

DIN EN 1071-3

ICS 81.060.30

Ersatz für
DIN V ENV 1071-3:1994-06

**Hochleistungskeramik –
Verfahren zur Prüfung keramischer Schichten –
Teil 3: Bestimmung der Haftung und Formen des mechanischen
Versagens mit dem Ritztest;
Deutsche Fassung EN 1071-3:2005**

Advanced technical ceramics –
Methods of test for ceramic coatings –
Part 3: Determination of adhesion and other mechanical failure modes by a scratch test;
German version EN 1071-3:2005

Céramiques techniques avancées –
Méthodes d'essai pour revêtements céramiques –
Partie 3: Détermination de l'adhérence et autres modes de défaillance mécanique par
essai de rayure;
Version allemande EN 1071-3:2005

Gesamtumfang 47 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm wurde von der Arbeitsgruppe „Prüfung von keramischen Beschichtungen“ des CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI (Großbritannien) gehalten wird.

Zu EN 1071-3 gibt es kein Arbeitsgremium im DIN, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde.

Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 1071-3:1994-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vornormcharakter aufgehoben;
- b) Inhalt fachlich und redaktionell umfangreich überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 1071-3: 1994-06

Deutsche Fassung

**Hochleistungskeramik —
Verfahren zur Prüfung keramischer Schichten —
Teil 3: Bestimmung der Haftung und Formen des mechanischen
Versagens mit dem Ritztest**

Advanced technical ceramics —
Methods of test for ceramic coatings —
Part 3: Determination of adhesion and other mechanical
failure modes by a scratch test

Céramiques techniques avancées —
Méthodes d'essai pour revêtements céramiques —
Partie 3: Détermination de l'adhérence et autres modes de
défaillance mécanique par essai de rayure

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 27. Juni 2005 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Prüfeinrichtung und Werkstoffe.....	7
4.1 Ritzprüfgerät.....	7
4.2 Diamantstift	7
5 Vorbereitung des Probekörpers.....	8
5.1 Allgemeine Anforderungen.....	8
5.2 Oberflächenrauheit, Welligkeit und Horizontalausrichtung.....	8
5.3 Reinigung der Probe	9
5.4 Spezifische Parameter des Systems Schicht/Grundwerkstoff	9
6 Durchführung.....	9
6.1 Allgemeines.....	9
6.2 Vorbereitung der Prüfgeräte.....	10
6.3 Umgebungsbedingungen	10
6.4 Ritzvorgang	10
6.5 Bewertung der Ritzspuren und Bestimmung der kritischen Kräfte	11
6.6 Mikroskopische Betrachtung	12
6.7 Akustische Emission (AE) und Aufzeichnung der Reibungskraft (FF).....	12
7 Wiederholpräzision und Grenzwerte	14
8 Prüfbericht.....	15
Anhang A (normativ) Verfahren zur Kalibrierung des Ritzprüfsystems	16
A.1 Einleitung.....	16
A.2 Anwendungsbereich	16
A.3 Kurzbeschreibung	16
A.4 Prüfeinrichtung	16
A.5 Kalibrierverfahren	17
A.6 Aufzeichnung der Ergebnisse	22
Anhang B (informativ) Beim Ritztest ermittelte übliche Formen des Versagens	23
B.1 Einleitung.....	23
B.2 Durchführung.....	23
B.3 Ergebnisse.....	23
B.4 Schlussfolgerungen	23
B.5 Atlas der Versagensformen beim Ritztest	24
Literaturhinweise	45

Vorwort

Dieses Dokument (EN 1071-3:2005) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungs-keramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2006 zurückgezogen werden.

Diese Europäische Norm ersetzt ENV 1071-3:1994.

EN 1071 „Hochleistungskeramik — Verfahren zur Prüfung keramischer Schichten“ besteht aus elf Teilen:

- Teil 1: *Bestimmung der Schichtdicke mit einem Kontaktprofilometer*
- Teil 2: *Bestimmung der Schichtdicke mit dem Kalottenschleifverfahren*
- Teil 3: *Bestimmung der Haftung und Formen des mechanischen Versagens mit dem Ritztest*
- Teil 4: *Bestimmung der chemischen Zusammensetzung durch Elektronenstrahl-Mikrobereichs-Analyse (ESMA)*
- Teil 5: *Bestimmung der Porosität*
- Teil 6: *Bestimmung der Abriebwiderstands von Schichten durch eine Mikroabriebprüfung*
- Teil 7: *Bestimmung der Härte und des Elastizitätsmoduls durch instrumentierte Eindringprüfung*
- Teil 8: *Rockwell-Eindringprüfung zur Bewertung der Haftung*
- Teil 9: *Bestimmung der Bruchdehnung*
- Teil 10: *Bestimmung der Schichtdicke mittels Querschliff*
- Teil 11: *Bestimmung der inneren Spannung nach der Stoney-Gleichung*

Die Teile 7 bis 11 sind Technische Spezifikationen.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Das in diesem Teil von EN 1071 festgelegte Verfahren besteht darin, einen mit einer definierten Kraft beanspruchten Stift über eine beschichtete Fläche zu ziehen. Die auf den Stift wirkende Kraft wird solange erhöht, bis das System Schicht/Grundwerkstoff versagt. Alternativ kann wiederholtes Ritzen bei einer festgelegten Beanspruchung angewendet werden, um ein Versagen der Schicht zu erzeugen. Die auf den Stift einwirkende Normalkraft, bei der eine bestimmte Form des Versagens ausgelöst wird, wird aufgezeichnet und als kritische Kraft L_c für diese Versagensform bezeichnet. Schichtversagen wird durch mikroskopische Untersuchung, Messung der akustischen Emission und/oder der Reibungskraft ermittelt.

Zur Bewertung des mechanischen Verhaltens beschichteter Oberflächen sind Kenntnisse über die Art des Versagens von wesentlicher Bedeutung. Beim Ritztest werden nur wenige Formen des Schichtversagens beobachtet, die in einer Ablösung der Schicht an der Grenzfläche zum Grundwerkstoff bestehen und die damit zur Bestimmung der Haftung verwendet werden können. Andere Arten des Schichtversagens, z. B. Risse und Kohäsionsbrüche innerhalb der Schicht oder des Grundwerkstoffs, können ebenfalls wichtige Einflussfaktoren auf das Verhalten eines beschichteten Teils bei einer bestimmten Anwendung sein.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 1071 legt ein Verfahren fest zur Prüfung von keramischen Beschichtungen durch Ritzen mit einem Diamantstift, auf den eine definierte Kraft wirkt, mit dem Ziel des Erreichens eines Adhäsions- und/oder Kohäsionsversagens des Systems Schicht/Grundwerkstoff. Die Prüfung ist für die Beurteilung von Keramischichtdicken bis zu 20 µm geeignet und kann aber auch für weitere Schichtarten und -dicken eingesetzt werden. Sie ist vorgesehen zur Anwendung auf Proben mit geringer Oberflächenrauheit.

Diese Europäische Norm ist für die Anwendung im Makro-Kraftbereich (1 N bis 100 N) vorgesehen. Die Verfahren sind auch auf weitere Kraftbereiche anwendbar. Wenn jedoch eine quantitative Bestimmung der Normalkräfte, bei denen Schichtversagen auftritt, zu erfolgen hat, ist eine geeignete Kalibrierung von großer Wichtigkeit.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieser Europäischen Norm erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 4287, *Geometrische Produktspezifikationen (GPS) — Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren — Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit (ISO 4287:1997)*

EN ISO 6508-2, *Metallische Werkstoffe — Härteprüfung nach Rockwell (Skalen A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T) — Teil 2: Prüfung und Härteprüfmaschinen (ISO 6508-2:1999)*

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999)*

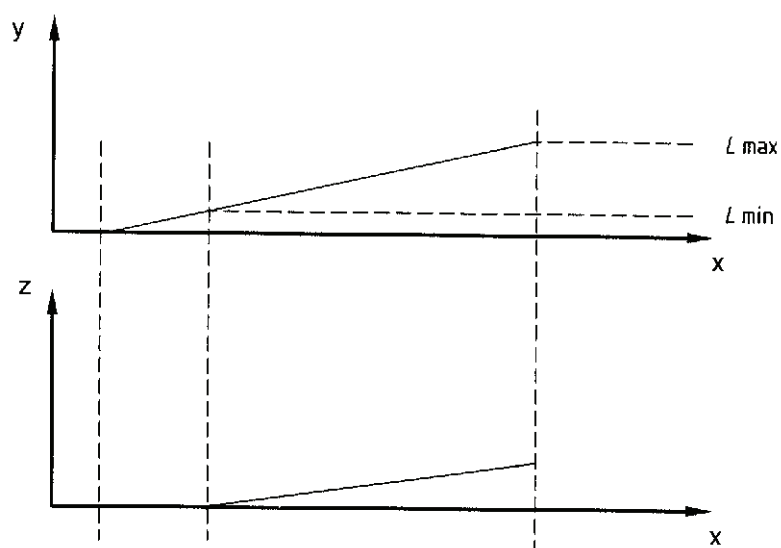
3 Kurzbeschreibung

Der Ritztest dient zur Beurteilung der mechanischen Integrität beschichteter Oberflächen. Das Prüfverfahren besteht in der Erzeugung von Ritzspuren mit einem Stift von festgelegter Form (üblicherweise Diamant mit Rockwell C Geometrie), der über die Oberfläche des zu prüfenden Systems Schicht/Grundwerkstoff gezogen wird, wobei die Kraft entweder konstant gehalten oder gesteigert wird (siehe Bild 1). Das Versagen der Schicht wird durch direktes Betrachten der Ritzspur unter dem Mikroskop und in manchen Fällen durch Messung der akustischen Emission und/oder Reibungskraft ermittelt.

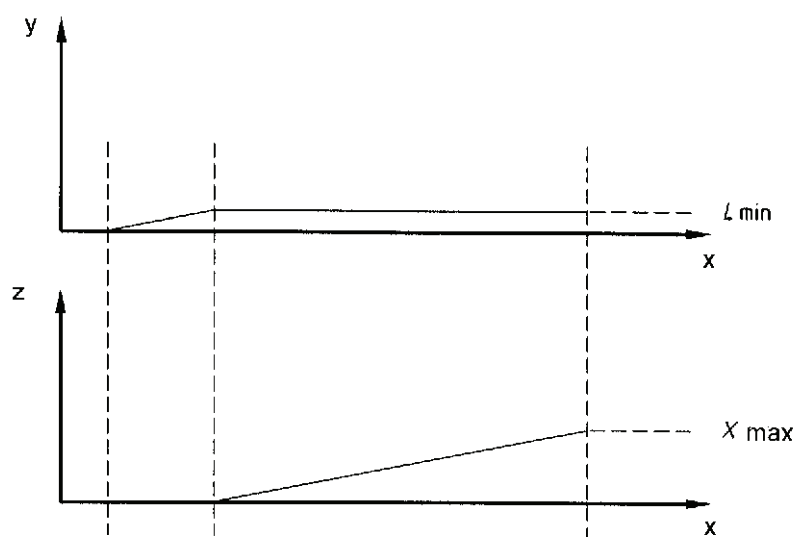
Die treibenden Kräfte für ein Versagen des Systems Schicht/Grundwerkstoff beim Ritztest sind zusammengesetzt aus den elastisch-plastischen Spannungen, die durch das Eindringen des Diamantstifts hervorgerufen werden, Reibungsspannungen und den in der Schicht vorhandenen Eigenspannungen. Die Normalkraft, bei der das System versagt, wird als kritische Kraft L_c bezeichnet.

ANMERKUNG 1 Bei einem Ritztest kann bei zunehmenden Werten für die kritische Kraft eine Anzahl von nacheinander auftretenden Formen von Schichtversagen beobachtet werden. Ein Riss durch die gesamte Dicke der Schicht (Schichtdurchbruch) tritt im Allgemeinen bei geringeren Kräften auf, während zur Ablösung der Schicht höhere Kräfte erforderlich sind. Daher ist es üblich, den Beginn des Schichtdurchbruchs durch die kritische Normalkraft L_{c1} zu kennzeichnen, während dem Beginn der Schichtablösung die kritische Normalkraft L_{c2} zugeordnet wird. Im Allgemeinen werden zur Untersuchung des mechanischen Verhaltens der beschichteten Oberfläche mehrere Versagensformen beobachtet und ausgewertet, wobei die Auslösung des n -ten Versagens durch die kritische Normalkraft L_{cn} gekennzeichnet ist (siehe Anhang B).

ANMERKUNG 2 Die kritischen Kräfte, bei denen ein Schichtversagen auftritt, hängen nicht nur von der Haftfestigkeit der Schicht ab, sondern auch von weiteren Parametern, wie Beanspruchungsrate, Vorschubgeschwindigkeit, Verschleiß der Diamantspitze des Prüfstiftes sowie Rauheit von Grundwerkstoff und Schicht, von denen einige in direkter Beziehung zum Prüfverfahren und andere zum System Schicht/Grundwerkstoff stehen.



(a)



(b)

Legende

- X Zeit
- Y Normalkraft
- Z Abstand zwischen Prüfstift und Traverse

Bild 1 — Skizzen mit Darstellungen der Normalkraft und der Vorschubbewegung in Abhängigkeit von der Zeit beim Prüfverfahren mit zunehmender Kraft (a) und mit konstanter Kraft (b)

4 Prüfeinrichtung und Werkstoffe

4.1 Ritzprüfgerät

Ein Ritzprüfgerät ist eine Vorrichtung, in der der Stift starr gehalten wird und mit der sowohl die Normalkraft als auch die treibende Kraft zum Erzeugen von Ritzspuren aufgebracht werden kann. Die schematische Darstellung eines üblichen Aufbaus ist in Bild 2 gegeben.

ANMERKUNG 1 Im Allgemeinen werden zur Aufbringung der Normalkraft federgesteuerte Systeme eingesetzt, bei denen die Verformung einer Feder genutzt wird, um das ausgewählte Beanspruchungsprogramm zu realisieren. Magnetisch gesteuerte Krafteinleitungssysteme sind ebenfalls anwendbar.

Falls erforderlich, kann das Ritzprüfgerät Messwertaufnehmer für die akustische Emission (AE) und/oder die Reibungskraft (FF) enthalten.

ANMERKUNG 2 Obwohl diese Verfahren bei der automatischen On-line-Qualitätslenkung beschichteter Teile von Vorteil sind, können sie jedoch weder zwischen Kohäsions- und Adhäsionsversagen unterscheiden noch in allen Fällen das erste Auftreten eines Versagens erkennen. Folglich können AE- und FF-Signale nicht als zuverlässige Mittel zur Bestimmung der kritischen Kräfte beim Ritztest angewendet werden. Es ist am zweckmäßigsten, diese Verfahren bei der Qualitätslenkung beschichteter Teile lediglich zu Warnzwecken einzusetzen, und zwar erst nach einer großen Anzahl von Versuchen am gleichen Schichttyp zur Ermittlung der Korrelationsstatistik für eine bestimmte Versagensart. Die Betrachtung der Ritzspuren mit dem Mikroskop ist das einzige zuverlässige Verfahren, um einem Schichtversagen eine gemessene kritische Normalkraft zuzuordnen.

Um den Anforderungen dieser Europäischen Norm gerecht zu werden, müssen Ritzprüfgeräte den Kalibrieranforderungen nach Anhang A entsprechen.

4.2 Diamantstift

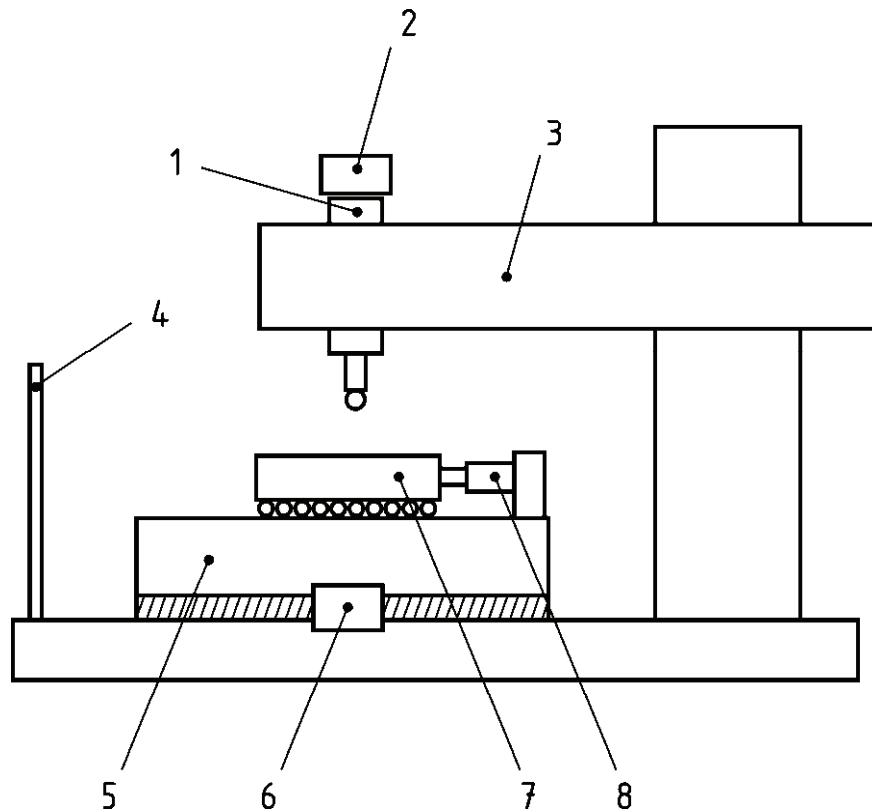
Der Diamantstift besteht aus einem starr befestigten Diamanten, der üblicherweise eine Rockwell-C-Geometrie nach EN ISO 6508-2 hat.

Der Stift muss regelmäßig auf Verunreinigungen und Veränderungen seiner geometrischen Form untersucht werden. Wenn bei einer 200fachen oder geringeren Vergrößerung Schäden festgestellt werden, muss der Stift ausgewechselt werden (siehe [1]) und, wenn entweder Schäden oder Verunreinigungen festgestellt werden, müssen alle seit der letzten Untersuchung ermittelten Prüfergebnisse verworfen werden. Falls bei der Prüfung mit konstanter Kraft eine Zunahme der Reibkraft beobachtet wird, sollte angenommen werden, dass eine Verunreinigung des Prüfstiftes vorliegt.

ANMERKUNG 1 Ungenauigkeiten der Form an der Spitze des Rockwell-C-Diamantstiftes sowie Herstellungsfehler sind die Hauptursache für Versagensformen beim Ritztest. Die Anwendung eines fehlerhaften Prüfstiftes kann zu unterschiedlichen Werten für die kritische Kraft führen, wenn der Prüfstift in seiner Halterung gedreht wird. Um einen Verschleiß der Spitze nachzuweisen, ist die Überprüfung der Form des Prüfstiftes unerlässlich, sowohl beim Einsatz eines neuen Prüfstiftes als auch während des Gebrauchs. Verschleiß tritt im Allgemeinen in Form von Ringrissen oder Verschleißkratern auf und ist unter einem Auflichtmikroskop (Vergrößerung $> 100 : 1$) gut nachzuweisen.

ANMERKUNG 2 Zur Verifizierung steht ein zertifiziertes Referenzmaterial, BCR-692¹⁾, zur Verfügung, das drei wiederholbare Formen von Schichtversagen bei bekannten kritischen Kraftintervallen darstellt. Das kann ein guter Hinweis auf die Gesamtleistung, einschließlich Stiftzustand und Kalibrierung, sein.

1) European Commission – Directorate-General Joint Research Centre, Institute for Reference Materials and Measurement (IRMM), Retieseweg 111, B-2440 Geel, Belgien.



Legende

- 1 Schaft des Stiftes
- 2 Messwertaufnehmer für Normalkraft
- 3 Oberer Träger
- 4 Basisreferenz
- 5 XY-Tisch zum Verschieben
- 6 Antriebsvorrichtung für XY-Tisch
- 7 Probentisch mit geringe Reibung
- 8 Messwertaufnehmer für Horizontalkraft

Bild 2 — Schematische Darstellung eines üblichen Ritzprüfgerätes

5 Vorbereitung des Probekörpers

5.1 Allgemeine Anforderungen

Es muss eine repräsentative Probe des zu prüfenden Erzeugnisses verwendet werden.

Grundwerkstoff, Grenzfläche und Schicht müssen über die gesamte Ritzlänge (Prüfbereich) eine möglichst große Homogenität hinsichtlich ihrer Zusammensetzung, ihrer Mikrostruktur, der Dichte, der Eigenspannungen und Dicke aufweisen.

5.2 Oberflächenrauheit, Welligkeit und Horizontalausrichtung

Die Oberfläche der Probe muss eine gleichmäßige statistische Rauheit aufweisen. Der Rauheitswert R_a nach EN ISO 4287 darf 0,5 µm nicht überschreiten.

ANMERKUNG 1 Bei Geräten mit federgesteuerter Krafteinleitung (übliche Federkonstante: $0,02 \text{ N}/\mu\text{m}$) hängt die Normalkraft von der Rauheit und Welligkeit der Oberfläche ab. Ein Rauheitswert R_a von $0,5 \mu\text{m}$ kann zu Kraftschwankungen von $0,1 \text{ N}$ führen. Bei Messungen mit Kräften kleiner 1 N (1 % des üblichen Kraftbereiches) muss die Welligkeit und/oder die Abweichung von der Horizontalausrichtung kleiner $50 \mu\text{m}$ sein.

ANMERKUNG 2 Die kritische Kraft nimmt im Allgemeinen ab, wenn die Oberflächenrauheit zunimmt. Dies erfolgt sowohl durch Spannungskonzentration an den Rauheitsspitzen als auch aufgrund des bei der Reinigung rauer Grundwerkstoffe meist nur erreichbaren geringen Reinigungszustandes.

Die Prüfoberfläche muss unter Berücksichtigung der Vorschubrichtung des Prüfstiftes/der Probe ausgerichtet werden, siehe Anhang A. In der Praxis werden zu diesem Zweck Flachproben auf einem Probenhalter angeordnet. Für zylindrische Proben sind spezielle Justiereinrichtungen erforderlich.

ANMERKUNG 3 Die Einrichtung zur Horizontalausrichtung der Probe sollte steif sein, damit eine Veränderung der Beanspruchungsrate durch Nachgiebigkeit des Probenträgers auszuschließen ist. Es hat sich gezeigt, dass die Beanspruchungsrate in Abhängigkeit von der Verdrehung der Feder und der Nachgiebigkeit der Probe beträchtlich schwanken kann. Idealerweise sollten Justiereinrichtungen mit einer in-situ-Überprüfung der Krafteinleitung angewendet werden.

5.3 Reinigung der Probe

Die Probenoberfläche muss vor der Prüfung durch Reinigung von Fremdstoffen, z. B. Öl, Fett und Feuchtigkeit, befreit werden.

ANMERKUNG Wenn keine ungewöhnlichen Verunreinigungen vorliegen, ist das folgende Reinigungsverfahren ausreichend: Die Probe ist 5 min in ein Ultraschallbad mit analysenreinem Petrolether einzubringen. Vor der Prüfung muss die Probe Raumtemperatur erreichen. Falls sich beim Trocknen Flecken bilden, ist die Probe mit einem weichen, in Petrolether getränktem Tuch abzuwischen. Vor der Prüfung ist eine Ausgleichszeit von mindestens 3 min einzuhalten.

Während der Prüfung ist darauf zu achten, dass keine Fingerabdrücke auf die Probenoberfläche und die Stiftspitze gelangen.

5.4 Spezifische Parameter des Systems Schicht/Grundwerkstoff

Zu den spezifischen Parametern des Systems Schicht/Grundwerkstoff gehören:

- a) Härte und Oberflächenrauheit des Grundwerkstoffs;
- b) Härte und Oberflächenrauheit der Schicht;
- c) Schichtdicke;
- d) Koeffizient der Reibung zwischen Schicht und Prüfstift;
- e) Eigenspannung der Schicht.

Bei direkten Vergleichsmessungen zwischen zwei oder mehreren Proben derselben Kombination Schicht/Grundwerkstoff sind alle oben angegebenen Parameter konstant zu halten.

6 Durchführung

6.1 Allgemeines

Derzeit werden, je nach verfügbarer Prüfeinrichtung und gewünschten Informationen, drei Arten des Ritztestes angewendet. Beim Ritztest mit zunehmender Kraft (en: progressive loading scratch test, PLST) steigt die auf den Prüfstift aufgebrachte Kraft linear an, während sich der Stift bei gleich bleibender Geschwindigkeit über die Prüfoberfläche bewegt. Beim Ritztest mit konstanter Kraft (en: constant load scratch test, CLST) werden auf unterschiedlichen Bereichen der Probenoberfläche Ritzspuren mit jeweils konstanter Kraft erzeugt, wobei jedoch zwischen aufeinander folgenden Ritztests eine stufenweise Erhöhung der Kraft erfolgt, bis ein Schichtversagen auftritt. Beim Ritztest mit mehreren Durchläufen (en: multi-pass scratch test, MPST) wird die Probe innerhalb derselben Ritzspur unter einer konstanten Kraft, die kleiner als die kritische Kraft ist, mehrere Male geritzt.

ANMERKUNG 1 Das PLST-Prüfverfahren dient im Allgemeinen als eine Bewertung erster Ordnung für die kritischen Kräfte, die dem größten Schichtversagen zuzuordnen sind, während durch Anwendung des CLST-Prüfverfahrens eine statistische Analyse der Schädigung der Schichten möglich ist. Beim MPST-Prüfverfahren wird die beschichtete Oberfläche einer niederfrequenten Ermüdungsbeanspruchung ausgesetzt, die als besser geeignet betrachtet wird, die tatsächlichen Betriebsbedingungen der Mehrzahl der beschichteten Teile zu veranschaulichen.

ANMERKUNG 2 In den meisten Fällen ist beim CLST-Prüfverfahren eine exaktere Unterscheidung zwischen besseren oder schlechteren Haftungseigenschaften als beim genormten PLST-Verfahren möglich. Mit der Ritzprüfeinrichtung, die dem gegenwärtigen Stand der Technik entspricht, ist die CLST-Prüfung jedoch sehr zeit- und kraftaufwändig. Es hat sich herausgestellt, dass für spröde Schichten mit Hilfe der MPST-Prüfung eine bessere Beurteilung der Haftungseigenschaften möglich ist. Gegenwärtig ist jedoch der erforderliche Aufwand noch höher als beim CLST-Prüfverfahren (siehe [2]).

ANMERKUNG 3 Es gibt einen Trend zur Erweiterung und Automatisierung der verschiedenen Ritztest-Verfahrensschritte, um die Anwendung modernerer Prüfabläufe zu erleichtern (siehe [3]).

6.2 Vorbereitung der Prüfgeräte

Vor Beginn der Prüfung müssen folgende Maßnahmen ergriffen werden:

- 1) es ist sicherzustellen, dass das Ritzprüfgerät nach Anhang A kalibriert ist;
- 2) der Diamantstift darf keine Oberflächenverunreinigungen aufweisen (Öl, Fett, Stoffe, die bei der vorherigen Prüfung aufgenommen wurden).

ANMERKUNG Erforderlichenfalls kann der Stift mit einem weichen, in Petrolether getränktem Tuch abgewischt werden. Wenn unter dem Mikroskop (empfohlene Vergrößerung: 200fach) weiterhin anhaftende Verunreinigungen erkennbar sind, kann SiC-Papier 1200 und 2400 sowie anschließend ein weiches, in Petrolether getränktes Tuch zum Abwischen verwendet werden. Eine Ultraschallreinigung des Stiftes sollte nicht erfolgen, da auf diese Weise Schäden durch Hohlraumbildung auftreten können.

Nach der Reinigung muss der Stift Raumtemperatur erreichen, bevor mit der Prüfung begonnen wird.

6.3 Umgebungsbedingungen

Der Ritztest erfordert eine Wechselwirkung durch Reibung zwischen Stift und Probenoberfläche, wobei die Reibungseigenschaften durch die Umgebungsbedingungen beeinflusst werden können. Temperatur und relative Luftfeuchte der Prüfumgebung müssen daher bekannt und nach Möglichkeit zu regeln sein, damit die Wiederholpräzision sichergestellt ist.

ANMERKUNG Als Umgebungsbedingungen werden empfohlen:

- Temperatur: $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$;
- relative Luftfeuchte: $50\% \pm 10\%$.

6.4 Ritzvorgang

6.4.1 Allgemeines

Es sind die Prüfbedingungen zu wählen, die die gewünschten Informationen liefern.

ANMERKUNG Möglicherweise ist es erforderlich, die Prüfbedingungen zu variieren, je nach Art der Schicht, der Kombination aus Schicht und Grundwerkstoff und der jeweiligen interessierenden Versagensform.

6.4.2 Ritztest mit zunehmender Kraft

Die Probe ist in der Probenhalterung zu befestigen und der Stift mit der Probenoberfläche in Kontakt zu bringen. Der Stift ist bis zur erforderlichen Anfangskraft zu beanspruchen. Die Beanspruchungsrate und die Vorschubgeschwindigkeit des Probentisches sind auszuwählen. Die empfohlenen Werte sind 100 N/min bzw. 10 mm/min. Auf der Probe ist eine Ritzspur anzubringen, und die kritischen Kräfte des Schichtversagens der gewählten Formen sind, wie in 6.5 beschrieben, zu bestimmen.

ANMERKUNG 1 Orientierende Ritzspuren sollten genutzt werden, um eine Mindest-Anfangskraft, bei der ein unter dem Mikroskop sichtbarer Eindruck erreicht wird (siehe 6.6), sowie die entsprechende höchste kritische Kraft festzulegen. Die für die nachfolgenden Ritzspuren angewendete Höchstkraft kann somit begrenzt werden, um einen unnötigen Verschleiß des Prüfstiftes zu verhindern.

ANMERKUNG 2 Falls die kritische Kraft, abhängig von der zu untersuchenden Form des Schichtversagens, kleiner als 10 N ist, werden eine Beanspruchungsrate von 10 N/min und eine Vorschubgeschwindigkeit des Prüfstiftes von 10 mm/min empfohlen.

6.4.3 Ritztest mit konstanter Kraft

Die Probe ist in der Probenhalterung zu befestigen und die Diamantspitze mit der beschichteten Oberfläche in Kontakt zu bringen. Wenn das Gerät in der Lage ist, nach dem PLST-Verfahren zu arbeiten, ist mit dem in 6.4.2 beschriebenen Verfahren eine Ritzspur auf der Oberfläche anzubringen, um den entsprechenden Beanspruchungsbereich zu bestimmen. Die Probe ist so zu bewegen, dass ein neuer, unberührter Bereich geprüft werden kann. Beginnend mit einem Fünftel der im PLST-Verfahren ermittelten kritischen Kraft sind unter zunehmender Beanspruchung mit einer Vorschubgeschwindigkeit des Prüfstiftes von 10 mm/min Ritzspuren anzubringen, die eine Länge von jeweils 10 mm aufweisen.

ANMERKUNG Im Anschluss an die Beurteilung der erzeugten Ritze kann zur exakteren Untersuchung der betroffenen Bereiche eine neue Reihe von Ritzspuren angebracht werden, wobei geringere Stufen der Kraftzunahme angewendet werden.

6.4.4 Ritztest mit mehreren Durchläufen

Die Probe ist in der Probenhalterung zu befestigen und die Diamantspitze mit der beschichteten Oberfläche in Kontakt zu bringen. Nach dem PLST-Verfahren ist eine Ritzspur auf der Oberfläche anzubringen, um näherungsweise die Kraft zu bestimmen, bei der die interessierende Versagensform auftritt. Bei 50 % der im PLST-Verfahren ermittelten Kraft, einer Vorschubgeschwindigkeit des Prüfstiftes von 10 mm/min und einer Ritzspurlänge von mindestens 3 mm ist die Probe so lange dem MPST-Verfahren zu unterziehen, bis ein Schichtversagen auftritt.

ANMERKUNG In Abhängigkeit vom mechanischen Verhalten der untersuchten Probe kann eine Anpassung der Normalkraft erforderlich sein, um entweder durch Verringerung der Kraft eine bessere Trennschärfe zu erzielen oder durch Anwendung höherer Kräfte Ergebnisse in einem annehmbaren Zeitmaßstab zu erhalten.

6.5 Bewertung der Ritzspuren und Bestimmung der kritischen Kräfte

Für die Bewertung von Ritzspuren und die Bestimmung der kritischen Kräfte stehen mehrere unterschiedliche Verfahren zur Verfügung, von denen jedoch nur die Betrachtung der Ritzspur unter dem Mikroskop verlässlich zwischen verschiedenen Versagensformen unterscheiden kann und bestimmten Versagensformen L_c -Werte zuordnen kann.

ANMERKUNG Anhang B enthält einen Atlas mit beim Ritztest auftretenden Versagensformen, um die Anwender dieses Prüfverfahrens bei der Erstellung eines genormten Berichtes über die Ergebnisse des Ritztestes zu unterstützen. Dabei sind die Versagensformen nach plastischer Verformung, Rissbildung (L_{c1}), Abplatzungen (wenn Abplatzen auftritt, platzt die Schicht vorwiegend an den Ecken ab) (L_{c2}) und Durchdringen der Schicht bis zum Grundwerkstoff in der Mitte der Spur (L_{c3}) eingeteilt.

6.6 Mikroskopische Betrachtung

Die erzeugten Ritzspuren sind unter einem Auflichtmikroskop zu betrachten. Wenn der zu prüfende Bereich von losen anhaftenden Teilchen verdeckt ist, müssen diese entfernt werden. Die interessierende Versagensform ist auszuwählen und eine Skizze oder ein Mikrobild anzufertigen, die/das dem Prüfbericht beizulegen ist.

ANMERKUNG 1 Als Alternative darf auf ein repräsentatives Bild im Anhang B verwiesen werden.

Bei nach dem PLST-Verfahren erzeugten Ritzspuren ist die kritische Kraft für die gewählte Form des Schichtversagens zu ermitteln, indem der Abstand entlang der Achse der Ritzspur vom Beginn (Hinterkante) der Spur bis zur senkrecht zur Achse verlängerten Versagensstelle gemessen (siehe Bild 3) und das Ergebnis mit der Beanspruchungsrate in N/mm multipliziert wird, die aus der Beanspruchungs-Zeitraite und der Proben-Vorschubgeschwindigkeit bestimmt wird.

ANMERKUNG 2 Beim Entfernen von lose anhaftenden Teilchen sollte sorgfältig darauf geachtet werden, dass keine weiteren Schäden verursacht werden; das kann z. B. durch Verwenden von trockener Luft oder einem sauberen, weichen Pinsel erreicht werden.

ANMERKUNG 3 Es ist üblich, isolierte Versagensformen zu ignorieren; Werte der kritischen Kraft sind im Allgemeinen auf die Normalkraft, die beim ersten Auftreten von Versagensanhäufungen auf den Stift einwirkt, bezogen (siehe Bild 3).

ANMERKUNG 4 Die für die mikroskopische Betrachtung empfohlene Vergrößerung liegt zwischen 100 : 1 und 500 : 1.

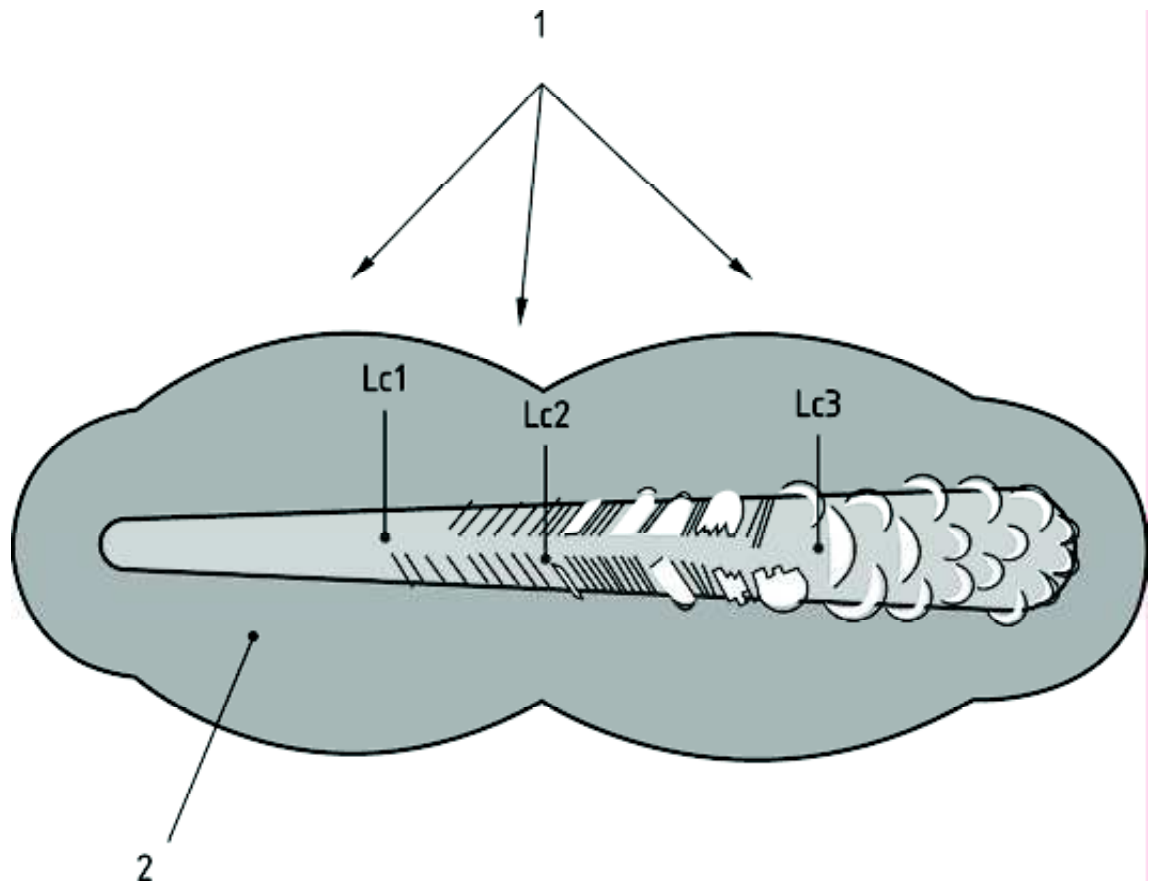
ANMERKUNG 5 Modernere Betrachtungsverfahren, z. B. die Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit energiedispersiver Analyse (EDX), REM im Rückstreumodus, Profiltastschnittverfahren oder die Raster-Ultraschallmikroskopie können für exaktere Beurteilungen von Schichtversagen eingesetzt werden. Mit Hilfe der Raster-Ultraschallmikroskopie und der Profil-Tastschnittverfahren ist der Nachweis von Schichttrennungen unterhalb der Schichtoberfläche (Blasenbildung) möglich.

6.7 Akustische Emission (AE) und Aufzeichnung der Reibungskraft (FF)

Wenn während des Ritzprüfverfahrens unter dem Prüfstift ein Schichtversagen auftritt, können in-situ überwachte AE- und FF-Signale stark verändert werden (siehe Bild 4). Wenn eine derartige Überwachung durchgeführt wird, sind die Normalkräfte aufzuzeichnen, bei denen Veränderungen auftreten, damit diese zum Schichtversagen, das bei der mikroskopischen Untersuchung der Risse beobachtet wird, in Bezug gesetzt werden können.

ANMERKUNG 1 Die akustische Emission wird durch elastische Wellen erzeugt, die aus der Energiefreisetzung bei der Bildung und Ausbreitung von Rissen entstehen, kann aber auch von Reibungsphänomenen und gerätebedingten Störgrößen (z. B. von der Reibfläche) herrühren. Der Prüfer kann einen Schwellenwert für die Empfindlichkeit festlegen, um die AE-Aufzeichnung dem vereinbarten Versagenskriterium anzupassen. Es sollten ein Resonanz-Messwertaufnehmer für die akustische Emission und ein 30-kHz-Hochpassfilter eingesetzt werden (ohne Energieintegration), um eine Unempfindlichkeit gegenüber mechanischen Schwingungsfrequenzen der Geräte (im Allgemeinen von 0 kHz bis etwa 30 kHz) zu erreichen.

ANMERKUNG 2 Es ist wünschenswert, die Verschiebung der Probe in-situ zu messen, um eine direkte Korrelation zwischen der Normalkraft, der Verschiebung und weiteren Messsignalen zu ermöglichen.



Legende

- 1 Kritische Kräfte, die den Beginn einer Anhäufung von Versagensereignissen anzeigen
- 2 Isoliertes Versagensereignis

Bild 3 — Schematische Darstellung isolierter und gehäufter Versagensereignisse