

DIN EN ISO 20502

ICS 81.060.30

Ersatz für
DIN EN 1071-3:2005-10

**Hochleistungskeramik –
Bestimmung der Haftung von keramischen Schichten mit dem Ritztest
(ISO 20502:2005 einschließlich Cor 1:2009);
Deutsche Fassung EN ISO 20502:2016**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Determination of adhesion of ceramic coatings by scratch testing (ISO 20502:2005 including
Cor 1:2009);
German version EN ISO 20502:2016

Céramiques techniques –
Détermination de l'adhérence des revêtements céramiques par essai de rayure
(ISO 20502:2005, y compris Cor 1:2009);
Version allemande EN ISO 20502:2016

Gesamtumfang 38 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 20502:2005 einschließlich Cor 1:2009 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 20502:2016 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Zuständig für die DIN EN 20502 ist der NA 062 BR „Beirat des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP)“, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 4288	siehe DIN EN ISO 4288
ISO 6508-2	siehe DIN EN ISO 6508-2
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1071-3:2005-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) mehrere Anmerkungen sind in den normativen Textteil übernommen worden, z. B. Anmerkung 3 in 5.3 „Reinigung der Probe“;
- b) Übernahme der ISO 20502:2005 einschließlich des Corrigendums 1:2009.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 1071-3: 1994-06
DIN EN 1071-3: 2005-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4288, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) — Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren — Regeln und Verfahren für die Beurteilung der Oberflächenbeschaffenheit*

DIN EN ISO 6508-2, *Metallische Werkstoffe — Härteprüfung nach Rockwell — Teil 2: Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen und Eindringkörper*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Deutsche Fassung

Hochleistungskeramik —
Bestimmung der Haftung von keramischen
Schichten mit dem Ritztest
(ISO 20502:2005 einschließlich Cor 1:2009)

Fine ceramics (advanced ceramics,
advanced technical ceramics) —
Determination of adhesion of ceramic coatings
by scratch testing
(ISO 20502:2005 including Cor 1:2009)

Céramiques techniques —
Détermination de l'adhérence des revêtements
céramiques par essai de rayure
(ISO 20502:2005, y compris Cor 1:2009)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. März 2016 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 des CEN-CENELEC 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung.....	5
4 Prüfeinrichtung und Materialien	6
4.1 Ritzprüfgerät	6
4.2 Diamantstift.....	6
5 Probenvorbereitung.....	7
5.1 Allgemeine Anforderungen.....	7
5.2 Oberflächenrauheit, Welligkeit und horizontale Ausrichtung.....	7
5.3 Reinigung der Probe.....	7
5.4 Für eine Prüfung relevante Parameter des Systems Beschichtung/Grundwerkstoff.....	8
6 Durchführung der Prüfung	8
6.1 Allgemeines.....	8
6.2 Vorbereitung der Prüfgeräte.....	8
6.3 Umgebungsbedingungen	9
6.4 Ritzvorgang	9
6.5 Bewertung der Ritzspuren und Bestimmung der kritischen Normalkraft	10
7 Wiederholpräzision und Grenzen.....	11
8 Prüfbericht	11
Anhang A (normativ) Verfahren zur Kalibrierung des Ritzprüfsystems	16
A.1 Einleitung.....	16
A.2 Anwendungsbereich.....	16
A.3 Kurzbeschreibung.....	16
A.4 Prüfeinrichtung	17
A.5 Kalibrierverfahren	18
A.6 Aufzeichnung der Ergebnisse.....	23
Anhang B (informativ) Übliche bei der Ritzprüfung auftretende Versagensarten	24
B.1 Einleitung.....	24
B.2 Durchführung.....	24
B.3 Ergebnisse	24
B.4 Schlussfolgerungen.....	25
B.5 Atlas der bei der Ritzprüfung auftretenden Versagensarten	25
Literaturhinweise	36

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 20502:2005 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 20502:2016 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2016 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 1071-3:2005.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 20502:2005 wurde vom CEN als EN ISO 20502:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Föderation von Nationalen Normungsorganisationen (ISO Mitglieder). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Erarbeitung teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe von Technischen Komitees ist es Internationale Normen zu erarbeiten. Internationale Norm-Entwürfe, die von Technischen Komitees verabschiedet wurden, werden den Mitgliedsorganisationen zur Abstimmung zur Verfügung gestellt. Für die Veröffentlichung als Internationale Norm werden mindestens 75 % Zustimmung der abstimmenden Mitgliedsorganisationen benötigt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 20502 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206, *Fine ceramics*, erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Prüfung keramischer Beschichtungen durch Ritzen mit einem Diamantstift. Bei einer Prüfung wird auf den Stift entweder eine konstante oder zunehmende Kraft senkrecht zur prüfende Oberfläche aufgebracht, um Adhäsions- und/oder Kohäsionsversagen des Systems Schicht/Grundwerkstoff zu begünstigen. Das Prüfverfahren ist für die Bewertung keramischer Schichten mit Dicken bis zu 20 µm geeignet und könnte auch für die Bewertung weiterer Schichtarten und -dicken geeignet sein.

Die Internationale Norm ist für die Anwendung im Makrokraftbereich (1 N bis 100 N) vorgesehen. Die Verfahren dürfen außerdem auf weitere Kraftbereiche angewendet werden. Wenn jedoch die Normalkräfte, bei denen Schichtversagen auftritt, quantitativ bestimmt werden, ist eine geeignete Kalibrierung unerlässlich.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments 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).

ISO 4288, *Geometric Product Specifications (GPS) — Surface texture: Profile method — Rules and procedures for the assessment of surface texture*

ISO 6508-2, *Metallic materials — Rockwell hardness test — Part 2: Verification and calibration of testing machines (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Kurzbeschreibung

Die Ritzprüfung dient zur Beurteilung der mechanischen Unversehrtheit beschichteter Oberflächen. Das Prüfverfahren besteht aus der Erzeugung von Ritzspuren mit einem Stift festgelegter Form (üblicherweise Diamant mit einer Rockwell-C-Geometrie) Ritzspuren erzeugt, indem der Stift mit konstanter oder zunehmender Normalkraft über die Oberfläche des zu prüfenden Systems Beschichtung/Grundwerkstoff gezogen wird (siehe Bild 1). Versagensereignisse werden mittels mikroskopischer Untersuchung der Ritzspur direkt und in einigen Fällen durch Messung der akustischen Emission und/oder Reibungskraft ermittelt.

Die treibenden Kräfte für das Versagen des Systems Schicht/Grundwerkstoff bei der Ritzprüfung stellen eine Kombination aus elastisch-plastischen Spannungen, die durch das Eindringen des Diamantstifts hervorgerufen werden, Reibungsspannungen und vorhandener Eigenspannung in der Schicht dar. Die Normalkraft, bei der Versagen auftritt, wird als kritische Normalkraft L_c bezeichnet.

ANMERKUNG 1 Der Begriff „kritische Last“ wird häufig anstelle von „kritische Normalkraft“ verwendet. Die Verwendung des Begriffs „kritische Last“ wird abgelehnt, weil das Versagen üblicherweise eher durch das Aufbringen einer Kraft als durch eine Last ausgelöst wird.

ANMERKUNG 2 In einer Ritzspur kann bei zunehmenden Werten für die kritische Normalkraft eine Anzahl von nacheinander auftretenden Versagensereignissen der Schicht beobachtet werden. Ein Riss durch die gesamte Dicke der Schicht (Schichtdurchbruch) tritt im Allgemeinen bei geringeren Normalkräften auf als das Ablösen der Schicht. Daher ist es üblich, den Beginn der Rissbildung durch die kritische Normalkraft L_{c1} zu kennzeichnen, während dem Beginn der Schichtablösung die kritische Normalkraft L_{c2} zugeordnet wird. Im Allgemeinen werden mehrere Versagensarten beobachtet und bei der Untersuchung des mechanischen Verhaltens der beschichteten Oberfläche verwendet, wobei der Beginn des n -ten Versagens die kritische Normalkraft L_{cn} festlegt (siehe Bild 2).

ANMERKUNG 3 Die kritischen Normalkräfte, bei denen Versagensereignisse auftreten, hängen nicht nur von der Haftfestigkeit der Schicht ab, sondern auch von anderen Parametern, z. B. Anstiegsrate der Normalkraft, Traversengeschwindigkeit, Verschleiß der Diamantspitze des Prüfstiftes sowie Rauheit von Grundwerkstoff und Beschichtung, von denen einige direkt mit dem Prüfverfahren und andere mit dem System Schicht/Grundwerkstoff zusammenhängen.

4 Prüfeinrichtung und Materialien

4.1 Ritzprüfgerät

Ein Ritzprüfgerät ist ein Gerät, bei dem der Stift starr gehalten wird und mit dem sowohl die Normalkraft als auch die treibende Kraft zum Erzeugen von Ritzspuren aufgebracht werden. Bild 3 zeigt eine schematische Darstellung für einen üblichen Aufbau.

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

Falls erforderlich, kann das Ritzprüfgerät mit einem Kraftaufnehmer für die akustische Emission (en: acoustic emission, AE) und/oder die Reibungskraft (en: friction force, FF) ausgestattet sein.

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 zuverlässiges Mittel zur Bestimmung der kritischen Normalkräfte bei der Ritzprüfung verwendet werden. Diese Verfahren können allenfalls bei der Qualitätslenkung beschichteter Teile zu Warnzwecken eingesetzt werden, und zwar erst, nachdem eine große Anzahl von Versuchen am gleichen Beschichtungstyp zur Ermittlung der Korrelationsstatistik für eine bestimmte Versagensart durchgeführt wurden. Die mikroskopische Untersuchung der Ritzspur stellt das einzige zuverlässige Verfahren dar, um einem Versagensereignis eine gemessene kritische Normalkraft zuzuordnen.

Um die Anforderungen dieser Internationalen Norm zu erfüllen, müssen Ritzprüfgeräte den Kalibrieranforderungen nach Anhang A entsprechen.

4.2 Diamantstift

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

Der Stift muss regelmäßig auf Verunreinigungen und Veränderungen seiner geometrischen Form untersucht werden. Wenn bei 200-fachen oder niedrigeren Vergrößerung Schäden festgestellt werden, muss der Stift ausgewechselt werden (siehe Literaturhinweis [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, ist zu vermuten, dass der Prüfstift verunreinigt ist.

ANMERKUNG 1 Ungenauigkeiten der Spitzenform des Rockwell-C-Diamantstiftes sowie Herstellungsfehler sind die Hauptursache für Fehler bei der Ritzprüfung. Ein mangelhafter Prüfstift kann zu unterschiedlichen Werten für die kritische Normalkraft 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 mit einem Auflichtmikroskop (> 100-fache Vergrößerung) leicht zu erkennen.

ANMERKUNG 2 Es wurde ein zertifiziertes Referenzmaterial (BCR-692) entwickelt, das vom Institute of Reference Materials and Measurements, European Commission Joint Research Centre, Retieseweg, B-2440 Geel, Belgium

(www.irmm.jrc.be) angeboten wird¹⁾. Dieses Material, ein mit diamantähnlichem Kohlenstoff beschichteter Grundwerkstoff, stellt drei wiederholbare Versagensereignisse bei bekannten kritischen Normalkraftintervallen dar und dient zu Verifizierungszwecke. Es kann einen guten Hinweis auf die Gesamtleistung, einschließlich Stiftzustand und Kalibrierung, bieten.

5 Probenvorbereitung

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 Zusammensetzung, Mikrostruktur, Dichte, Eigenspannung und Dicke aufweisen.

5.2 Oberflächenrauheit, Welligkeit und horizontale Ausrichtung

Die Oberfläche der Probe muss eine gleichmäßige statistische Rauheit aufweisen. Der Rauheitswert R_a , der nach den in ISO 4288 festgelegten Verfahren gemessen wird, darf nicht 0,5 μm überschreiten.

ANMERKUNG 1 Bei federgesteuerten Normalkraftgeräten (übliche Federkonstante: 0,02 N/ μm) hängt die Normalkraft von der Rauheit und Welligkeit der Oberfläche ab. Ein Rauheitswert R_a von 0,5 μm kann zu Normalkraftschwankungen von 0,1 N führen. Schwankungen der Normalkraft unter 1 N (1 % des üblichen Kraftbereiches) erfordern eine Welligkeit und/oder Abweichung von der horizontalen Ausrichtung unter 50 μm .

ANMERKUNG 2 Die kritische Kraft nimmt im Allgemeinen durch Spannungskonzentrationen an den Rauheitsspitzen als auch aufgrund der schlechten Reinigungsmöglichkeiten rauer Grundwerkstoffe vor dem Beschichten mit zunehmender Oberflächenrauheit ab.

Die Prüfoberfläche muss unter Berücksichtigung der Vorschubrichtung des Prüfstiftes/der Probe nivelliert werden, siehe Anhang A. In der Praxis wird dies leicht erreicht bei Flachproben auf einem Probenhalter angeordnet. Bei zylindrischen Proben sind zusätzliche Justiereinrichtungen erforderlich.

Die Einrichtung zur horizontalen Ausrichtung der Probe sollte starr sein, damit eine Schwankung der Änderungsrate der Normalkraft durch Nachgiebigkeit des Probenträgers ausgeschlossen ist. Es wurde festgestellt, dass die Änderungsrate der Normalkraft in Abhängigkeit von der Verdrehung der Feder und der Nachgiebigkeit der Probe beträchtlich schwanken kann. Idealerweise sollten Justiereinrichtungen mit einer *In-situ*-Steuerung der Normalkraft verwendet werden.

5.3 Reinigung der Probe

Die Probenoberfläche muss von Oberflächenverunreinigungen, z. B. Öl, Fett und Feuchtigkeit, befreit werden, indem sie vor der Prüfung gereinigt wird.

Wenn keine ungewöhnlichen Verunreinigungen vorliegen, reicht das folgende Reinigungsverfahren aus: die Probe wird 5 min in ein Ultraschallbad mit analysenreinem Petrolether gelegt. Vor der Prüfung wird der Probe gestattet, Raumtemperatur zu erreichen. Falls Trocknungsflecken beobachtet werden, wird die Probe mit einem weichen, in Petrolether getränktem Tuch abgewischt. Vor der Prüfung wird eine Ausgleichszeit von mindestens 3 min eingehalten.

Während der Prüfung dürfen keine Fingerabdrücke auf die Probenoberfläche und die Stiftspitze gelangen.

¹⁾ Diese Angabe dient lediglich der Anwenderfreundlichkeit dieser Internationalen Norm und stellt keine Bevorzugung dieses Produkts durch ISO dar.

5.4 Für eine Prüfung relevante Parameter des Systems Beschichtung/Grundwerkstoff

Zu den für eine Prüfung relevanten Parametern des Systems Beschichtung/Grundwerkstoff gehören:

- a) Härte und Oberflächenrauheit des Grundwerkstoffes;
- b) Härte und Oberflächenrauheit der Schicht;
- c) Schichtdicke;
- d) Reibungskoeffizient zwischen Schicht und Prüfstift;
- e) Eigenspannung in der Schicht.

Bei direkten Vergleichsmessungen zwischen zwei oder mehreren Proben derselben Kombination Schicht/Grundwerkstoff müssen alle oben angegebenen Parameter bei jeder Probe gleich sein.

6 Durchführung der Prüfung

6.1 Allgemeines

Derzeit werden je nach verfügbarer Prüfeinrichtung und den gewünschten Informationen drei Arten der Ritzprüfung angewendet. Bei dem Verfahren zur Ritzprüfung mit zunehmender Kraft (en: progressive force scratch test, PFST) steigt die auf den Prüfstift aufgebrachte Normalkraft linear an, während sich der Stift mit konstanter Geschwindigkeit über die Prüfoberfläche bewegt. Bei dem Verfahren zur Ritzprüfung mit konstanter Kraft (en: constant force scratch test, CFST) werden auf unterschiedlichen Bereichen der Probenoberfläche Ritzspuren mit jeweils konstanter Normalkraft erzeugt, wobei die Normalkraft zwischen aufeinanderfolgenden Ritzprüfungen stufenweise erhöht wird, bis Versagen auftritt. Bei dem Verfahren zur Ritzprüfung mit mehreren Durchläufen (en: multi-pass scratch test, MPST) wird dieselbe Ritzspur der Probe mehrere Male mit einer konstanten Kraft, die kleiner als die kritische Normalkraft ist, geritzt.

ANMERKUNG 1 Das PFST-Verfahren dient im Allgemeinen als eine Beurteilung erster Ordnung für die kritischen Kräfte, die der größten Schädigung und dem größten Versagen zuzuordnen sind, während das CFST-Verfahren die statistische Auswertung der Schädigung der Schicht über die Probenoberfläche ermöglicht. Beim MPST-Verfahren wird die beschichtete Oberfläche einer niederfrequenten Ermüdungsbeanspruchung ausgesetzt, die als besser geeignet für die Simulation der tatsächlichen Betriebsbedingungen der Mehrzahl der beschichteten Teile gilt.

ANMERKUNG 2 In den meisten Fällen ist beim CFST-Verfahren eine exaktere Unterscheidung zwischen besseren oder schlechteren Haftungseigenschaften als beim genormten PFST-Verfahren möglich. Mit der Ritzprüfeinrichtung, die dem gegenwärtigen Stand der Technik entspricht, ist das CFST-Verfahren jedoch sehr zeit- und arbeitsintensiv. Es wurde festgestellt, dass spröde Schicht mit dem MPST-Verfahren besser hinsichtlich ihrer Haftungseigenschaften eingeteilt werden können. Gegenwärtig ist jedoch der erforderliche Aufwand sogar noch größer als beim CFST-Verfahren (siehe Literaturhinweis [2]).

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

6.2 Vorbereitung der Prüfgeräte

Vor Beginn der Prüfung müssen folgende Maßnahmen ergriffen werden.

- 1) Es muss bestätigt werden, dass das Ritzprüfgerät nach dem normativen Anhang A kalibriert ist.
- 2) Es muss bestätigt werden, dass der Diamantstift keine Oberflächenverunreinigungen aufweist (Öl, Fett, bei der vorherigen Prüfung aufgenommene Stoffe).

Falls notwendig kann der Stift mit einem weichen, in Petrolether getränkten Tuch abgewischt werden. Wenn unter einem Lichtmikroskop (empfohlene Vergrößerung: 200-fach) weiterhin anhaftende Verunreinigungen erkennbar sind, kann SiC-Papier mit den Körnungen 1 200 und 2 400 sowie anschließend ein weiches, in Petrolether getränktes Tuch zum Abwischen verwendet werden. Der Stift sollte nicht im Ultraschallbad gereinigt werden, da auf diese Weise Schäden durch Hohlraumbildung auftreten können.

Nach dem Reinigen muss dem Stift erlaubt werden auf Raumtemperatur abzukühlen, bevor mit der Prüfung begonnen wird.

6.3 Umgebungsbedingungen

Die Ritzprüfung erfordert eine Wechselwirkung durch Reibung zwischen dem Stift und der Probenoberfläche, wobei die Reibungseigenschaften durch die Umgebungsbedingungen beeinflusst werden können. Temperatur und relative Luftfeuchte der Prüfumgebung müssen daher bekannt und nach Möglichkeit kontrolliert werden, damit die Wiederholpräzision sichergestellt ist.

Die empfohlenen Umgebungsbedingungen sind:

Temperatur: $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$;

relative Luftfeuchte: $(50 \pm 10) \%$.

6.4 Ritzvorgang

6.4.1 Allgemeines

Das Prüfverfahren, das die gewünschten Informationen liefert, ist auszuwählen, siehe 6.1.

ANMERKUNG In Abhängigkeit von der Art der Schicht, der Kombination Schicht/Grundwerkstoff und der entsprechenden Versagensart ist es möglicherweise erforderlich, verschiedene Prüfverfahren anzuwenden.

6.4.2 Ritzprüfung mit zunehmender Kraft

Die Probe ist in der Probenhalterung starr zu befestigen, und der Stift ist mit der beschichteten Oberfläche in Kontakt zu bringen. Auf den Stift ist die erforderliche Anfangskraft aufzubringen. Die Zunahmegeschwindigkeit der Normalkraft und die Vorschubgeschwindigkeit des Probestisches sind auszuwählen. Es werden Werte von 100 N/min bzw. 10 mm/min empfohlen. Die Probe ist zu ritzen und die kritischen Normalkräfte der ausgewählten Versagensereignisse sind, wie in 6.5 beschrieben, zu bestimmen.

Orientierende Ritzspuren sollten genutzt werden, um eine Mindestanfangskraft, bei der ein unter dem Mikroskop sichtbarer Eindruck erreicht werden kann (siehe 6.5.2), sowie die entsprechende höchste kritische Normalkraft festzulegen. Die für die nachfolgenden Ritzspuren angewendete höchste Normalkraft kann anschließend begrenzt werden, um einen unnötigen Verschleiß des Prüfstiftes zu verhindern.

Falls die kritische Normalkraft, die das zu untersuchende Versagensereignis festlegt, weniger als 10 N beträgt, werden eine Zunahmegeschwindigkeit der Normalkraft von 10 N/min und eine Vorschubgeschwindigkeit des Prüfstiftes von 10 mm/min empfohlen.

6.4.3 Ritzprüfung mit konstanter Kraft

Die Probe ist in der Probenhalterung starr zu befestigen und die Diamantspitze ist mit der beschichteten Oberfläche in Kontakt zu bringen. Wenn das Gerät nach dem PFST-Verfahren betrieben werden kann, ist die Oberfläche nach dem in 6.4.2 beschriebenen Verfahren zu ritzen, um den entsprechenden Bereich der Normalkraft zu bestimmen. Die Probe ist so zu bewegen, dass ein neuer, ungeritzter Bereich geprüft werden kann. Beginnend mit einem Fünftel der im PFST-Verfahren ermittelten kritischen Normalkraft ist mit zunehmender Normalkraft mit einer Vorschubgeschwindigkeit des Prüfstiftes von 10 mm/min eine Reihe

von Ritzspuren mit einer Ritzspurlänge von 10 mm zu erzeugen. Nach der Bewertung der erzeugten Ritze kann zur genaueren Untersuchung der interessierenden Bereiche eine neue Reihe von Ritzspuren erzeugt werden, wobei kleinere Stufen der Normalkraftzunahme angewendet werden.

6.4.4 Ritzprüfung mit mehreren Durchläufen

Die Probe ist in der Probenhalterung starr zu befestigen und die Diamantspitze ist mit der beschichteten Oberfläche in Kontakt zu bringen. Die Oberfläche wird nach dem PFST-Verfahren geritzt, um eine ungefähre Normalkraft zu bestimmen, bei der die interessierende Versagensart auftritt. Bei 50 % der im PFST-Verfahren ermittelten Kraft, einer Vorschubgeschwindigkeit des Prüfstiftes von 10 mm/min und einer Ritzspurlänge von mindestens 3 mm ist die Probe so lange nach dem MPST-Verfahren zu prüfen, bis Versagen auftritt.

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

6.5 Bewertung der Ritzspuren und Bestimmung der kritischen Normalkraft

6.5.1 Allgemeines

Für die Bewertung von Ritzspuren und die Bestimmung der kritischen Normalkräfte werden mehrere unterschiedliche Verfahren angewendet, von denen jedoch nur die mikroskopische Untersuchung der Ritzspur verlässlich zwischen verschiedenen Versagensarten unterscheiden und bestimmten Versagensarten L_c -Werte zuordnen kann.

ANMERKUNG Um Anwender dieses Prüfverfahrens bei der Erstellung eines genormten Berichts zu den Ergebnissen der Ritzprüfung zu unterstützen, enthält Anhang B einen Atlas der bei der Ritzprüfung auftretenden Versagensarten. Die wichtigsten Versagensereignisse werden klassifiziert in plastische Verformung, Rissbildung (L_{c1}), Abplatzungen (wobei die Schicht vorwiegend an den Ecken abplatzt) (L_{c2}) und Durchdringung der Beschichtung bis zum Grundwerkstoff in der Mitte der Spur (L_{c3}).

6.5.2 Mikroskopische Untersuchung

Die erzeugten Ritzspuren sind unter einem Auflichtmikroskop zu betrachten. Wenn der zu prüfende Bereich von losen anhaftenden Teilchen verdeckt ist, sind diese zu entfernen. Die entsprechende Versagensart ist auszuwählen, und es ist entweder eine Skizze oder eine Mikroaufnahme anzufertigen, die dem Prüfbericht beigelegt wird. Alternativ darf auf ein entsprechendes Bild in Anhang B verwiesen werden. Bei Ritzspuren, die nach dem PFST-Verfahren erzeugt wurden, ist die kritische Normalkraft für das ausgewählte Versagensereignis zu bestimmen, indem längs zur Mittellinie der Ritzspur der Abstand vom Beginn (Hinterkante) der Spur bis zur senkrecht zur Mittellinie verlängerten Versagensstelle gemessen (siehe Bild 2) und das Ergebnis mit der Änderungsrate der Normalkraft, in Newton je Millimeter, multipliziert wird, die aus der Änderungsrate dieser Kraft und der Vorschubgeschwindigkeit der Probe bestimmt wird.

Beim Entfernen von lose anhaftenden Teilchen, z. B. mit trockener Luft oder einem sauberen, weichen Pinsel, muss Sorge getragen werden, dass keine weiteren Schäden verursacht werden.

ANMERKUNG 1 Isolierte Versagensereignisse werden üblicherweise ignoriert; Werte der kritischen Normalkraft entsprechen im Allgemeinen der Normalkraft, die beim ersten Auftreten gehäufte Ereignisse auf den Stift einwirkt (siehe Bild 2).

ANMERKUNG 2 Für die mikroskopische Untersuchung wird eine 100-fache bis 500-fache Vergrößerung empfohlen.

ANMERKUNG 3 Um die Schichtschädigung genauer zu beurteilen, können fortschrittlichere Untersuchungsverfahren, z. B. Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit energiedispersiver Analyse (EDX), REM im Rückstreumodus, Profiltastschnittverfahren oder Rasterultraschallmikroskopie, angewendet werden. Die