

DIN EN ISO 26423



ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2015-12-16
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1071-2:2003-02

Entwurf

**Hochleistungskeramik –
Bestimmung der Schichtdicke mit dem Kalottenschleifverfahren
(ISO 26423:2009);
Deutsche und Englische Fassung FprEN ISO 26423:2015**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Determination of coating thickness by crater-grinding method (ISO 26423:2009);
German and English version FprEN ISO 26423:2015

Céramiques techniques –
Détermination de l'épaisseur de revêtement par la méthode de meulage de cratère
(ISO 26423:2009);
Version allemande et anglaise FprEN ISO 26423:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-10-16 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 39 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 26423:2009 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 26423:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Zu DIN EN ISO 26423 gibt es kein Arbeitsgremium bei DIN, da seitens der deutschen Fachöffentlichkeit kein Interesse an diesem Normungsthema bekundet wurde.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der FprEN ISO 26423 beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1071-2:2003-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Übernahme der ISO 26423:2009.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

Hochleistungskeramik — Bestimmung der Schichtdicke mit dem Kalottenschleifverfahren (ISO 26423:2009)

Céramiques techniques — Détermination de l'épaisseur de revêtement par la méthode de meulage de cratère (ISO 26423:2009)

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of coating thickness by crater-grinding method (ISO 26423:2009)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren
Dokument-Sprache: D
STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Symbole	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Probenahme	6
6 Durchführung der Prüfung	6
6.1 Allgemeines	6
6.2 Vorbereitung der Prüfung	7
6.3 Prüfparameter	7
6.4 Beispiel für Prüfparameter	8
7 Mikroskopische Untersuchung und Messung	8
7.1 Untersuchung	8
7.2 Messung	8
8 Berechnungen	9
9 Unsicherheit und Fehlerquellen	10
10 Prüfbericht	11
Anhang A (informative) Fehler in Verbindung mit der Verwendung unterschiedlicher Gleichungen für die Berechnung der Schichtdicke	12
Anhang B (informativ) Schätzung der Messunsicherheit und der Messfehler	15
B.1 Allgemeines	15
B.2 Unsicherheit infolge der Unsicherheit bei der Bestimmung der Kalottendurchmesser in der Beschichtung und im Grundwerkstoff	15
B.3 Messunsicherheit, die mit dem vom Radius der bei der Erzeugung der Kalotte verwendeten Kugel abweichenden Krümmungsradius der Kalotte verbunden ist	15
B.4 Unsicherheit durch eine unrunde Kalotte	17
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 26423:2009 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 26423:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1071-2:2002 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 26423:2009 wurde vom CEN als FprEN ISO 26423:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Dicke von keramischen Beschichtungen mit einem Kalottenschleifverfahren fest, bei dem eine sphärische Vertiefung geschliffen und anschließend die Kalotte mikroskopisch untersucht wird.

Infolge der sich bei der Messung der Kalottenmaße ergebenden Unsicherheit ist diese Prüfung nicht für Anwendungen geeignet, bei denen die Oberflächenrauheit der Beschichtung und/oder des Grundwerkstoffes 20 % der Schichtdicke überschreitet.

ANMERKUNG Ein alternatives Verfahren zur Bestimmung der Dicke mit einem Kontaktprofilometer ist in ISO 18452 angegeben.

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).

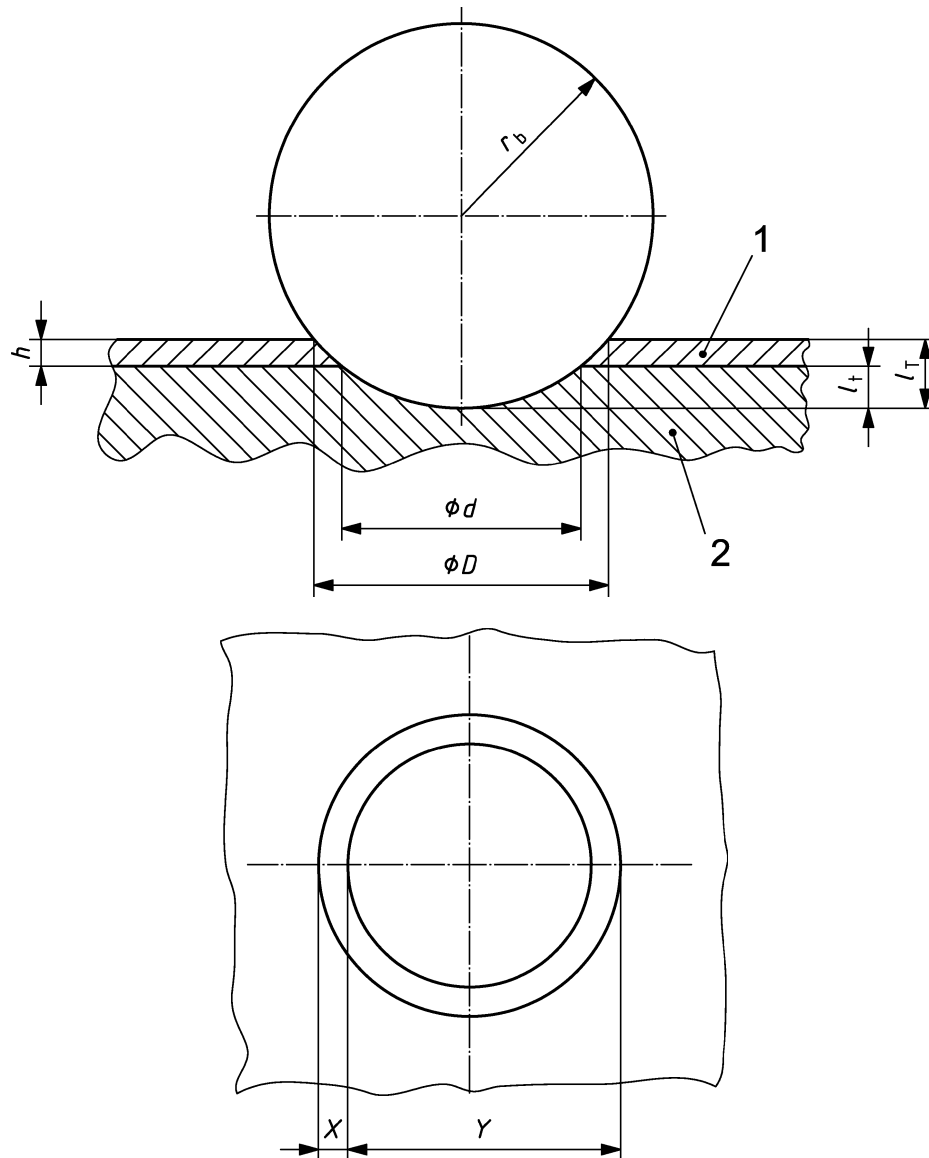
ISO 3290-1, *Rolling bearings — Balls — Part 1: Steel balls*

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole.

- D bester Schätzwert des äußeren Kalottendurchmessers an der Oberfläche der Beschichtung, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- d bester Schätzwert des inneren Kalottendurchmessers, festgelegt durch die Unterseite der Beschichtung, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- h Schichtdicke, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- m tiefgestellter Index, der den Mittelwert angibt (D_m, d_m, X_m, Y_m);
- r_b Kugelradius, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- r_s Krümmungsradius der Probe;
- l_T Gesamteindringtiefe der Kugel, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- l_t Eindringtiefe der Kugel in das Substrat, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- X Abstand zwischen der Umfangslinie der äußeren Kalotte und einem diametral entsprechenden Punkt auf der gleichen Seite der inneren Kalotte auf einer koplanaren Projektion der beiden Kalotten, in Mikrometer (siehe Bild 1);
- Y Abstand zwischen der Umfangslinie der äußeren Kalotte und einem diametral entsprechenden Punkt auf der gegenüberliegenden Seite der inneren Kalotte auf einer koplanaren Projektion der beiden Kalotten, in Mikrometer (siehe Bild 1).



Legende

- 1 Beschichtung
- 2 Grundwerkstoff

Bild 1 — Beim Prüfverfahren verwendete Hauptmaße

4 Kurzbeschreibung

Oft spielt die Schichtdicke eine entscheidende Rolle für die Gebrauchslleistung von beschichteten Werkzeugen und Maschinenteilen. Es wurden viele verschiedene Verfahren zur Bestimmung der Schichtdicke entwickelt. Dazu gehören das Kalottenschleifverfahren und das Stufenhöhenverfahren (siehe ISO 18452), die leicht durchzuführen und auf die meisten Schichtsysteme anwendbar sind.

Das Verfahren ist einfach und unkompliziert. Mit einer Kugel, die mit einer Schleifmittelaufschlämmung befeuchtet ist, wird in das beschichtete Teil eine Kalotte geschliffen. Die Schichtdicke wird aus den Merkmalen der Kugel und der Kalotte abgeleitet. Eine Voraussetzung für das Verfahren ist der Kontrast zwischen den unterschiedlichen Werkstoffen, aus denen die Beschichtung und der Grundwerkstoff bestehen, damit die Grenzfläche zwischen der Beschichtung und der Oberfläche zu erkennen ist.

Die Proben sollten entweder eben oder zylindrisch sein. Ebenheit kann als ausreichend betrachtet werden, wenn der vorliegende Krümmungsradius der Probe r_s die Beziehung $r_s > 100 \times r_b$ (für Fehler ≤ 1 %) erfüllt.

5 Probenahme

Es muss eine repräsentative Probe des zu prüfenden Produkts verwendet werden. Die Proben müssen beschichtete Originalteile sein oder, wenn das nicht möglich ist, in derselben Weise hergestellt sein wie die zu prüfende Charge. Bei großen Teilen kann eine separate Herstellung der Probe erforderlich sein.

6 Durchführung der Prüfung

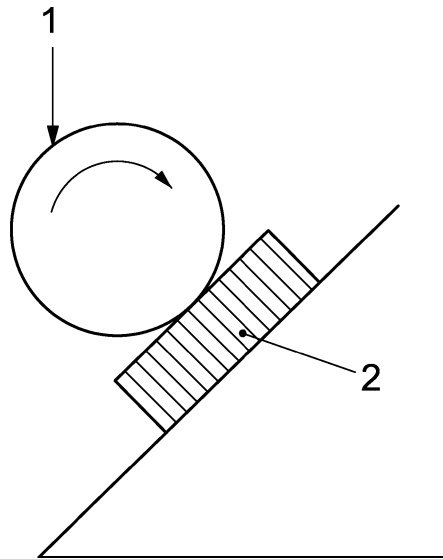
6.1 Allgemeines

Eine mit einer Schleifmittelaufschlämmung befeuchtete Kugel rotiert auf der Oberfläche einer Probe. So wird eine sphärische Abriebkalotte erzeugt und die Prüfung ist beendet, wenn die Eindringtiefe der sphärischen Kalotte größer als die Schichtdicke ist. Anschließend wird die Schichtdicke aus der Größe der Verschleißformen (Durchmesser der Gesamtkalotte und der Kalotte im Grundwerkstoff) und dem Kugeldurchmesser bestimmt.

Es dürfen unterschiedliche Prüfanordnungen verwendet werden. Die Kugel kann frei auf einer Antriebskurbel rotieren, wobei die Kontaktkraft von der Kugelmasse erzeugt wird, oder sie kann in eine Antriebsachse eingespannt sein, während die Kraft mittels eines Hebelsystems auf die Probe aufgebracht wird. In Bild 2 ist eine typische Anordnung dargestellt.

Alternativ darf eine Drehscheibe anstelle einer Kugel verwendet werden, wobei die Probe auch rotieren muss (das gleiche Prinzip wird bei Schleifmaschinen zur Herstellung von TEM-Proben angewendet).

Es können unterschiedliche Schleifmittel (z. B. Diamant, Aluminiumoxid, Siliziumoxid) verwendet werden und es dürfen handelsübliche Suspensionen auf Basis von Alkohol, Öl oder Wasser benutzt werden. Die Schleifmittelaufschlämmung darf vor der Prüfung auf die Kugel aufgetragen werden; besser reproduzierbare Messwerte werden jedoch erhalten, wenn die Schleifmittelaufschlämmung tropfenweise in den Kontaktbereich zugeführt wird, z. B. durch peristaltisches Pumpen einer gerührten Suspension. Die Korngröße des Schleifmittels muss ausreichend klein sein, um das Aufräumen der Kalottenränder zu vermeiden. Häufig wird beispielsweise eine in Ethanol suspendierte Diamantpaste mit 1 µm Korngröße verwendet.



Legende

- 1 Kugel
- 2 Probe

Es dürfen auch andere Orientierungen angewendet werden.

Bild 2 — Beispiel für die Prüfanordnung

6.2 Vorbereitung der Prüfung

Es wird sichergestellt, dass die Probe und die Kugel sauber sind. Im Allgemeinen reichen 5 min Ultraschallreinigung in frischem Petrolether und anschließendes Trocknen in Umgebungsluft aus. Die Eignung der Kugel muss durch Messen von 10 beliebigen Durchmessern überprüft werden. Eine Kugel muss verworfen werden, wenn die Differenz zwischen zwei beliebigen Messungen über 5 µm beträgt (in ISO 3290-1 ist der zulässige Höchstwert von V_{DWS} für Kugeln der Stufe G 200 angegeben), oder wenn mit bloßem Auge sichtbare Kratzer auf der Oberfläche vorhanden sind. Es wird eine Aufschlämmung der Schleifmittelpartikel in einem Verdünnungsmittel hergestellt. Die Probe wird auf eine feste Unterlage gelegt.

Die Schleifmittelaufschlämmung sollte intensiv gerührt werden, um sicherzustellen, dass die Schleifmittelpartikel eine homogene Dispersion bilden.

Es können gehärtete Stahlkugeln für Wälzlager mit einem festgelegten Durchmesser und einer Oberflächenqualität nach ISO 3290-1 verwendet werden.

6.3 Prüfparameter

Zu den prüfspezifischen Parametern gehören:

- a) Kugeldurchmesser;
- b) Kontaktkraft;
- c) Gleitgeschwindigkeit;
- d) Zusammensetzung und Konzentration der Schleifmittelsuspension;
- e) Zuführungsrate der Aufschlämmung;
- f) Prüfdauer.

Zu den probespezifischen Parametern gehören:

- Oberflächenqualität (Rauheit, Sauberkeit); und
- optischer Kontrast zwischen Beschichtung(en) und Grundwerkstoff.

6.4 Beispiel für Prüfparameter

Typische Arbeitsparameter sind folgende:

- Kugeldurchmesser: 25 mm;
- Kontaktkraft: 0,25 N;
- Drehzahl der Kugel: 100 min^{-1} ;
- Zusammensetzung der Schleifmittelaufschlämmung: Diamantpaste mit $1 \mu\text{m}$ Korngröße, suspendiert in Ethanol; bei einer Konzentration von 1:4
- Zuführungsrate der Aufschlämmung: 20 Tropfen/min; und
- Prüfdauer: 5 min.

ANMERKUNG Optimale Prüfbedingungen weichen bei unterschiedlichen Proben voneinander ab. Die zuvor angegebenen Bedingungen sind typisch für dünne (Dicke von $3 \mu\text{m}$ bis $5 \mu\text{m}$) harte Beschichtungen auf metallischen Grundwerkstoffen, hängen jedoch von der Abriebbeständigkeit und Schichtdicke usw. ab. Bei diesen und anderen Beschichtungen könnte es notwendig sein, unter unterschiedlichen Bedingungen Testkalotten zu erzeugen, um die für die Herstellung runder Kalotten mit ausreichender Tiefe geeigneten Parameter zu bestimmen, um die Grenzfläche Beschichtung/Grundwerkstoff deutlich abzugrenzen.

7 Mikroskopische Untersuchung und Messung

7.1 Untersuchung

Die Probe muss vor der Prüfung unbedingt gereinigt werden (siehe 6.2).

Es muss ein bildgebendes Verfahren mit kalibrierter Größenmessung angewendet werden. Die Grundkalotte wird bei der stärksten Vergrößerung, bei der die vollständige abgeschliffene Kalotte sichtbar ist, untersucht.

Das Mikroskop wird auf die konzentrischen Muster scharf eingestellt, und, falls erforderlich, wird die Beleuchtung so eingestellt, dass ein maximaler Kontrast erreicht wird.

Üblicherweise wird ein optisches Auflichtmikroskop verwendet, es darf jedoch auch ein anderes bildgebendes Verfahren, z. B. Rasterelektronenmikroskopie, angewendet werden, z. B. wenn es nicht möglich ist, mit anderen Mitteln zwischen der Beschichtung und dem Grundwerkstoff zu unterscheiden. Im Falle der Lichtmikroskopie darf der Kontrast zwischen dem Grundwerkstoff und der Beschichtung durch Ätzen erhöht werden.

7.2 Messung

Die Kalottenmaße werden in geeigneter Weise mit einer kalibrierten Messeinrichtung gemessen.

Bei ebenen Proben werden die Durchmesser D und d oder die Längen X und Y der Kalotten sowohl parallel als auch senkrecht zur Richtung der Kugeldrehung gemessen (Bild 1).

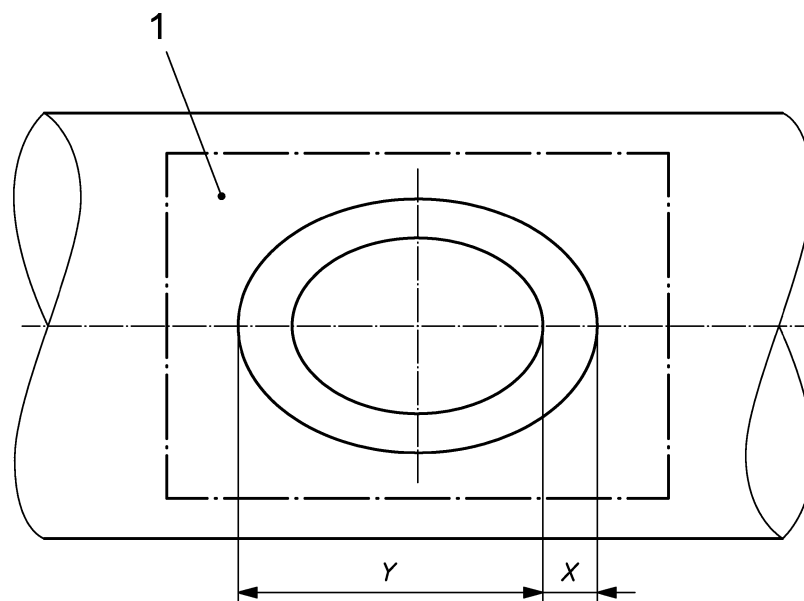
Bei zylindrischen Proben werden nur die größten Maße der Kalotten parallel zur Zylinderachse gemessen (Bild 3).

Es müssen mindestens 5 Messungen durchgeführt werden, um die Wiederholpräzision der Messung zu bestimmen.

Bedingt durch Oberflächenrauheiten kann es vorkommen, dass die Begrenzungen der Beschichtung(en) nicht klar definiert werden können, und es muss die beste Schätzung der Mittellinie einer Begrenzung verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Die Maße können leicht gemessen werden, indem bei der gleichen Vergrößerung Mikraufnahmen von der Kalotte und einer rückführbaren kalibrierten Skala angefertigt werden.

ANMERKUNG 2 Die Genauigkeit der Messung hängt von der Rauheit der Oberflächen ab, welche die Begrenzungen der Schicht aufzeigen.



Legende

1 vergrößerter Bereich (mikroskopische Ansicht)

Bild 3 — Zylindrische Probe

8 Berechnungen

Die Gesamteindringtiefe der sphärischen Kalotte wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$l_T = r_b - \sqrt{r_b^2 - D_m^2/4} \quad (1)$$

während für die Eindringtiefe im Grundwerkstoff unterhalb der Grenzfläche Beschichtung/Grundwerkstoff Gleichung (2) gilt:

$$l_t = r_b - \sqrt{r_b^2 - d_m^2/4} \quad (2)$$

Die Schichtdicke kann somit berechnet werden nach:

$$h = l_T - l_t \quad (3)$$

oder

$$h = \sqrt{r_b^2 - d_m^2/4} - \sqrt{r_b^2 - D_m^2/4} \quad (4)$$

Bei dünnen Beschichtungen ist die Eindringtiefe im Vergleich zum Kugelradius r_b gering. Deshalb kann die vereinfachte Gleichung (5) zur Bestimmung der Schichtdicke angewendet werden:

$$h = \frac{D_m^2 - d_m^2}{8r_b} \quad (5)$$

oder durch Ersetzen von $D = X + Y$ und $d = Y - X$:

$$h = \frac{X_m Y_m}{2r_b} \quad (6)$$

Gleichung (5) wird bevorzugt, weil sie gegenüber Abweichungen in den Messungen der Kalottenmaße weniger empfindlich ist (siehe Anhang A).

Bei Proben, die das Ebenheitskriterium $r_s > 100 \times r_b$ nicht erfüllen, sollte Gleichung (5) durch folgende Gleichung ersetzt werden:

$$h = \frac{D_m^2 - d_m^2}{8} \left[\frac{1}{r_b} + \frac{1}{r_s} \right] \quad (7)$$

Unter diesen Umständen wird aus Gleichung (6):

$$h = \frac{X_m Y_m}{2} \left[\frac{1}{r_b} + \frac{1}{r_s} \right] \quad (8)$$

ANMERKUNG Die Dicke einzelner Schichten in einem Mehrschichtsystem kann nach diesem Verfahren bestimmt werden, wenn die zuvor angegebenen Definitionen auf die inneren und äußeren Kalottenkreise angewendet werden, die die zu untersuchende Schicht abgrenzen.

9 Unsicherheit und Fehlerquellen

Mit dem in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren können sehr genaue Messungen durchgeführt werden, vorausgesetzt, dass die Umfangslinien der Kalotten sowohl rund als auch gut definiert sind (dies erfordert, dass die Oberflächen sowohl des Grundwerkstoffes als auch der Beschichtungen glatt und eben sind und dass das Schleifen der Kalotte auf kontrollierte Weise durchgeführt wird), dass die Kalottenmaße genau gemessen werden und der Krümmungsradius der Kalotte dem Radius der Kugel, die die Kalotte erzeugt, entspricht. Die Unsicherheit der Kalottenmaße, Abweichungen von der Rundheit und Differenzen zwischen dem Krümmungsradius der Kalotte und dem Kugelradius stellen die wahrscheinlich größten Unsicherheitsquellen bei dem Prüfverfahren dar. Diese drei Unsicherheits- und Fehlerquellen werden ferner in Anhang B erörtert.