Mikrohärte-Prüfung und Praxis

Von H. Tertsch, Wien

(Grundsätzliches zur "Kristallhärte" und "Gefügefestigkeit". Einfache Arbeitsregeln für die Prüfung der Mikrohärte bei "isotropem" und "anisotropem" Material.)

(Fundamental distinction between crystal hardness and structural strength. Simple rules for the investigation of the micro hardness of isotrope and anisotrope materials.)

(Les principes de la dureté des cristaux et la densité de la structure. Des règles pour effectuer des examens de la microdureté des matériaux isotropes et anisotropes.)

In steigendem Maße werden bei technischen Fragen Prüfungen der Werkstoffe im Hinblick auf ihre Mikrohärte vorgenommen. Wie schon lange bekannt, hat sich die Hoffnung, mit Hilfe verschiedener Eindrucksverfahren eine einfache, für den untersuchten Stoff kennzeichnende, eindeutige Zahlengröße zu erhalten, nicht verwirklicht. Im Gegensatz dazu haben sowohl die Erfahrungen aus der technischen Praxis, wie auch aus kristallphysikalischen Untersuchungen (1) nur immer deutlicher werden lassen, daß die Härte ein durchaus komplexes Phänomen darstellt, dessen Lösung bisher kaum für die allereinfachsten Fälle gelang.

Zwei Fragenbereiche sind es vor allem, die einander vielfach durchkreuzen, stören, ja eine wirkliche Beantwortung fast unmöglich machen, so lange man nicht auf ihre reinliche Scheidung bedacht ist: 1. die scharfe Trennung von Kristalihärte und Gefügenhärte, die man wohl richtiger als "Gefügefestigkeit" bezeichnet, und 2. Erkennung und Auswertung einer allfälligen Anisotropie der Kristallhärte. Wie auch neuere Untersuchungen erkennen lassen, herrscht gerade über diese Grundfragen noch immer nicht jene Klarheit, die nun einmal die unerläßliche Vorbedingung für richtunggebende Feststellungen sein muß.

Man mag welche Methode der Mikrohärte-Prüfung auch immer anwenden, stets besteht die grundlegende Tatsache, daß "Kristallhärte" und "Gefügefestigkeit" nicht in der gleichen Weise und mit den gleichen Folgerungen untersucht werden können. Bei der Kristallhärte handelt es sich um den Widerstand, den ein Einzelindividuum, ein Einkristall, dem Eindringen des Prüfkörpers entgegensetzt. Bei der "Gefügefestigkeit" liegt dagegen die Frage vor, wie stark oder schwach die Bindungen sind, die benachbarte Kristalle aneinander ketten. Die "Kristallhärte" wird durch das Begriffspaar: "hart — weich" umschlossen, die "Gefügefestigkeit" dagegen durch die Begriffe: "locker — fest". Es ist klar, daß eine genaue Untersuchung dieser beiden Wertereihen nicht mit dem gleichen Gerät erfolgen kann. Bei der Gefügefestigkeit handelt es sich um die Bestimmung der Kraft, die notwendig ist, die einzelnen Gefügebestandteile, die Körner, voneinander loszureißen, also um eine Art "Zerreißfestigkeit", die mit der Kristallhärte nichts zu tun hat.

Das gilt in aller Schärfe auch für den in der Technik häufigen Fall, daß ein Werkstoff vorliegt, dessen Einzelkörner stofflich durchaus gleich sind, wie etwa bei Kupfer, Eisen, Zinn usw. oder bei Kalk- oder

Magnesitmarmor, Quarzit, Serpentin und andere Materialien. Man darf nicht vergessen, daß die Kristallhärte durch den Feinbau des Einzelkristalles bedingt ist. bei der Gefügefestigkeit handelt es sich aber nicht um den Bau des Einzelkristalles, sondern um die Frage, wie und mit welchen Kräften zwei einander benachbarte Körner, die, auch wenn es sich um den gleichen Stoff handelt, feinbaulich sicher verschieden orientiert sind, aneinander haften. Ganz primitiv gesprochen liegt hier der Unterschied von "Kohäsion" (im Einzelkristall) und "Adhäsion" (bei Kristallgesellschaften) vor. Das heißt aber, daß die mit einem Eindrucksgerät gewonnenen Maßzahlen ganz verschiedene Bedeutung haben, je nachdem es sich um Kristallhärte oder Gefügefestigkeit handelt. Das Meyer'sche Potenzgesetz hat zwar für die Kristallhärte grundlegende Bedeutung, entbehrt aber für die Gefügefestigkeit jeden Sinnes. Es muß also immer wieder gefordert werden, so weit als möglich jede Vermengung der Begriffe Kristallhärte und Gefügefestigkeit strengstens zu vermeiden und vor allem die bestehenden Methoden der Mikrohärte-Prüfung allein auf diese Frage anzuwenden und nicht mit der gleichen Methode die gänzlich anders geartete Gefügefestigkeit prüfen zu wollen.

Daß gleichwohl eine solche Verwirrung in der Handhabung beider Begriffe besteht, hat seinen Grund darin, daß in der überwiegenden Zahl der Fälle die Technik es mit vielkörnigen Werkstoffen zu tun hat und dadurch die scharfe Trennung beider Begriffsreihen praktisch überaus erschwert, wenn nicht geradezu unmöglich wird. Trotzdem muß daran festgehalten werden, daß Gefügefestigkeit und Kristallhärte begrifflich unvereinbar sind. In der Tat sind alle zur Bestimmung der Eindringungshärte verwendeten Prüfkörper (Kegel, Pyramide), ja auch der in der letzten Zeit vorgeschlagene Diamantdoppelkegel (2) ungeeignet dazu, an der Grenze zweier Körner keilartig zwischen diese eingetrieben zu werden. Daß dies bei den Kegel- und Pyramiden-Prüfkörpern infolge der Stumpfheit des Spitzenwinkels schon mechanisch unmöglich ist, bedarf keiner weiteren Begründung. Aber auch die scharfe Schneide des Diamantdoppelkegels könnte an der Korngrenze nur dann als Keil eingetrieben werden, wenn ganz zufällig die Körnergrenze gerade gestreckt und genau in der Richtung der Äquatorebene des Doppelkegels läge, eine Forderung, die kaum jemals erfüllt wäre.

Die scharfe Unterscheidung der Kristallhärte von der Gefügefestigkeit ist eine notwendige Forderung

für alle Werkstoffe, die einen körnigen, d. h. kristallinen Aufbau besitzen. Nur bei Kristallen kann der für die Praxis recht unangenehme Fall eintreten, daß die Härte je nach der geprüften Richtung im Korn verschiedene Werte besitzt (Härte-Anisotropie). In Betreff der Gefügefestigkeit ist diese Frage gegenstandslos. Handelt es sich aber um amorphe Körper (Gläser, Harze, verschiedene Kunststoffe usw.), dann ist eine solche Unterscheidung überhaupt sinnlos. Hier dreht es sich nicht mehr um einzelne Körner und die Art, wie sie miteinander verbunden sind, sondern hier liegt eine "kontinuierliche", richtungslose Masse vor, eine "unterkühlte Flüssigkeit", für die tatsächlich irgendein Eindringungs-Härtegerät eindeutige Maßzahlen zu ermitteln gestattet. In allen Fällen von "Isotropie" im kristallphysikalischen Sinne stellt jede Methode der Härteprüfung durch Einpressen eines Prüfkörpers ein völlig eindeutiges Ermittlungsverfahren dar. Und da die angewendeten Prüfgeräte auch bei kleinen Prüflasten und Anwendung starker mikroskopischer Vergrößerungen im Falle vermeßbarer Eindrücke mindestens mit der Größenordnung von Mikron rechnen müssen1, werden auch alle feinstkristallinen, dichten Werkstoffe sich praktisch "isotrop" verhalten, also eine einfache Messungsgröße liefern, die dem Meyer-Gesetz gehorcht, daraus ergibt sich für die Praxis:

"Alle amorphen (isotropen) oder sehr feinkristallinen (pseudoisotropen) Werkstoffe ergeben bei Prüfung der Eindringungshärte eine eindeutige, dem Meyer-Gesetz unterworfene Zahlengröße. In diesen Fällen ist die Unterscheidung von Kristallhärte und Gefügefestigkeit unmöglich. Ist aber die Kristallinität des Werkstoffes deutlich, d. h. läßt sich innerhalb eines Kristallkornes der vollständige Eindruck des Prüfkörpers erzielen, dann besteht kein pseudoisotropes Verhalten und damit schaltet sich von selbst eine Prüfung der Gefügefestigkeit mit dem Härtegerät aus".

Gilt es nun, an deutlich kristallinem Material die "Kristallhärte" zu bestimmen, dann ist die erste und wichtigste Frage die, ob eine erkennbare Anisotropie, eine Formbeeinflussung der Eindrücke zu beobachten ist, oder nicht. Wie auch sonst vielfach bei kristallphysikalischen Fragen nehmen Kristallkörner kubischer Symmetrie insofern eine Sonderstellung ein, als sich kubische Kristalle isotrop verhalten, d. h. an solchen Körnern keine Verzerrungen der Eindrücke deutlich werden. Bei nicht-kubischen Kristallen erhält man dagegen je nach der Orientierung des Kristallkornes gegen die Schliffläche mehr oder weniger deutliche Verzerrungen der Vickers-Eindrücke, die, wenn auch mit geringerer Sicherheit, sich auch in einer Verzerrung der Kreisform bei einem Kegeleindruck verraten.

Nach den Angaben Grodzinskis in dieser Zeitschrift (2) sollen sich auch an den nadelartigen Eindrücken mit dem Diamantdoppelkegel solche Herabsetzungen der ursprünglichen Symmetrie der Ein-

drücke (unsymmetrische Eindrücke) zeigen. Es ist bedauerlich, daß der angegebenen Arbeit kein diesbezügliches Lichtbild beigegeben ist, aus dem man erschließen könnte, wie groß die Sicherheit oder Unsicherheit bei der Feststellung solcher Unsymmetrie ist. Rein theoretisch ist nämlich nicht zu ersehen, wie in der einzig vermeßbaren Längsrichtung des Eindruckes eine solche Unsymmetrie sichtbar werden könnte, wenn nicht der Punkt erkennbar ist, in dem die Druckrichtung senkrecht auf der Fläche steht, wie dieser z. B. durch die Spitze der Vickers-Pyramide gegeben ist. Aber selbst wenn die erwähnte Richtungsabhängigkeit der Eindrücke deutlich sichtbar würde, böte doch die Doppelkegelmethode immer nur die Möglichkeit, Unterschiede in Richtung und Gegenrichtung nach der Längserstreckung des Eindruckes zu erkennen, nicht aber gleichzeitig auch andere Richtungen hinsichtlich ihrer Mikrohärte zu vergleichen. Dazu kommt noch, daß es ein ganz besonderer Zufall wäre, wenn die Schneide des Doppelkegels gerade eine Richtung träfe, in der eine Anisotropie nach Richtung und Gegenrichtung besteht, wie etwa in der kurzen Diagonale der Spaltfläche des Kalkspates. In Grodzinskis Arbeit werden allerdings auch Messungen angeführt, die an der gleichen Stelle (gleiches Korn) aber mit veränderter Schneidenrichtung (um je 15°) ausgeführt wurden. Die Messungen zeigen eine schwache, aber immerhin erkennbare Verschiedenheit je nach der Richtung, woraus sich aber im gegebenen Falle keine zwingenden Schlüsse ziehen lassen, weil nicht erkennbar ist, ob in den gemessenen Richtungen vektorielle (einseitige) oder tensorelle (zweiseitige) Richtungsabhängigkeit vorliegt. Gerade hierin ist die Vickers-Methode weit im Vorteil, da sie auf den ersten Blick aus der Form der Verzerrung auf das Vorhandensein oder Fehlen besonderer Anisotropieerscheinungen schließen läßt. Bei der Doppelkegelmethode muß man erst durch systematische Verstellung der Schneidenrichtung das Feld sozusagen abtasten. Die Vickers-Methode läßt schon an einem Eindruck erkennen, ob Härte-Anisotropie vorliegt oder nicht.

Die Entscheidung dieser Frage scheint aber für die Praxis wesentlich und jene Methode verdient den Vorzug, die diese Entscheidung am einfachsten und raschesten ermöglicht. Das geschieht aber immer dann, wenn der Eindruck so beschaffen ist, daß er nicht (praktisch) linear, sondern flächig ausgebildet ist, also gleichzeitig die anisotrope Einflußnahme (Verzerrung) nach möglichst vielen Richtungen innerhalb der geprüften Fläche verrät. Für die Praxis bedeutet das, daß der Beobachter raschest darüber Klarheit erhält, ob Härteanisotropie vorliegt oder nicht, d. h. ob man sich mit einer einzigen Messungsreihe begnügen darf wie bei den isotropen Stoffen, oder auf allerlei Überraschungen je nach der geprüften Richtung gefaßt sein muß, wie bei den nicht-kubischen Kristallen. Natürlich muß man sich auch vergewissern, ob die allfällig beobachtete Verzerrung des Eindruckes rein zufällig (Baufehler) oder durch den Kristallfeinbau bedingt ist, d. h. man muß mit gleicher Belastung, gleicher Orientierung und im gleichen Korn die Prüfung wiederholen. Sind nicht zufällige Baufehler an der Verzerrung schuld, handelt

 $^{^1\,}Eindrucksgrößen,$ die unter 5 μ liegen, lassen eine genaue Vermessung kaum mehr zu. Am besten arbeitet man mit Eindrucken von 10 μ aufwärts.

es sich um eine echte Anisotropie, dann müssen die wiederholten Eindrücke innerhalb der Fehlergrenze in Form und Größe durchaus gleich sein.

Ist einmal durch die Verzerrung das Vorhandensein einer deutlichen Anisotropie erkannt, dann wird die Messung ziemlich schwierig und kann nicht immer zur Gänze durchgeführt werden. Zur wirklichen, zahlenmäßigen Bestimmung der Härte in verschiedenen Richtungen des Eindruckes ist es nämlich notwendig, am gleichen Korn nicht nur für eine Prüflast mindestens drei Eindrücke zu untersuchen, um sich über die Gleichheit der Verzerrung ein klares Bild zu verschaffen, sondern es müssen zwecks Ermittlung des für das Meyer-Potenzgesetz wichtigen Wertes n ("Steigung" der Meyer-Geraden) auch mindestens drei verschiedene Prüflasten angewendet werden, also im gleichen Korn 3×3 Eindrücke erzielbar sein. Daraus folgt aber, daß eine strenge Messung der Mikrohärte nur durchführbar ist, wenn sich innerhalb des Anschliffes eines einzigen Kornes diese 3×3 Eindrücke unterbringen lassen. Das besagt aber, daß die Körner verhältnismäßig groß sein müssen, also eine "grobkristalline" Masse vorliegt. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, dann muß man sich mit der Anwendung einer Prüflast begnügen, die es zum mindesten gestattet, das untersuchte Material mit einem anderen, das mit der gleichen Prüflast behandelt wurde, größenordnungsmäßig zu vergleichen. Für sehr viele Fragen der praktischen Technik wird dieser Vergleich durchaus genügen, so daß eine völlig streng durchgeführte Messung der Mikrohärte unterbleiben kann.

Eine recht bedeutende Schwierigkeit bieten "spröde" Kristalle bzw. Richtungen, die eine leichte Zerstörbarkeit des Kristallgitters ermöglichen, wie z. B. Spaltrichtungen. In solchen Fällen erhält man keine figurierten und daher gut vermeßbaren Eindrücke, sondern die Eindrucksformen zeigen sich mehr oder weniger ausgebrochen, oder es besteht nach dem Einpressen überhaupt nur ein regelloses Trümmerfeld. Das hängt wohl mit der Tatsache zusammen, daß bei einem Kegel- oder Pyramideneindruck die Beanspruchung gleichzeitig nach den verschiedensten Richtungen erfolgt. In solchen Fällen erweist sich der (praktisch) eindimensionale Eindruck des Diamantdoppelkegels als günstiger, wie dies aus den Darlegungen Grodzinskis hervorzugehen scheint. Umsomehr muß dann darauf geachtet werden, daß hier zur Erkennung einer allfälligen Härteanisotropie nacheinander unter systematischer Verdrehung der Schneide des Doppelkegels der Anschliff des untersuchten Kornes nach mehreren Richtungen abgesucht werden muß. Erst nach solchen, mehreren Reihen von Mikrohärtemessungen läßt sich bei dieser Methode eindeutig unterscheiden, ob eine für die technische Verwendbarkeit maßgebende Anisotropie der Kristallhärte vorliegt. Für die Untersuchungen der Mikrokristallhärte bei deutlich kristallinkörnigem Aufbau des Werkstoffes gelten dann folgende Regeln:

"Zuerst Entscheidung über die Frage, ob Anisotropie vorliegt oder nicht. Bei der gebräuchlichen Vickers-Methode ergibt sich das sofort aus dem Aussehen des erzielten Eindruckes. Sichtbare Verzerrungen deuten auf Anisotropie. Bei dem Diamantdoppelkegel sind mit verschiedenen Schneiderichtungen mehrere Messungsreihen für den gleichen Zweck erforderlich".

"Zur vollständigen Durchmessung des Anschliffes eines Kornes sind mindestens 3×3 Eindrücke mit verschiedenen (3) Prüflasten notwendig, d. h. der Werkstoff muß ziemlich grobkörnig sein. Lassen sich nicht neun Eindrücke in einem Korn unterbringen, also bei Kleinkörnigkeit, dann muß man sich begnügen, unter Verwendung einer bestimmten Prüflast das Härteverhalten des Stoffes mit jenem eines anderen, mit der gleichen Prüflast untersuchten Körpers zu vergleichen. Hier ist also nur eine relative Bestimmung möglich, ein Vergleich, ob härter oder weicher, was aber für viele technische Fragen ausreicht, wenn auch eine genaue Messung nicht möglich ist".

Hinsichtlich der zugrundeliegenden, theoretischen Fragen sei auf (1) hingewiesen, besonders auf die Zusammenfassung im "N. Jahrb. f. Min." und in "Mikroskopie".

Zusammenfassung

Es wird nachdrücklich auf die grundlegenden Unterschiede von Kristallhärte und Gefügefestigkeit hingewiesen, denenzufolge jede auf Eindringung eines Prüfkörpers eingestellte Methode zur Bestimmung der Gefügefestigkeit unbrauchbar ist. — Außerdem werden praktische Regeln für die Untersuchung der Mikrohärte an Kristallen gegeben.

Summary

The fundamental differences between crystal hardness and structural strength that render inapplicable all test methods based on the penetration of the diamond point into the materials under test are emphasized.

Method to determine structural strength. Rules to be applied in practice to investigations of the micro hardness of crystals are indicated.

Résumé

L'auteur insiste sur la différence fondamentale entre la dureté du cristal et la densité de la structure. Il en résulte que chaque méthode basant sur la pénétration d'un corps d'essai afin de déterminer la densité de la structure devient inutilisable. Des règles pratiques de l'examen de la microdureté des cristaux sont données.

Literaturverzeichnis.

- (1) Tertsch, H., Radex-Rundschau 1950, 194-201, 1951, 142-148, N. Jahrb, f. Min., Mh. 1951, 73-87, 1952, 136-144, Mikroskopie 7 (1952), 131-134.
- (2) Grodzinski, P., Radex-Rundschau 1953, 3-8, dort auch weitere Literaturangaben über den Diamantdoppelkegel.