

Qualifikation der Poren- und Eindruckhärtemessung an thermisch gespritzten Schichten

Prof. Dr.-Ing. Dipl. Wirt.-Ing. Wolfgang Tillmann und Dipl.-Ing. Birger Hussong,
Lehrstuhl für Werkstofftechnologie, Technische Universität Dortmund;
Dipl.-Min. M. Erne, Dr.-ing. habil. Kai Möhwald, Prof. Dr.-Ing. Hans Jürgen Maier
Institut für Werkstoffkunde, Leibniz Universität Hannover

Kurzfassung

Die Verifizierbarkeit von Porositäts- und Härtemessungen an thermisch gespritzten Schichten stellt häufig ein Problem dar. Neben äußeren Einflüssen wie der subjektiven Wahrnehmung des Prüfers, unterschiedlicher Präparationsmethoden etc., ist dies ebenfalls auf Inhomogenitäten im Gefüge der Schichten zurückzuführen. Es werden Arbeiten vorgestellt, die auf eine Verringerung der Variabilität, d.h. der Schwankungen der Messergebnisse der beiden wichtigen Schichtkriterien, abzielten. Um dieses Ziel zu erreichen, wurden Vorgehen entwickelt und Messanweisungen ausgearbeitet, deren Anwendbarkeit und Nutzen in Ringversuchen qualifiziert wurden.

Ergebnisse

Die in diesem Projekt erzielten Ergebnisse stellen zunächst einen Vergleich der untersuchten Einflussfaktoren dar und den anschließend daraus erarbeiteten Vorgehensweisen zur Verbesserung der Messreproduzierbarkeit jeweils für die Porositätsmessung und die Härtemessung mittels Vickers-Verfahren.

Porositätsmessung:

Getestet wurden die Einflussfaktoren Streulicht, Messbereich, Verwendung von Filtern am Mikroskop, Beleuchtungsstärke, Vergrößerungsfaktor, Bediener und Art des Mikroskops. Da die Ergebnisse der Cermets untereinander und die Ergebnisse der Oxidkeramiken untereinander meist gleiche Tendenzen aufwiesen, sind die Ergebnisse hier oft für beide Cermets und Keramiken zusammengefasst. Ein Vergleich der untersuchten Einflussgrößen und von Metallographen vorgeschlagenen

Maßnahmen zur Verbesserung der Messbedingungen zeigt, dass die Einflüsse für Cermets und Keramiken oft unterschiedlich ausfallen.

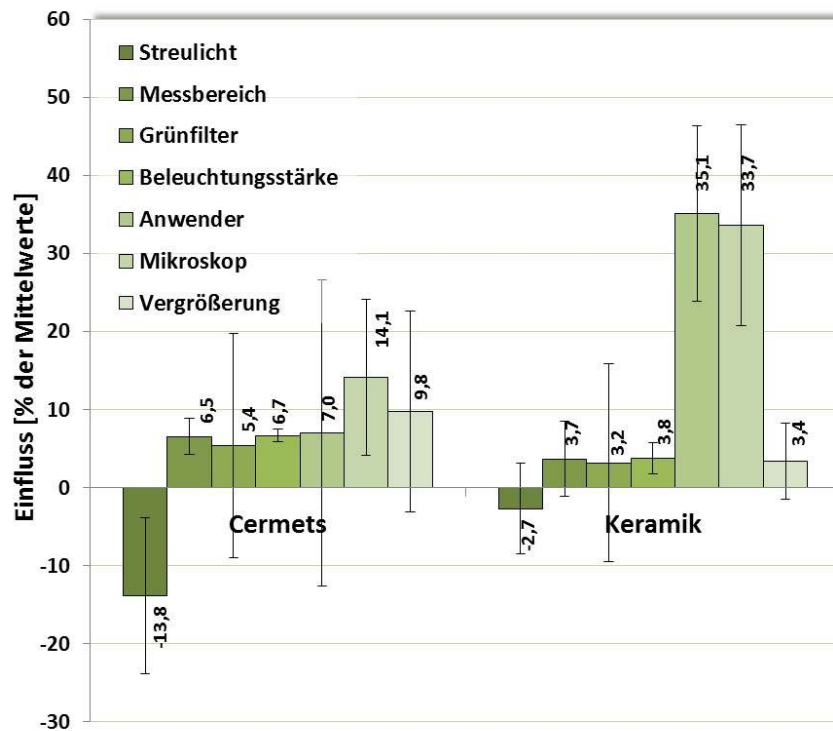


Bild 1: Quantitative Gegenüberstellung der wichtigsten untersuchten Einflussgrößen bei der Porositätsmessung. Die Balken geben die Verschiebung des Mess-Mittelwertes an, die Fehlerbalken geben jeweils die Streubreiten der Messungen bei verändertem Einflussfaktor an.

Nach der Trennung systematischer Beeinflussungen von zufälligen Faktoren, die zu großen Messstreuungen führen, bleiben nur zwei Faktoren übrig, die sich nicht durch einfache Vorschriften, wie z.B. das Abschatten von direkter Sonneneinstrahlung, beheben lassen. Die beiden Einflussgrößen des verwendeten Mikroskops und der Einsatz unterschiedlicher Metallographen beeinflussen den Messvorgang offensichtlich entscheidend. Sämtliche anderen Faktoren lassen sich leicht durch das Vorschreiben bestimmter Messbedingungen standardisieren. Ein Wechsel des Mikroskoptyps sowie unterschiedliche Anwender am Mikroskop sind jedoch Faktoren, die bei dem Vergleich von Ergebnissen unterschiedlicher Firmen oder Forschungsstellen unvermeidbar sind. Eine verbesserte Vergleichbarkeit der Porositätsmessung kann hier nicht durch das Festlegen standardisierter Bedingungen erreicht werden. Durch den unterschiedlichen Aufbau verschiedener Mikroskope ist es

nicht möglich, eine einheitliche Einstellung für sämtliche gängigen Mikroskoptypen vorzuschreiben, die zu vergleichbaren Ergebnissen führen. Dennoch kann man vorschreiben, die gewählten Einstellungen am Mikroskop nach Messbeginn nicht mehr zu verändern, um die Vergleichbarkeit verschiedener Proben in einem Messdurchgang zu gewährleisten.

Eine Strategie, dieses Problem zu lösen, ist die Verwendung von Porositäts-Standards in Form von Kalibrierproben. Wenn ein markierter Bereich auf einer Kalibrierprobe mit dem zu verwendenden Mikroskop aufgenommen wird, kann der Schwellwert zur Ermittlung der Porositäten so gewählt werden, dass die an dieser Stelle bekannte Porosität gemessen wird.

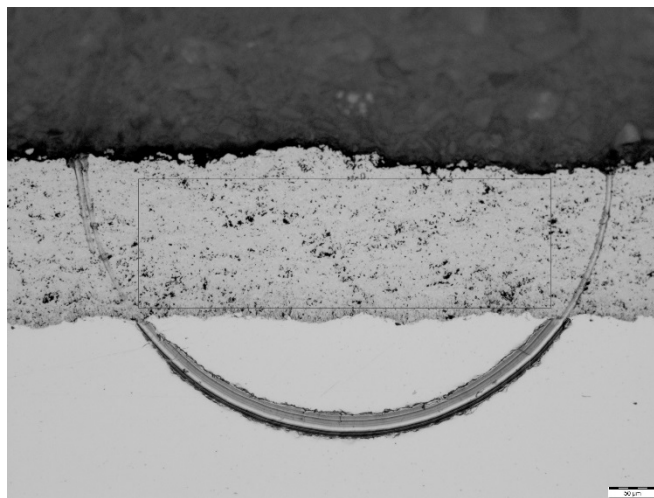


Bild 2: Durch eingeritzten Kreis markierter Messbereich auf WC-Co-Vergleichsprobe im Auflichtmikroskop bei $V = 200x$

Bei diesem Verfahren können sowohl die Messunsicherheiten reduziert werden, die durch unterschiedliche Mikroskope entstehen, als auch die, die durch das subjektive Empfinden des Anwenders verursacht werden.

Ein Vergleich mehrerer Porositätsmessungen bei beiden durchführenden Instituten an den gleichen Proben, die mit der normalen Messmethode gemessen wurden (dunkel blau) und die unter Verwendung einer Vergleichsprobe und kalibriertem Schwellwert gemessen wurden (hell blau) zeigt eine deutlich bessere Übereinstimmung der Messergebnisse beider Institute unter Verwendung der Methode mit Kalibrierproben.

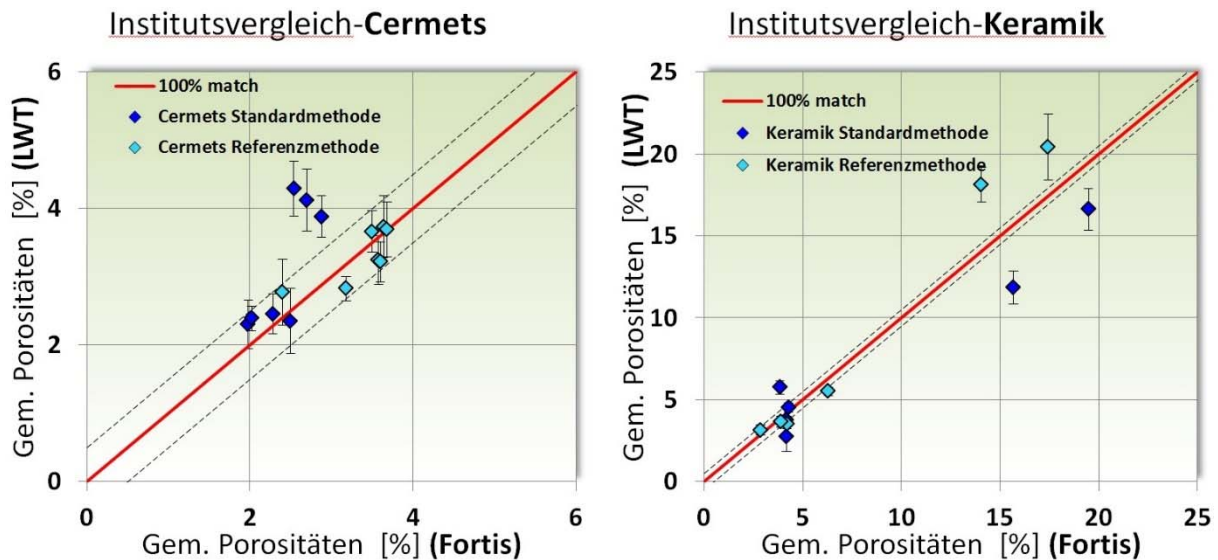


Bild 3: Vergleich der Porositäts-Messergebnisse zweier Institute an jeweils gleichen Cermet- und Keramikproben.

Des Weiteren ist eine Verringerung der Streubreite der durchschnittlichen relativen Messabweichungen und eine Veränderung der Streuung hin zu einer Normalverteilung zu verzeichnen.

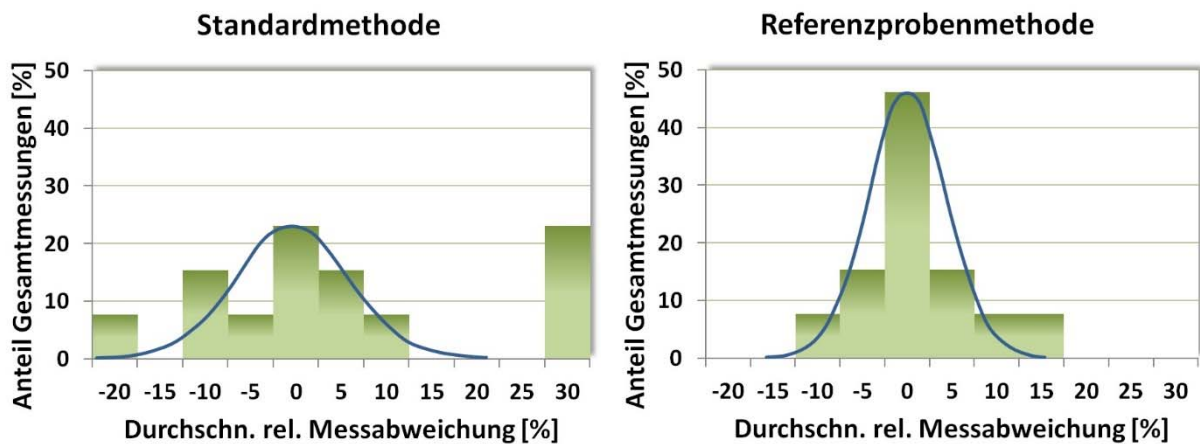


Bild 4: Verteilung der durchschnittlichen relativen Messabweichungen zwischen zwei Instituten für eine WC-Co Messreihe unter Verwendung der üblichen Messmethodik (links) und unter Verwendung der Vergleichsproben-Methode (rechts).

Eine genaue Beschreibung der Messmethode und der zu beachtenden Vorgehensweise wurde zusammen mit Hinweisen zur Qualitätsprüfung der eigenen Mikroskope im Abschlussbericht des AiF-Projektes und in einem Leitfaden veröffentlicht [6].

Härtemessung:

Neben der in der spezifischen Anwendung etablierten Methode der Messung der Eindruckhärte nach Vickers wurde auch das Super-Rockwell-Verfahren eingesetzt. Letzteres leitet sich aus der Rockwellprüfung ab, wobei die Gesamtprüfkräfte gegenüber der Rockwellskala C für das Vermessen von thermisch gespritzten Schichten auf 15 bzw. 30 kp deutlich reduziert sind. Für die Vickersprüfung wurde ein Gerät vom Typ DuraScan 70 und für die Super-Rockwellmessungen ein DuraJet EMDJ10 (beide EMCO-TEST Prüfmaschinen GmbH, Kuchl/Österreich) sowie ein Super-Rockwell-Prüfer vom Typ 3SR (Wilson Instruments, Norwood (MA)/USA) eingesetzt.

Unter Einbeziehung der Experten aus dem Industrievertreterkreis wurden alle denkbaren Einflüsse in den Wirkungsfeldern Mensch, Maschine, Material und Methode erfasst und im Bearbeitungszeitraum deren Wirkungen systematisch überprüft.

Beim Vergleich der beiden Methoden der Messung nach dem Vickers- und dem seltener eingesetzten Super-Rockwell-Verfahren wurden die Abhängigkeit der ermittelten Härte von der Art des Spritzzusatzwerkstoffsystems (Cermet, Oxidkeramik sowie Zink als ein weicher metallischer Werkstoff) untersucht.

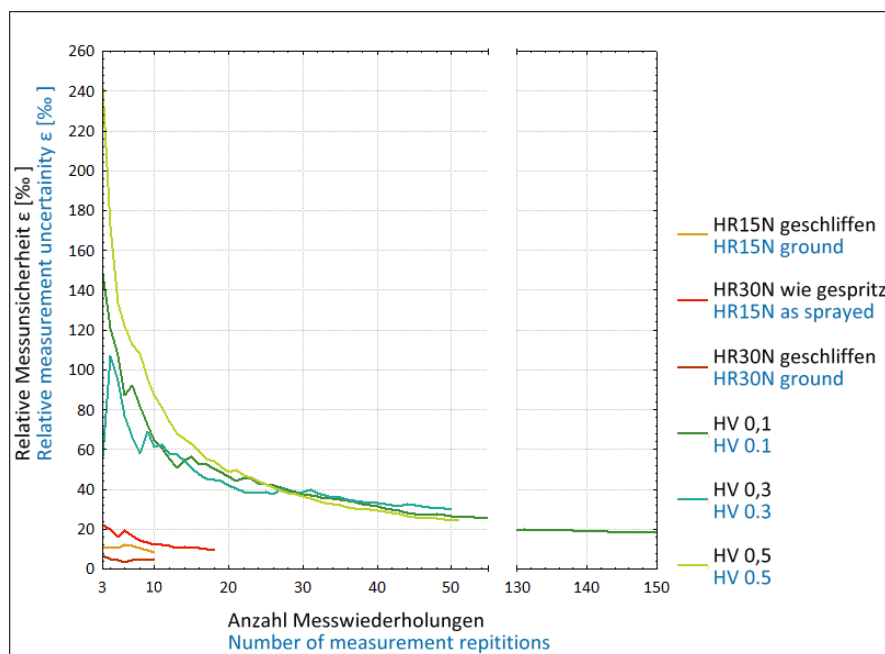


Bild 5: Relative Messunsicherheit (Quotient aus Standardabweichung des Mittelwerts und des Mittelwerts) einer WC-Co-Schicht

Erwartungsgemäß nimmt die mit beiden Verfahren ermittelte Eindruckhärte mit steigender Porosität bei zunehmender Standardabweichung der Messungen ab. Die Korrelation der Eindruckhärte mit der Porosität ist vor allem für die homogenen Chromoxidschichten bei beiden Verfahren fast identisch, im Fall der Al_2O_3 13TiO_2 -Schichten nimmt hingegen die mit der Super-Rockwell-Methode ermittelte Härte mit steigender Porosität stärker ab, als die mittels Vickers erhaltenen Werte. Dieser Effekt ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass bei dem untersuchten Werkstoff neben den Poren auch unaufgeschmolzene Partikel eine Rolle für die Schichtkohäsion spielen können. Zudem ist das Messvolumen im Super-Rockwell-Verfahren verglichen mit der Vickers-Methode bedeutend größer. Deshalb werden die die Kohäsion negativ beeinflussenden Faktoren durch diese Methode besser abgebildet, als bei der kleinräumigen Vermessung im Vickers-Verfahren. Daraus ergibt sich jedoch, dass ein direkter Vergleich der Werte beider Verfahren nicht möglich ist.

Um die Verlässlichkeit der erhaltenen Werte beider Methoden einschätzen zu können, wurde neben der Entwicklung der Standardabweichung, der Mediane und der Mittelwerte der Messungen auch die relative Messunsicherheit ε betrachtet. Diese ist für eine Messreihe mit dem erhaltenen Mittelwert \bar{x} definiert durch

$$\varepsilon = \frac{s_x/\sqrt{n}}{\bar{x}},$$

wobei s_x für die Standardabweichung der Messwerte und n für die Anzahl der Messwiederholungen steht. Der erhaltene Wert ist dimensionslos und kann in Prozent oder Promille ausgedrückt, unabhängig von dem Betrag des gemessenen Kriteriums, Aussagen über die Zuverlässigkeit des erhaltenen Mittelwerts geben.

Der Verlauf des Betrags der relativen Messunsicherheit für eine WC-Co-Schicht (Porosität: 4,6 %) über die Anzahl an Messwiederholungen für unterschiedliche Auflasten beider Prüfverfahren zeigt, dass bei allen untersuchten Schichtsystemen mit dem Vickers-Verfahren nicht die geringen Messunsicherheiten, wie mit dem Super-Rockwell-Verfahren, erhalten werden konnten.

Dafür verantwortlich ist das im Vergleich zum Super-Rockwell-Verfahren geringe Messvolumen der Vickers-Härteprüfung. Lokale Gefügeunterschiede können durch das geringe Messvolumen nicht gemittelt werden und führen stattdessen zu hohen Messstreuungen. Das Aufbringen größerer Prüflasten vergrößert das Messvolumen und könnte den Einfluss kleinräumiger auf den Härtewert wirkender Defekte eliminieren.

Um eine geeignete Auflast aufzufinden, wurden beide oxidkeramische Schichtsysteme sowie WC/Co jeweils einmal relativ dicht und einmal porös gespritzt und alle Schichten mit den Auflasten von 0,1, 0,3, 0,5 sowie die Oxidkeramiken zusätzlich mit 1 kp jeweils mit der Anzahl von 50 Messwiederholungen pro Auflast und Probe vermessen. Das Ziel war es eine Auflast zu finden, die kontinuierlich unimodal verteilte Härtewerte mit geringer Spannweite der Verteilungsfunktion ergibt.

Dabei lassen sich zwei Trends feststellen: Im Fall der Oxidkeramiken nimmt bei geringer Porosität die gemessene mittlere Härte mit steigender Auflast zu, bei erhöhter Porosität nimmt sie ebenso wie generell die Härte der Cermets hingegen ab. Diese Beobachtung ist darauf zurückzuführen, dass im Fall der Oxidkeramiken die plastische Deformation des Werkstoffs, die die Eindruckhärte schließlich bestimmt, durch überkritisches Risswachstum abläuft [8]. Mit steigender Auflast nimmt die Rissausbreitung beginnend von den Kanten des Indentereindrucks in die Schicht zu. Die Ausbreitung der Risse kompensiert zum Teil die durch den Indenter aufgebrachtten Spannungen, so dass bei einem Gefüge hoher Kohäsion tendenziell höhere Härten gemessen werden, wenn die Auflast erhöht wird, weil der Eindruck selbst kleiner ausfällt. Ist die Defektdichte um den Eindruck jedoch hoch, kommt es mit erhöhter Auflast hingegen zu verstärkten Ausbrüchen von Schichtmaterial, der durch die plastische Verformung hervorgerufene Eindruck fällt größer und die Härte damit geringer aus. Bei den Cermets hingegen tritt beim Überschreiten einer kritischen Spannung in Abhängigkeit von der Güte des Gefüges (Porenanteil, Karbidgehalt, Bindung zwischen Karbiden und metallischer Matrix) verstärkt plastisches Fließen der metallischen Matrix unter Stofftrennung von den Karbiden auf, die ermittelte Härte nimmt deshalb mit steigender Auflast ab.

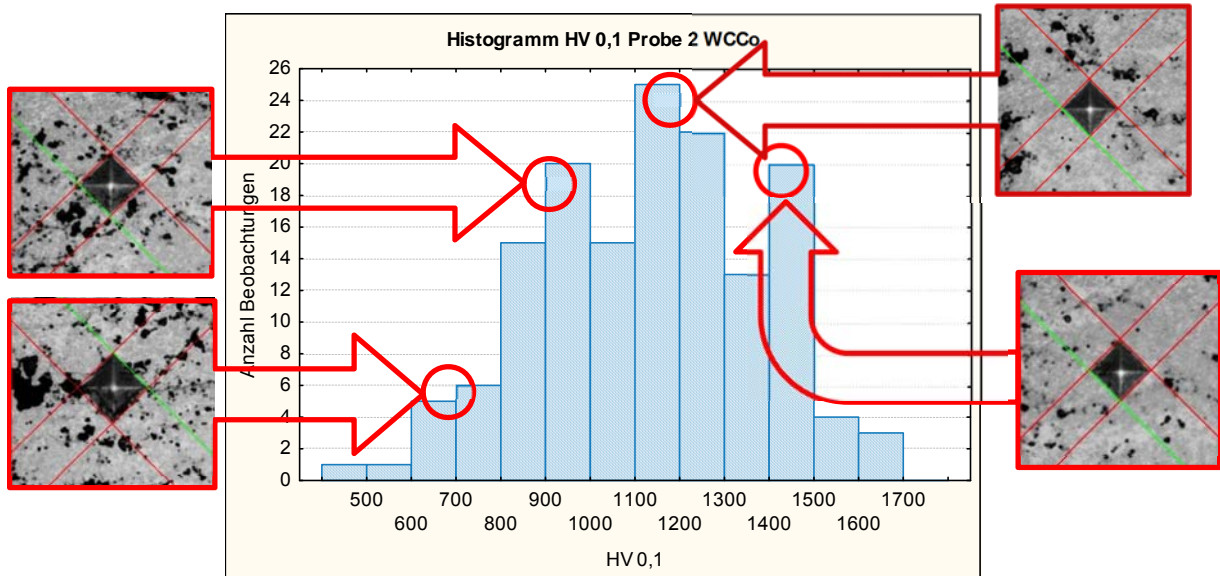


Bild 6: Multimodale Verteilung der Kleinlasthärtewerte HV 0,1 einer WC-Co-Schicht in Abhängigkeit des umgebenden Gefüges sowie des Karbidgehalts (Anzahl Messwiederholungen = 150)

Generell sind die Härten, die mit unterschiedlichen Auflasten gemessen wurden, nicht miteinander vergleichbar. Es kann unabhängig von den genannten Werkstoff- und Gefügeeinflüssen auch keine generell gültige Aussage für eine am besten geeignete Auflast getroffen werden.

Um dennoch ein Vorgehen erarbeiten zu können, mit dem die Vergleichbarkeit von Härtemesswerten überprüft werden kann, wurde die Methode der Bestimmung der erweiterten Messunsicherheit nach GUM ([9], für Erläuterungen zur Anwendung auf die Härtemessung siehe [10]) angewendet. Als Standard werden hier Messungen an einer Härtevergleichsplatte herangezogen, die Messunsicherheit berechnet und nach den einzelnen Feldern Anwender, Gerät und Probe aufgeschlüsselt. Für die Reduktion der Messvariabilität wurde ein Leifaden [7] zur Durchführung der Messung und ein Datenfile zur automatischen Berechnung der erweiterten Messunsicherheit erarbeitet. In Ringversuchen konnte die Wirksamkeit der Methode nachgewiesen werden.

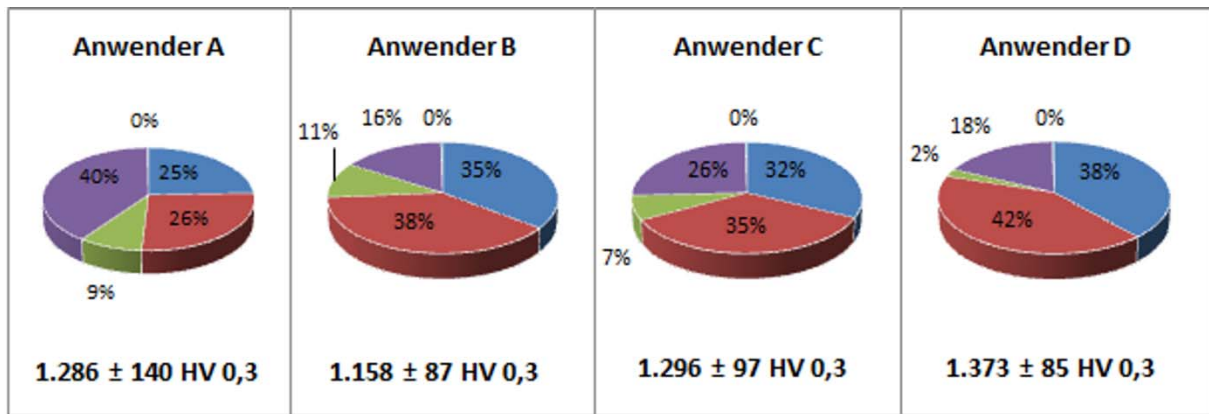


Bild 7: Ergebnisse eines Ringversuchs von vier Durchführenden an einer WC-Co-Schicht

Wichtige Quellen zu diesen Themen und weiterführende Literatur:

- [1] Anleitung zur Schliffherstellung und Beurteilung von thermisch gespritzten Schichten, DVS-Merkblatt, 2007, DVS 2310-1, Best.-Nr. 104096447
- [2] Anleitung zur Schliffherstellung und Beurteilung von thermisch gespritzten Schichten- Gegenüberstellung von fachgerechten und fehlerhaften Schliffpräparationen, DVS-Merkblatt, 2007, DVS 2310-2, Best.-Nr. 104097218
- [3] Anleitung zur Schliffherstellung und Beurteilung von thermisch gespritzten Schichten - Beispiele üblicher Spritzschichten, hergestellt mit unterschiedlichen Spritzverfahren, dargestellt in Querschliffen, DVS-Merkblatt, 2007, DVS 2310-3, Best.-Nr. 104097521
- [4] DIN EN ISO 6507-1:2006-03 Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüf-verfahren (ISO 6507-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6507-1:2005
- [5] DIN EN ISO 6508-1:2006-03 Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Rockwell - Teil 1: Prüfverfahren (Skalen A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T) (ISO 6508-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6508-1:2005
- [6] Qualifikation der Bestimmung der Porosität und der Eindruckhärte an thermisch gespritzten Schichten: Schlussbericht zum AiF-Forschungsvorhaben IGF-Nr. 16.411N ; Laufzeit: 03/2010 – 02/2012, verfügbar in deutscher Sprache bei den durchführenden

Forschungsstellen sowie bei der Technischen Informationsbibliothek Hannover, URL: <http://opac.tib.uni-hannover.de/DB=1/>

- [7] Leitfaden zur Messung der Porosität und der Eindruckhärte an thermisch gespritzten Schichten, zu beziehen bei den durchführenden Forschungsstellen
- [8] J. Rösler, H. Harders und M. Bäker: Mechanisches Verhalten der Werkstoffe, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2006, ISBN: 978-3835102408, URL: <http://www.springerlink.com/content/978-3-8351-0008-4>
- [9] ISO/IEC Guide 98-3:2008: Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement, ISO, Genf 2008, ISBN 92-67-10188-9, URL: http://www.iso.org/iso/iso_catalogue/catalogue_ics/catalogue_detail_ics.htm?csnumber=50461
- [10] T. Polzin und D. Schwenk: Verfahren zur Bestimmung der Messunsicherheit bei der Härteprüfung, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 33 (2002) 4, S. 204-215