

Systematische Fehler bei Mikrohärtemessungen

Dr. Josef Gahm

Es werden die verschiedenen Härte-Definitionen miteinander verglichen und es wird darauf verwiesen, daß die "Härte-Kennzahl" der "Comission on ore microscopy" eine gewisse Eigenständigkeit hat, so daß diese Zahl speziell bezeichnet werden muß.

Bei der Diskussion der systematischen Fehler ergeben sich gewisse Forderungen an die Wellenlänge, Objektiv- und Beleuchtungsapertur, das Lastgebssystem und die Definition der Diagonale. Der Einfluß der Belastungsgeschwindigkeit, Verweilzeit, Erschütterungen, Schliffjustierung, des Anisotropieverhaltens und von optischen Einstellkriterien wird untersucht. Zur Erreichung reproduzierbarer Relativwerte sollten diese Größen ebenfalls gewissen erarbeiteten Vorschriften genügen.

1. Definition der Härte.

Für die Härte wurden u.a. in zeitlicher Reihenfolge etwa nachfolgende Definitionen gegeben:

11. Hertz Härte ist der Widerstand eines Materials gegen bruchlose Verformung.

12. Meyer: "Statische Härtezahl" = Last pro Kontaktflächeneinheit.

$$H_M = P/A \text{ [kg/mm}^2 \text{]}$$

Die Definition 11) wird zusätzlich vorausgesetzt.

13. Eine genauere Analyse der Härte kann nur unter Einbeziehung des zeitlichen Ablaufes des Verformungsvorganges durchgeführt werden, so daß etwa Wigge in Anlehnung an die Meyer'sche Formulierung definiert:

$$\text{"Dynamische Härtezahl"} H(t) = P(t) / A(t)$$

Die Deformation muß dabei additiv in einen elastischen und inelastischen Anteil aufgespalten werden. Allgemein müssen die Deformationsanteile nach ihrem zeitlichen Verhalten gegliedert werden:

elastisch — zeitunabhängig (reinelastisch)
zeitabhängig (anelastisch, viskoelastisch)

inelastisch — zeitunabhängig (plastisch)
zeitabhängig (Kriechen, Viskosität).

14. Definition der "Comission on ore Microscopy"

Die Mikrohärteeindrücke sollen bei einer Belastung von 100 Pond und einer Verweilzeit von 15 Sekunden erzeugt werden.

Bei der Bestimmung der Mikrohärtigkeit wird allgemein die Definition nach Meyer der Messung zugrunde gelegt; hierbei werden mehr oder weniger die zeitabhängigen Vorgänge vernachlässigt.

Die Definition der "Comission on ore Microscopy" berücksichtigt zusätzlich nicht die wesentliche Forderung von Hertz, bei der eine bruchlose Verformung vorausgesetzt wird. Da ein Großteil der Minerale zu den spröden Materialien gezählt werden muß, werden bei der Last von 100 Pond Spalteffekte und Brucherscheinungen ausgelöst. Die gemessenen "Härtewerte" sind begrifflich und im Ergebnis deutlich verschieden zu den üblichen Mikrohärtewerten. Es muß damit klar herausgestellt werden, daß die Meßwerte der "Comission on ore microscopy" nicht an die übliche Härte-Definition anschließen und u.U. mit diesen Werten nicht vergleichbar sind. Aus sachlichen Gründen muß deshalb unbedingt gefordert werden, daß diese "Härtewerte" eindeutig gegenüber den üblicherweise gemessenen Härtegrößen durch eine spezielle Kennzeichnung unterschieden werden.

2. Fehler und deren Definition:

Es sollen hier nur die wichtigsten systematischen Fehler analysiert werden. Bei guten Kontrastierungsverhältnissen können im Mikroskop Einstellgenauigkeiten mit Standardabweichungen von ca. ± 1 bis $2/10 \mu\text{m}$ erreicht werden. Die absolute Meßgenauigkeit dürfte, wegen der vorgegebenen systematischen Fehler, nur selten diese Genauigkeit approximieren.

21. Personenbedingte Fehler

211. Auge – Augenfehler: Damit die hier anstehenden Fehlereinflüsse gemindert werden, sollte im Bereich des Maximums der Empfindlichkeit des Auges, d.h. mit der Wellenlänge $\lambda = 546 \text{ nm}$ gemessen werden.

212. Adaption: Im Mikroskop wird das Objekt in die Brennebene des Okulars abgebildet. Bei richtiger Einstellung kann das Zwischenbild deshalb mit adaptionsfreiem Auge beobachtet werden. Nach Möglichkeit sollten die Objekte bei guter Kontrastierung und starker Übervergrößerung betrachtet werden. Wenn möglich sollten nur Diagonalen größer $6 \mu\text{m}$ vermessen werden.

213. Wulst-Bildung beim Härteeindruck:

Durch die plastische Deformation wird die verdrängte Materie im Bereich des Härteeindrucks im "Wulst" gespeichert. Ohne optische Einstellkriterien kann die Eindrucksdiagonale nur mit einer relativ großen Streubreite eingemessen werden. Für die Kontrastierung und als Einstellkriterium bietet sich das Differentialinterferenz-Verfahren an. Mit den Differentialinterferenzen können bei optimalen Aperturen Kontraste ± 1 erzeugt werden. Zusätzlich kann entsprechend der differentiellen Änderung des Höhenprofils nach der Ortskoordinate $\delta h/\delta x$ ein wirksames Einstellkriterium für den Härteeindruck gewonnen werden. Es kann damit eine hohe optische Auflösung mit einer guten, reproduzierbaren Einstellgenauigkeit koordiniert werden.

22. Gerätebedingte Fehler:

221. Diamant: Die Schleif- und Justierfehler müssen bei der Fertigung und Justierung des Diamanten den Toleranzen entsprechen.

222. Lastsystem: Da der Lastfehler direkt proportional dem Härtefehler ist, sollte das Lastaufbringen etwa mit einer Genauigkeit von 1/2 bis 1 % vom Lastbereich erfolgen. Dadurch sind etwa folgende Zuordnungen gegeben:

Lastbereich	5 kp	Fehler:	± 25	pond
	500 pond		± 2,5	pond
	50 pc.nd		± 0,25	pond
	5 pond		± 0,025	pond

Aus diesen Daten leitet sich u.a. die Forderung nach einem speziellen Gerät für den Mikrohärtebereich ab und wird ein Gerät mit untergliederten, umschaltbaren Meßbereichen gerechtfertigt.

223. Beschleunigungskräfte: Die Beschleunigung des Lastgebessystems muß klein gehalten werden, damit Trägheitskräfte nur untergeordnet wirksam werden. Durch weitgehende Variation der Belastungsgeschwindigkeiten bei konstant gehaltener Last, kann dieser Einfluß kontrolliert werden. Bei den vorgegebenen kleinen Belastungsgeschwindigkeiten und trägen Massen bei Mikrohärteprüfern kann dieser Einfluß gewöhnlich vernachlässigt werden. Nach der Theorie und Praxis ist die plastische Verformung bei Kristallen weitgehend unabhängig von dem zeitlichen Ablauf der Verformung.
224. Erschütterungen: Jeder Lastgeber ist beim Aufbringen der Lasten auf das Objekt labil gelagert. Mit steigender Empfindlichkeit muß zudem der Lastgeber mehr und mehr entkoppelt werden. Es müssen deshalb bei einem Mikrohärteprüfer all die Regeln der Schwingungsentkopplung angewendet werden, die bei Präzisionswaagen selbstverständlich sind. Auf einfache Weise kann der gesamte Mikrohärteprüfer über spezielle Gummipuffer gewisser Gestalt und Shorehärte weitgehend vor Erschütterungen geschützt werden.
225. Verweilzeit: Sobald der Härteeindruck wesentlich durch die zeitabhängige Verformung mitgestaltet wird, muß unbedingt eine konstante Verweilzeit eingeplant werden, damit reproduzierbare Werte eingemessen werden. Diese Forderung erhebt zusätzlich bei Geräten, die nicht genügend gegen Erschütterungen geschützt sind.
226. Definition der Diagonale: Wegen der Massenanisotropie der Kristalle variiert die Form des Härteeindrucks mit der Flächensymmetrie der zu vermessenden Kristallofläche. Die Symmetrie des Eindrucks wird geformt durch das Zusammenwirken von Diamant- und Flächensymmetrie. Gewöhnlich wird die vierzählige Symmetrie der Diamantpyramide durch den Verformungsvorgang auf eine vollkommene Asymmetrie erniedrigt. Dabei unterscheiden sich die beiden Diagonalen systematisch in der Länge. Es muß deshalb festgelegt werden, was unter dem Begriff "Diagonale" zu verstehen ist. Es ist nicht gleichgültig, ob nur eine Diagonale eingemessen wird, ob beide Diagonalen hintereinander vermessen werden und anschließend das arithmetische Mittel errechnet wird, oder ob beide Diagonalen während des Meßvorganges direkt optisch gemittelt werden.
227. Schliffforientierung: Damit nur die der Flächennormalen zugeordneten Verformungen ausgelöst werden, muß eine einfache und wirksame Kontrolle der Schlifffjustierung vorge-

geben sein. Auf diese Weise kann das der Fläche und dem Azimuth zugeordnete Anisotropieverhalten eindeutig gegenüber Fehlmessungen differenziert werden. Eine diesbezügliche Justierung kann bequem im telezentrischen Strahlengang, d.h. in Autokollimation, des Mikroskopes durchgeführt werden.

228. Eichung der Messanordnung. Das gesamte optische System muß über ein Mikrometer geeicht und eventuell über einen ausziehbaren Tubus abgeglichen werden.
229. Optische Gesetzmäßigkeiten. Das Auflösungsvermögen eines optischen Systems wird durch die Wellenlänge, Objektiv- und Beleuchtungsapertur festgelegt. Damit vergleichbare Meßergebnisse erreicht werden, müssen diese Größen konstant gehalten werden. Da man möglichst genau messen und häufig kleine Teilchen erfassen will, muß eine möglichst hohe Objektivapertur eingeplant werden. Immersionssysteme sind schwer zu handhaben und können u.U. den Verformungsvorgang beeinflussen, so daß eine hohe Trockenapertur gefordert werden muß.

Äquivalente Bedingungen entstehen dadurch, daß an der Negativform der "Bipyramidenflächen" des Eindrucks das Licht schräg zur Mikroskopachse reflektiert wird und damit die Wände des Eindrucks unter einer "Seitlichen Hellfeldbeleuchtung" betrachtet werden. Je nach der vorgegebenen Objektiv- und Beleuchtungsapertur variiert die Kontrastschwelle an der Eindrucksberandung, so daß u.U. auf Grund der Kontrasteffekte verschieden große Diagonalen eingemessen werden.

Auf diese Apertureinflüsse sprechen besonders die spitzwinklig auslaufenden Knoopindrücke an. Je nach der vorgegebenen Konkav- oder Konvexform der Vickersecke schwankt auch die Länge der Vickersdiagonale entscheidend mit den Aperturwerten.

Bei konstant vorgegebener Wellenlänge und einer zugeordneten konstanten Beleuchtungsapertur können bei verschiedenen Objektivaperturen die Diagonalenlängen etwa zwischen 1/2 und einigen Mikrometern schwanken. Die gleichen Größenordnungen der Längendifferenzen werden bei konstanter Objektiv- und Beleuchtungsapertur, aber variabler Wellenlänge bzw. bei konstanter Objektivapertur und Wellenlänge, aber variabler Beleuchtungsapertur erhalten.

Bei eindeutig vorgegebenen gleichen optischen Arbeitsbedingungen kann eine Strecke von verschiedenen Beobachtern etwa mit einer Differenz von 1 bis 2/10 μm angesprochen werden.

23. Objektbedingte Fehler:

231. Anisotropieverhalten: Das Anisotropieverhalten der Mikrohärtigkeit wird gewöhnlich bei den Betrachtungen vernachlässigt. Vergleicht man die Meßwerte der verschiedensten Autoren, die unter Wiederholbedingungen gewonnen wurden, so kann man gewöhnlich neben einigen Ausreißern, eine Streubreite der Meßwerte von 5 bis 40 % beobachten. Abweichungen von 10 % sind normal und solche von 20 % häufig anzutreffen. Bei Mischkristallen ist diese Streubreite erwartungsgemäß häufig wesentlich aufgeweitet. Eine genaue Analyse des Anisotropieverhaltens an Einkristallen an wohldefinierten Flächen bestätigt diese Ergebnisse und liefert bei extremen Fällen Schwankungsbreiten bis zu 200 %.

232. Oberflächenschichten: Die Härten von Bearbeitungsschichten können die Härtewerte der Unterlage mehr oder weniger verfälschen. Bei der hier vorgegebenen relativ hohen Last und den üblicherweise anstehenden spröden Materialien kann die Verfälschung durch die Bearbeitungsschicht meistens vernachlässigt werden.
233. Kristalldimensionen: Die Einflußsphäre des jeweiligen Eindruckes kann bis zu zehn Diagonalenlängen überstreichen. Aus diesem Grunde sollte man für die Messung möglichst große Kristalle auswählen, die gewährleisten, daß der Verformungsvorgang ungestört abläuft.

3. Folgerungen:

Aus diesen Erörterungen und Meßergebnissen sollten etwa nachfolgende Konsequenzen von der "Comission on ore microscopy" gezogen werden:

31. Die Härtezahl muß eindeutig durch einen speziellen Namen - bzw. durch spezielle Buchstaben bezeichnet werden, damit keine Verwechslung mit den üblichen "Härtewerten" auftreten kann.
32. Die gerätebedingten Fehler können vom Hersteller weitgehend beherrscht werden. Damit das Aufbringen der Last von 100 pond mit der erforderlichen Genauigkeit erfolgen kann, müssen die Meßwerte über Mikrohärteprüfer gewonnen werden, d.h. Geräte, die etwa den Bereich $0 < P < 200$ pond erfassen.
33. Die Einmessung von Absolutwerten der Härte ist praktisch unmöglich. Damit vergleichbare Relativwerte registriert werden, müssen die Objektiv- und Beleuchtungsapertur sowie die Wellenlänge vorgeschrieben werden. Sinnvolle Werte sind: Objektivapertur 0,9; Beleuchtungsapertur 0,4; Wellenlänge $\lambda = 546$ nm.
34. Es muß eindeutig festgelegt werden, was unter dem Begriff "Diagonale" zu verstehen ist. Besonders geeignet wäre die direkte optische Mittelung beider Diagonalen.
35. Obwohl die Anisotropiewerte der Mikrohärte relativ hoch liegen, wird man diese Größen nicht systematisch erfassen können. Man muß diese Streubereiche als systematische Fehler hinnehmen und kann sie als Grenzwerte für die Meßgenauigkeit ansetzen.