



## Produktinformation

## ZHN-S

### Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung



ZHN-S Nanoindenter



Detailansicht mit Probenhalter und Messkopf

#### Anwendungsbereich

Das nano- und mikromechanische Prüfsystem ist ideal für die Messung von Eindringhärte und Eindringmodul nach DIN ISO 14577

(Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter für metallische Werkstoffe und Schichten) sowie vieler weiterer mechanischer Kenngrößen. Zur Auswahl stehen drei Messköpfe mit Maximalkräften von 0,2 N; 2 N oder 20 N, die durch den Nutzer einfach gewechselt werden können. Damit deckt das Gerät den Nano- bis Makrobereich ab. Die extrem robusten Messköpfe für diese Geräteklasse verhalten sich gutmütig auch bei Überlastung.

Mit allen Messköpfen lassen sich dynamische Messungen mit einer oszillierenden Spitze bei Frequenzen bis 300 Hz durchführen. Dies ermöglicht tiefenaufgelöste Messungen von Härte und E-Modul, Ermüdungstests oder die Messungen viskoelastischer Eigenschaften.

Mit kugelförmigen Spitzen können das Profil der Oberfläche oder existierende Eindrücke taktil abgescannt werden wie mit einem Profilometer und es lassen sich Rauheitswerte ermitteln.

Das Gerät kann mit den 2 N und 20 N Messköpfen Scratch- und Verschleißtests ausführen, aber im Unterschied zum größeren ZHN ohne Reibwertmessungen.

Eine umfangreiche, leicht bedienbare und flexible Software erlaubt automatische Auswertungen je nach gewähltem Messverfahren, die Erstellung von Reports und den Export der Daten in allen gängigen Formaten.

#### Vorteile und Merkmale

- Vordefinierte Applikationen in der Gerätesoftware *InspectorX* können durch einen Klick ausgewählt oder als gespeicherte Apps aufgerufen werden. Dies reduziert Bedienerfehler und erleichtert die Einarbeitung.
- Sinnvolle Voreinstellungen machen die Bedienung so einfach, dass es keiner Spezialisten bedarf. Dies reduziert die Prüfkosten.
- Der Prüfspitzenwechsel ist einfach und schnell ohne zusätzliche Schutzmaßnahmen oder Rekalibrierung möglich. Gespeicherte Kalibrierdaten der Indenter stehen auf Abruf zur Verfügung.
- Eine sehr hochauflösende Optik mit 20 Megapixel Farbkamera erlaubt 4-fach Zoom ohne Auflösungsverlust. Ein Wechsel von Objektiven ist nicht erforderlich.
- Intelligente Messung von Schichten durch automatische Fitfunktion und Bereichsauswahl der tiefenaufgelösten Härte- und E-Modul-Kurven.
- Die steife Rahmenkonstruktion mit dem Indenter in der Bewegungsachse des Höhenantriebs verhindert ein Kippmoment und führt zu sehr geringer Geräthenachgiebigkeit.
- Eine präzise Definition der Messpositionen im Kamerabild und eine leichte Verschiebung oder Rotation von Punktgruppen erlaubt eine schnelle Anpassung an die Probengeometrie mit einer Positioniergenauigkeit der Eindrücke von  $\approx 1 \mu\text{m}$ .
- Ein stabiler Aufstelltisch, eine Kabine zur thermischen und akustischen Isolation und eine aktive Schwingungsdämpfung (empfohlen) sind als Optionen verfügbar.



## Produktinformation

## ZHN-S

### Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung

#### Funktionsbeschreibung

Modularer Aufbau bestehend aus

- 2-säuligem Lastrahmen mit Zentralspindel-Antrieb, Präzisionsführung und Granitsockel
- Programmierbarer motorischer Kreuztisch (X, Y)
- 3-Achsen Schrittmotor-Steuerung als PCIe Einsteckkarte
- Steuerelektronik für Sensoren und Aktoren
- Austauschbare Messköpfe
- Steuer- und Auswertesoftware *InspectorX*
- Autofokusfunktion
- Dynamik-Modul für Schwingungen der Spitze bis 300 Hz (QCSM / CSM) optional
- Passive oder aktive Schwingungsdämpfung optional

Im Gegensatz zu den Geräten anderer Hersteller arbeiten die Messköpfe sowohl in Zug als auch in Druckrichtung mit dem gleichen Messbereich. Damit sind auch Mikro-Zugversuche möglich.

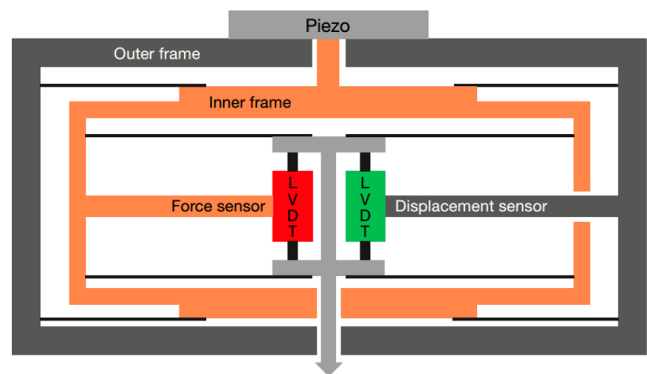
Das Gerät kann kraft- als auch weggesteuert im Mode „open loop“ (nur Maximalkraft/Weg werden geregelt) oder „closed loop“ (jeder einzelne Messpunkt wird geregelt) arbeiten. Die Belastung kann mit konstanter Dehnrates erfolgen. Die maximale Datenrate beträgt 4000 Messwerte pro Sekunde. Die interne Regelung (Feedback) arbeitet mit über 50 kHz.

Das Dynamik-Modul erzeugt sinusförmige Schwingungen der Messspitze. Damit sind kontinuierliche Steifigkeitsmessungen, Ermüdungsprüfungen und die Messung viskoser Materialeigenschaften möglich. Der robuste Messkopfaufbau erlaubt die Nutzung selbst gefertigter Prüfkörper beliebiger Form. Mit einer Schaftverlängerung können Messungen in Flüssigkeiten oder Vertiefungen durchgeführt werden.

Die Software erlaubt eine schnelle und flexible Programmierung des Messablaufs und der Messpositionen. Die Messpositionen können auch im Kamerabild durch Anklicken der gewünschten Stelle definiert werden. Zudem ist eine Vielzahl von einzigartigen Auswertungen in den Softwaremodulen verfügbar.

#### Patentierter Messkopf (2N und 20N)

- Durch Doppel-Blattfedersystem Beweglichkeit in normaler Richtung und sehr hohe Steifigkeit in lateraler Richtung
- Unabhängigkeit von Kräftezeugung und Kraftmessung. Kräfte, die nicht vom Messkopf erzeugt werden, lassen sich problemlos messen.
- Robuste Konstruktion
- Kein Anschlag der induktiven Sensoren bei Überlastung und damit keine Beschädigung



Prinzip der Normalkrafteinheit (Normal Force Unit - NFU)

#### Die Optik

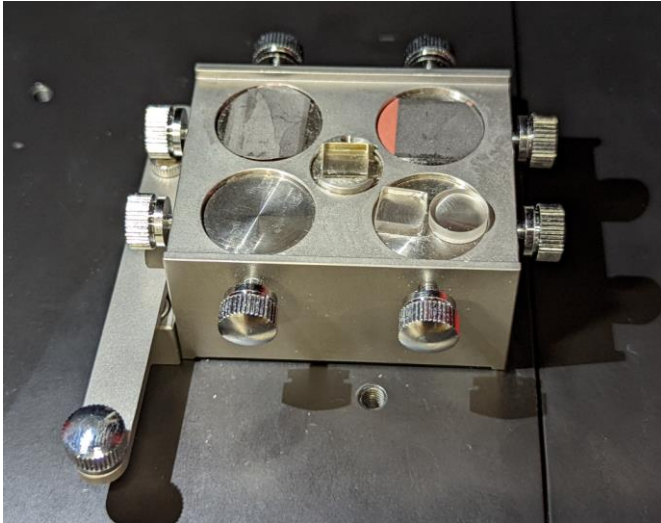
- 20x-Objektiv in Kombination mit einer hochauflösenden 20 Megapixel Farbkamera ergibt eine maximale Vergrößerung > 2000 x
- 4-fach Zoom ohne Auflösungsverlust
- Innerhalb der optischen Abbildung lassen sich
  - Messstellen definieren
  - Abstände und Umfänge vermessen
  - Vorhandene Messstellen per Knopfdruck abfahren und anzeigen
  - Beleuchtung und Bildparameter regeln
  - Maßstäbe und Aufnahmezeiten einblenden
- Auch gering reflektierende Oberflächen wie Gläser lassen sich gut abbilden
- Autofokus-Funktion zum Auffinden der Fokusebene für eine scharfe Abbildung
- Automatische Erstellung von Bildern der Messstellen (programmierbar)
- Berechnung eines Bildes mit großer Schärfentiefe aus vielen Einzelbildern von verschiedenen Höhenpositionen



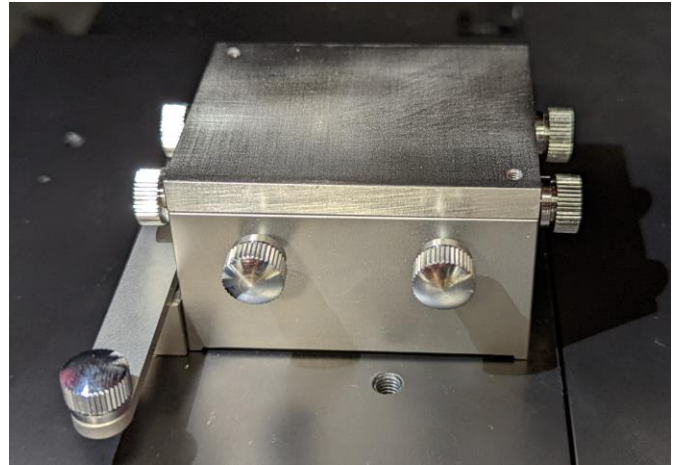
## Produktinformation

## ZHN-S

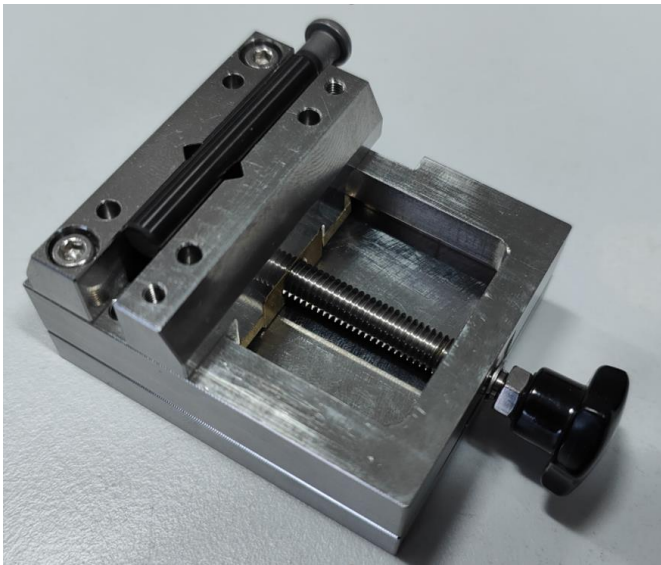
Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung



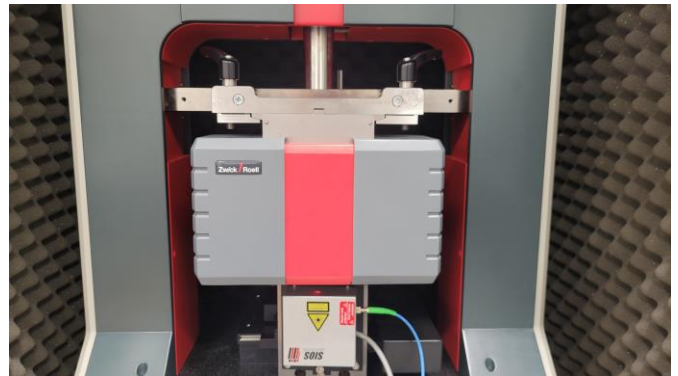
Probenhalter mit magnetischer Schnellspannung für vier Proben und einer permanenten Tip-Check Probe in der Mitte



Probenhalter mit Adapterplatte und einer nutzbaren Messfläche von 60 x 40 mm



Klemmprobenhalter für Proben bis max. 32mm Breite



Wegkalibrierung des Messkopfes mit einem Laser-Interferometer



Werkzeug zum Spitzenwechsel ohne zusätzliche Schutzmaßnahmen

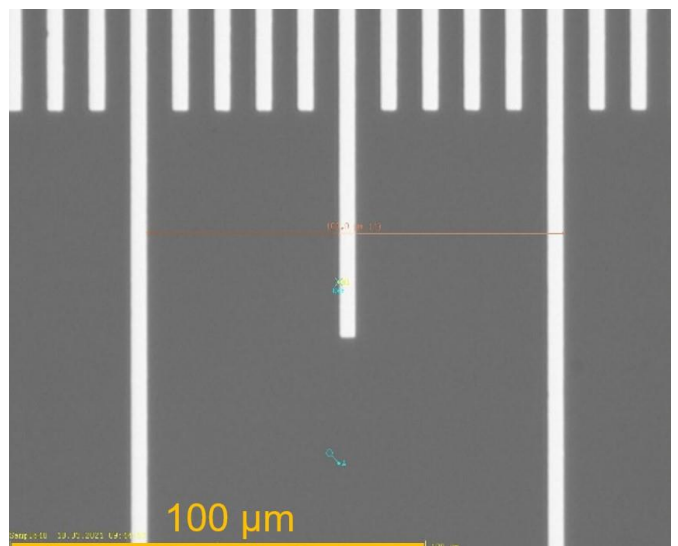


Bild eines optischen Gitters mit 10 µm Balkenabstand





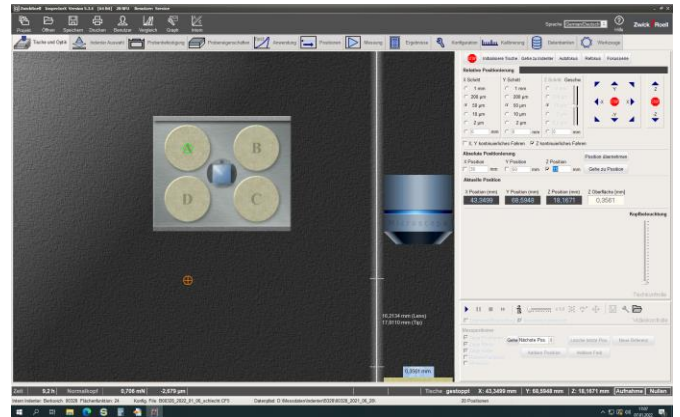
# Produktinformation ZHN-S

## Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung

### Die Benutzeroberfläche

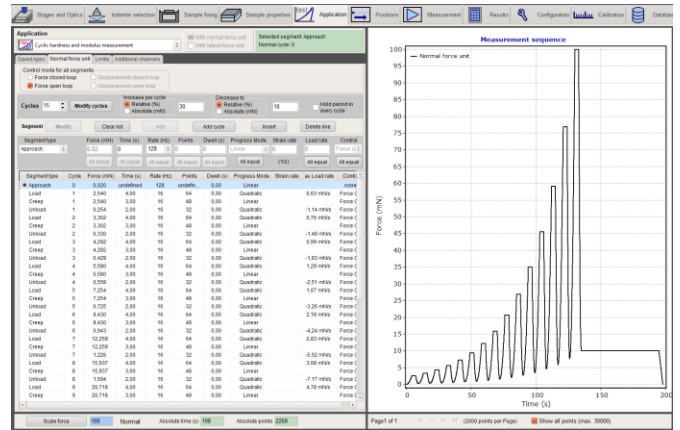
#### Steuerung der Präzisionstische

Das Gerät ist für vollautomatische Messserien mit bis zu 10000 Messpositionen ausgelegt. Die Steuer- software InspectorX erlaubt eine vollständige Übersicht über die aktuelle Position der drei Präzisionstische und ermöglicht eine Steuerung mit Schrittweiten von 50 nm. Befindet sich die Probe unter dem Objektiv, wird anstelle der Tischpositionen ein Bild der Probenoberfläche im selben Fenster angezeigt.



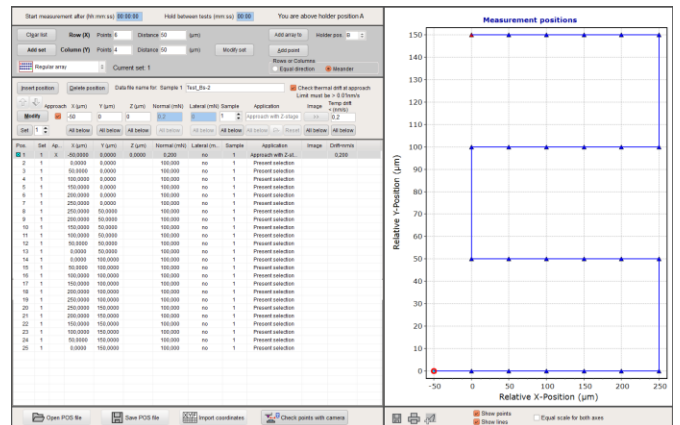
#### Definition des Messablaufs

Zur Verfügung steht eine Vielzahl von vordefinierten Applikationen die in einem Pull-Down Menü ausgewählt werden. Jeder Ablauf (Prüfzyklus) lässt sich flexibel mit beliebig vielen Belastungszyklen programmieren. Im „open loop“ Modus kann Kraft oder Weg, die Zeit eines Segmentes und die Datenrate vorgegeben werden, im „closed loop“ Modus auch die Zahl der Datenpunkte und die Haltezeit pro Punkt.



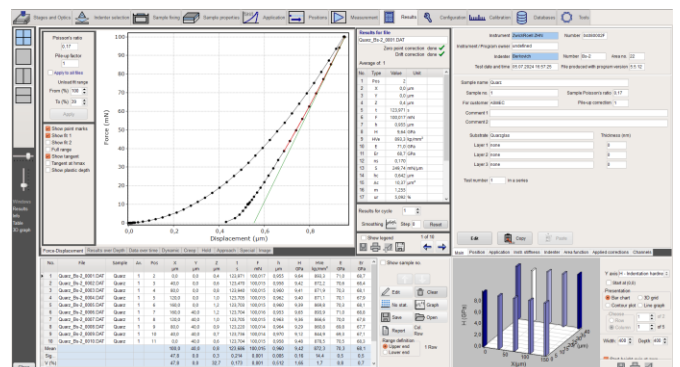
#### Definition der Messpositionen

Programmierbar sind bis zu 10000 Positionen in Linien, gleichmäßigen Rastern oder in beliebiger Anordnung. Für jede Position kann eine andere Kraft oder ein anderer Prüfzyklus (Application) festgelegt werden. Ebenso können vor und nach der Messung mit Hilfe der Autofokus-Funktion automatisch Bilder aufgenommen werden. Den einzelnen Positionen lassen sich umfangreiche Probeninformationen zuweisen, die mit im Datenfile gespeichert werden.



#### Auswertung von Messdaten

Messdaten lassen sich in verschiedener Form grafisch darstellen, vergleichen, mitteln oder exportieren (ASCII, EXCEL, BMP ...). Für die Datenauswertung stehen umfangreiche und flexible Korrekturroutinen zur Verfügung. Einmal festgelegte Parameter für die Auswertung und die Darstellung der Ergebnisse in der Ausgabe können in Konfigurations-Dateien gespeichert werden. Eine nahezu beliebige Anzahl von Daten kann gleichzeitig eingelesen und ausgewertet werden. Die Korrekturen der Daten (Nullpunktkorrektur, thermische Driftkorrektur) und die Mittelung von Messkurven gleicher Last lassen sich manuell oder automatisch durchführen. Gemittelte Kurven werden in einem neuen File gespeichert so dass die Schritte nicht wiederholt werden müssen. Die Ergebnisse erscheinen zusammengefasst in einer Tabelle und in einer Grafik als Funktion der Messposition.





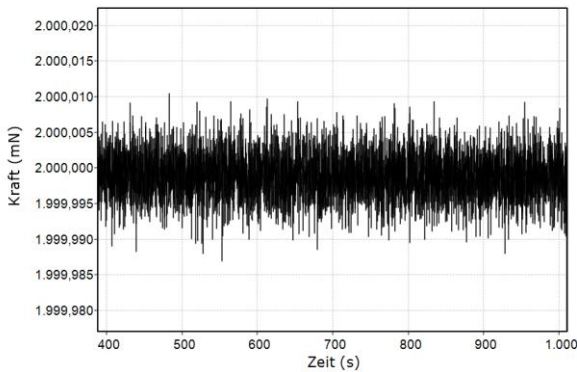
# Produktinformation ZHN-S

## Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung

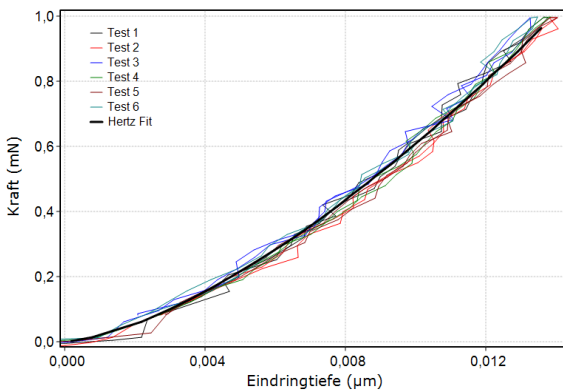
### Präzises Messen

Die Auflösungen für die Kraft- oder Wegmessung sind rein theoretische Werte, die auf der Bit-Zahl der AD-Wandler und dem Messbereich beruhen. Sie sind für den Vergleich verschiedener Geräte nicht geeignet. Wesentlich wichtiger ist das Rauschen der Messsignale, das allerdings von den Umgebungsbedingungen abhängt. Das ZHN-S weist ein äußerst hohes Signal-zu-Rausch-Verhältnis von sechs Größenordnungen auf, das Messungen über vier Größenordnungen der Kraft zulässt.

Im Beispiel (1) wurde die Kraft beim maximalen Soll-Kraftwert von 2000 mN über einen Zeitraum von 10 min und bei einer Datenrate von 8 Hz konstant gehalten. Der Mittelwert beträgt 1999,999 mN und die Standardabweichung 3  $\mu$ N. Beispiel (2) vergleicht sechs rein elastische Messungen in Quarzglas mit einem Kugelindenter von 36,6  $\mu$ m Radius bei einer Maximalkraft von 1 mN und einer Datenrate von 8 Hz. Der Tiefenunterschied bei einer maximalen Eindringtiefe von 13,7 nm beträgt trotz verschiedener Messpositionen nur 0,6 nm. Zum Vergleich ist die Fitkurve nach dem Hertzischen Kontaktmodell für diesen Radius dargestellt.

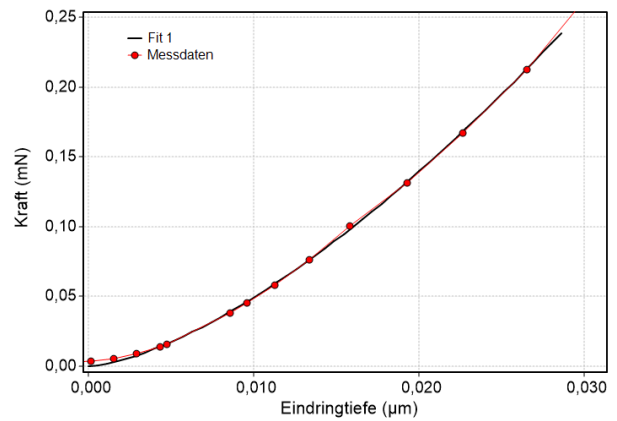


Beispiel 1: Rauschen und Stabilität des Kraftsignals bei Maximalkraft über eine Dauer von 10 min bei 8 Hz Datenrate

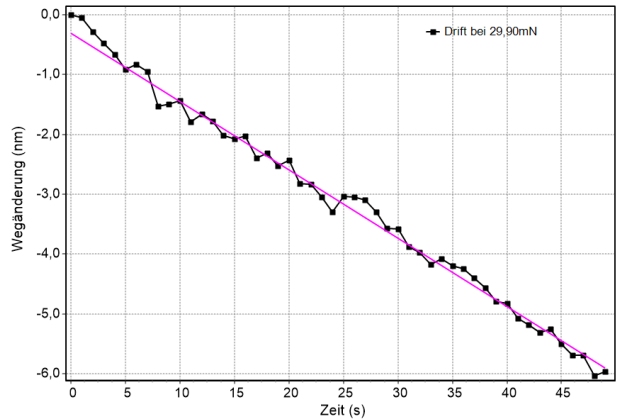


Beispiel 2: Vergleich von sechs rein elastischen Messungen auf Quarzglas im Vergleich zu einer berechneten Kurve

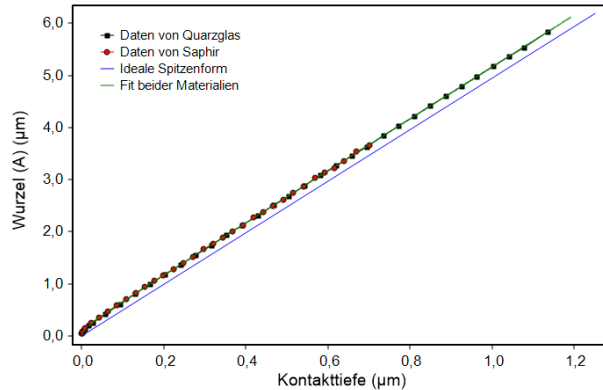
Wichtiger noch als das Signal-zu-Rausch-Verhältnis sind Präzision der Nullpunktbestimmung (Lage der Oberfläche), der thermischen Driftkorrektur and die Genauigkeit der Flächenfunktion (Form der Prüfkörper). Hier verfügt die Software InspectorX über besonders präzise Routinen, deren Qualität beispielsweise bei Vergleichsmessungen mit der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) oder bei verschiedenen Ringversuchen nachgewiesen wurde.



Beispiel 3: Nullpunktbestimmung mit Extrapolationsmethode unter Nutzung der Daten aus den ersten 30nm und der Annäherung.



Beispiel 4: Bestimmung der thermischen Drift mit linearem Fit bei einer Wegänderung von 6nm über 50 s



Beispiel 5: Flächenfunktion eines Berkovich Indenters mit zwei Referenzmaterialien (Maximalkraft 300 mN)



## Produktinformation

## ZHN-S

### Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung

#### Anwendungen

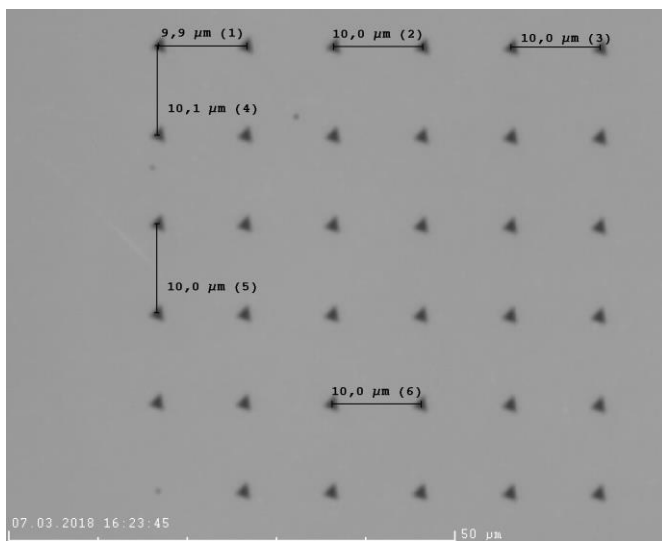
#### Messung von Härte und Elastizitätsmodul gemäß DIN ISO 14577

Die Messungen erfolgen üblicherweise mit einem Berkovich-Indenter unter Kraftsteuerung. Eine typische Messung dauert etwa 20 s für die Messung selbst und ca. 20 s für die vorsichtige Annäherung der Spitze an die Oberfläche. Es sind aber auch sehr schnelle Messungen von nur 2 s Dauer möglich.

Messbare Größen nach Norm:

- Eindringhärte  $H_{IT}$  (umwertbar in HV)
- Martenshärte HM oder HMs
- Eindringmodul  $E_{IT}$  (Elastizitätsmodul)
- Eindringkriechen  $C_{IT}$  oder Relaxation  $R_{IT}$
- Verhältnis elastischer Verformungsanteil zu Eindringarbeit  $\eta_{IT}$

Es können über 60 Größen ausgewertet werden.



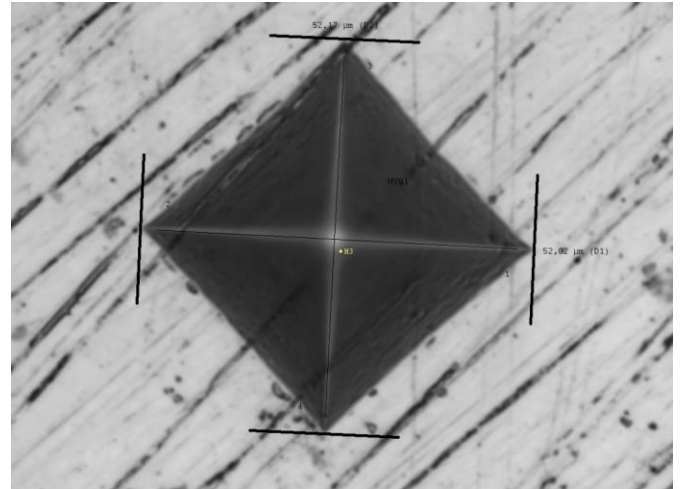
Raster von Messungen in Quarzglas mit 25 mN Maximalkraft und einem regelmäßigen Abstand von 10 µm bei höchster optischer Auflösung.

#### Vickershärte

Die Vickershärte kann aus der Eindringhärte berechnet werden. Ein umfangreicher Vergleich der Bundesanstalt für Materialforschung (BAM) mit 20 Materialien zwischen der konventionellen Vickershärte und der mit InspectorX Algorithmen berechneten, aus  $H_{IT}$  umgewerteten Vickershärte ergab eine mittlere Differenz von unter 10% im Gegensatz zu 25 – 30% bei anderen Software-Paketen.

[T. Chudoba, M. Griepentrog, *International Journal of Materials Research* 96 (2005) 11 1242 – 1246]

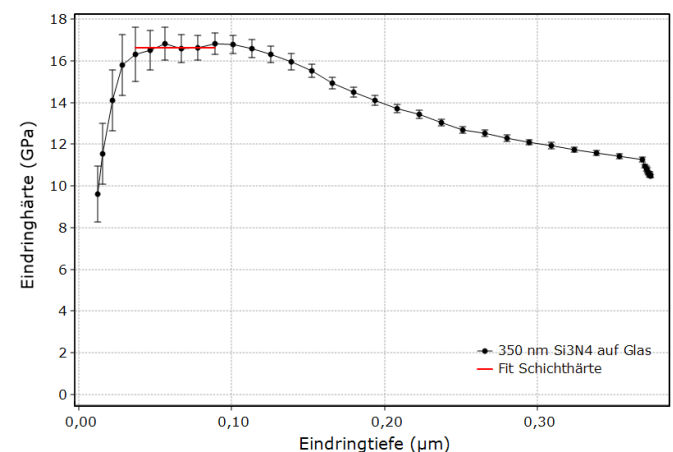
Die Vickershärte kann auch konventionell durch Ausmessen der Diagonalen bestimmt werden.



Vickersindenter in eine Stahlprobe mit einer Härte von 672 HV1 unter Nutzung des 20 N-Messkopfes

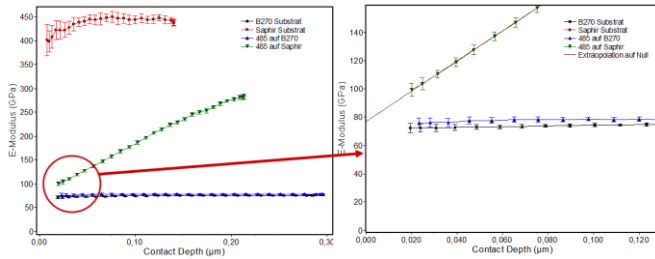
#### Tiefenprofile von Härte und E-Modul mit QCSM-Modul

Die Quasi Continuous Stiffness Measurement Methode ist ein dynamisches Messverfahren, das es ermöglicht, Härte und E-Modul tiefenaufgelöst an ein und derselben Messposition zu bestimmen. Es eignet sich besonders für Schichten um den Substrateinfluss festzustellen und zu eliminieren. Zusätzlich wird die Empfindlichkeit der Messung erhöht, so dass sich bereits für sehr geringe Kräfte und Eindringtiefen genaue Werte ermitteln lassen. Bei dem QCSM-Modul wird die Lastzunahme für kurze Zeit (0,5 - 3 s) gestoppt und der statischen Kraft eine sinusförmige Schwingung überlagert. Mit einem Lock-In-Filter werden Amplitude und Phase der Schwingungen gemessen und daraus die lokale Kontaktsteife bestimmt mit der sich wiederum Härte und E-Modul berechnen lassen.



Härteverlauf einer 350 nm dicken Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Schicht auf Glas

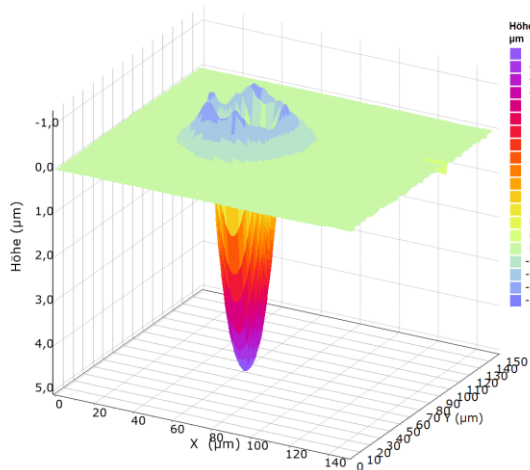




E-Modulverlauf für 260 nm dünne Oxidschichten auf Saphir und Glassubstrat, gemessen mit einer Maximalkraft von 18 mN. Erst nach Extrapolation auf Null Eindringtiefe erhält man für dieselbe Schicht auf verschiedenen Substraten den gleichen E-Modulwert.

### Messung von Oberflächenprofilen

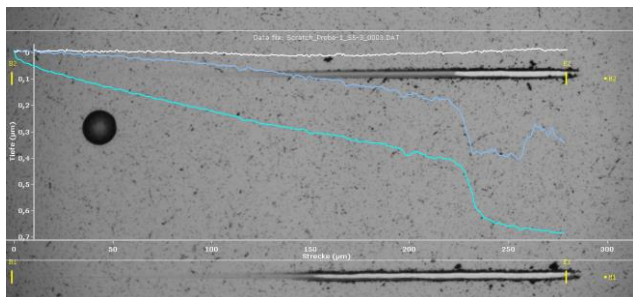
Messungen von Oberflächenprofilen können mit den XY-Tischen mit 50 nm Auflösung durchgeführt werden. Dabei werden Rauheitswerte wie Ra, Rq oder Rt gemessen. Es sind Linien- oder Flächenscans möglich.



Flächenscan eines Eindrucks mit einer 30 µm Radius Kugel in Stahl, gescannt mit einer 5 µm Radius Kugel zur Bestimmung des pile-up Verhaltens (Randaufwurf).

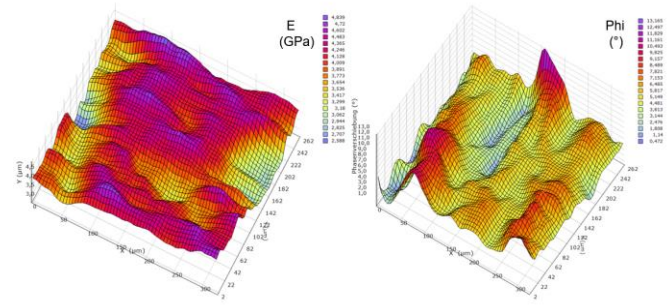
### Mikro-Scratchtests

Die Tests werden meist mit kugelförmigen Spitzen zwischen 5 und 10 µm Radius durchgeführt. Damit befindet sich das Spannungsmaximum oft in der Schicht und nicht im Substrat. Mit Hilfe von Pre- und Post-Scans der Oberfläche kann zwischen elastischer und plastischer Deformation unterschieden werden.



Einblendung der Grafik vom Scratchtest einer 300 nm dicken Schicht auf Hartmetall mit einer Maximalkraft von 300 mN in das Kamerabild mit der zugehörigen (oberen) Ritzspur. Der Versagenspunkt der Schicht ist am Knickpunkt.

### Mapping von E-Modul und Phasenverschiebung mit oszillierender Spitze



Bestimmung der E-Modulverteilung und der Phasenverschiebung auf einem Mäuseknochen mit einer mit 28 Hz oszillierenden Rubinkugel von 500 µm Durchmesser

### Weitere Anwendungen

- Bestimmung der Fließgrenze aus Messungen mit Kugeldenter
- Rein elastische Messungen mit Kugeldenter zur Bestimmung des E-Moduls, auch von sehr dünnen, harten Schichten unter 100 nm Dicke
- Mapping mechanischer Eigenschaften mit hoher Punktdichte und > 1000 Eindrücken
- Ermüdungsmessungen mit Zyklenzahlen bis zu einer Million
- Bestimmung von Speicher- und Verlustmodul von viskosen Materialien
- Mikro-Zugversuche
- Ausdrückversuche (push-out) von Fasern
- Reversierende Verschleißmessungen

### Einsatzgebiete (Beispiele)

- Schichtentwicklung von weich (Polymer) bis hart (diamantartige Schichten)
- Bestimmung kritischer Spannungen für Rissbildung oder plastische Deformation
- Entwicklung und Prüfung von Hartstoffschichten für Werkzeuge und als Kratzschutz
- Schutzschichten auf Gläsern
- Lacke und Sol-Gel-Schichten
- Automatisierte Messung des Härteverlaufs an Querschliffen
- Nano-Schichten für Sensoren und MEMS/NEMS
- Biologische Materialien
- Matrixeffekte in Legierungen
- Keramische Materialien und Composite
- Ionenimplantierte Oberflächen
- Schadensanalyse in der Mikroelektronik



# Produktinformation ZHN-S

Robuster Nanoindenter für Prüfaufgaben in Industrie und Forschung

## Technische Daten

Typ	ZHN-S Nanoindenter		
Artikelnummer	10.02-01		
Dimensionen (B x H x T)	540 x 634 x 358 mm (ohne Schwingungsdämpfung)		
Gewicht	ca. 65 kg		
Spannungsversorgung	230 V		
Kabinendimensionen (B x H x T)	800 x 932 x 730 mm		
Messköpfe	0,2 N	2 N	20 N
Artikelnummer	10.07-01	10.05-01	10.06-01
Prüfkraft maximal	± 0,2 N	± 2 N	± 20 N
Prüfkraft minimal	± 0,05 mN	± 0,2 mN	± 2 mN
Digitale Auflösung Kraftmessung	≤ 0,002 µN	≤ 0,02 µN	≤ 0,2 µN
Grundrauschen Kraftmessung (1σ @ 8 Hz)	≤ 0,2 µN	≤ 2 µN	≤ 20 µN
Maximaler Weg	± 200 µm	± 200 µm	± 200 µm
Digitale Auflösung Wegmessung	≤ 0,002 nm	≤ 0,002 nm	≤ 0,002 nm
Grundrauschen Wegmessung (1σ @ 8 Hz)	≤ 0,3 nm	≤ 0,3 nm	≤ 0,4 nm
Grundrauschen Wegmessung (closed loop, 1.4 s)	≤ 0,15 nm	≤ 0,15 nm	≤ 0,15 nm
Dynamik-Modul <sup>(1)</sup>	30.01-01	30.01-01	30.01-01
Maximale Schwingfrequenz	300 Hz	300 Hz	300 Hz
Max. Frequenz zur Steife-Auswertung	25 Hz	60 Hz	75 Hz
Interne Datenerfassungsrate	> 40 kHz	> 40 kHz	> 40 kHz
Max. Kraftamplitude der Schwingung	10 mN	110 mN	600 mN
Max. Wegamplitude der Schwingung (in Luft)	10 µm	25 µm	25 µm
Optik	11.04-01		
Kamera	Farbe, 5536 x 3692 Pixel (20 MP); USB 3.0		
Objektiv	20 x NA 0.4		
Arbeitsabstand	8,5 mm		
Beleuchtung	weiße LED		
Optische Vergrößerung auf 24"; Zoom Min - Max	574 x – 2300 x		
Bildfeld	615 µm x 440 µm (max.) – 154 µm x 123 µm (min.)		
Pixelauflösung	481 nm (max.) – 120 nm (min.)		
Tischsystem			
X-Tisch Verfahrweg	60 mm	Schrittweite 50 nm	
Y-Tisch Verfahrweg	100 mm	Schrittweite 50 nm	
Z-Tisch Verfahrweg	55 mm	Schrittweite <10 nm	
Maximale Probengröße (Messfläche) (X x Y x Z)	60 x 40 x 50 mm		
Maximale Länge eines Scratch-Tests <sup>(2)</sup>	50 mm		

<sup>(1)</sup> Eigenes Modul, nicht in Basiskonfiguration

<sup>(2)</sup> Abhängig von der Ebenheit der Probenoberfläche und horizontaler Ausrichtung

Messungen mit dem ZHN-S erfüllen die folgenden Standards: ISO 14577, ISO 6507, ISO 19278, ASTM E2546, ASTM E384, ASTM B578