

Metallische Schutzschichten
 Überblick über Verfahren zur Messung der Duktilität
 (ISO 8401 : 1986)
 Deutsche Fassung EN ISO 8401 : 1994

DIN
EN ISO 8401

ICS 17.040.20

Deskriptoren: Metallüberzug, organischer Überzug, Korrosionsbeständigkeit, Feuchtigkeitseinwirkung, Prüfverfahren

Metallic coatings —
 Review of methods of measurement of ductility
 (ISO 8401 : 1986);
 German version EN ISO 8401 : 1994
 Revêtements métalliques —
 Vue d'ensemble sur les méthodes de mesurage de la ductilité
 (ISO 8401 : 1986);
 Version allemande EN ISO 8401 : 1994

Die Europäische Norm EN ISO 8401 : 1994 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Das Komitee CEN/TC 262 "Korrosionsschutz metallischer Werkstoffe" (Sekretariat Deutschland) hat diese Europäische Norm nach positivem Ergebnis des PQ-Verfahrens (Erstfragebogenverfahren) vom ISO/TC 107 "Metallische und andere anorganische Überzüge" vollständig übernommen.

Für die deutsche Übersetzung ist der Arbeitsausschuß NMP 162 "Prüfverfahren für metallische Überzüge" des Normenausschusses Materialprüfung verantwortlich.

Internationale Patentklassifikation

G 01 N 033/20

Fortsetzung 27 Seiten EN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

ICS 25.220.40

Deskriptoren: Überzug, Metallüberzug, Test, mechanische Prüfung, Duktilitätsprüfung, Duktilität

Deutsche Fassung

Metallische Schutzschichten
Überblick über Verfahren zur Messung der Duktilität
(ISO 8401 : 1986)

Metallic coatings — Review of methods of
measurement of ductility (ISO 8401 : 1986)

Revêtements métalliques — Vue d'ensem-
ble sur les méthodes de mesurage de la
ductilité (ISO 8401 : 1986)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1994-10-26 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 Zentralsekretariat 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 Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde durch das Technische Komitee CEN/TC 262 "Korrosionsschutz metallischer Werkstoffe" von der Arbeit des Technischen Komitees ISO/TC 107 "Metallic and other inorganic coatings" der "International Organization for Standardization (ISO)" übernommen.

Das CEN/TC 262 hatte beschlossen, den Schluß-Entwurf zur formellen Abstimmung vorzulegen. Das Ergebnis war positiv. Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 1995, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 1995 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 8401 : 1986 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung angenommen.

1 Anwendungsbereich

1.1 In dieser Internationalen Norm sind allgemeine Verfahren zur Messung der Duktilität von metallischen Überzügen mit einer Dicke kleiner als 200 µm festgelegt, die durch elektrolytische Abscheidung, autokatalytische Abscheidung oder andere Verfahren aufgebracht wurden (siehe Anmerkung).

Die Verfahren zur Messung der Duktilität metallischer Überzüge können in zwei Hauptgruppen unterteilt werden:

- Prüfungen an freien Folien (vom Grundwerkstoff abgehoben);
- Prüfungen der Überzüge auf Grundwerkstoffen.

ANMERKUNG: Falls in Internationalen Normen für einzelne Überzüge spezielle Prüfverfahren enthalten sind, sollten sie bevorzugt werden, was zuvor zwischen Lieferer und Besteller zu vereinbaren ist.

1.2 Bei der Prüfung an freien Folien, die vom Grundwerkstoff abgehoben sind (siehe Bild 1), können die Folien aus einer oder mehreren metallischen Schichten bestehen. Dadurch ist die Messung der Duktilität von Verbundwerkstoffen sowie die Bestimmung des Einflusses der einzelnen Schichten auf die Gesamtduktilität möglich. Verfahren für Prüfungen an freien Folien werden im Abschnitt 3 beschrieben. Verfahren zur Herstellung der Folien für die Prüfung werden im Anhang A erörtert.

1.3 Bei der Prüfung von Überzügen auf den Grundwerkstoffen (siehe Bild 2) ist es besonders wichtig, den genauen Punkt für die Rißeinleitung auf der Deckschicht zu bestimmen. Es sind die unterschiedlichen Verfahren zur Erkennung dieses Punktes bei normalem oder entsprechend korrigiertem Sehvermögen oder mit einer Lupe zu beachten. Siehe Anleitung für die einzelnen Verfahren. Diese Verfahren können auch dazu verwendet werden, eine Versprödung des Grundwerkstoffs aufzuzeigen, die sich beim Beschichtungsvorgang ergeben haben kann. Verfahren zur Prüfung der Schutzschichten auf den Grundwerkstoffen werden im Abschnitt 4 beschrieben.

1.4 Obwohl die Duktilität eine Werkstoffeigenschaft und von den Maßen der Probe unabhängig ist, kann die Dicke des Überzugs den Wert der linearen Dehnung ($\Delta l/l_0$) beeinflussen.

1.4.1 Sehr dünne Überzüge haben andere Eigenschaften, da der Aufbau der ersten Schichten von den Eigen-

schaften des Grundwerkstoffs (Epitaxie) beeinflusst wird. In den ersten Stadien der Abscheidung können hohe Eigen-spannungen auftreten, die auf die Duktilität einwirken.

1.4.2 Es ist wesentlich, daß die Probe eine gleichmäßige Dicke aufweist, da dünnere Stellen eine vorzeitige Rißbildung einleiten. Ferner ist die Stromdichte bei elektrolytisch beschichteten Proben an dünneren Teilen niedriger und an dickeren Teilen höher; darum können Unterschiede in der Stromdichte zu unterschiedlicher Duktilität führen. Die angewendete Stromdichte sollte über die gesamte Probe möglichst gleichmäßig beibehalten und ihr Wert protokolliert werden.

2 Definitionen

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten folgende Definitionen:

2.1 Duktilität

Fähigkeit eines metallischen oder anderen Überzugs, eine bleibende und/oder elastische Verformung ohne Bruch oder Rißbildung zu ertragen.

2.2 Lineare Dehnung

Verlängerung Δl einer Probe, bezogen auf die Anfangslänge l_0 . Sie dient als Maß für die Duktilität.

Dieses Verhältnis wird häufig in Prozent ausgedrückt.

ANMERKUNG zum Messen der Duktilität: Im allgemeinen werden die Proben gedehnt. Bei bestimmten Biegeversuchen wird die Deckschicht der Probe, d.h. die elektrolytisch aufgetragene Schicht, gedehnt (siehe Bild 3). Beim Wölbungstest wird jedoch die Oberfläche der Folie vergrößert, wodurch die Berechnung der Längsdehnung aus der Verringerung der Dicke erforderlich ist. Die Berücksichtigung der Verformungskomponente (Ausdehnung) in nur einer Achse würde zu irreführenden Angaben über die Verformbarkeit des Werkstoffs führen (siehe Bild 4). In diesen Fällen ist die aus der Vergrößerung der wirksamen Oberfläche berechnete Dickenverringerung der Folie ein vorteilhafteres Maß für die Duktilität des Werkstoffs (siehe Anhang B).

3 Prüfungen an freien Folien

Die Verfahrensweisen bei diesen Prüfungen umfassen die Messung einer vom Grundwerkstoff abgehobenen Folie (siehe Bild 1). Dabei kann die zu prüfende Folie auch aus mehreren Schichten bestehen, so daß die Ermittlung des Einflusses von Zwischenschichten auf die Verformbarkeit von Mehrschichtfolien möglich wird. Beispiele sind Goldflash auf Gold-Kupfer-Legierungen und chrombeschichteten Nickelschichten. Verfahren zum Herstellen trägerloser Folien sind im Anhang A angegeben.

Es werden fünf Verfahren angegeben.

3.1 Zugversuch

3.1.1 Prinzip

Bestimmung der Längsdehnung einer Folie, die in die Einspannbacken einer Zugprüfmaschine gespannt wird. Bei dieser Art der Beanspruchung wird die Folie verlängert, in Breite und Dicke jedoch verringert.

3.1.2 Prüfeinrichtung

Für dieses Prüfverfahren kann eine herkömmliche Prüfeinrichtung für mechanische Prüfungen verwendet werden, die handelsüblich und in vielen metallurgischen Labors vorhanden ist [1]. Für einige Anwendungsfälle können Zugprüfmaschinen verwendet werden, bei denen eine mikroskopische Überwachung des Prüfablaufes erfolgt.

3.1.3 Herstellung der Proben

Die Proben können aus der Folie herausgearbeitet, ausgestanzt oder ausgeschnitten werden, oder sie können durch Fotoprint mit Hilfe lichtempfindlicher Fotokopierlacke oder Folien hergestellt werden, die auf einen geeigneten Trägerwerkstoff aufgedruckt werden. Nach Entwicklung der Probenstruktur wird die Probe durch elektrolytisches Beschichten in die Endform überführt. Bei einem ähnlichen Verfahren wird die gewünschte Form chemisch oder elektrochemisch aus einer Folie geätzt, auf die ein geeigneter Resist durch Siebdruck oder durch einen lichtempfindlichen Fotolack aufgebracht wurde. Die letztgenannten Verfahren sind in der Industrie für gedruckte Schaltungen weit verbreitet. Die Proben haben im allgemeinen eine rechteckige Form, können sich jedoch an beiden Enden verbreitern, um ein Abreißen in den Spannbacken zu vermeiden (siehe Bild 7).

Einige Verfahren für die Probenherstellung können Mikrorisse an den Kanten verursachen, die zu einem vorzeitigen Versagen und fehlerhaften Ergebnissen führen. Die Herstellung der Proben unter Einbeziehung von Fotoprints oder Elektroforming wird bevorzugt, um Kantenfehler zu vermeiden.

Proben, die durch elektrolytisches Beschichten in Endform gebracht wurden, können dickere Kanten haben, falls keine Abschirmung oder andere Verfahrensweisen verwendet werden, um eine gleichmäßige Stromverteilung zu sichern (siehe Bild 10).

Entsprechend der Herstellung nach Bild 7 sind auf der Oberfläche der Probe Markierungen in gleichem Abstand voneinander anzubringen. Vor der Prüfung ist der Abstand zwischen den Meßmarken zu bestimmen.

3.1.4 Durchführung

Die Probe ist in die Klemmbacken der Zugprüfmaschine einzuspannen und unter Verwendung einer ausgewählten Geschwindigkeit des Querschnitts zu beanspruchen. Nach der Prüfung ist der Abstand zwischen den Meßmarken auf den Proben zu bestimmen (siehe Bild 8).

3.1.5 Darstellung der Ergebnisse

3.1.5.1 Berechnung

Die in Prozent angegebene Duktilität D ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$D = \frac{l_1 + l_2 - l_0}{l_0} \times 100$$

Dabei ist:

- l_0 der Abstand zwischen den Meßmarken vor der Prüfung;
- $l_1 + l_2$ der Abstand zwischen den Meßmarken nach der Prüfung.

3.1.5.2 Variationskoeffizient

Mechanisch hergestellte Proben können Variationskoeffizienten $s/\bar{D}$ von 20 % haben (dabei sind s die Standardabweichung und $\bar{D}$ die mittlere Duktilität).

Durch elektrolytisches Beschichten in die endgültige Form unter Verwendung von Abschirmungen zur Sicherung einer gleichmäßigen Stromverteilung können Proben hergestellt werden, die geringere Variationskoeffizienten haben.

3.1.6 Anmerkungen zur Durchführung

3.1.6.1 Die Einschnürung der Probe (siehe Bild 8) kann die Messung sehr geringer Längenänderungen erfordern, dann ist ein Mikroskop mit einer Feineinstellungsskala zu verwenden.

3.1.6.2 Das Einspannen zerbrechlicher, dünner Proben in die Spannbacken einer Zugprüfmaschine kann zu Vorspannungen in den Proben führen, die den wahren Dehnungswert verringern.

3.1.6.3 Es ist zu beachten, daß ein Verdrehen der Probe zu vermeiden ist (siehe Bild 9).

3.1.6.4 Können diese Fehlerquellen (3.1.6.1 bis 3.1.6.3) nicht vermieden werden, sollten andere Meßverfahren für die Duktilität verwendet werden.

3.2 Biegeversuch (mit Meßschraube)

3.2.1 Allgemeines

Das Verfahren ist nur für die Beurteilung von Metallfolien mit niedriger Duktilität geeignet [2]. Die erhaltenen Werte haben keine einfache Beziehung zu Werten, die nach anderen Verfahren gewonnen wurden. Das hier beschriebene Verfahren ist für spröde Metalle, z.B. für Glanznickel, vorteilhaft.

3.2.2 Prüfeinrichtung

Meßschraube

3.2.3 Herstellung der Proben

Aus der zu prüfenden Folie sind Streifen von 0,5 cm × 7,5 cm zu schneiden. Im allgemeinen beträgt die Dicke der Folien 25 µm bis 40 µm. Die unter 3.1.3 bis 3.1.6 beschriebenen Schwierigkeiten gelten auch für diese Prüfung. Mit einem Meßgerät oder nach einem Verfahren, womit die zu bestimmende Dicke innerhalb 5 % ihres Nennwertes gemessen wird, ist die Dicke der Probe am Biegepunkt zu messen.

3.2.4 Durchführung

Die Probe ist in U-Form zu biegen und zwischen den Backen einer Meßschraube so anzuordnen, daß beim Schließen der Backen die Biegung zwischen ihnen bleibt. Die Backen der Meßschraube sind langsam zu schließen, bis die Folie reißt.

Die Ablesung an der Meßschraube ist ebenso wie die Dicke der Folie zu protokollieren (siehe Bild 11).
Die Prüfung ist mindestens zweimal durchzuführen.

3.2.5 Darstellung der Ergebnisse

3.2.5.1 Berechnung

Es ist der Mittelwert der Meßschraubenablesungen zu berechnen (siehe 3.2.4).

Die in Prozent angegebene Duktilität ist nach folgender Gleichung zu berechnen (siehe Bild 12):

$$D = \frac{\delta}{2\bar{r} - \delta} \times 100$$

Dabei ist:

- δ die Dicke der Probe;
 $2\bar{r}$ der Mittelwert aus den Ablesungen an der Meßschraube.

3.2.5.2 Genauigkeit

Da der Wert für D rascher als δ ansteigt, ist es wesentlich, den Wert für δ mit hoher Genauigkeit zu messen. Wird eine Folie mit einer Dicke von 20 µm so gemessen, daß 25 µm abgelesen werden, ergibt sich unter der Annahme $2\bar{r} = 0,5$ cm folgende Differenz:

$$D_1 = \frac{20 \times 10^{-4}}{0,5 - 20 \times 10^{-4}} \times 100 = 0,4\%$$

$$D_2 = \frac{20 \times 10^{-4}}{0,5 - 25 \times 10^{-4}} \times 100 = 0,5\%$$

d. h. eine Differenz von $0,5 - 0,4 = 0,1\%$.

Eine Dicke von 25 µm führt zu Ergebnissen, die 25% höher liegen als für eine Dicke von 20 µm.

Es ist offensichtlich, daß dieses Verfahren nur dann reproduzierbare Ergebnisse liefert, wenn δ auf 1 µm und $2\bar{r}$ auf 0,01 cm gemessen wird.

3.3 faltversuch (mit Schraubstock)

3.3.1 Allgemeines

Obwohl es sich um eine einfache Prüfung handelt, die einigen Nutzen haben kann, können die Art der Prüfung, die infolge des Faltens auftretende Kaltverformung sowie andere Faktoren zu ungenauen Werten der Duktilität führen. Die Dicke der Probe beeinflusst die Ergebnisse, wobei dieser Einfluß nicht berechenbar ist.

3.3.2 Prüfeinrichtung

Schlosserschraubstock mit zwei kleinen bearbeiteten Backen zur Aufnahme der Probe (siehe Bild 13).

3.3.3 Herstellung der Proben

Aus der Metallfolie sind rechteckige Streifen mit einer Breite von 1 cm und einer Länge von 5 cm zu schneiden.

3.3.4 Durchführung

Die Probe ist in die Schraubstockbacken zu spannen. Die Probe ist scharfkantig um 90° zu biegen, dann ist es aufeinanderfolgend um 180° in entgegengesetzte Richtungen zu biegen, bis der Bruch eintritt.

3.3.5 Ergebnisse

Die Anzahl der Faltungen ist ein Maß für die Duktilität.

3.4 Hydraulischer Wölbungsversuch

3.4.1 Allgemeines

Der hydraulische Wölbungsversuch kann dazu dienen, die Duktilität dünner Blechwerkstoffe genau zu messen. Eine Bearbeitung der Probe ist nicht erforderlich, es gibt keine Probleme beim axialen Ausrichten wie beim Zugversuch, und diese Prüfung ist besonders günstig für die Messung der Duktilität von duktilen Werkstoffen. Bis vor kurzem hat der Mangel einer handelsüblichen Prüfeinrichtung die breitere Anwendung dieses Verfahrens verhindert [3].

3.4.2 Prinzip (siehe Bild 14)

Einspannen einer Probe zwischen einen unten angebrachten Zylinder und eine oben angebrachte Platte. Die Oberplatte hat eine kreisförmige Öffnung mit demselben Durchmesser wie der Zylinder. Langsame und stetige Erhöhung des Wasserdrucks, um das Prüfstück kuppelförmig aufzuweiten, bis die Folie reißt.

3.4.3 Prüfeinrichtung

Siehe Bild 15

3.4.4 Durchführung

Der unten angebrachte Zylinder ist mit der in Bild 15 schematisch dargestellten Einrichtung bis zum Rand mit Wasser zu füllen. Auf die Wasseroberfläche ist die Probe zu legen. Die Oberplatte in der Form eines Hohlkegels ist zu verwenden, um die Probe in seiner Lage festzuhalten.

Der Hohlkegel ist aus dem vorhandenen Vorratsbehälter mit Wasser zu füllen. Das überschüssige Wasser steigt in einen Wasserstandsanzeiger. Ist der Wasserstand oberhalb der lichtempfindlichen Schranke, wird das Ventil geschlossen, das den Wasserstrom aus dem Vorratsbehälter regelt. Der Motor ist anzulassen und die lichtempfindliche Schranke langsam anzuheben. Fluchtet sie mit dem Meniskus, wird der Lichtstrahl im Gerät abgelenkt; der dadurch auftretende Spannungsabfall schaltet den Motor aus.

Durch den Kolben wird der Druck unter der Probe erhöht. Wenn der Meniskus im Wasserstandsanzeiger sich zu erhöhen beginnt, wird der Motor automatisch betätigt, und die lichtempfindliche Schranke verfolgt den Anstieg des Wasserstandes. Mit einem Potentiometer ist die Volumenzunahme auf einem x-y-Schreibgerät aufzuzeichnen.

Gleichzeitig wird von einem Druckfühler im Zylinder der Druck unter der Probe protokolliert. Bei einer handelsüblichen Ausführungsart des Gerätes wird ein druckempfindlicher Schalter verwendet, um den Motor im Augenblick des Zerreißen der zu prüfenden Folie auszuschaalten, so daß das Gesamtvolumen des verdrängten Wassers unmittelbar an der Digitalanzeige des Potentiometers abgelesen werden kann.

3.4.5 Darstellung der Ergebnisse

3.4.5.1 Berechnung

Die Duktilität der metallischen Probe kann aus dem Volumen des verdrängten Wassers berechnet werden, das gleich dem Volumen innerhalb der Ausbauchung (Wölbung) ist. Die in Prozent angegebene Duktilität ist nach der Gleichung zu berechnen, die im Anhang C abgeleitet und diskutiert wird. Die Zugfestigkeit der Metallfolie kann aus dem Wert des Drucks beim Zerreißen bestimmt werden (siehe Anhang C).

3.4.5.2 Variationskoeffizient

Weil lediglich die Folienmitte ($\varnothing$ 3 cm) geprüft wird, sind die Stromdichte und die Dicke in diesem Bereich vermutlich konstanter als bei Zugversuchen. Werte von $s/\bar{D} = 0,05$, d. h. 5% sind leicht zu erhalten.

3.4.6 Anmerkungen zur Durchführung

Nadelstichporen im Prüfstück sind eine mögliche Fehlerquelle. Sie können vor der Prüfung durch "Durchleuchten" nachgewiesen werden. Eine 100-W-Glühlampe in einem Kasten mit einem Loch, dessen Durchmesser etwas kleiner ist als die Öffnung in der Oberplatte oder dem Hohlkegel, ist ausreichend.

Sind Nadelstichporen vorhanden, besteht die Möglichkeit, das Prüfstück mit einer sehr dünnen Plastfolie zu unterlegen, die ein Durchdringen des Wassers durch die Nadelstichporen verhindert.

Durch Sichtprüfung ist es möglich, den Augenblick der Ribbildung zu bemerken.

Das Anhalten des Motors der lichtempfindlichen Schranke in diesem Moment ergibt eine einwandfreie Anzeige der Duktilität der porösen Folie.

3.5 Mechanischer Wölbungsversuch

3.5.1 Allgemeines

Mechanische Wölbungsversuche sind ähnlich wie die hydraulischen Wölbungsversuche. Die Ausbauchung wird jedoch mechanisch so erzeugt, wie das in Bild 16 schematisch dargestellt ist.

3.5.2 Prüfeinrichtung

Eine Einrichtung zum Messen der Duktilität dünner Metallfolien ist nicht ohne weiteres verfügbar, kann jedoch leicht zusammengebaut werden.

Zwei Ausführungsarten der Prüfeinrichtungen werden verwendet. Das einfachste besteht aus einer Meßschraube, einer Spindelverlängerung mit einer Stahlkugel und einem Paar kreisförmiger Platten, von denen jede in der Mitte eine runde Öffnung aufweist [4] (siehe Bild 17).

3.5.3 Durchführung

Eine Prüffolie ist zwischen den kreisförmigen Platten anzuordnen. Mit zwei Schrauben sind die obere und die untere Platte fest miteinander zu verspannen. Danach ist die Prüffolie durch Drehen der Meßschraube langsam aufwärts zu drücken. An der Meßschraube ist der von der Stahlkugel vom ersten Kontakt mit der Metallfolie bis zum Punkt der Ribbeinleitung zurückgelegte Weg abzulesen.

Der erste Berührungspunkt zwischen Stahlkugel und Prüfstück wird elektrisch angezeigt. Eine batteriebetriebene Lampe ist in der oberen Messingplatte so angebracht, daß die Lampe im Moment der Berührung von Stahlkugel und Prüfstück aufleuchtet. Die Lampe bleibt während der Prüfung an.

Der optische Nachweis für den Beginn des Zerbrechens ist mit Hilfe einer Lupe (15fach) zu führen, die an der Oberplatte befestigt (in Bild 17 nicht dargestellt) ist.

3.5.4 Darstellung der Ergebnisse

Es ist möglich, die Duktilität aus der Kegelhöhe durch Berechnung der Dickenabnahme der Folie zu berechnen (siehe Anhang D).

3.5.5 Sonderfälle

Die Verwendung eines leicht veränderten Ablaufs kann vorteilhaft sein. Bei den in den Bildern 18, 19 und 20 schematisch dargestellten Prüfgeräten bleibt die Stahlkugel feststehend, die beiden Platten und die Probe werden jedoch mit einem Motor abwärts bewegt, bis die Probe reißt.

Das Gerät wird unter ein Mikroskop gelegt, das bei der Betrachtung der ersten Risse eine 70fache Vergrößerung zuläßt. Nach Beginn der Prüfung stoppt der Motor, wenn ein elektrischer Kontakt zwischen Stahlkugel und Probe erfolgt. Im Augenblick der Ribbildung wird der Motor von Hand angehalten.

Durch die Verschiebung eines Linearpotentiometers mit einer Auflösung von 5 µm wird die Kegelhöhe gemessen.

Durch ein Prüfgerät mit Motorantrieb ist es leichter, gute Ergebnisse zu erreichen, weil

- a) es kein Drehmoment der Stahlkugel gegenüber der Folie gibt, das beim Drehen der Meßschraube auftritt;
- b) ein Mikroskop, vorzugsweise mit Interferenzbeleuchtung in Nomarski-Ausführung, den Augenblick des Auftretens der ersten Risse zuverlässiger anzeigt;
- c) die elektrische Messung der Kegelhöhe genauer als bei der Meßschraubenmessung ist;
- d) eine bessere Beleuchtung und die Tatsache, daß der Abstand zwischen Mikroskop und Kegelspitze konstant ist, reproduzierbarere Daten ergeben als bei der Prüfung mit der Meßschraube. Es wird leicht ein Wert für $s/\bar{D} = 0,05$ erreicht, d. h. 5 %.

4 Prüfungen an Überzügen auf den Grundwerkstoffen

Die nachfolgend beschriebenen Arbeitsweisen schließen die Prüfung einer Folie auf einem Grundwerkstoff ein (siehe Bild 2). In diesem Fall ist mit besonderer Sorgfalt vorzugehen, um exakt den Punkt zu ermitteln, an dem die Deckschicht reißt. Die unterschiedlichen Verfahren zur Erkennung dieses Punktes durch normales oder korrigiertes Sehvermögen oder mit einer Lupe sind zu berücksichtigen. Siehe die Anleitung, die bei den Beschreibungen der einzelnen Verfahren angegeben sind.

Der Grundwerkstoff muß sehr duktil sein, außer, es werden sehr spröde elektrolytisch abgeschiedene Schichten beurteilt. Als Grundwerkstoffe bevorzugt werden geglähtes Kupfer oder Messing oder ein geeigneter Kunststoff, z. B. ABS. Handelt es sich beim Grundwerkstoff um elektrolytisch beschichtetes ABS, kann der Augenblick der Ribbildung durch Aufzeichnen des elektrischen Widerstands der Prüfschicht während des Versuches genau ermittelt werden (siehe Bild 21). In einigen Fällen verfolgt die Prüfung das Ziel, die Sprödigkeit des Grundwerkstoffs, die durch das elektrolytische Beschichten verursacht werden kann, zu messen, z. B. die Wasserstoffversprödung von Stahl, der mit Zink beschichtet wurde.

Die Anwendung dieser Verfahren vermeidet viele Nachteile, die bei der Bearbeitung sehr dünner Folien entstehen, es wächst jedoch das Problem, den Augenblick der Ribbildung in der Deckschicht zu ermitteln.

Es werden sieben Verfahren beschrieben.

4.1 Zugversuch

4.1.1 Prüfeinrichtung

Siehe 3.1.2

4.1.2 Probenvorbereitung

Die Überzüge werden auf einem Grundwerkstoff haftend aufgebracht, der duktiler sein muß als die Beschichtung.

Die Proben müssen spannend bearbeitet werden; die Seitenkanten können poliert werden, um Kantenrisse zu verhindern. Die Einschnürung wird beträchtlich verringert, und es ist leicht möglich, die Probe in die Spannbacken der Zugprüfmaschine unter Vermeidung mangelhafter Ausrichtung einzubringen.

4.1.3 Durchführung

Siehe 3.1.4

Es ist schwierig, den genauen Zeitpunkt des Ribbeginns zu bestimmen, obwohl er in relativ spröden, hochglänzenden elektrolytisch aufgetragenen Schichten wie Nickel durch visuelle Beobachtung festgestellt werden kann [9].

Bei elektrolytisch abgeschiedenen Schutzschichten auf Kunststoffen kann der Augenblick des Reißbeginns durch Aufzeichnung des elektrischen Widerstands des metallischen Überzugs während der Prüfung genau ermittelt werden (siehe Bild 21).

4.2 Dreipunkt-Biegeversuch [6]

4.2.1 Prinzip

Angriff einer Kraft quer zur Probe in dem Bereich, der gebogen wird, im allgemeinen in der Mitte der Probe.

4.2.2 Prüfeinrichtung

Die Biegekräfte können nach einer der drei Anordnungen angreifen, die in Bild 22 dargestellt sind. Für jede der Belastungsbeanspruchungen werden verschiedene Einrichtungen zum Festhalten der Probe verwendet. Diese Einrichtungen können an einer Universalprüfmaschine angebracht sein, oder es kann ein spezielles Biegegerät verwendet werden.

4.2.3 Durchführung

Die Oberfläche ist in regelmäßigen Zeitabständen zu untersuchen, um genau den Augenblick zu bestimmen, in dem die Schutzschicht reißt. Das ist schwierig durchführbar, wenn nicht ein Verfahren für die ständige Beobachtung der Proben während des Biegens in die Prüfung mit dem Biegegerät einbezogen wird.

Eine Hauptfehlerursache ist die Neigung der Probe, bei der Prüfung, wie in Bild 23 a) dargestellt, zu knicken oder umzuschwenken.

4.2.4 Darstellung der Ergebnisse

Wenn keine Knickung auftritt und der Beginn der Reißbildung genau nachgewiesen wird, ergibt sich die in Prozent angegebene Duktilität D nach folgender Gleichung:

$$D = \frac{4\delta s}{l^2} \times 100$$

Dabei ist:

- δ die Gesamtdicke;
- s die senkrechte Verschiebung;
- l die Meßlänge.

Siehe Bilder 12 und 23 b).

4.3 Vierpunkt-Biegeversuch [7]

4.3.1 Allgemeines

Er ist vergleichbar mit dem Dreipunkt-Biegeversuch (4.2) mit der Ausnahme, daß die Probe zwei Kräften unterworfen wird, die nach der Darstellung in Bild 24 symmetrisch über den Mittelbereich angreifen. Der wesentlichste Vorteil ist, daß eine Knickung der Probe vermieden wird.

4.3.2 Darstellung der Ergebnisse

Die in Prozent angegebene Duktilität D wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$D = \frac{\delta s}{l_2^2 + 2l_1 l_2}$$

Dabei ist:

- δ die Gesamtdicke;
- s die senkrechte Verschiebung;
- l_1 der halbe Abstand zwischen den beiden Kräften;
- $l_1 + l_2$ der halbe Abstand zwischen den beiden Auflagern.

Siehe Bild 24.

4.4 Biegung um einen Zylinderdorn

4.4.1 Prinzip

Biegen der elektrolytisch oder auf andere Weise beschichteten Probe in Form eines schmalen Streifens über Biegedorne mit immer kleiner werdendem Durchmesser [4]. Bestimmung der in Prozent angegebenen Duktilität aus dem kleinsten Durchmesser des Biegedorns, der nicht den Bruch der Schicht verursacht [8].

4.4.2 Prüfausrüstung

Spannvorrichtungen und ein Satz Biegedorne mit Durchmessern von 5 bis 50 mm in Abstufungen von 3 mm (siehe Bild 25).

4.4.3 Herstellung der Probe

Dicke und Zustand des Grundwerkstoffs müssen ein Biegen um den Dorn mit dem kleinsten Durchmesser ohne sichtbare Reißbildung zulassen; beispielsweise kann niedrig legierter Stahl oder duktiler Kupfer mit einer Dicke von 1,0 bis 2,5 mm verwendet werden. Der Grundwerkstoff ist elektrolytisch oder auf andere Weise beschichtet und wird zur Herstellung von Proben verwendet, die 10 mm breit und mindestens 150 mm lang sind.

4.4.4 Durchführung

Die Proben sind um Biegedorn mit abnehmendem Durchmesser zu biegen. Der Dorn mit dem kleinsten Durchmesser ist zu notieren, der nicht den Bruch der Schicht verursacht.

4.4.5 Darstellung der Ergebnisse

Die in Prozent angegebene Duktilität D ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$D = \frac{\delta}{d + \delta} \times 100$$

Dabei ist:

- δ die Gesamtdicke;
- d der Durchmesser des kleinsten Dorns, der keine Reißbildung des Überzugs verursacht.

4.4.6 Anmerkungen zur Durchführung

Bei diesem Verfahren ist es möglich, Risse durch einen Porositätstest an den Streifen nachzuweisen, die über unterschiedliche Zylinder gebogen werden (die Risse werden in derselben Weise wie Poren vergrößert). Ein elektrolytischer Porositätstest mit einem Gel führt zur Entwicklung aller Mikrorisse in bestimmte Zeilen.

4.5 Biegung um einen spiralförmigen Dorn

4.5.1 Prinzip

Biegen eines elektrolytisch oder auf andere Weise beschichteten Streifens über einen Dorn mit abnehmendem Radius. Bestimmung des Wertes, bei dem eine Reißbildung auf der Schicht bemerkt wird [9, 10].

4.5.2 Prüfeinrichtung

Dorn (siehe Bild 26)

4.5.3 Durchführung

Der Augenblick der Reißbildung kann elektrisch (siehe Bild 21) bestimmt werden, wenn der Grundwerkstoff ein nicht leitender Kunststoff ist.

4.5.4 Darstellung der Ergebnisse

Der Winkel des Biegearms (siehe Bild 27) kann als Maß für die Duktilität verwendet werden, um relative Werte zu ermitteln. Anderenfalls erfolgt die Berechnung der in Prozent angegebenen Duktilität wie in 4.4.5.

4.6 Biegung um einen kegelförmigen Dorn

4.6.1 Prinzip

Biegen einer rechtwinkligen, elektrolytisch oder auf andere Weise beschichteten Probe über einen kegelförmigen Dorn (siehe Bild 28).

4.6.2 Prüfeinrichtung

Kegelförmiger Dorn

4.6.3 Durchführung

Durch Untersuchung der Oberfläche der Probe mit einer Lupe (10fach) ist die Stellung zu bestimmen, bei der die Rißbildung eingeleitet wird. Das Prüfgerät kann auch unter einem Mikroskop angeordnet werden, das eine höhere Vergrößerung ermöglicht.

4.6.4 Darstellung der Ergebnisse

Die in Prozent angegebene Duktilität wird aus dem Radius der Krümmung des Kegels am Rißbildungspunkt mit Hilfe der unter 4.4.5 angegebenen Gleichung berechnet.

Da nur Bleche mit einer Dicke von maximal etwa 0,5 mm zufriedenstellend gebogen werden können, ist dieses Verfahren für die Bestimmung der Duktilität einer Schicht mit einer 11 % überschreitenden Dehnung nicht geeignet.

$$\frac{\Delta l}{l} \leq \frac{0,5}{4,5} = 0,11 \quad r = 2 \text{ mm} \quad D = 11 \% \\ \delta = 0,5 \text{ mm} \quad d = 4 \text{ mm}$$

4.6.5 Sonderfälle

Eine Variante dieser Prüfung beinhaltet das Wickeln von elektrolytisch oder auf andere Weise beschichtetem Draht um einen Kegel (siehe Bild 29).

4.7 Mechanischer Wölbungstest

4.7.1 Prüfeinrichtung

Siehe 3.5.2

4.7.2 Herstellung der Proben

Die Verwendung sehr duktiler Kupferbleche mit einer Dicke von 0,1 mm als Grundwerkstoff ergibt zufriedenstellende Ergebnisse.

4.7.3 Durchführung

Siehe 3.5.3

Es ist zu gewährleisten, daß der Bohrungsdurchmesser so angebracht ist, daß das Betrachtungsfeld des Mikroskop (100fach) den Bereich erfaßt, von dem angenommen wird, daß auf ihm Risse auftreten. Eine Bohrung mit 8 mm Durchmesser und eine Kugel mit 4 mm Durchmesser liefern reproduzierbare Ergebnisse.

4.7.4 Darstellung der Ergebnisse

4.7.4.1 Berechnung

Siehe Anhang D

4.7.4.2 Genauigkeit

Die Genauigkeit des Verfahrens hängt von der Kratzerfreiheit des Grundwerkstoffs ab, da die Kratzer bei einer geringeren Höhe der Ausbauchung als sie mit der Duktilität der Schicht vereinbar sind, Risse auflösen.

5 Auswahl des Prüfverfahrens

5.1 Es ist nicht möglich, ein Verfahren zur Messung der Duktilität von Überzügen zu empfehlen, das für alle Werkstoffe und Anwendungsfälle anwendbar ist. Die in der Tabelle angegebenen Richtlinien können hilfreich sein.

Die mit unterschiedlichen Verfahren erzielten Ergebnisse sind selten vergleichbar.

5.2 Schutzschichten mit einer Dicke unter 10 µm sollten auf einem geeigneten Grundwerkstoff geprüft werden. Für spröde Schichten wird das Verfahren der Zugprüfung bevorzugt; die Biegeprüfungen (4.4 und 4.5) sollten aber auch zufriedenstellend sein. Für duktile Schichten wird die Biegeprüfung (4.3) bevorzugt.

5.3 Überzüge mit einer Dicke größer als 10 µm können in Form von Folien geprüft werden. Duktile Folien können durch den hydraulischen Wölbungstest (3.4) oder den Zugversuch (3.1) geprüft werden. Spröde Folien können mit dem Meßschrauben-Biegeversuch (3.2) oder durch den mechanischen Wölbungstest (3.5) geprüft werden.

5.4 Spröde und/oder spannungsbehaftete Überzüge mit einer Dicke größer als 10 µm können geprüft werden, wenn sie auf einen geeigneten, duktilen Grundwerkstoff aufgebracht sind; in diesem Fall ist der Zugversuch (4.1) zu empfehlen, obwohl der Biegeversuch mit Zylinderdorn (4.4) oder die Biegung um einen spiralförmigen Dorn (4.5) auch angewendet werden kann.

6 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß folgende Angaben enthalten:

- Hinweis auf das verwendete Verfahren;
- Ergebnisse und verwendete Darstellungsweise;
- Einzelheiten zur Herstellung der Probe.