

H. Schnarr, W. Motl

# Hardness Test and Microscopic Evaluation of Carbodic HVOF Spray Coatings

Results of the Joint Test "Preparation and Hardness Testing of Carbide and Oxide Spray Coatings" of the Working Group "Sample Preparation" of the DGM, part II

## Härteprüfung und mikroskopische Beurteilung an karbidischen HVOF-Spritzschichten

Ergebnisse des Gemeinschaftsversuches „Präparation und Härteprüfung an karbidischen und oxydischen Spritzschichten“ des AK „Präparation“ der DGM, Teil II

*Received: June 17, 2019*

*Accepted: June 17, 2019*

*Translation: M. Lackas*

*Eingegangen: 17. Juni 2019*

*Angenommen: 17. Juni 2019*

### 1. Introduction

Carbodic coatings are normally used as a wear protection layer in different industries, e. g. Paper, oil or construction. Among other things, hardness is an indicator for the quality of a HVOF spray coating, which is determined by default via common small-load test procedures (HV 0.3).

The work group "sample preparation" within the materialography expert group initiated a joint test to determine the potential hardness fluctuation range of such carbodic spray coatings. 19 companies participated,

### 1. Einleitung

Karbidische Schichten werden im Allgemeinen als Verschleißschutzschichten in verschiedenen Industriezweigen, z. B. Papierindustrie, Erdöl- oder Bauindustrie eingesetzt. Ein Kriterium für die Qualität einer HVOF-Spritzschicht ist unter anderem die Härte, die standardmäßig mit gängigen Kleinlastprüfverfahren (HV 0,3) bestimmt wird.

Der Arbeitskreis „Probenpräparation“ im Fachausschuss Materialographie initiierte einen Gemeinschaftsversuch, um die mögliche Schwankungsbreite der Härte an solchen karbidischen Spritzschichten zu bestimmen. Daran nahmen

### Authors:

**Holger Schnarr** Struers GmbH, Carl-Friedrich-Benz-Straße 5, 47877 Willich; e-mail: holger.schnarr@struers.de

**Wolfgang Motl** Höganäs Germany GmbH, Säckinger Strasse 51, DE-79725 Laufenburg; e-mail: wolfgang.motl@hoganäs.com

of which 15 participants were able to contribute values to the hardness test. A prerequisite for the small-load hardness test is the metallographic preparation up to a certain surface roughness. In addition to the hardness test, the section is metallographically evaluated in terms of layer thickness, carbide size and distribution as well as foreign inclusions. This assignment was completed by 18 participants.

## 2. Sample Material and Assignment

Thermally sprayed WC-Co-Cr coatings (86% WC, 10% Co, 4% Cr) were used as sample material on a steel substrate, provided by the company H. C. Starck GmbH, now Höganäs Germany GmbH, Laufenburg. The samples were produced in one step to minimize production-related fluctuations.

For the application of the coatings, the HVOF spraying technique was used. Typical target layer thicknesses were approx. 300 µm. After spraying larger test pieces these were cut into smaller portions (approx. 40 × 20 × 4 mm) using wet separation methods.

The following assignment was formulated: Preparation of the coatings in cross-section for microscopic evaluation (microscopic images at 100×, 200× and 500×, respectively) and hardness test (12 measurements, HV 0.3).

## 3. Results

### 3.1 Layer Preparation

The participants prepared the sample material within the bounds of the technical possibilities available. After preparation was finished, the hardness was identified and the porosity was determined as an additional measured value at fixed magnifications

19 Firmen und Institute teil, wovon 15 Teilnehmer Werte zur Härteprüfung beisteuern konnten. Voraussetzung für die Kleinlasthärteprüfung ist die metallographische Präparation bis zu einer bestimmten Oberflächenrauheit. Zusätzlich zur Härteprüfung wird der Schliff metallographisch auf Dicke der Schicht, Karbidgröße und -verteilung sowie Fremdeinschlüsse und Poren beurteilt. Diese Aufgabe wurde von 18 Teilnehmern gelöst.

## 2. Probenmaterial und Aufgabenstellung

Als Probenmaterial wurden thermisch gespritzte WC-Co-Cr-Schichten (86% WC, 10% Co, 4% Cr) auf einem Stahlsubstrat verwendet, bereitgestellt durch die Fa. H. C. Starck GmbH, jetzt Höganäs Germany GmbH, Laufenburg. Die Proben wurden in einem Schritt gefertigt, um produktionsbedingte Schwankungen zu minimieren.

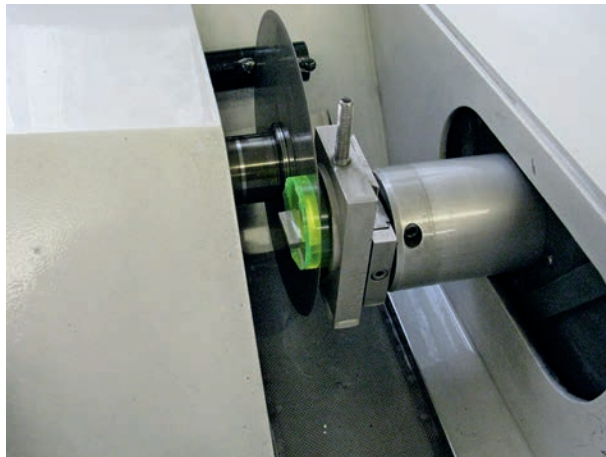
Als Auftragsverfahren für die Schicht wurde das HVOF-Spritzverfahren eingesetzt. Typische Zielschichtdicken lagen bei ca. 300 µm. Nach dem Spritzen größerer Probestücke wurden diese mittels Nasstrennverfahren in kleinere Abschnitte (ca. 40 × 20 × 4 mm) vorge trennt und an die Teilnehmer zur weiteren Präparation verteilt.

Die Aufgabenstellung wurde folgendermaßen fixiert: Präparation der Schichten im Querschliff zur mikroskopischen Beurteilung (mikroskopische Aufnahmen bei je 100×, 200× und 500×) und Härteprüfung (12 Messungen, HV 0,3).

## 3. Ergebnisse

### 3.1 Präparation der Schichten

Die Teilnehmer präparierten das Probenmaterial nach den ihnen zur Verfügung stehenden technischen Möglichkeiten. Nach erfolgter Präparation wurde die Härte ermittelt und als zusätzliche Messgröße an einigen Proben die Porosität bei festgelegten Vergrößerungen



**Fig. 1:** Cutting of already mounted samples to protect the spray coating.

**Bild 1:** Bild 1: Trennen bereits eingebetteter Proben zum Schutz der Spritzschicht.

via common image analysis software. The measurement data was reviewed, evaluated and discussed centrally in the work group.

If the samples were separated again, mainly wet abrasive cutting procedures were used. Precision cutting machines and the use of diamond cutting discs are recommended.

Fig. 1 shows the possibility of embedding samples first and then cutting them. With this method the potential danger of larger breakouts through the cutting process could be minimized theoretically. However, it also means additional time and work, as the separated sample pieces often have to be mounted again. Compared to a sample that was cut first and then mounted, there are no significant differences in terms of the microstructure determined, so that this procedure can also be omitted.

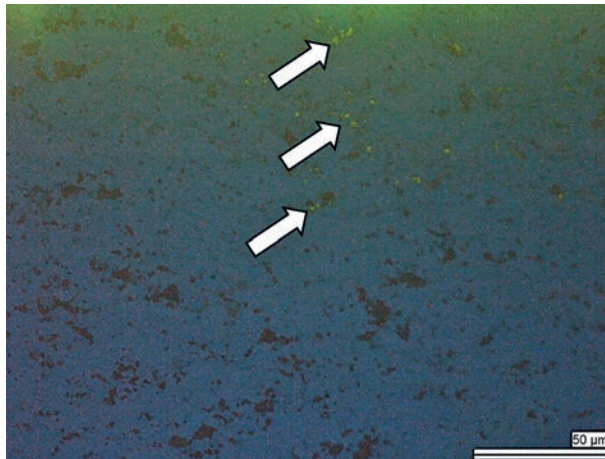
Mostly cold curing epoxy resin systems, partly filled under vacuum, were used to mount the sample pieces. Some test participants used acrylic resin systems, which are cured under pressure for better infiltration and the reduction of blistering. Cold

mit gängiger Bildanalysesoftware bestimmt. Die Messdaten wurden zentral gesichtet, ausgewertet und im Arbeitskreis diskutiert.

Sofern die Proben nochmals getrennt wurden, kamen hauptsächlich Nasstrennschleifverfahren zum Einsatz. Empfohlen wurden Präzisionstrennmaschinen und der Einsatz von Diamanttrennblättern.

Bild 1 zeigt die Möglichkeit, Proben vor dem Trennen einzubetten und im Anschluss zu trennen. Damit hat man den theoretischen Vorteil, dass die potentielle Gefahr von größeren Ausbrüchen durch das Trennen minimiert werden kann, bedeutet aber einen zusätzlichen Zeit- und Arbeitsaufwand, da die abgetrennten Probenstücke meist nochmals eingebettet werden müssen. Im Vergleich zu einer erst getrennten und danach eingebetteten Probe ergeben sich jedoch keine signifikanten Unterschiede hinsichtlich des ermittelten Gefügestandes, so dass auf diese Vorgehensweise auch verzichtet werden kann.

Für das Einbetten der Probestücke wurden in der Mehrzahl kalt aushärtende Epoxidharzsysteme, z. T. unter Vakuum verfüllt, verwendet. Einige Versuchsteilnehmer setzen Acrylharzsysteme ein, die zur besseren Infiltration und Verringerung der Blasenbildung unter



**Fig. 2:** HVOF spray coating after mounting in fluorescent epoxy resin and vacuum impregnation.

**Bild 2:** HVOF-Spritzschicht nach Einbettung in fluoreszierendem Epoxidharz und Vakuumimprägnierung.

mounting was rarely used; a number of participants did not give feedback about the mounting method.

It was assumed that, due to the high content of finely dispersed carbides and the associated lower adhesion between the agglomerates, breakouts are possible during grinding and polishing, which can lead to seemingly higher porosity. Therefore, rather thinner and harder epoxy resin or acrylic resin systems were recommended for these kinds of coatings. However, since it was mostly a very dense and largely closed porosity, the effect of mounting under vacuum (epoxy resin) or pressure (acrylic resin) was negligible. Only in the upper range of the layer (first third), pores filled with mounting material were detected via fluorescence. The bright dots (arrows in Fig. 2) indicate cavities filled with epoxy resin and fluorescent powder.

During the grinding and polishing process, wet abrasive papers as well as diamond grinding discs were used. Starting with a grit size of 80, the grinding was partly performed up to a grit size of 2000. Afterwards, fine polishing was performed on hard surfaces,

Druck aushärten. Das Warmeinbetten wurde selten angewandt; von einer Reihe von Teilnehmern gab es keine Rückmeldung zur Einbettmethode.

Aufgrund der Vermutung, dass wegen des hohen feindispersen Karbidanteils und der damit verbundenen geringeren Haftung der Agglomerate untereinander beim Schleifen und Polieren Ausbrüche möglich sind, die zu einer scheinbar höheren Porosität führen könnten, wurden für diese Art der Schichten eher dünnflüssige härtere Epoxidharz- oder Akrylharzsysteme empfohlen. Da es sich allerdings vorrangig um eine sehr dichte und größtenteils geschlossene Porosität handelte, war der Effekt der Einbettung unter Vakuum (Epoxidharz) oder Druck (Akrylharz) eher zu vernachlässigen. Nur im oberen Bereich der Schicht (erstes Drittel) wurden mittels Fluoreszenz mit Einbettmittel verfüllte Poren detektiert. Die hellen Punkte (Pfeile in Bild 2) kennzeichnen mit Epoxidharz und fluoreszierendem Pulver versetzte Hohlräume.

Im Schleif- und Polierprozess wurden für das Planschleifen sowohl Nassschleifpapiere als auch Diamantschleifscheiben eingesetzt. Beginnend mit Körnung 80 erfolgte das Schleifen teilweise bis zur Körnung 2000. Anschließend wurde häufig mit 9 μm Diamantsuspension,

Participants / Teilnehmer																	
1	2	3	4	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	
Piano	SIC 80	Apollo S	SIC 320	Platto+ 80	SIC 80	APEX 35 µm	SIC 360	Piano 220	Platto+ 80	DSS red	Piano+ 80	SIC 320	Piano+ 80	SIC Foil 220	Piano 80	Apollo 54	
1 min / 50 N (ED)	2 min / manually	75 µm / 40 N (k.A.)	1 min / (k.A.)	3 min / 150 N (ZD)	2 mm / manuel	Untill plane / 20 N (ED)	5 min / 30 N (ED)	2 mm / 30 N (ED)	3 mm / 150 N (ZD)	5 min / 35 N (ED)	3 mm / 150 N (ZD)	600 µm / 140 N (ZA)	3 mm / 150 N (ZD)	1 mm / 35 N (ED)	3 mm / 20 N (ED)	3 mm / 40 N (ED)	
	SIC 120		SIC 600	Platto+ 220	Piano 220		SIC 600	Piano 600	Platto+ 220	DSS blue	Piano+ 220	SIC 500	Piano+ 220		Piano 220	Apollo 18	
	2 min / manually		1 min / (k.A.)	4 min / 150 N (ZD)	8 min / 15 N (k.A.)		1 min / 30 N (ED)	4 min / 30 N (ED)	4 min / 150 N (ZD)	5 min / 35 N (ED)	4 min / 150 N (ZD)	200 µm / 140 N (ZA)	4 min / 150 N (ZD)		4 min / 20 N (ED)	4 min / 40 N (ED)	
	SIC 220		SIC 1200	Platto+ 1200	Piano 1200		SIC 800	Piano 1200	Platto+ 1200	DSS yellow	Piano+ 1200	SIC 1000	Piano+ 1200		Piano 1200		
	2 min / manually		2 min / (k.A.)	4 min / 150 N (ZD)	4 min / 15 N (k.A.)		1 min / 30 N (ED)	4 min / 30 N (ED)	4 min / 150 N (ZD)	5 min / 35 N (ED)	4 min / 150 N (ZD)	80 µm / 160 N (ZA)	4 min / 150 N (ZD)		5 min / 20 N (ED)		
	SIC 500		SIC 2500				SIC 1000			Piano 2000					Plato 10 µm		
	2 min / manuell		4 min / (k.A.)				1 min / 30 N (ED)			5 min / 35 N (ED)					5 min / 15 N (ED)		
	SIC 1000		SIC 4000				SIC 1200			Piano 4000							
	2 min / manually		8 min / (k.A.)				1 min / 30 N (ED)			5 min / 35 N (ED)							
Allegro 9 µm				Allegro 9 µm	Allegro 9 µm		Largo 9 µm	Allegro DiaPro	Allegro 9 µm		Allegro 9 µm		Allegro 9 µm	Largo 9 µm			
6 min / 40 N (ED)				4 min / 160 N (ZD)	4 min / 20 N (k.A.)		5 min / 30 N (ED)	10 min / 30 N (ED)	4 min / 160 N (ZD)		4 min / 160 N (ZD)		4 min / 160 N (ZD)	10 min / 35 N (ED)			
								Largo DiaPro									
								10 min / 30 N (ED)									
Dac 3 µm	QUICK - STEP 6 µm	Textmet 9 µm		Dac 6 µm	Dac 6 µm	UltraPad 9 µm	Dac 3 µm	Dac DiaPro	Dac 6 µm	Diamond gridding cloth 3 µm	Dac 6 µm	Beta 6 µm	Dac 6 µm	Dac 3 µm	Dac 6 µm	Step Plus 3 µm	
6 min / 50 N (ED)	10 min / 50 N (k.A.)	5 min 30 N (k.A.)		4 min / 150 N (k.A.)	4 min / 15 N (k.A.)	6 min / 20 N (ED)	25 min / 30 N (ED)	4 min / 30 N (ED)	4 min / 150 N (ZD)	4 min / 20 N (ED)	4 min / 150 N (ZD)	2 min / 120 N (ZD)	4 min / 150 N (ZD)	10 min / 35 N (ED)	10 min / 15 N (ED)	4 min / 40 N	
	STEP - PLUS	Textmet 3 µm		Mol 3 µm	Mol 3 µm	VerduTex 3 µm		Mol DiaPro	Mol 3 µm		Mol 3 µm	Dac 3 µm	Mol 3 µm	Dur 1 µm	Mol 3 µm		
3 min / 40 N (ED)	10 min / 50 N (k.A.)	3 min 30 N (k.A.)		4 min / 140 N (ZD)	4 min / 15 N (k.A.)	5 min / 20 N (ED)		4 min / 20 N (ED)	4 min / 140 N (ZD)		4 min / 140 N (ZD)	3 mm / 120 N (ZD)	4 mm / 140 N (ZD)	5 mm / 25 N (ED)	10 min / 10 N (ED)		
	SWING -PLUS					VerduTex 1 µm											
	10 min / 50 N (k.A.)					3 min / 20 N (ED)											
	SWING -PLUS	Mambo	k.A.	Chem	Chem	ChemolMet	Chem		Chem	Step Plus	Chem	Chem	Chem	NAP 1/4 µm	Chem	Chem	
10 min / 50 N (k.A.)	1.5 min / 25 N (k.A.)	25 N (k.A.)	1 min / (k.A.)	2 min / 100 N (ZD)	2 min / 10 N (k.A.)	2 min / 15 N (ED)	je 1 min / 30 N		2 min / 100 N (ZD)	3 min / 15 N (ED)	2 min / 100 N (ZD)	1 mm / 140 N (ZD)	2 mm / 100 N (ZD)	3 mm / 15 N (ED)	5 min 10 N (ED)	2 min / 20 N	

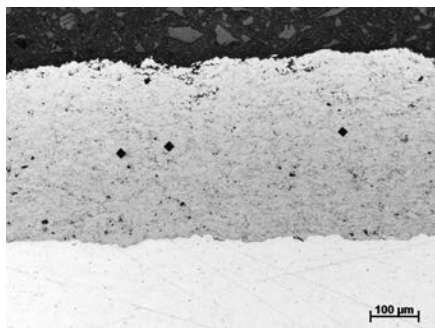
Tab. 1: Präparationsschritte der Teilnehmer.

Tab. 1: Preparation steps of the participants.

often using 9  $\mu\text{m}$  diamond suspension, but also bound diamond grain. The polishing steps involving 3  $\mu\text{m}$  diamond and, in some cases, 1 or  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$  diamond on hard synthetic fibre cloths were preceding a final polishing with colloidal  $\text{SiO}_2$ . Tab. 1 shows an overview of the participants' preparation steps, as far as these were provided.

### 3.2 Hardness Value Determination

The hardness values were measured according to the standards using HV 0.3 (12 measurements each per section), mostly parallel to the layer course (Fig. 3). One participant set the measurement points perpendicular to the layer course (Fig. 4). During the hardness measurement, the minimum distance of the hardness indentations had to be minded. Therefore, the arrangement shown in the figure is not allowed. The hardness values were in a relatively constant scatter range between 1150–1350 HV 0.3. This scatter of 200 HV 0.3 could be attributed to the high hardness (small indentations at low loads and thus diagonals which are difficult to measure, see also data of the participants 8, 12, 13, 15, who measured using different loads) and



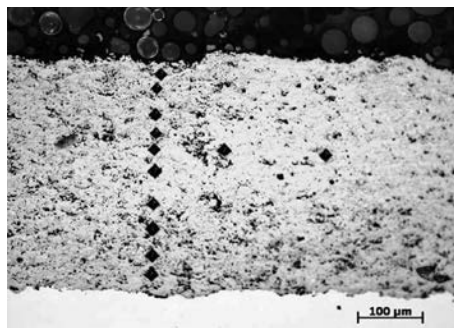
**Fig. 3:** Hardness traverse measurement parallel to the layer course.

**Bild 3:** Härteverlaufsmessung parallel zum Schichtverlauf.

aber auch mit gebundenem Diamantkorn, auf harten Unterlagen feingeschliffen. Die Polierschritte mit 3  $\mu\text{m}$ -Diamant und in einigen Fällen 1 bzw.  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$  Diamant auf harten Kunststofftüchern gingen einer abschließenden Endpolitur mit kolloidalem  $\text{SiO}_2$  voraus. Tab. 1 zeigt in der Übersicht die Präparationsschritte der Teilnehmer, soweit diese angegeben wurden.

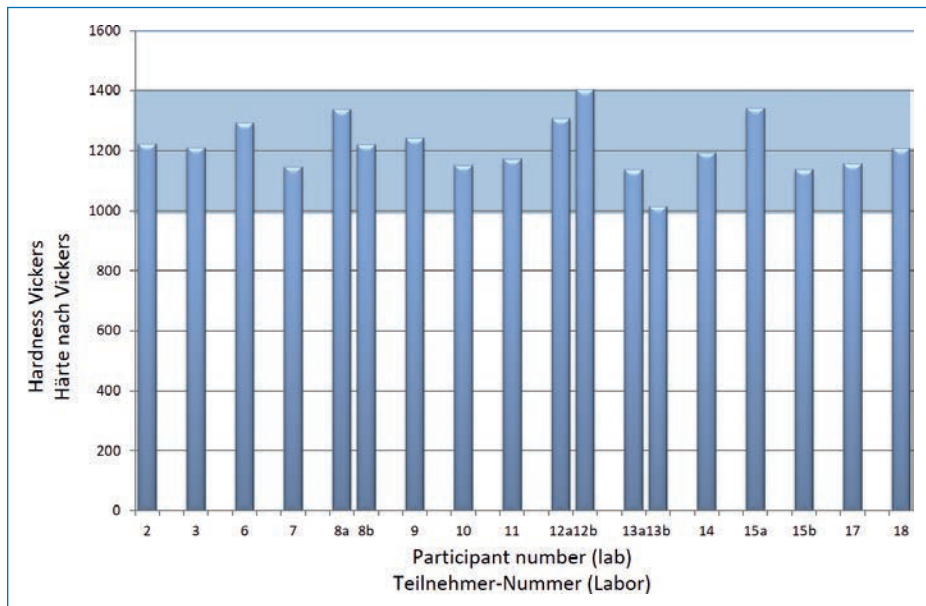
### 3.2 Bestimmung der Härtewerte

Die Härtewerte wurden entsprechend der Vorgaben mit HV 0,3 (je 12 Messungen pro Schliff), meist parallel zum Schichtverlauf, gemessen (Bild 3). Ein Teilnehmer setzte die Messpunkte senkrecht zum Schichtverlauf (Abb 4). Bei der Härtemessung war auf den Mindestabstand der Härteeindrücke zu achten, somit ist die in dieser Abbildung gezeigte Anordnung nicht zulässig. Die Härtewerte verliefen in einem relativ konstanten Streuband zwischen 1150–1350 HV 0,3. Diese Streuung von 200 HV 0,3 konnte einerseits der hohen Härte (kleine Eindrücke bei geringer Last und damit schwer auszumessende Diagonalen, vergleiche auch Daten der Teilnehmer 8, 12, 13, 15, die mit unterschiedlichen Lasten gemessen haben) und den variierenden Schicht-



**Fig. 4:** Hardness traverse measurement perpendicular to the layer course with a failure to achieve the minimum distance of the diagonals; measurement not admissible.

**Bild 4:** Härteverlaufsmessung senkrecht zum Schichtverlauf mit Unterschreitung des Mindestabstands der Diagonalen; nicht zulässige Messung.



**Fig. 5:** Hardness values HV 0.3 on WC-Co-Cr spray coating. Several values of a participant corresponded with different loads, as far as this was indicated.

**Bild 5:** Härtewerte HV 0,3 an WC-Co-Cr-Spritzschichten. Mehrere Werte eines Teilnehmers korrespondieren mit unterschiedlichen Lasten, soweit das angegeben wurde.

the varying layer properties themselves. An overview of the averaged hardness values is shown in Fig. 5. Some participants were not able to perform a hardness measurement and were not listed in the diagram.

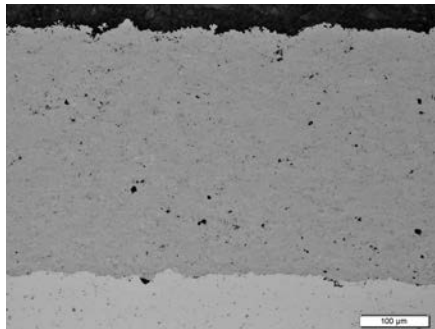
### 3.3 Microscopic Examinations

After the coatings had been prepared, light microscopic images were evaluated. Micrographs were performed at 100 $\times$ , 200 $\times$  and 500 $\times$ , respectively. Differences were detected in terms of porosity of the layer as an indicator for the grinding quality reached. It was also found, however, that the layers themselves showed areas with different degrees of porosity. While some preparation parameters verified very dense layers in the results (Fig. 6), some images of the layers of other participants seemingly showed more porous structures (Figs. 7 and 8).

eigenschaften selbst zugeschrieben werden. Die gemittelten Härtewerte sind in der Übersicht in Bild 5 dargestellt. Einige Teilnehmer hatten keine Möglichkeit der Härtemessung und wurden im Diagramm nicht aufgeführt.

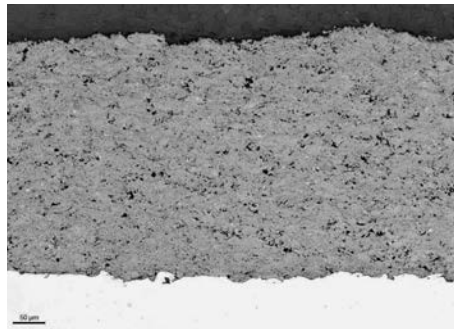
### 3.3 Mikroskopische Untersuchungen

Nach der Präparation der Schichten wurden mikroskopische Aufnahmen bewertet. Gefügeaufnahmen erfolgten bei jeweils 100 $\times$ , 200 $\times$  und 500 $\times$ . Unterschiede waren im Hinblick auf die Porosität der Schicht als Merkmal für die erreichte Schliﬀqualität erkennbar, jedoch wurde auch festgestellt, dass die Schichten selbst unterschiedlich poröse Bereiche aufwiesen. Während einige Präparationsteilnehmer im Ergebnis sehr dichte Schichten nachwiesen (Bild 6), zeigten die Bilder der Schichten anderer Teilnehmer scheinbar porösere Strukturen (Bilder 7 und 8).



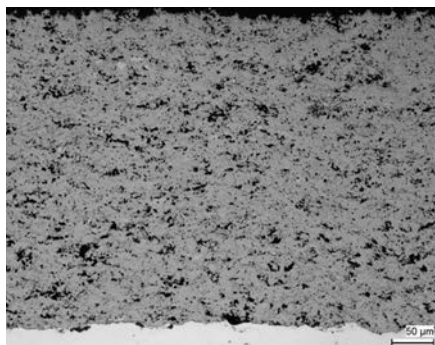
**Fig. 6:** WC-Co-Cr layer after end polishing (diamond polish 1  $\mu\text{m}$ ).

**Bild 6:** WC-Co-Cr-Schicht nach Endpolitur (Diamantpolitur 1  $\mu\text{m}$ ).



**Fig. 7:** WC-Co-Cr layer after end polishing (oxide polish 0.1  $\mu\text{m}$ ).

**Bild 7:** WC-Co-Cr-Schicht nach Endpolitur (Oxidpolitur 0,1  $\mu\text{m}$ ).



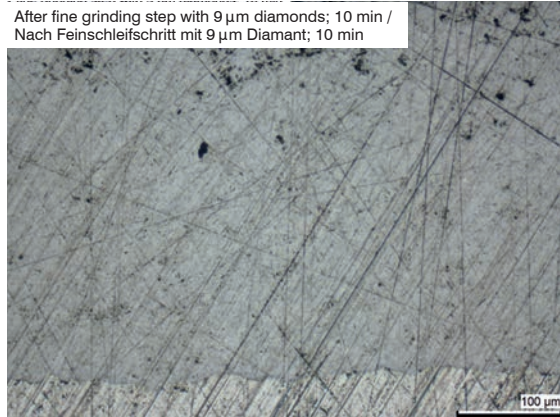
**Fig. 8:** WC-Co-Cr layer after end polishing (diamond polish 0,25  $\mu\text{m}$ ).

**Bild 8:** WC-Co-Cr-Schicht nach Endpolitur (Diamantpolitur 0,25  $\mu\text{m}$ ).

The porosity values determined for the carbodic spray coatings caused a very lively discussion in the work group. The porosity of the carbodic spray coatings is a factor that is becoming more and more important. Manufacturers advertise porosities under one percent, which is difficult to verify due to preparation-related reasons, however. Thus, the right preparation is primary for the representation of the true microstructure, and secondary for the hardness determination, as shown in point 3.1. Although carbodic spray coatings tend to smear, making a good end polishing necessary, the possibility of "micro cracks" was discussed after the end polishing steps. Figs. 9 to 11 show the development of the porosity after differ-

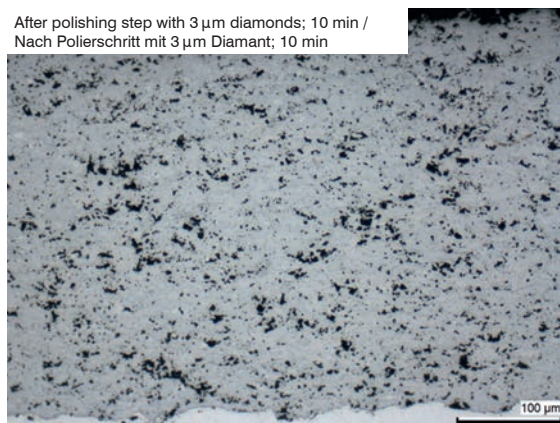
Eine sehr rege Diskussion im Arbeitskreis wurde anhand der ermittelten Porositätswerte der karbidischen Spritzschichten geführt. Die Porosität der karbidischen Spritzschichten ist ein immer stärker in den Vordergrund tretendes Kriterium. Hersteller werben mit Porositäten unter einem Prozent, was aber präparationsbedingt sehr schwer nachzuweisen ist. Damit ist die richtige Präparation zur Darstellung des wahren Gefüges primär, für die Härtebestimmung wie in Pkt. 3.1. dargestellt sekundär. Karbidische Spritzschichten neigen zwar zum Verschmieren, weshalb eine guten Endpolitur notwendig ist, jedoch wurde auch die Möglichkeit von „Mikroausbrüchen“ nach den Endpolierstufen diskutiert. Bilder 9 bis 11 zeigen die Entwicklung der Porosität nach





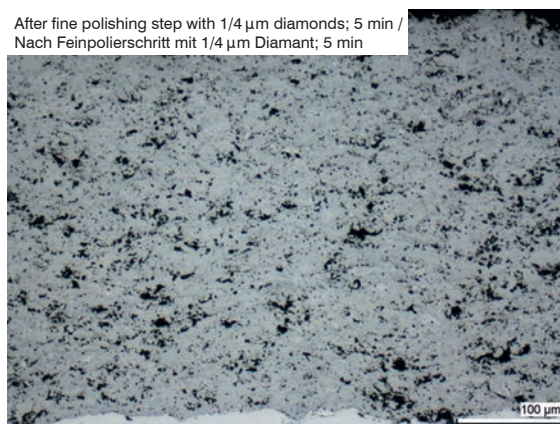
**Fig. 9:** WC-Co-Cr after fine grinding (9  $\mu\text{m}$  diamond suspension on hard synthetic fibre cloth).

**Bild 9:** WC-Co-Cr-Schicht nach Feinschleifen (9  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension auf hartem Kunstfasertuch).



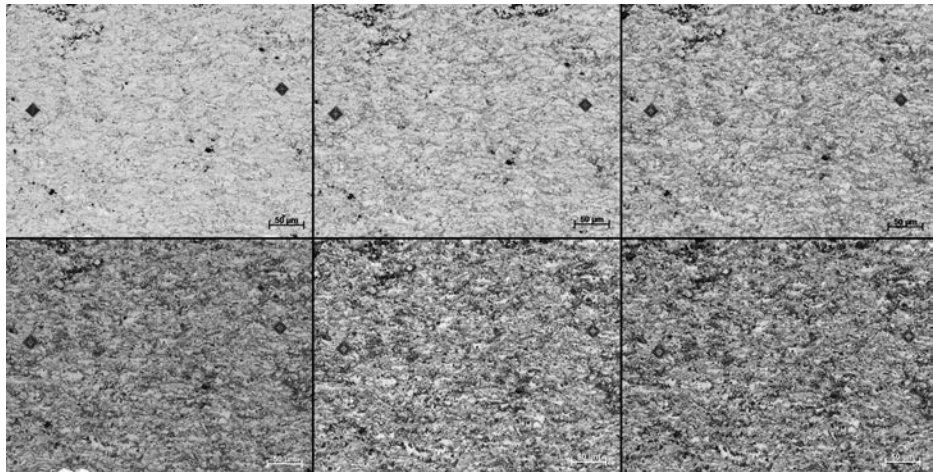
**Fig. 10:** WC-Co-Cr after fine polishing (3  $\mu\text{m}$  diamond suspension on hard synthetic fibre cloth).

**Bild 10:** WC-Co-Cr-Schicht nach Polieren (3  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension auf hartem Kunstfasertuch).



**Fig. 11:** WC-Co-Cr after polishing (1/4  $\mu\text{m}$  diamond suspension on soft synthetic fibre cloth).

**Bild 11:** WC-Co-Cr-Schicht nach Polieren (1/4  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension auf weichem Kunstfasertuch).



**Fig. 12:** Development of the surface of the HVOF spray coating (WC-Co-Cr) after different etching times under ion beam exposure (from top left to top right: Original state; 10 min, 20 min; from bottom left to bottom right: 30 min, 40 min, 50 min).

**Bild 12:** Entwicklung der Oberfläche der HVOF-Spritzschicht (WC-Co-Cr) nach verschiedenen Ätzzzeiten unter Ionenstrahlbeschuss (von links oben nach rechts oben: Ausgangszustand; 10 min, 20 min; von links unten nach rechts unten: 30 min, 40 min, 50 min).

ent preparation steps. It can be noted that an apparent change of porosity after the 9 µm fine polishing step with is an indication for exposed pore spaces after the 3 µm polishing step. After another step (1/4 µm), a change can hardly be detected.

This exposure of pores and/or decontamination of the surface was confirmed using a sample, which was cleaned under an ion beam (ion polishing device voltage 5 kV, 2.5 mA) Fig. 12 shows the development of the apparent porosity after different etching times (original state is the mechanically polished sample surface in the top left). There seems to be an optimum here, as the contrasts increase after very long ion polishing times, but to not really contribute to a real increase in porosity. As the light microscope reaches its resolution limit at this point, only scatter electron microscopic images can provide clarification. As this would

verschiedenen Präparationsschritten. Es ist erkennbar, dass nach dem Feinschleifschritt (9 µm) eine scheinbare Änderung der Porosität Hinweis auf freigelegte Porenräume nach der 3 µm-Polierstufe ist. Nach einer weiteren Stufe (1/4 µm) ist eine Änderung kaum noch zu erkennen.

Diese Freilegung von Poren und/oder Decontamination der Oberfläche wurde anhand einer Probe bestätigt, die einer Reinigung unter Ionenstrahl (Ionenpoliergerät Spannung 5 kV, 2,5 mA) ausgesetzt wurde. Bild 12 zeigt die Entwicklung der scheinbaren Porosität nach verschiedenen Ätzzzeiten (Ausgangszustand ist die mechanisch polierte Probenoberfläche oben links). Es scheint hier ein Optimum zu geben, da nach sehr langen Ionenpolierzeiten sich die Kontraste erhöhen, aber diese keinen wirklichen Beitrag zu einer echten Porositäts-erhöhung zu leisten scheinen. Da hier lichtmikroskopisch die Auflösungsgrenze erreicht ist, könnten nur rasterelektronenmikroskopische

go beyond the scope of the joint test, the important subject of real porosity will not be discussed in more detail here. This has to be clarified in further studies.

#### 4. Summary

The results of the studies showed that the hardness values can be measured within a certain scatter range, which is relatively independent from the previous preparation. The scatter width is more likely to be caused by the layer quality. Accuracy is important when measuring the diagonals, as the high hardness of the layer is caused by very small indentations (HV 0.3). The porosity, which was determined as an additional measured variable, depends more strongly on the preparation, which can be attributed to the very fine layer components and the associated preparation artifacts. A clear verification of the carbodic layers' true level of porosity is not possible from today's perspective, however.

#### Acknowledgements

The authors thank the following companies and institutes for participating in the joint test. Hochschule Aalen, Bayer Leverkusen, BMW Berlin and München, Bosch Reutlingen and Schwieberdingen, H.C. Starck Laufenburg, IFAM Bremen, ITW Buehler Düsseldorf, IWT Bremen, KIT Karlsruhe, Liebherr Aerospace Lindenberg, MPA Darmstadt, MTU Hannover, RWE Bergheim, Struers GmbH Willich, Universität Otto-von-Guericke Magdeburg.

Aufnahmen Klärung bringen. Da dies den Umfang des Gemeinschaftsversuches sprengen würde, wird auf das wichtige Thema der echten Porosität hier nicht näher eingegangen. Dieses müsste in weiteren Untersuchungen geklärt werden.

#### 4. Zusammenfassung

Die Ergebnisse des Versuchs zeigten, dass die Härtewerte in einem bestimmten Streuband ermittelt werden konnten, das von der vorangegangenen Präparation relativ unabhängig ist. Die Streubreite wird eher durch die Schichtbeschaffenheit verursacht. Zu beachten ist die Messgenauigkeit bei der Diagonalenmessung, da es sich bei der hohen Härte der Schicht um sehr kleine Eindrücke (HV 0,3) handelt. Die als zusätzliche Messgröße bestimmte Porosität weist eine stärkere Abhängigkeit von der Präparation ab, die auf die sehr feinen Schichtbestandteile und die damit verbundenen Präparationsartefakte zurückgeführt werden könnte. Eine endgültige Klärung zur wahren Höhe der Porosität der karbidischen Schichten ist nach derzeitigem Stand jedoch nicht möglich.

#### Danksagung

Die Autoren danken folgenden Firmen und Instituten für die Teilnahme am Gemeinschaftsversuch: Hochschule Aalen, Bayer Leverkusen, BMW Berlin und München, Bosch Reutlingen und Schwieberdingen, H.C. Starck Laufenburg, IFAM Bremen, ITW Buehler Düsseldorf, IWT Bremen, KIT Karlsruhe, Liebherr Aerospace Lindenberg, MPA Darmstadt, MTU Hannover, RWE Bergheim, Struers GmbH Willich, Universität Otto-von-Guericke Magdeburg.

### Holger Schnarr



born in 1965 in Thüringen. After finalizing his apprenticeship as mechanic in a nuclear power station he studied materials science at Technical University in Magdeburg. From 1992–1995 he worked on his PhD at the Fraunhofer Institute in

Halle/Saale. Since 2004 he works as lab manager at Struers GmbH. 2007 he became head of “Sample preparation group” within DGM.

### Wolfgang Motl



completed a vocational training as a technical assistant for metallography and material engineering at the Lette-Verein. For 26 years he has been employed in the Department of Metallography in Central Analytics at H.C. Starck GmbH (Laufenburg), currently as working

group leader. His focus is on thermally sprayed coatings and hard materials.

## References / Literatur

- [1] Schnarr, H.; Motl, W.: Härteprüfung und mikroskopische Beurteilung an karbidischen HVOF-Spritzschichten, in: Sonderbände der Praktischen Metallographie, Vol. 46, G. Petzow (Ed.), DGM, INVENTUM, Bonn, 2014
- [2] Motl, W.; Schnarr, H.: Porositätsbestimmung an oxydischen Plasmaspritzschichten, in: Sonderbände der Praktischen Metallographie, Vol. 46, G. Petzow (Ed.), DGM, INVENTUM, Bonn, 2014

### Bibliography

DOI 10.3139/147.110613

Pract. Metallogr. 56 (2019) 11; page 719–730

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 0032–678X