

Untersuchung und Bewertung der Fehlergrößen im Haftzugversuch nach DIN EN 582

Kirsten Bobzin¹, Thomas Schläfer¹, Claus Aumund-Kopp²

¹ Institut für Oberflächentechnik der RWTH Aachen University, Aachen, DE; ² Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung, Bremen, DE

Kurzfassung

Aufgrund wiederholt festgestellter erheblicher Streuungen der Ergebnisse von Haftzugfestigkeitsuntersuchungen, die entsprechend DIN EN 582 durchgeführt worden waren, wurde die Anwendbarkeit der o. g. Norm unter der Federführung des Instituts für Oberflächentechnik der RWTH Aachen (IOT), Aachen und des Fraunhofer Instituts für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung (IFAM), Bremen, untersucht. Dazu wurden zunächst mittels der Methode der Fehlermöglichkeits- und Einflussanalyse (FMEA) bei mehreren, der am Projekt teilnehmenden, Unternehmen und Institutionen Untersuchungen zur Anwendung der Norm durchgeführt. Dabei stellte sich heraus, dass erhebliche Unterschiede bei der Durchführung der Haftzugfestigkeitsuntersuchung bestehen, bzw. die Norm sehr große Spielräume bei einzelnen Arbeitsschritten zulässt oder diese gar nicht festlegt. Auf Basis der FMEA-Ergebnisse wurde eine Arbeitsanweisung entwickelt, die die Durchführung der Haftzugfestigkeitsuntersuchung detailliert gliedert und einzelne Schritte konkreter spezifiziert, als es die Norm bisher vorgab. In zwei Ringversuchen, konnte anschließend der positive Einfluss der entwickelten Arbeitsanweisung nachgewiesen werden. Ihre Anwendung führte zu einer erheblich geringeren Streuung der Untersuchungsergebnisse. Die Ringversuche wurden mit dem Schichtsystem ZrO_2 - Y_2O_3 auf 1.0037, bzw. 1.4305 durchgeführt, wobei zwei einkomponentige Epoxidklebstoffe sowie eine Epoxid-Polyamid Klebefolie verwendet wurden.

Keywords

Haftzugfestigkeitsuntersuchung, DIN EN 582, Fehlermöglichkeits- und Einflussanalyse, FMEA

1. Motivation für die Forschungsarbeit

Haftzugfestigkeiten werden in der Literatur vielfach, neben Schichthärte, Porosität etc. als ein Qualitätsmerkmal für thermische Spritzschichten herangezogen. Dabei fällt auf, dass z. T. auch für ähnliche Schichten aus identischen Spritzzusätzen mitunter signifikant unterschiedliche Haftzugfestigkeiten angegeben werden. Die Bestimmung der Haftzugfestigkeit nach EN 582:1993 lässt dem Prüfer weiträumigen Spielraum bei der Probenherstellung und -prüfung. Insbesondere die Probenherstellung steht in der Vermutung einen erheblichen Einfluss auf die erzielte Haftzugfestigkeit zu haben.

Aufgrund ständiger Industrieanfragen zu dieser Thematik und drastischer Diskrepanzen in Literaturangaben wurde 2003 ein Ringversuch durchgeführt [1], der die o.g. Vermutung zumindest ansatzweise bestätigt. Im Ringversuch wurden normgerechte, identische Probekörper, d. h. zylindrische, stirnseitig beschichtete Proben, (Al_2O_3 und Molybdän, beide mittels Atmosphärischem Plasmaspritzen, APS, appliziert) von einem einzigen Beschichter hergestellt und von sieben Instituten und Firmen in Deutschland und der Schweiz gemäß EN 582 mit Abziehkörpern zu Haftzugproben unter Verwendung verschiedener Klebstoffe verklebt. Die so hergestellten Prüfkörper wurden anschließend wieder von einem Institut geprüft und ausgewertet. Hierbei ergaben sich Messwerte, die zwischen $10 - 70 \text{ N/mm}^2$ für Aluminiumoxid und $30 - 60 \text{ N/mm}^2$ für Molybdänschichten schwankten (**Bild 1**). Außerordentlich hohe Unterschiede traten auch für mit identischen Klebstoffen verklebte Proben auf. Eine derartige Streuung normgerechter, identischer Proben deutet auf signifikante Schwächen in der Norm hin, welche so in nicht vertretbar sind. Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens wurden daher zunächst die Fehlereinflüsse im Erzeugen normgerechter

Proben aufgezeigt. Projektziel ist die Erstellung einer Arbeitsanweisung, welche zu reproduzierbaren Haftzugwerten mit geringer Streuung führt und die langfristig die Norm EN 582 entsprechend ergänzt.

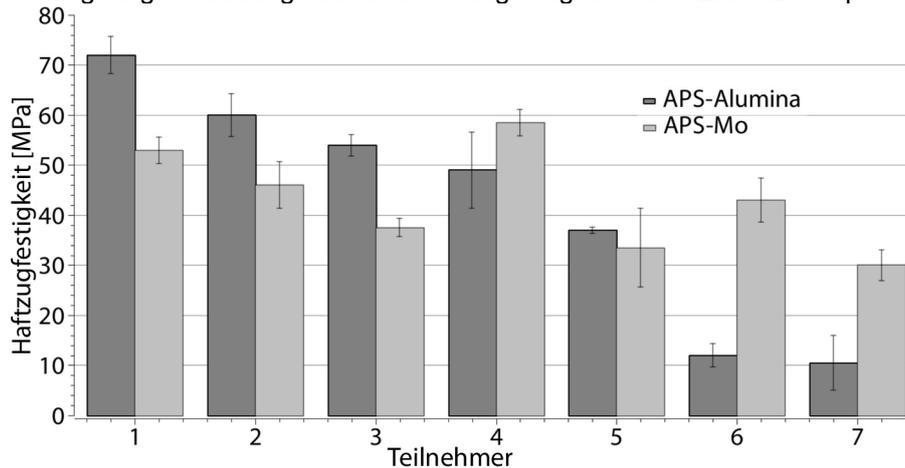


Bild 1: Ergebnisse eines 2003 durchgeführten Ringversuchs, nach [1]

2. Stand der Technik

Die Haftfestigkeit ist entscheidend für die Bewertung der Einsatztauglichkeit von thermisch gespritzten Schichten. Zur Bestimmung der Haftfestigkeit finden üblicherweise die normierten Tests nach DIN EN 582 Anwendung. Im einfachsten Fall der so genannten Probenform A, werden, zylindrische, in einer Stirnseite mit einer M16 Aufnahmebohrung versehene Grundkörper vorgegebener Größe auf der gegenüberliegenden Stirnseite beschichtet (Probekörper). Nachfolgend werden im Durchmesser identische Gegenkörper (Abziehkörper) und Probekörper zu Haftzugproben gefertigt. Dabei werden unter Zuhilfenahme eines beliebigen Klebstoffs die Stirnseiten von Probe- und Abziehkörpern paarweise verklebt. Der Durchmesser der Probe-, bzw. Abziehkörper und der Testscheibe kann 25 oder 40 mm betragen. Die Länge der Abziehkörper kann lt. Norm von der Länge der Probekörper abweichen.

Neben Probenform A existiert noch Probenform B. Hier wird eine zylindrische Testscheibe einseitig beschichtet und mit zwei Abziehkörpern zu einer Haftzugprobe verklebt. Beide Probenformen sind in **Bild 2** schematisch dargestellt. Die so hergestellten Proben werden auf einer Zug-Prüfmaschine bis zum Versagen der Probe mit einer Zugkraft belastet. Das Versagen kann zwischen Spritzschicht und Probekörper, zwischen Klebstoff und Spritzschicht oder im Klebstoff selbst stattfinden. Darüber hinaus sind Mischbrüche möglich.

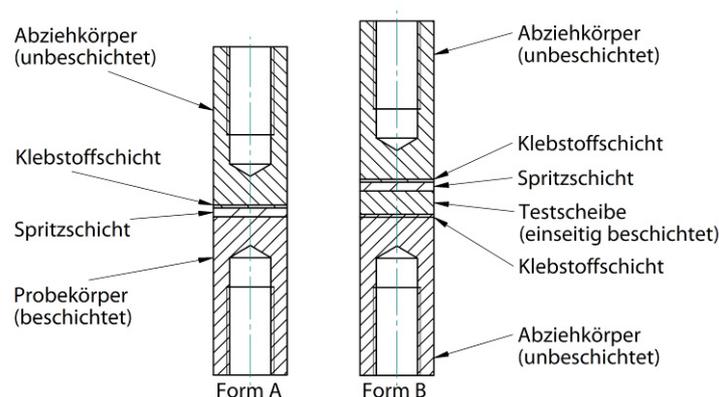


Bild 2: Darstellung der Probenformen A und B nach DIN EN 582, die Durchmesser von Probe-, Abziehkörper können 25 oder 40 mm betragen

3. Durchgeführte Untersuchungen und erzielte Ergebnisse

3.1 Fehlermöglichkeits- und Einflussanalyse (FMEA)

Vor dem Hintergrund des Projektziels, die Vergleichbarkeit der Ergebnisse von Haftzugfestigkeitsuntersuchungen zu verbessern, wurde auf die Fehlermöglichkeits und

Einflussanalyse (FMEA) zurückgegriffen. Diese formale Methode erlaubt zum einen die zielgerichtete Ermittlung von Fehlern in Systemen, Konstruktionen und Prozessen [2]; zum anderen erhöht sie das Problembewusstsein derjenigen, die die Analyse durchführen. Dieses ist aufgrund der Komplexität der innerhalb des Projektes untersuchten Haftzugfestigkeitsuntersuchung, ein nicht zu unterschätzender Nebeneffekt. Im hiesigen Projekt flossen die Ergebnisse der durchgeführten FMEA unmittelbar in eine Arbeitsanweisung ein, die die Durchführung einer Haftzugfestigkeitsuntersuchung umfassend beschreibt und erläutert.

Bei Durchführung der FMEA wurde zusammen mit Mitarbeitern der teilnehmenden Institutionen, ausgehend von der Fehlerfolge "Falsches Ergebnis der Haftzugfestigkeitsmessung", alle möglichen Fehler und deren Ursachen bestimmt, die zu dieser Fehlerfolge führen können. Anschließend wurden die Bedeutung eines Fehlers hinsichtlich der Haftzugfestigkeit (B), seine Auftretenswahrscheinlichkeit (A) und die Entdeckungswahrscheinlichkeit (E) bewertet. Es wurden für jedes der drei Kriterien Kennzahlen von 1 bis 5 vergeben, wobei größere Kennzahlen auf ein größeres Fehlerpotential hindeuten. Ein Wert von 5 wurde z. B. für die Entdeckungswahrscheinlichkeit vergeben, wenn Merkmale nicht geprüft werden, bzw. nicht geprüft werden können.

Mit der Berechnung der Risiko-Prioritätszahl (RPZ) wurde eine Rangfolge der Risiken für jedes Systemelement in jeder einzelnen FMEA erstellt. D. h. die Fehler wurden nach ihrer Signifikanz aufgelistet. Die RPZ entsteht durch Multiplikation der B-, A- und E-Bewertungszahlen ($RPZ = B \cdot A \cdot E$) und kann dementsprechend Werte zwischen 1 und 125 annehmen. Es besteht der Anspruch, dass die RPZ, mindestens im Vergleich mit anderen RPZ der gleichen FMEA, eine Aussage im Sinne besser/schlechter erlaubt. Hier diente die RPZ der Vergleichbarkeit und der Ermittlung der signifikantesten Fehlerarten.

Insgesamt wurden bei fünf Institutionen FMEA durchgeführt. Deren Ergebnisse wurden wie folgt zusammengefasst: zunächst wurden die Rangreihenfolgen normiert, wie in **Bild 3** dargestellt. Links im Bild ist die FMEA eines Teilnehmers für ein Systemelement dargestellt. Die einzelnen Fehler (im Bild mit 2.01 – 2.05 bezeichnet) wurden nach der Höhe der RPZ sortiert, d. h. es wurde eine Rangreihenfolge aufgestellt. Dabei erhielt der Fehler mit der größten RPZ den höchsten Rang, hier im **Bild 3**: 7. Unterschiedliche Fehler, für die identische RPZ bestimmt wurden, erhielten identische Ränge.

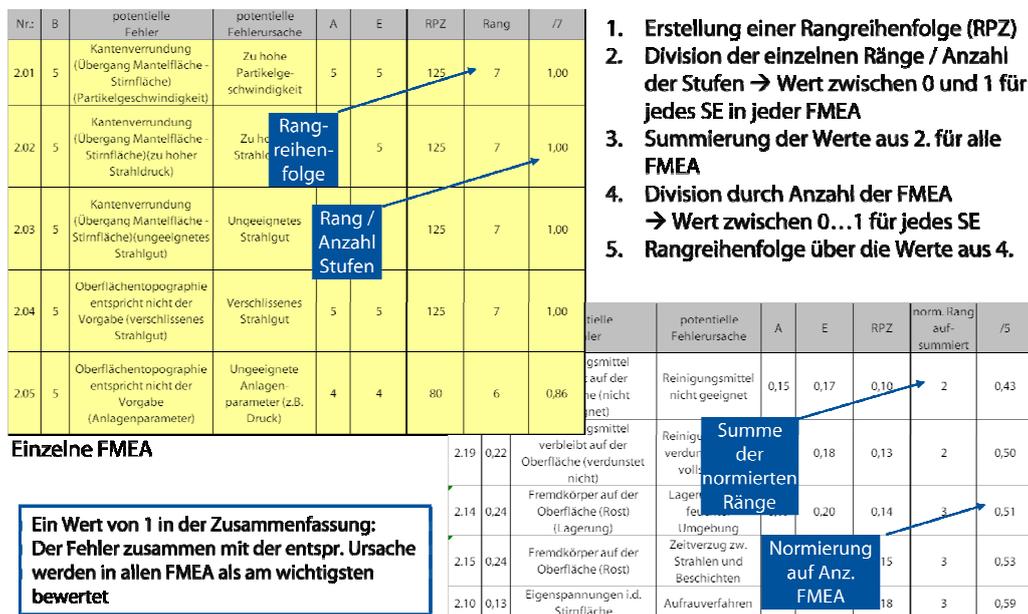


Bild 3: Vorgehensweise zur Zusammenfassung der einzelnen FMEA

In einem zweiten Schritt wurden die Ränge der einzelnen Fehler durch die Anzahl der für dieses Systemelement erzielten Ränge dividiert. Die Werte für diese normierten RPZ' liegen zwischen 0 (nicht signifikant) und 1 (als am signifikantesten bewerteter Fehler). Ergebnis sind normierte Ränge als Basis für eine Zusammenfassung der in unterschiedlichen FMEA für ein Systemelement erzielten Ergebnisse. Die normierten RPZ' werden nun für jeden Fehler aller FMEA (hier 5) aufsummiert und durch die Anzahl der durchgeführten FMEA dividiert. Für jeden Fehler in den Systemelementen erhält man nun eine standardisierte Summe der Ränge für ein Element ($s_{i,k}$), die zwischen 0 und 1 liegt. Ein Wert von 1 bedeutet dabei, dass der zugehörige Fehler in allen durchgeführten Einzel-FMEA als der schwerste bewertet wurde. Anhand s lässt sich wieder eine Rangreihenfolge erstellen, wie in **Bild 3** rechts unten dargestellt. Formel 1 stellt mathematischen Zusammenhang dar.

$$s_{i,k} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J \frac{R_{i,j,k}}{N} \quad \text{Formel 1:}$$

mit:

- $s_{i,k}$ = standardisierte Summe der Ränge für ein Element
- $R_{i,j,k}$ = Rang der Fehlerfolge k innerhalb des Systemelements k der FMEA j,
- N = Anzahl der Bewertungsstufen im jew. Systemelement,
- J = Anzahl der durchgeführten FMEA

3.2 Arbeitsanweisung

Die Arbeitsanweisung (AA) als Dokument ist als Resultat der durchgeführten FMEA anzusehen. In ihr wurden die Erkenntnisse, die bei der Analyse der bisherigen Durchführung der Haftzugfestigkeitsuntersuchung hinsichtlich möglicher Fehler gewonnen wurden, genutzt, um deren Durchführung in Anlehnung an die DIN EN 582 zu konkretisieren. Sie spezifiziert die einzelnen Arbeitsschritte, gibt ein Protokoll vor und gibt Hinweise beispielsweise zur Herstellung von Probenhaltevorrichtungen und Prüflern für die Probe- und Abziehkörper bzw. die gefügten Haftzugproben.

3.3 Ringversuche

Die Ringversuche dienen der Validierung der Anwendbarkeit der Arbeitsanweisung. Dabei erlangte, weitere Erkenntnisse wurden entsprechend eingearbeitet.

3.3.1 Erster Ringversuch

Im Rahmen des Versuchs erhielten die drei Teilnehmer jeweils fünf beschichtete Probekörper aus 1.0037. Diese wurden am IOT durch Strahlen mit Edelkorund EKF 16 aufgeraut und anschließend mit teilstabilisiertem Zirkoniumdioxid ($ZrO_2-Y_2O_3$ 92/8, GTV 40.23.1) beschichtet. Weiterhin erhielten die Teilnehmer 7 unbeschichtete Abziehkörper, wovon zwei zur Herstellung einer Nullprobe vorgesehen waren sowie weitere zylindrische Proben zur Aufnahme eines Thermoelements zur Messung der Kerntemperatur der Begleitprobe. Hierdurch kann sichergestellt werden, dass die Herstellerseitig angegebene Haltetemperatur eingehalten wird. Zudem erhielten die Teilnehmer Halterungen und den Klebstoff HTK UltraBond 100 sowie die erstellte Arbeitsanweisung. Die Aufgabe der drei Unternehmen lag darin, auf Basis der Arbeitsanweisung Haftzugproben herzustellen.

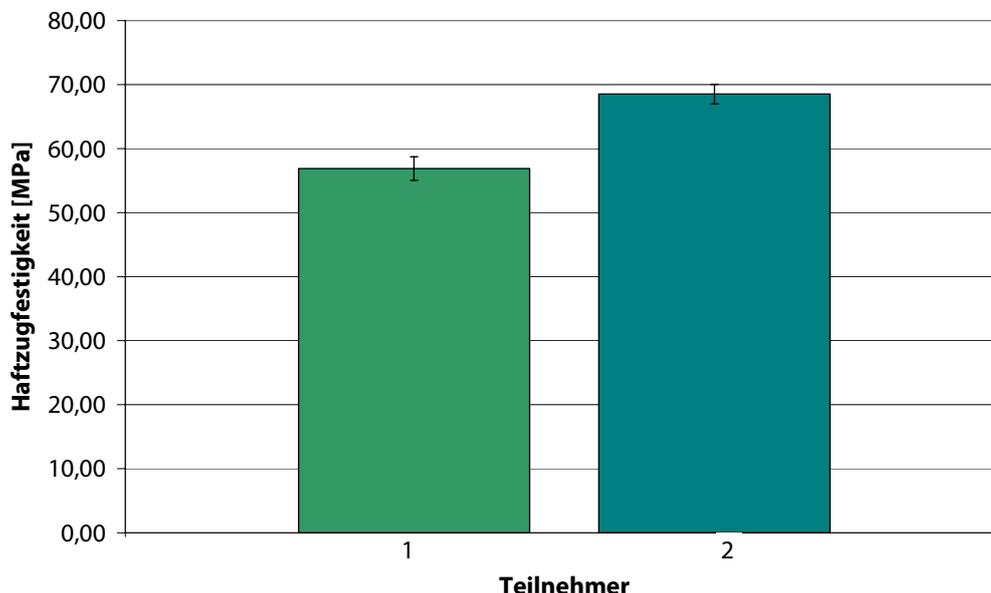


Bild 4: Mittlere Haftzugfestigkeiten des ersten Ringversuchs

Bild 4 zeigt als Ergebnis dieses Ringversuchs die Mittelwerte der zwei Probensätze zu je 5 Haftzugproben und die zugehörigen Standardabweichungen. Die Abweichungen der Mittelwerte der beiden anderen Teilnehmer untereinander lagen bei etwa 18 %. Es waren Haftzugfestigkeitswerte im Bereich von max. 30 MPa erwartet worden. Die hohen gemessenen Haftzugfestigkeiten, als auch die Tatsache, dass auf allen Probekörper Schichtfragmente verblieben sind, lassen darauf schließen, dass der bei erhöhten Temperaturen dünnflüssige Klebstoff die Spritzschicht infiltriert und verstärkt.

3.3.2 Untersuchungen zum Einfluss der Klebstoffe

Um den vermuteten Einfluss des Klebstoffs genauer untersuchen zu können wurde hierzu eine Untersuchungsreihe durchgeführt bei der sich überlagernde Störgrößen des Ringversuchs (Verwendung unterschiedlicher Haltevorrichtungen und Abziehkörper) eliminiert wurden.

Es wurden zwei Serien von je fünf Probekörpern hergestellt (Material: 1.0037, Durchmesser: $25 \pm 0,1$ mm). Die Schichtsysteme AISI 316L (entspricht 1.4404 nach EN 10027-2) und ZrO_2 - Y_2O_3 95-5 wurden dabei mit einem APS System appliziert.

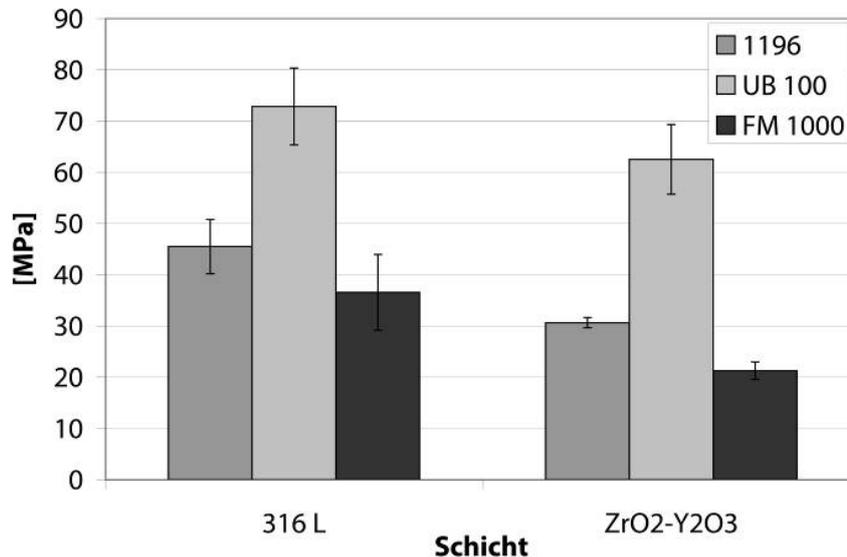


Bild 5: Ergebnisse der Haftzugfestigkeitsuntersuchungen - Probenherstellung mittels der Klebstoffe: 1196: Delo Monopox 1196, UB 100: HTK Ultra Bond 100, FM 1000: Cytec FM 1000 (Folie)

In **Bild 5** fallen zunächst extreme Schwankungen auf. Zwischen den minimalen und maximalen Werten liegen dabei Faktoren von 2, für die metallische, bzw. 3 für die keramische Schicht. Für beide Schichtsysteme wurde der Maximalwert für die mit HTK Ultra Bond 100® gefügten Proben ermittelt. Die geringsten Werte wurden mit der Klebefolie FM 1000® erreicht. Hergestellte Querschliffe zeigen, dass es sich bei der mittels HTK 100 gefügten Probe um jene handelt bei der die Klebstoffschicht die geringste Dicke hat. Aus diesen Ergebnissen ist ersichtlich, dass der verwendete Klebstoff einen maßgeblichen Einfluss auf den für eine Schicht gemessenen Haftzugfestigkeitswert hat und dass Haftzugfestigkeitswerte für mit verschiedenen Klebstoffen hergestellte Proben nicht verglichen werden dürfen.

3.3.3 Zweiter Ringversuch

Nach Durchführung des ersten Ringversuchs erwies sich die Verwendung von Flüssigklebstoffen für die Herstellung von Haftzugproben als unvorteilhaft – bestätigt durch die unter 3.3.2 beschriebene Untersuchung. Aus diesen Gründen wurde die erstellte Arbeitsanweisung entsprechend geändert und in einem zweiten Ringversuch validiert werden. Die Vorgehensweise entsprach der unter 3.3.1 beschriebenen, mit folgenden Änderungen:

- als Klebstoff wurde die Klebefolie Cytec FM 1000 verwendet,
- die Durchmesser der Probekörper wurden zu h9 toleriert,
- Probe- und Abziehkörper wurden aus dem austenitischen Stahl 1.4305 nach EN 10027-2 gefertigt.

Der Stahl 1.4305 wurde verwendet um Korrosionseffekte im Zeitraum zwischen Beschichtung und Herstellung der Haftzugprobe zu vermeiden. Die Probekörper wurden mit dem Spritzzusatzwerkstoff ZrO_2 - Y_2O_3 92/8, (GTV 40.23.1) mittels eines Einkathoden-APS-Systems beschichtet.

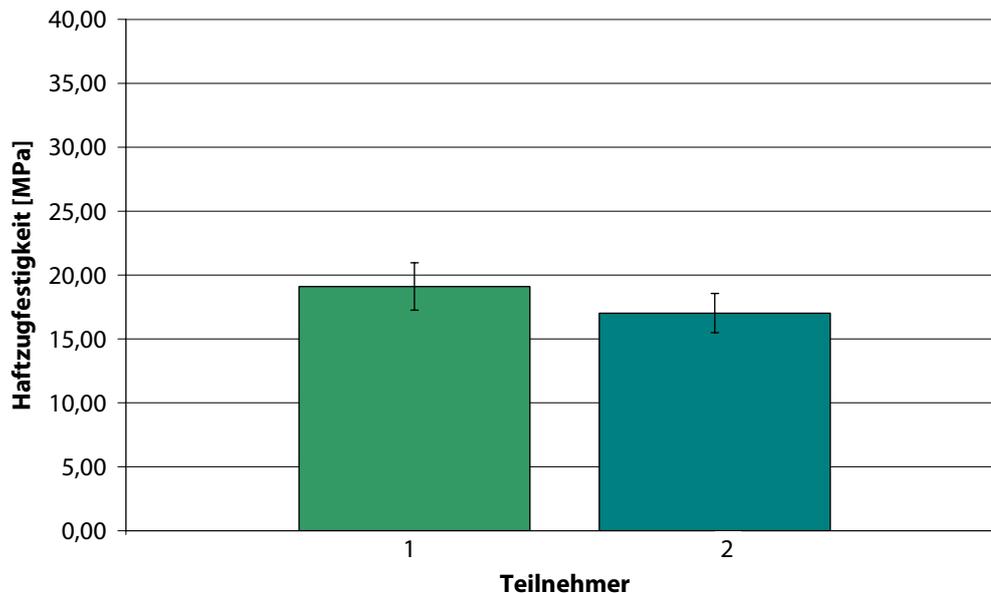


Bild 6: Mittlere Haftzugfestigkeiten des zweiten Ringversuchs

Bild 6 zeigt die Ergebnisse der Haftzuguntersuchungen. Es wurden Mittelwerte von 19,10 und 17,02 MPa erreicht, d. h. der Unterschied zwischen den Mittelwerten der beiden Serien lag lediglich bei etwa 11%. Für die einzelnen Serien wurden Standardabweichungen von unter 10 % beobachtet. Im Gegensatz zum ersten Ringversuch konnte hier bei allen Proben adhäsives Versagen festgestellt werden.

Trotz eines längeren Zeitraums zwischen Beschichtung und Herstellung der Haftzugprobe, abweichend von der AA, und eines Probenversandes, stellen diese Ergebnisse den Beleg für die Eignung der erstellten Arbeitsanweisung dar.

4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Durchführung der Haftfestigkeitsuntersuchung nach DIN EN 582 wurde anhand einer Fehlermöglichkeits- und Einflussanalyse (FMEA) durchgeführt. Dieses Verfahren stellt, ein geeignetes Werkzeug zur Ermittlung aller, das Ergebnis der Haftzugfestigkeitsuntersuchung beeinflussenden, Parameter dar, da hierbei alle Prozessschritte zur Durchführung der Haftzugfestigkeitsuntersuchung betrachtet werden.

Die verschiedenen in Unternehmen und Instituten erstellten FMEA wurden zu einer einzigen FMEA zusammengefasst. Die daraus resultierenden Fehler, Fehlerquellen und Abhilfemaßnahmen wurden mit den aus der DIN EN 582 resultierenden Vorgaben abgeglichen. Darauf aufbauend wurde im Anschluss eine Arbeitsanweisung (AA) erstellt. Die Validierung der Arbeitsanweisung geschah in Ringversuchen. Dabei wurden seitens der teilnehmenden Unternehmen Abzieh- und Probekörper unter Berücksichtigung der AA zu Haftzugproben gefügt und anschließend zentral in einem Labor geprüft. Erkenntnisse, die aus der Durchführung der Versuche resultierten, wurden im Rahmen einer Überarbeitung der AA genutzt.

Parallel zu den oben genannten Untersuchungen wurden Versuche zum Einfluss verschiedener Klebstoffe auf die gemessene Haftzugfestigkeit durchgeführt. Hier wurden mittels verschiedener Verfahren des Thermischen Spritzens und mit verschiedenen Spritzzusätzen identisch beschichtete Probekörper mit Abziehkörpern zu Haftzugproben gefügt und anschließend geprüft.

Aus den Ergebnissen der Ringversuche, insbesondere des Einflusses der Klebstoffwahl, ist auch ersichtlich, dass der verwendete Klebstoff einen maßgeblichen Einfluss auf den für eine Schicht gemessenen Haftzugfestigkeitswert hat und dass Haftzugfestigkeitswerte für mit verschiedenen Klebstoffen hergestellte Proben nicht verglichen werden dürfen. Dies bedeutet auch, dass bei Angabe von Haftzugfestigkeitswerten, der verwendete Klebstoff grundsätzlich angegeben werden sollte.

Langfristig sollten die im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse in die Überarbeitung der Norm DIN EN 582 einfließen.

5. Danksagung

Dieses IGF-Forschungsvorhaben 14.930 N / DVS.-Nr. 2.053 der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS wurde im Programm zur Förderung der „Industriellen

Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie über die AiF finanziert. Die Autoren danken allen Beteiligten für die Förderung und Unterstützung.

6. References

- [1] Grützner, H.: „Ringversuch DIN EN 582 im AA14/AG V7“, 2003
- [2] Müller, D. H.; Tietjen, T.: FMEA-Praxis – das Komplettpaket für Training und Anwendung. Hanser, 2000. München , Wien. ISBN 3-446-21236-1