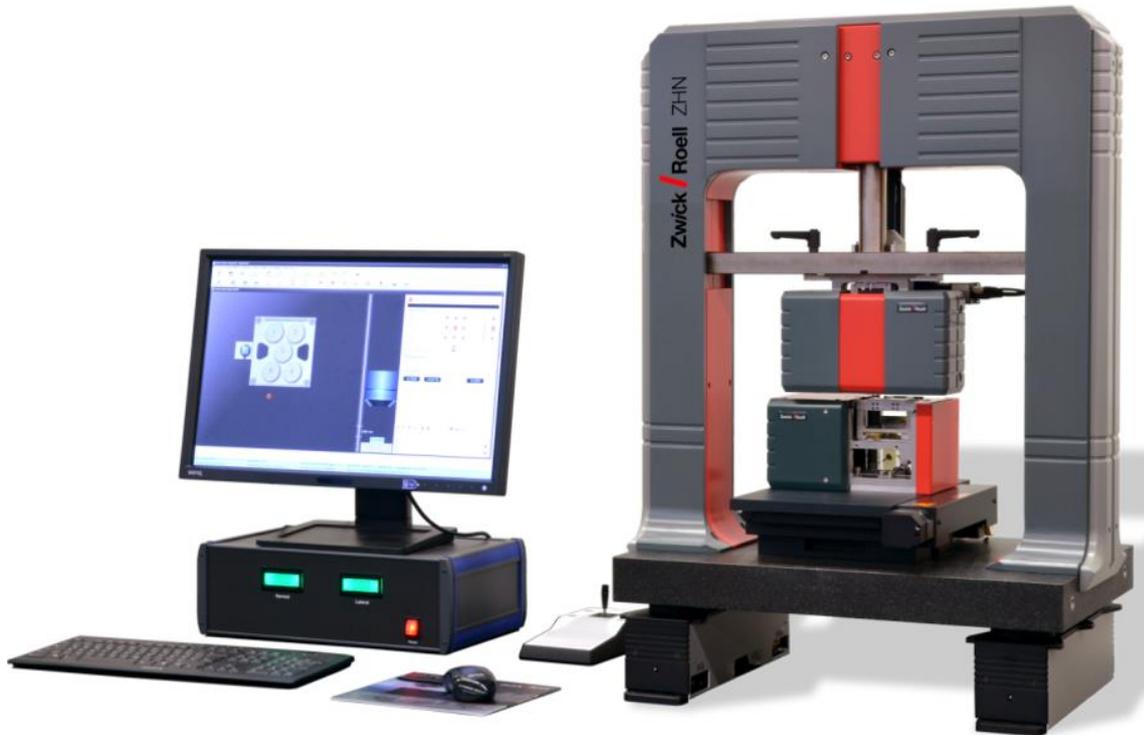




Produktinformation ZHN

Multifunktionaler Nanoindenter mit hoher Modularität



ZHN Nanoindenter mit Lateralkrafteinheit

Anwendungsbereich

Das ZHN ist ein nano- und mikromechanisches Prüfsystem mit sehr großer Modularität. Einzigartig ist die Erweiterungsmöglichkeit mit einer Lateralkrafteinheit (LFU) die ein eigener Messkopf mit Aktor und zwei Sensoren ist. Sie ermöglicht die Erzeugung lateraler Kräfte ohne eine Bewegung zwischen Spitze und Probe, z.B. für die Untersuchung der Haftreibung. Alternativ steht auch eine einfache Reibkraftmessung zur Verfügung (ohne Aktor). Der große Bauraum ermöglicht die Unterbringung weiterer Module oder die Messung besonders großer Proben. Erweiterungsmöglichkeiten sind beispielsweise ein Probenheizer bis 400°C, ein Atomkraftmikroskop oder ein optisches Profilometer, welches die eigene Optik des Gerätes nutzt.

Mit nur einem Messkopf (Normalkrafteinheit) erfolgt die Messung von Eindringhärte und Eindringmodul nach DIN ISO 14577 (Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter für metallische Werkstoffe und Schichten) sowie vieler anderer 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.

Das Gerät lässt sich u.a. nutzen als:

- Nanoindenter
- Konventioneller Härtetester
- Scratchtester
- Profilometer
- Verschleißtester
- Ermüdungstester
- Mikro-Zugprüfgerät
- Tester für Scherfestigkeit

Die erforderliche Konfiguration für den jeweiligen Anwendungsfall wird nach einem Beratungsgespräch vorgeschlagen.



Produktinformation ZHN

Multifunktionaler Nanoindenter mit hoher Modularität

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.
- Der Prüfspitzenwechsel ist einfach und schnell ohne zusätzliche Schutzmaßnahmen oder Rekalibrierung möglich. Gespeicherte Kalibrierdaten der Indenter stehen auf Abruf zur Verfügung.
- Mehrere Optikvarianten stehen zur Verfügung. Die höchstauflösende Optik nutzt zwei Kameras für Vergrößerungen bis 3350x. Statt eines Objektivwechsels werden einfach die Kameras umgeschaltet was zu einer größeren Positionsgenauigkeit führt.
- Intelligente Messung von Schichten durch automatische Fitfunktion und Bereichsauswahl der tiefen aufgelösten Härte- und E-Modul-Kurven.
- Die steife Rahmenkonstruktion mit dem Indenter in der Bewegungsachse des Höhenantriebs verhindert ein Kippmoment und führt zu sehr geringer Gerätenachgiebigkeit.
- 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 < 1 µm.

Lateralkrafteinheit

- Dieser Messkopf hat die gleiche digitale Kraft- und Wegauflösung wie der Messkopf für senkrechte (normale) Belastung. Das Rauschen des Wegsignals ist besser als 1 nm.
- Die beiden Bewegungsrichtungen (normal, lateral) sind komplett entkoppelt und beeinflussen sich nicht gegenseitig. Es gibt kein Abrollen der Spitze auf der Oberfläche.
- Laterale Kräfte können erzeugt und gemessen werden ohne die Probe mit dem Tischsystem zu verschieben.
- Die Messung der lateralen Kontaktsteife ist möglich

Funktionsbeschreibung

Modularer Aufbau bestehend aus

- 2-säuligem Lastrahmen mit Zentralspindel-Antrieb, Präzisionsführung und Granitsockel
- Programmierbarer motorischer Kreuztisch
- 3-Achsen Schrittmotor-Steuerung als PCIe Einsteckkarte
- Steuerelektronik für bis zu vier Sensoren und bis zu zwei Aktoren
- Drei austauschbare Messköpfe für senkrechte Messrichtung
- Zwei wählbare Messköpfe zur Reibkraftmessung (nicht austauschbar)
- Steuer- und Auswertesoftware *InspectorX*
- Autofokusfunktion
- Dynamik-Modul für Schwingungen der Spitze bis 300 Hz (QCSM / CSM) optional
- Erweiterbar u.a. mit:
 - Speziellen Probenhaltern angepasst an Bauteilgeometrien
 - Probenheizer bis 400°C
 - Rasterkraftmikroskop
 - Optischem Profilometer

Alle Messköpfe arbeiten 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 die Definition der Messpositionen im Kamerabild. Zudem ist eine Vielzahl von einzigartigen Auswertungen in den Softwaremodulen verfügbar.



Produktinformation **ZHN**

Multifunktionaler Nanoindenter mit hoher Modularität



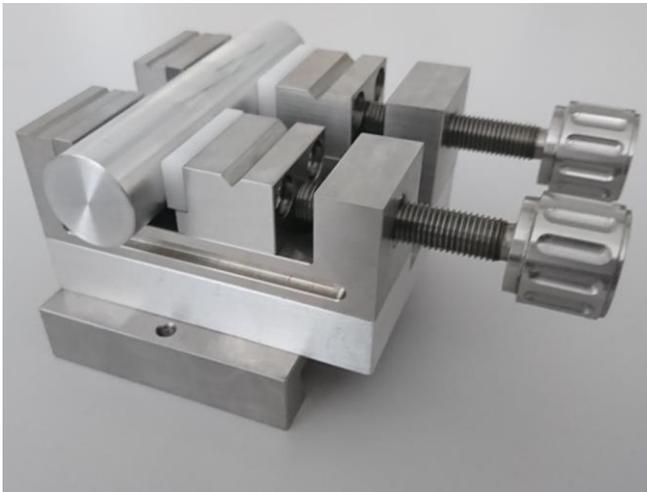
Standard Probenhalter des ZHN für fünf Proben. Er hat eine isolierte Oberseite und einen Anschluss für Widerstandsmessungen zwischen (leitfähiger) Spitze und Probe



Empfohlene aktive Schwingungsdämpfung für das ZHN



Empfohlene Kabine für das ZHN



Schraubstock-Probenhalter für Proben bis max. 40 mm Breite. Es stehen weitere Probenhalterttypen zur Verfügung.



Werkzeug zum Spitzenwechsel ohne zusätzliche Schutzmaßnahmen

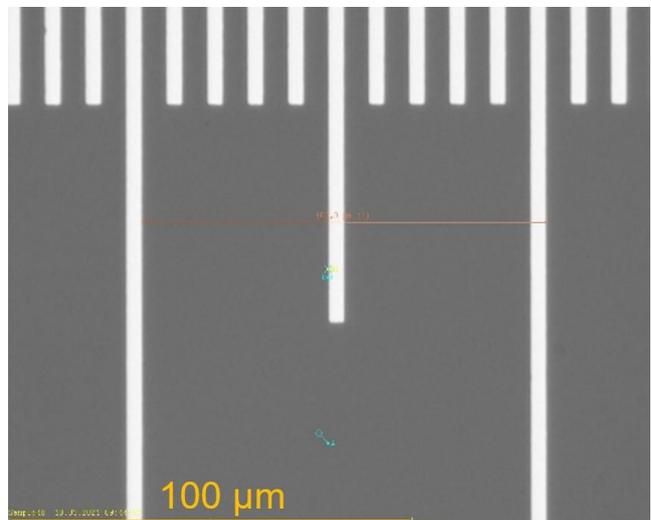


Bild eines optischen Gitters mit 10 µm Balkenabstand



Produktinformation ZHN

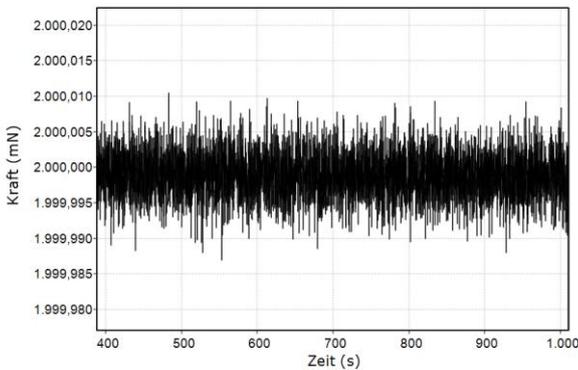
Multifunktionaler Nanoindenter mit hoher Modularität

Präzises Messen

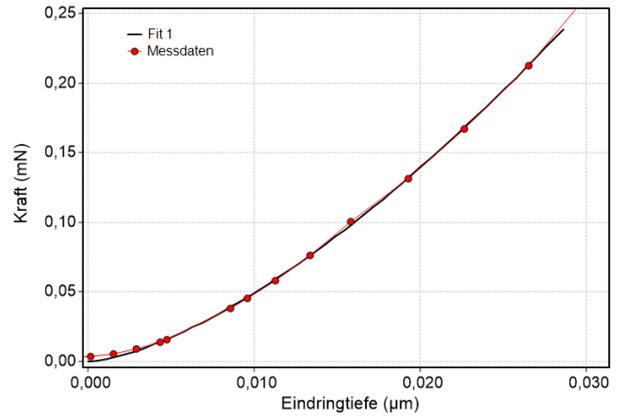
Die Auflösungen für die Kraft- oder Wegmessung sind rein theoretische Werte, die auf der Bit-Zahl der AD-Wandler und dem Messbereich beruhen. Sie sind für den Vergleich verschiedener Geräte nicht geeignet. Wesentlich wichtiger ist das Rauschen der Messsignale, das allerdings von den Umgebungsbedingungen 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 µN. Beispiel (2) vergleicht sechs rein elastische Messungen in Quarzglas mit einem Kugelindenter von 36,6 µm 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.

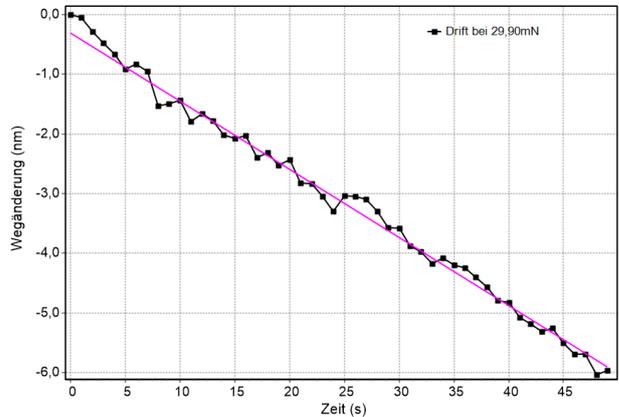
Wichtiger noch als das Signal-zu-Rausch-Verhältnis sind Präzision der Nullpunktbestimmung der Oberfläche, der thermischen Drift and die Genauigkeit der Flächenfunktion (Form der Prüfkörper). Hier verfügt die Software InspectorX über besonders präzise Routinen, deren Qualität beispielsweise bei Vergleichsmessungen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



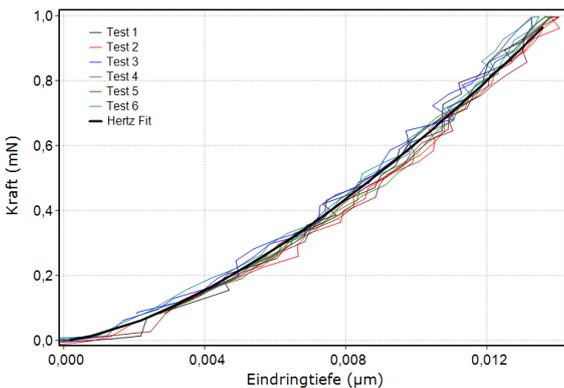
Beispiel 1: Rauschen und Stabilität des Kraftsignals bei Maximalkraft über eine Dauer von 10 min bei 8 Hz Datenrate



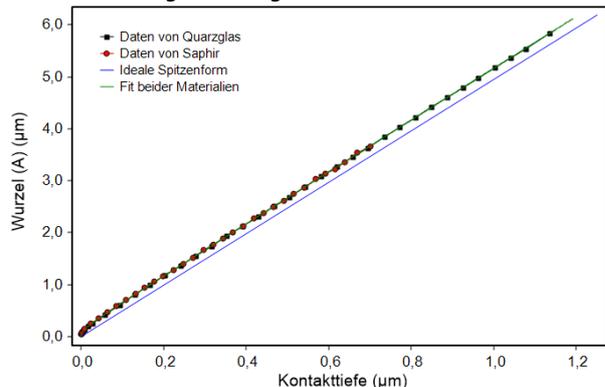
Beispiel 3: Nullpunktbestimmung mit Extrapolationsmethode unter Nutzung der Daten aus den ersten 30nm und der Annäherung.



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



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



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



Produktinformation ZHN

Multifunktionaler Nanoindenter mit hoher Modularität

Anwendungen

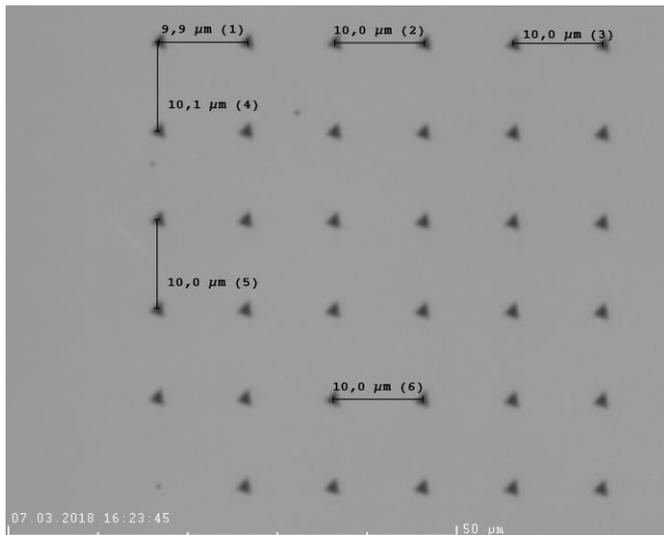
Messung von Härte und Elastizitätsmodul gemäß DIN ISO 14577

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 η_{IT}

Es können über 60 Größen ausgewertet werden.



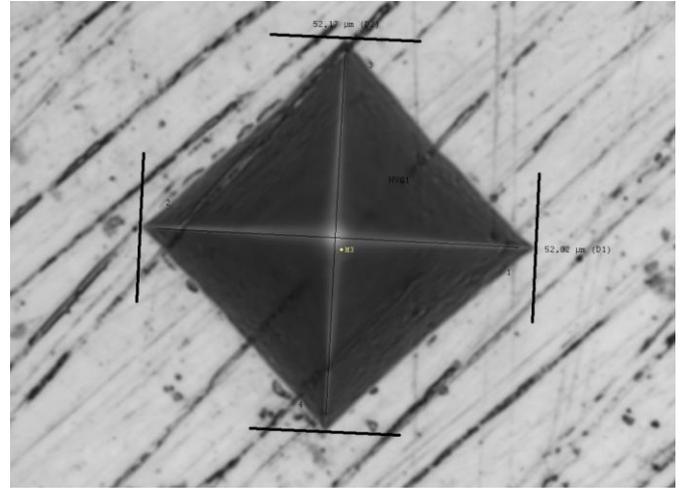
Raster von Messungen in Quarzglas mit 25 mN Maximalkraft und einem regelmäßigen Abstand von 10 μm bei höchster optischer Auflösung.

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]

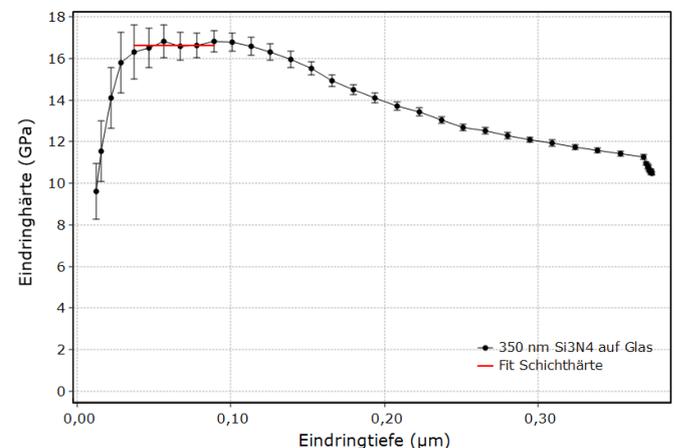
Die Vickershärte kann auch konventionell durch Ausmessen der Diagonalen bestimmt werden.



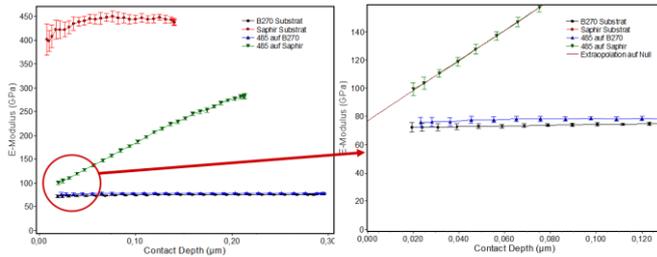
Vickersereindruck in eine Stahlprobe mit einer Härte von 672 HV1 unter Nutzung des 20 N-Messkopfes

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.



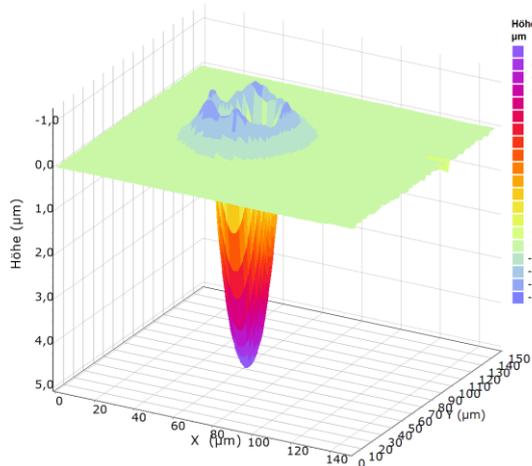
Härteverlauf einer 350 nm dicken Si₃N₄-Schicht auf Glas



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.

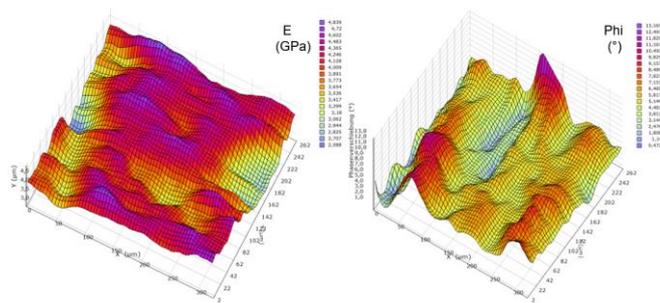
Messung von Oberflächenprofilen

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.

Mapping von E-Modul und Phasenverschiebung mit oszillierender Spitze

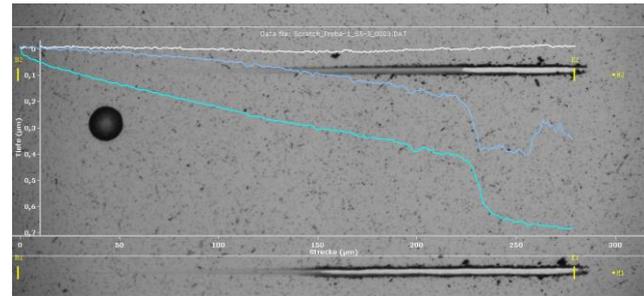


Bestimmung der E-Modulverteilung und der Phasenverschiebung auf einem Mäuseknochen mit einer mit 28 Hz oszillierenden Rubinkugel von 500 µm Durchmesser

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.

Oszillierende Scratchtests

Bei diesen Tests wird der Scratch mit Hilfe des mechanischen Tisches in Y-Richtung durchgeführt. Senkrecht (in X-Richtung) oszilliert die Probe mit Hilfe der LFU (typisch mit 20 Hz) und erzeugt eine weitere Kraftkomponente, die es ermöglicht Schichten zu entfernen, die sonst nur plastisch verformen und kaum vom Substrat abzulösen sind.



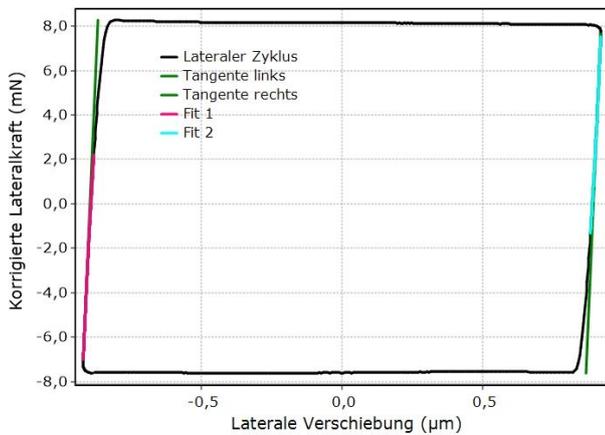
Scratchspuren in einer rund 300nm dünne Mo-Schicht auf Glas. Ohne Oszillation löst sich die Schicht nicht ab (linkes Bild) während sich die Schicht mit Oszillation reproduzierbar ablösen lässt.

Laterale Kontaktsteife- und Reibwertmessung

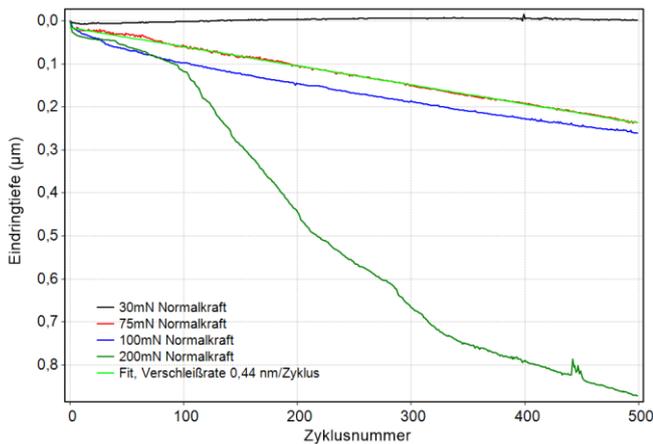
Mit der LFU kann eine Probe bei Kontakt mit einer kugelförmigen Spitze sehr präzise verschoben und die dafür notwendigen Kräfte mit höchster Auflösung gemessen werden. Die Verschiebung kann wenige 10 nm oder bis zu über 100 µm betragen. Ein Zyklus besteht aus einer Hin- und Rückbewegung. Der Anstieg der lateralen Kraft-Verschiebungs-Kurve an den Umkehrpunkten ergibt die laterale Kontaktsteife. Aus dem Verhältnis aus lateraler und normaler Kontaktsteife kann die Poissonzahl abgeschätzt werden und aus dem Verhältnis aus Lateral- und Normalkraft kann der Reibwert für Haft und Gleitreibung bestimmt werden. Zur lateralen Steifebestimmung sind elastische Messungen notwendig während die Reibwerte auch plastische



Messungen und einen Abtrag der Oberfläche charakterisieren. Bei einer Mittelung über die Breite der Reibspur ist die Tiefenauflösung so gut, dass der Abtrag einzelner Atomlagen beobachtet werden kann.



Laterale Kraft-Verschiebung-Kurve mit einer Amplitude von rund $1\mu\text{m}$. An den Umkehrpunkten links und rechts erfolgt ein Fit wie bei der Entlastungskurve bei Härtemessungen und die Tangenten kennzeichnen die laterale Kontaktsteife.



Mittlere Verschleißtiefe pro Zyklus bei oszillierenden Verschleißmessungen mit verschiedenen Normalkräften und mit einer $5\mu\text{m}$ Radius Diamantkugel auf DLC; Reibweg $80\mu\text{m}$. Bei 30 mN gibt es keinen Verschleiß während bei 75 mN mit einer konstanten Rate 0,22 nm Material pro Bewegung abgetragen werden (0,44 nm bei Hin- + Rückbewegung)

Weitere Anwendungen

- Bestimmung der Fließgrenze aus Messungen mit Kugelindenter und Beobachtung des elastisch-plastischen Übergangs.
- Rein elastische Messungen mit Kugelindenter 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
- Lange Kriechtests, auch unterkonstantem Druck (statt unter konstanter Kraft)
- Bestimmung von Speicher- und Verlustmodul von viskosen Materialien
- Reversierende Verschleißmessungen
- Ausdrückversuche (push-out) von Fasern in einer Matrix
- Scherversuche

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

Technische Daten

Typ	ZHN Nanoindenter
Artikelnummer	10.01-01
Dimensionen (B x H x T)	640 x 790 x 390 mm (ohne Schwingungsdämpfung)
Gewicht	ca. 105 kg
Spannungsversorgung	230 V
Kabinendimensionen	932 x 1094 x 730 mm



Produktinformation **ZHN**

Multifunktionaler Nanoindenter mit hoher Modularität

Messköpfe Normalkrafteinheit (NFU)	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
Messköpfe Lateralkrafteinheit (LFU)	2 N LFU	2 N simple LFU	
Artikelnummer	10.08-01	10.09-01	
Maximale Prüfkraft	± 2 N	± 2 N	
Grundrauschen Kraftmessung (1σ @ 8 Hz)	≤ 10 µN	≤ 140 µN	
Maximaler Weg	± 70 µm	---	
Grundrauschen Wegmessung (1σ @ 8 Hz)	≤ 0,5 nm	---	
Aktuator	mit	ohne	
Dynamik-Modul ⁽¹⁾	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 (gegen Luft)	10 µm	25 µm	25 µm
Optik	11.03-01		
Tandem-Mikroskop mit zwei Kameras	Schwarz/Weiß, 1280 x 1024 Pixel (1,3 MP); USB 3.0		
Objektiv	50 x NA 0.65	zusätzlich 5x verfügbar	
Arbeitsabstand	8 mm	10 mm	
Beleuchtung	grüne LED		
Optische Vergrößerung auf 24"; Kamera 1 / 2	1000 x / 3350 x		100 x / 335 x
Bildfeld	324 x 259 µm / 96 x 77 µm	3,2 x 2,6 mm / 0,97 x 0,77 mm	
Pixelauflösung	254 nm / 76 nm	2540 nm / 760 nm	
Tischsystem			
X-Tisch Verfahrenweg	100 mm	Schrittweite 50 nm	
Y-Tisch Verfahrenweg	200 mm	Schrittweite 50 nm	
Z-Tisch Verfahrenweg	75 mm	Schrittweite <10 nm	
Maximale Probengröße (Messfläche) (X x Y x Z)	80 x 80 x 70 mm		
Maximale Länge eines Scratch-Tests ⁽²⁾	50 mm		

⁽¹⁾ Eigenes Modul, nicht in Basiskonfiguration

⁽²⁾ 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