   |                      |                      |                     |                    |                        |
| 1            | $\rightarrow \infty$ | 135,11<br>$\pm 1,04$ | 18,84<br>$\pm 0,12$ | 7,17<br>$\pm 0,10$ | $2,681 \cdot 10^{-16}$ |
| 2            | $\rightarrow \infty$ | 130,73<br>$\pm 0,55$ | 20,21<br>$\pm 0,07$ | 6,47<br>$\pm 0,05$ | $2,728 \cdot 10^{-16}$ |
| 5            | $\rightarrow \infty$ | 129,82<br>$\pm 0,91$ | 20,61<br>$\pm 0,12$ | 6,30<br>$\pm 0,08$ | $2,967 \cdot 10^{-16}$ |
| 10           | $\rightarrow \infty$ | 129,33<br>$\pm 1,31$ | 20,74<br>$\pm 0,18$ | 6,24<br>$\pm 0,12$ | $3,125 \cdot 10^{-16}$ |
| 20           | $\rightarrow \infty$ | 129,17<br>$\pm 1,83$ | 20,79<br>$\pm 0,25$ | 6,21<br>$\pm 0,16$ | $3,071 \cdot 10^{-16}$ |
| 50           | $\rightarrow \infty$ | 128,94<br>$\pm 3,39$ | 21,50<br>$\pm 0,50$ | 6,00<br>$\pm 0,30$ | $4,438 \cdot 10^{-16}$ |
| Kopplung 2   |                      |                      |                     |                    |                        |
| 1            | $\rightarrow \infty$ | 52,40<br>$\pm 0,07$  | 11,57<br>$\pm 0,01$ | 4,53<br>$\pm 0,01$ | $3,094 \cdot 10^{-17}$ |
| 2            | $\rightarrow \infty$ | 52,43<br>$\pm 0,03$  | 12,13<br>$\pm 0,01$ | 4,32<br>$\pm 0,01$ | $2,608 \cdot 10^{-17}$ |
| 5            | $\rightarrow \infty$ | 52,14<br>$\pm 0,05$  | 12,44<br>$\pm 0,01$ | 4,19<br>$\pm 0,01$ | $2,716 \cdot 10^{-17}$ |
| 10           | $\rightarrow \infty$ | 52,06<br>$\pm 0,07$  | 12,51<br>$\pm 0,02$ | 4,16<br>$\pm 0,01$ | $2,563 \cdot 10^{-17}$ |
| 20           | $\rightarrow \infty$ | 52,06<br>$\pm 0,12$  | 12,53<br>$\pm 0,03$ | 4,15<br>$\pm 0,02$ | $3,332 \cdot 10^{-17}$ |
| 50           | $\rightarrow \infty$ | 52,39<br>$\pm 0,14$  | 12,90<br>$\pm 0,04$ | 4,06<br>$\pm 0,02$ | $3,522 \cdot 10^{-17}$ |

Tab. A2-7a: Die Fitparameter der Untersuchung des Entlastungssegmentes nach dem Modell 1 für BK7

| dF/dt (mN/s) | $\eta$ (Pa s)                                      | E (GPa)              | H (GPa)                | E/H                 | $\chi^2$               |
|--------------|--|----------------------|------------------------|---------------------|------------------------|
| Kopplung 1   |  |                      |                        |                     |                        |
| 1            | $1,311 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 2,998 \cdot 10^{10}$ | 9,123<br>$\pm 0,058$ | 0,6871<br>$\pm 0,0162$ | 13,28<br>$\pm 0,40$ | $6,964 \cdot 10^{-16}$ |
| 2            | $1,184 \cdot 10^{12}$<br>$\pm 1,603 \cdot 10^{10}$ | 6,423<br>$\pm 0,014$ | 0,9324<br>$\pm 0,0118$ | 6,89<br>$\pm 0,10$  | $3,703 \cdot 10^{-16}$ |
| 5            | $6,782 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,657 \cdot 10^{10}$ | 5,331<br>$\pm 0,014$ | 1,5536<br>$\pm 0,0430$ | 3,43<br>$\pm 0,10$  | $2,548 \cdot 10^{-16}$ |
| 10           | $3,093 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,295 \cdot 10^{10}$ | 5,255<br>$\pm 0,020$ | 3,4590<br>$\pm 0,2985$ | 1,52<br>$\pm 0,14$  | $2,809 \cdot 10^{-16}$ |
| 20           | $1,682 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 1,033 \cdot 10^{10}$ | 5,734<br>$\pm 0,028$ | 8,2402<br>$\pm 1,9086$ | 0,70<br>$\pm 0,16$  | $1,746 \cdot 10^{-16}$ |
| 50           | $8,024 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 2,142 \cdot 10^8$    | 6,840<br>$\pm 0,041$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $3,866 \cdot 10^{-16}$ |
| Kopplung 2   |  |                      |                        |                     |                        |
| 1            | $2,583 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 3,340 \cdot 10^8$    | 1,562<br>$\pm 0,004$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $3,678 \cdot 10^{-15}$ |
| 2            | $1,960 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 2,050 \cdot 10^8$    | 1,549<br>$\pm 0,003$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $5,781 \cdot 10^{-15}$ |
| 5            | $1,298 \cdot 10^{11}$<br>$\pm 3,339 \cdot 10^8$    | 1,603<br>$\pm 0,006$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $9,952 \cdot 10^{-15}$ |
| 10           | $9,546 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 4,025 \cdot 10^8$    | 1,686<br>$\pm 0,011$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $1,287 \cdot 10^{-14}$ |
| 20           | $7,352 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 4,444 \cdot 10^8$    | 1,799<br>$\pm 0,018$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $1,332 \cdot 10^{-14}$ |
| 50           | $5,859 \cdot 10^{10}$<br>$\pm 5,919 \cdot 10^8$    | 1,993<br>$\pm 0,038$ | $\rightarrow \infty$   | $\rightarrow 0$     | $1,582 \cdot 10^{-14}$ |

Tab. A2-7b: Die Fitparameter der Untersuchung des Entlastungssegmentes nach dem Modell 1 für PMMA

| dF/dt (mN/s) | m                  | b (Pa s <sup>m</sup> )                            | E (GPa)           | $\chi^2$                |
|--------------|--------------------|---|-------------------|-------------------------|
| Kopplung 1   |                    |   |                   |                         |
| 1            | 0,0011<br>±0,2007  | 1,827 10 <sup>10</sup><br>±4,092 10 <sup>10</sup> | 140,55<br>± 1,27  | 3,578 10 <sup>-16</sup> |
| 2            | 0,0011<br>±0,1594  | 1,787 10 <sup>10</sup><br>±3,173 10 <sup>10</sup> | 144,28<br>± 1,49  | 1,517 10 <sup>-15</sup> |
| 5            | 0,0011<br>±0,4377  | 1,782 10 <sup>10</sup><br>±8,680 10 <sup>10</sup> | 149,48<br>± 2,46  | 1,428 10 <sup>-15</sup> |
| 10           | 0,0011<br>±1,0555  | 1,779 10 <sup>10</sup><br>±2,089 10 <sup>11</sup> | 147,21<br>± 3,92  | 1,917 10 <sup>-15</sup> |
| 20           | 0,0011<br>±2,1677  | 1,783 10 <sup>10</sup><br>±4,300 10 <sup>11</sup> | 146,48<br>± 5,64  | 8,364 10 <sup>-13</sup> |
| 50           | 0,0011<br>±24,4143 | 2,179 10 <sup>10</sup><br>±5,917 10 <sup>12</sup> | 128,94<br>± 3,52  | 4,541 10 <sup>-16</sup> |
| Kopplung 2   |                    |   |                   |                         |
| 1            | 0,2410<br>±0,0102  | 7,812 10 <sup>10</sup><br>±5,889 10 <sup>9</sup>  | 51,073<br>± 0,109 | 2,084 10 <sup>-17</sup> |
| 2            | 0,3046<br>±0,0068  | 1,133 10 <sup>11</sup><br>±5,172 10 <sup>9</sup>  | 50,954<br>± 0,062 | 1,728 10 <sup>-17</sup> |
| 5            | 0,5327<br>±0,0180  | 3,848 10 <sup>11</sup><br>±3,874 10 <sup>10</sup> | 49,780<br>± 0,131 | 1,404 10 <sup>-17</sup> |
| 10           | 1,0978<br>±0,0545  | 5,184 10 <sup>12</sup><br>±1,255 10 <sup>12</sup> | 47,402<br>± 0,303 | 8,760 10 <sup>-18</sup> |
| 20           | 2,2183<br>±0,3875  | 3,314 10 <sup>14</sup><br>±4,528 10 <sup>14</sup> | 45,205<br>± 1,147 | 9,411 10 <sup>-18</sup> |
| 50           | 2,5418<br>±0,5146  | 9,191 10 <sup>14</sup><br>±1,609 10 <sup>15</sup> | 48,591<br>± 0,635 | 9,953 10 <sup>-18</sup> |

Tab. A2-8a: Die Fitparameter der Untersuchung des Entlastungssegmentes nach dem Modell 2 für BK7

| dF/dt (mN/s) | m                 | b (Pa s <sup>m</sup> )                            | E (GPa)          | $\chi^2$                |
|--------------|-------------------|---|------------------|-------------------------|
| Kopplung 1   |                   |   |                  |                         |
| 1            | 0,4157<br>±0,0066 | 4,144 10 <sup>9</sup><br>±1,965 10 <sup>8</sup>   | 9,206<br>± 0,128 | 2,118 10 <sup>-15</sup> |
| 2            | 0,4548<br>±0,0038 | 6,460 10 <sup>9</sup><br>±1,576 10 <sup>8</sup>   | 6,340<br>± 0,029 | 9,383 10 <sup>-16</sup> |
| 5            | 0,5997<br>±0,0071 | 1,601 10 <sup>10</sup><br>±6,348 10 <sup>8</sup>  | 5,104<br>± 0,024 | 4,031 10 <sup>-16</sup> |
| 10           | 0,8551<br>±0,0143 | 5,349 10 <sup>10</sup><br>±3,734 10 <sup>9</sup>  | 4,844<br>± 0,032 | 2,644 10 <sup>-16</sup> |
| 20           | 1,1194<br>±0,0254 | 1,495 10 <sup>11</sup><br>±1,669 10 <sup>10</sup> | 5,219<br>± 0,040 | 1,198 10 <sup>-16</sup> |
| 50           | 2,4661<br>±0,1221 | 1,999 10 <sup>13</sup><br>±8,447 10 <sup>12</sup> | 5,450<br>± 0,101 | 1,290 10 <sup>-16</sup> |
| Kopplung 2   |                   |   |                  |                         |
| 1            | 1,2373<br>±0,0196 | 4,460 10 <sup>11</sup><br>±4,468 10 <sup>10</sup> | 0,959<br>± 0,013 | 2,408 10 <sup>-15</sup> |
| 2            | 1,2822<br>±0,0364 | 4,177 10 <sup>11</sup><br>±7,092 10 <sup>10</sup> | 1,119<br>± 0,020 | 5,687 10 <sup>-15</sup> |
| 5            | 1,4666<br>±0,2138 | 6,494 10 <sup>11</sup><br>±5,742 10 <sup>11</sup> | 1,284<br>± 0,080 | 1,156 10 <sup>-14</sup> |
| 10           | 1,7140<br>±0,7529 | 1,354 10 <sup>12</sup><br>±3,912 10 <sup>12</sup> | 1,404<br>± 0,202 | 1,488 10 <sup>-14</sup> |
| 20           | 2,0002<br>±2,2323 | 3,218 10 <sup>12</sup><br>±2,625 10 <sup>13</sup> | 1,549<br>± 0,415 | 1,498 10 <sup>-14</sup> |
| 50           | 2,5075<br>±5,1278 | 1,605 10 <sup>13</sup><br>±2,807 10 <sup>14</sup> | 1,782<br>± 0,510 | 1,701 10 <sup>-1</sup>  |

Tab. A2-8b: Die Fitparameter der Untersuchung des Entlastungssegmentes nach dem Modell 2 für PMMA

| Materialparameter  | BK7                  |         | PMMA                                 |         |
|--|----------------------|---------|--------------------------------------|---------|
|  | Wert                 | Quelle  | Wert                                 | Quelle  |
| Elastizitätsmodul<br>E in GPa  | 82                   | [A.1]   | 3,36                                 | [A.2]   |
| Poissonzahl  | 0,206                | [A.1]   | 0,3                                  | [A.2]   |
| Vickershärte bei 2N mit optischer<br>Diagonalenvermessung<br>HV in GPa | 6,33<br>± 0,64       | Messung | 0,211<br>± 0,003                     | Messung |
| Transformationstemperatur<br>T <sub>g</sub> in °C                      | 557                  | [A.1]   | 105                                  | [A.3]   |
| Dichte<br>ρ in g/cm <sup>3</sup>                                       | 2,51                 | [A.1]   | 1,18                                 | [A.4]   |
| Spezifische Wärmekapazität<br>c <sub>p</sub> in J/(kg K)               | 858                  | [A.1]   | 1465                                 | [A.4]   |
| Wärmeleitfähigkeit<br>λ in W/(m K)                                     | 1,114                | [A.1]   | 0,174                                | [A.4]   |
| VFT-Parameter  | A                    | -3,188  | ermittlet mit<br>Werten aus<br>[A.5] |         |
|  | B                    | 4609,3  |                                      |         |
|  | T <sub>0</sub> in °C | 241,2   |                                      |         |

Tab. A2-9: Einige Materialparameter der untersuchten Materialien BK7 und PMMA

## **Danksagung**

An dieser Stelle möchte ich besonders Herrn Prof. Dr.rer.nat.habil. P. Grau ganz herzlich danken, der es mir ermöglichte, dieses Thema zu bearbeiten. Mit zahlreichen Diskussionen und Anregungen hat er den Fortgang dieser Arbeit begleitet, unterstützt und auch vorangetrieben.

Mein besonderer Dank gilt auch Herrn Prof. Dr.rer.nat.habil. Dr.-Ing. G. Berg, der durch die Durchsicht des Manuskriptes diese Arbeit unterstützte.

Mein Dank gilt auch Herrn Dr.rer.nat. M. Petzold vom Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik Freiburg, Außenstelle Halle, der die AFM-Untersuchungen ermöglichte.

Allen Mitarbeitern der AG Festkörpermechanik möchte ich für ihre Unterstützung danken.

Ganz herzlich bedanke ich mich auch bei meiner Frau, ohne deren Anteilnahme diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

## **Lebenslauf**

Am 10.08.1963 wurde ich als zweites Kind des Apothekers Dr.rer.nat. Joachim Meinhard und der Apothekerin Brigitta Meinhard in Weißenfels geboren. Von 1970 bis 1978 besuchte ich eine Weißenfelser Oberschule und wechselt 1978 an die EOS, welche ich 1982 mit dem Abitur abschloß.

Nach dem Militärdienst absolvierte ich an der Martin-Luther-Universität Halle Wittenberg ein Lehrerstudium für die Fächer Mathematik und Physik, welches ich mit einer Diplomarbeit auf dem Gebiet der Experimentalphysik 1990 abschloß. Von 1990 bis 1993 war ich als Lehrer an verschiedenen Schulen der Stadt Halle in den Klassenstufen 4-12 für die Fächer Mathematik, Physik und Informatik tätig.

Ab 1993 wurde ich am FB Physik der Martin-Luther-Universität mit der Bearbeitung verschiedener Forschungsprojekte betraut. Seit 1996 bin ich wissenschaftlicher Mitarbeiter des FB Physik in der Fachgruppe Glasphysik und Festkörpermechanik.

## **Erklärung**

Hiermit erkläre ich an Eides statt, daß ich andere als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Halle (Saale), im Juli 1998