

## **Mobile Härteprüfverfahren –**

### **Erfahrungen aus durchgeführten Eignungsprüfungen**

Prof. Dr.-Ing. Holger Frenz, Westfälische Hochschule, Standort Recklinghausen;

Dipl.-Ing. Christian Weißmüller, Institut für Eignungsprüfung GmbH, Marl.

#### **1 Einleitung**

Das Institut für Eignungsprüfung (IfEP GmbH) organisiert seit dem Jahr 2000 internationale Eignungsprüfungen und Ringversuche für mechanisch- technologische Prüfverfahren auf der Basis der DIN EN ISO/IEC 17043 „Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen“ [1]. In den letzten Jahren nahmen ca. 350 Laboratorien aus 40 Ländern mit über 1100 Einzelversuchen teil. Die Teilnehmer lassen sich in zwei Gruppen teilen. Einmal die Gruppe der nach DIN EN ISO/IEC 17025 [2] akkreditierten Prüflaboratorien. Von diesen Teilnehmern wird in Kapitel 5.9 der Norm gefordert, dass ein Laboratorium über Qualitätslenkungsverfahren zur Überwachung der Gültigkeit von durchgeführten Prüfungen verfügt. Im Akkreditierungsverfahren ist eine Planung zur Abdeckung aller Prüfgebiete durch Eignungsprüfungen vorzulegen, ebenso der Nachweis der Teilnahme und die systematische Bewertung der Ergebnisse. Die zweite Gruppe der Teilnehmer ist nicht akkreditiert. Sie arbeitet jedoch in der Regel mit hohen Anforderungen an die eigene Qualität (Automobilindustrie, Zulieferer). Sie wollen die Leistungsfähigkeit interner Prüfverfahren kontinuierlich erfassen, um frühzeitig und vorbeugend auf Abweichung der Prüfqualität reagieren zu können.

Im Jahr 2010/2011 führte das IfEP eine Eignungsprüfung für das Prüfgebiet der Mobilien Härteprüfung durch, die im Jahr 2014 weitergeführt wird. Die Teilnahme an dieser Eignungsprüfung stand akkreditierten und nicht akkreditierten Laboratorien offen.

## 2 Programm der Eignungsprüfung

### 2.1 Einführung und Aufgabenstellung

Die Gestaltung der Eignungsprüfung Mobile Härteprüfung MH-2010/2011 beruht auf den Vorgaben der DIN EN ISO/IEC 17043 [1] und der DIN ISO 13528 [3].

Die Teilnehmer erhielten zertifizierte Härtevergleichsplatten, kalibriert für das Rockwell HRC- und das Härte Vickers-Verfahren HV 10. Sie konnten folgende Aufgaben mittels frei wählbaren mobilen Härteprüfgeräten nach Leeb-, UCI- oder TIV-Verfahren bearbeiten:

- fünf Messungen Rückprallhärte nach Leeb und Umwertung in Härte Rockwell HRC und/oder Vickers HV 10,
- fünf Messungen nach dem UCI- oder TIV-Verfahren und Angabe des Ergebnisses in Rockwell- oder Vickers-Einheiten.

### 2.2 Teilnehmer

Das Teilnehmerfeld umfasst 33 Laboratorien, die in 10 Staaten beheimatet sind (Tabelle 1). 31 Teilnehmer gaben an, zum Zeitpunkt der Eignungsprüfung eine Akkreditierung nach (DIN) EN ISO/IEC 17025 [2] zu besitzen.

Tabelle 1: Standorte der Teilnehmer

Deutschland	22	Italien	1	Schweiz	1
Estland	1	Niederlande	1	Slowenien	1
Griechenland	2	Norwegen	1		
Iran	1	Österreich	2		

### 2.3 Versuchsmaterial

Für die Eignungsprüfung wurden zwei vom Materialprüfungsamt NRW Dortmund zertifizierte Härtevergleichsblöcke eingesetzt. Die Blöcke wurden für die Verfahren Rockwell HRC (ca. 53 HRC) und Vickers HV 10 (ca. 550 HV 10) kalibriert, siehe Tabelle 2. Die zertifizierten Blöcke sind mit ihrem Gewicht von je 7 kg speziell auf die Erfordernisse der Mobilten Härteprüfung zugeschnitten.

Tabelle 2: Zertifizierte Werte der Härtevergleichsplatten

Probennummer	Härtewert in HRC	Erweiterte Messunsicherheit	Härtewert in HV 10	Erweiterte Messunsicherheit
		U für $k = 2$ und $p = 95\%$		U für $k = 2$ und $p = 95\%$
1002/02	52,88	0,4	550	6,3
1002/03	53,09	0,4	554	6,9

### 3 Auswertung der Eignungsprüfung

Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte auf Basis der DIN ISO 13528 [3] und der DIN EN ISO/IEC 17043 [1] sowie in Anlehnung an die Kriterien der DIN EN ISO 6508-2 [4] und DIN EN ISO 6507-2 [5]. Die Prüfaufgabe wurde nach folgenden Kriterien ausgewertet:

**1. Angaben in Leeb-Einheiten:**

Auswertung mittels Z-Scores nach DIN EN ISO/IEC 17043 [1],

**2. Angaben in Rockwell-Einheiten:**

Auswertung der zulässigen Wiederholpräzision der Prüfmaschine ( $r$ ) und Abweichung der Prüfmaschine ( $E$ ) nach DIN EN ISO 6508-2 [4], Tabelle 5,

**3. Angabe in Vickers-Einheiten:**

Auswertung der zulässigen Wiederholpräzision der Prüfmaschine ( $r$ ) und Abweichung der Prüfmaschine ( $E$ ) nach DIN EN ISO 6507-2 [5], Tabellen 4 und 5.

### 3.1 Auswertung der Leeb-Einheiten

Der Referenzwert (Stoffwert  $X$ ) wurde als Konsenswert aus den Mittelwerten aller teilnehmenden Laboratorien mittels einer robusten statistischen Methode ermittelt. Der Stoffwert  $X$  ist der Median aus allen Labormittelwerten  $MW_{LAB}$ . Als Standardabweichung der Eignungsprüfung  $\hat{\sigma}$  wird der normalisierte Quartilsabstand ( $nIQR$ )

$$\hat{\sigma} = nIQR = 0,7413 (Q3-Q1) \quad (1)$$

verwendet.  $Q3$  ist der Wert einer Wertemenge, unterhalb dem 75 % aller Werte liegen,  $Q1$  ist der Wert einer Wertemenge, unterhalb dem 25 % aller Werte liegen. Den Term  $(Q3-Q1)$  bezeichnet man als Quartilsabstand. Der Faktor 0,7413 ergibt sich aus der Standardnormalverteilung, die einen Mittelwert von Null und eine Standardabweichung von Eins hat [6].

Die Bewertung der Ergebnisse dieses Teils der Eignungsprüfung erfolgt mittels eines Z-Scores, der aus der Gleichung

$$Z = \frac{MW_{LAB} - X}{\hat{\sigma}} \quad (2)$$

berechnet wird. Für die Prüfgröße findet man in Tabelle 3, Zeile 1 und 2, die in Gleichung (2) einzusetzenden Stoffwerte  $X$  und die Standardabweichungen der Eignungsprüfung  $\hat{\sigma}$ .

Nach DIN EN ISO/IEC 17043 [1] gelten folgende Bewertungsstufen:

- **$|Z| \leq 2$  erfolgreich teilgenommen**
- **$|Z| \geq 3$  nicht erfolgreich teilgenommen**
- **$2 < |Z| < 3$  fragwürdiges Ergebnis.**

Tabelle 3 stellt die zulässigen Grenzen sowie die Unsicherheit des Stoffwertes  $u_x$  zusammen. Die Ergebnisse sind auf die letzte Stelle gerundet.

Tabelle 3: Zusammenstellung des Referenzwertes und der Standardabweichung der Eignungsprüfung  $\hat{\sigma}$

Kennwerte	Leebhärte in HLD
$X$	738,8
$\hat{\sigma}$	4,9
$u_X, k = 1, p = 68 \%$	1,4
$Z = -3$	724,1
$Z = -2$	729,0
$Z = 2$	748,6
$Z = 3$	753,5

### 3.2 Auswertung der Rockwell-Einheiten

Angaben in Rockwell-Einheiten (HRC) wurden ausgewertet nach den Kriterien „Abweichung der Prüfmaschine“ und „zulässige Wiederholpräzision der Prüfmaschine“ auf Basis der DIN EN ISO 6508-2 [4], Tabelle 5.

Die Abweichung ( $E$ ) der Prüfmaschine ergibt sich aus Gleichung (3):

$$E = \bar{H} - H_C \quad (3)$$

Die zulässige Grenzabweichung (3a) ist in DIN EN ISO 6508-2 [4], Tabelle 5 festgelegt:

$$-1,5 HRC \leq E \leq 1,5 HRC \quad (3a)$$

$\bar{H}$  ist der (arithmetische) Mittelwert der Messungen auf einer Härtevergleichsplatte.

$H_C$  ist der zertifizierte Härtewert der zugehörigen Härtevergleichsplatte. Die Wiederholpräzision ( $r$ ) errechnet sich nach Gleichung (4):

$$r = H_{\max} - H_{\min} \quad (4)$$

$H_{\max/\min}$  ist die größte / kleinste gemessene Härte in HRC.

Die zulässige Wiederholpräzision wird nach DIN EN ISO 6508-2 [4], Tabelle 5, durch die Bedingungen (5a) bzw. (5b) festgelegt:

$$r \leq 0,02 \cdot (100 - \bar{H}) \quad (5a)$$

$$r \leq 0,8 HRC \quad (5b)$$

Der größere der beiden Werte muss zur Bewertung herangezogen werden. Zur Auswertung der Eignungsprüfung wurden die Gleichungen (5a) und (5b) so umgestellt, dass gilt:

$$\Delta = r - [0,02 \cdot (100 - \bar{H})] \leq 0 \quad (6a)$$

$$\Delta = r - 0,8HRC \leq 0 \quad (6b)$$

$\Delta$  [HRC] stellt ein Maß für die Abweichung der Wiederholpräzision eines Laboratoriums von der zulässigen Wiederholpräzision dar. Die Bewertung der direkt in HRC-Einheiten angegebenen Ergebnisse erfolgt für den Parameter  $E$  individuell mit „erfolgreich“ oder „nicht erfolgreich“. Der Parameter  $r$  ist informativ dargestellt und wird nicht bewertet.

### 3.3 Auswertung der Vickers-Einheiten

Angaben in Vickers-Einheiten (HV) wurden ausgewertet nach DIN EN ISO 6507-2 [5], Tabelle 4 (Wiederholpräzision der Prüfmaschine  $r$ ) und Tabelle 5 (Abweichung der Prüfmaschine  $E_{rel}$ ). Die Grenzabweichung ( $E_{rel}$ ) ergibt sich aus Gleichung (7):

$$E_{rel} = \frac{\bar{H} - H_C}{H_C} \cdot 100\% \quad (7)$$

Die zulässige Grenzabweichung (8) ist in DIN EN ISO 6507-2, Tabelle 5 festgelegt:

$$HV10: -3\% \leq E_{rel} \leq 3\% \quad (8)$$

$\bar{H}$  ist der (arithmetische) Mittelwert der Messungen auf einer Härtevergleichsplatte.  $H_C$  ist der zertifizierte Härtewert der zugehörigen Härtevergleichsplatte. Zur Bestimmung der Wiederholpräzision  $r$  der Prüfmaschine wird der in Gleichung (9) angegebenen Wert ermittelt:

$$r = H_{\max} - H_{\min} \quad (9)$$

$H_{\max/\min}$  ist die größte / kleinste gemessene Härte in HV10.

Die zulässige Wiederholpräzision wird nach DIN EN ISO 6507-2, Tabelle 4, durch die Bedingung (10) festgelegt:

$$r < 24 HV10 \quad (10)$$

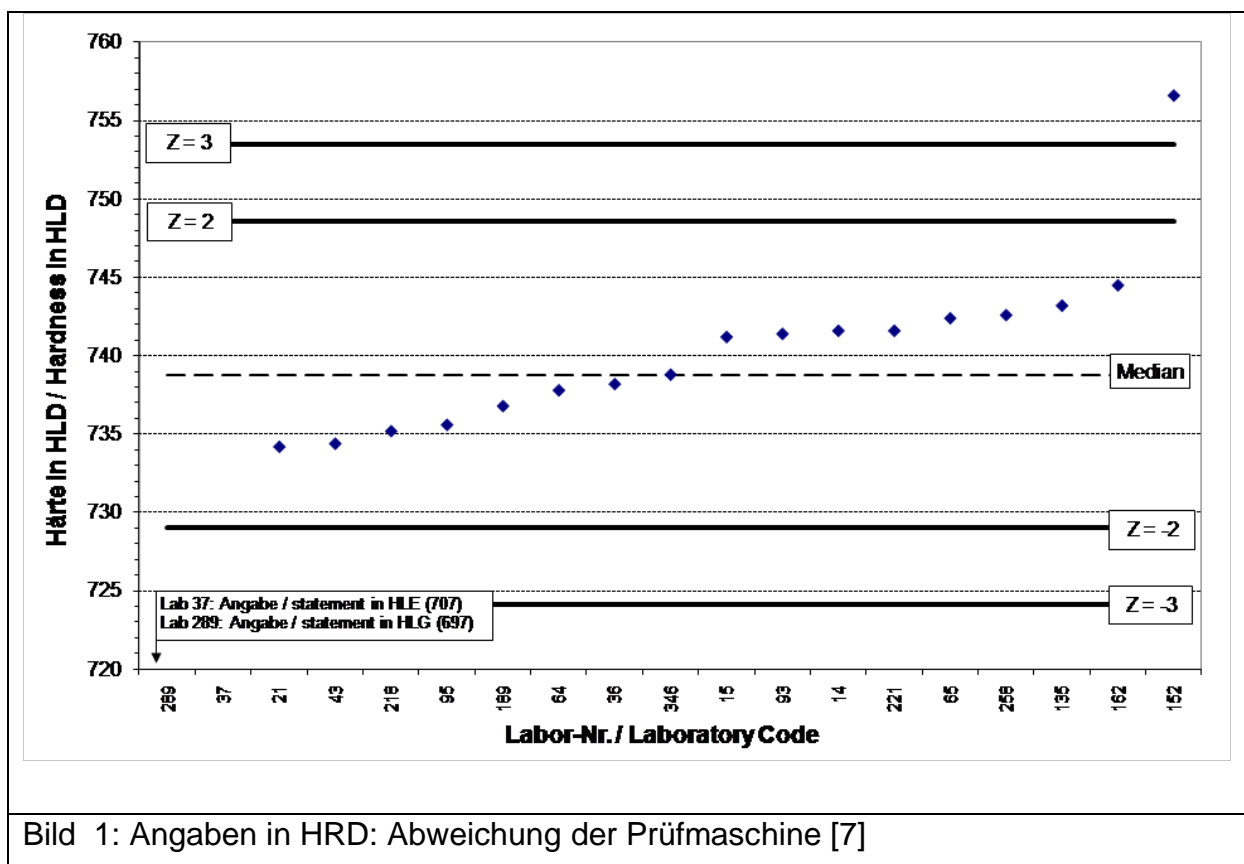
Die Bewertung der direkt in Vickers-Einheiten angegebenen Ergebnisse erfolgt für den Parameter  $E$  individuell mit „erfolgreich“ oder „nicht erfolgreich“. Der Parameter  $r$  ist informativ dargestellt und wird nicht bewertet.

## 4 Ergebnisse

Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt separat für jede Härte-Einheit (HLD, HRC, HV). Die Ergebnisse werden in den folgenden Diagrammen aufbereitet. Zur besseren Darstellung wurden die Ergebnisse auf die letzte Stelle gerundet.

### 4.1 Rückprallhärte nach Leeb HLD

17 Laboratorien lieferten ein Ergebnis in HLD-Einheiten an (Bild 1). Zwei Laboratorien gaben an, einen abweichenden Schlagkörper eingesetzt zu haben. Diese führten zu Ergebnissen, die deutlich unterhalb der Vergleichsgruppe lagen (Lab.37/ Lab. 289).



16 Laboratorien erzielten einen Z-Score, dessen Betrag kleiner als zwei ist. Ein Labor erzielte ein Ergebnis, dessen absoluter Betrag größer 3 ist.

## 4.2 Rockwell Härte HRC

Für diesen Prüfparameter standen insgesamt 35 Ergebnisse zur Verfügung. 18 Ergebnisse wurden mittels Rückprallhärteverfahren, 10 Ergebnisse mittels UCI-Verfahren und 7 Ergebnisse mittels TIV-Verfahren ermittelt (Bild 2).

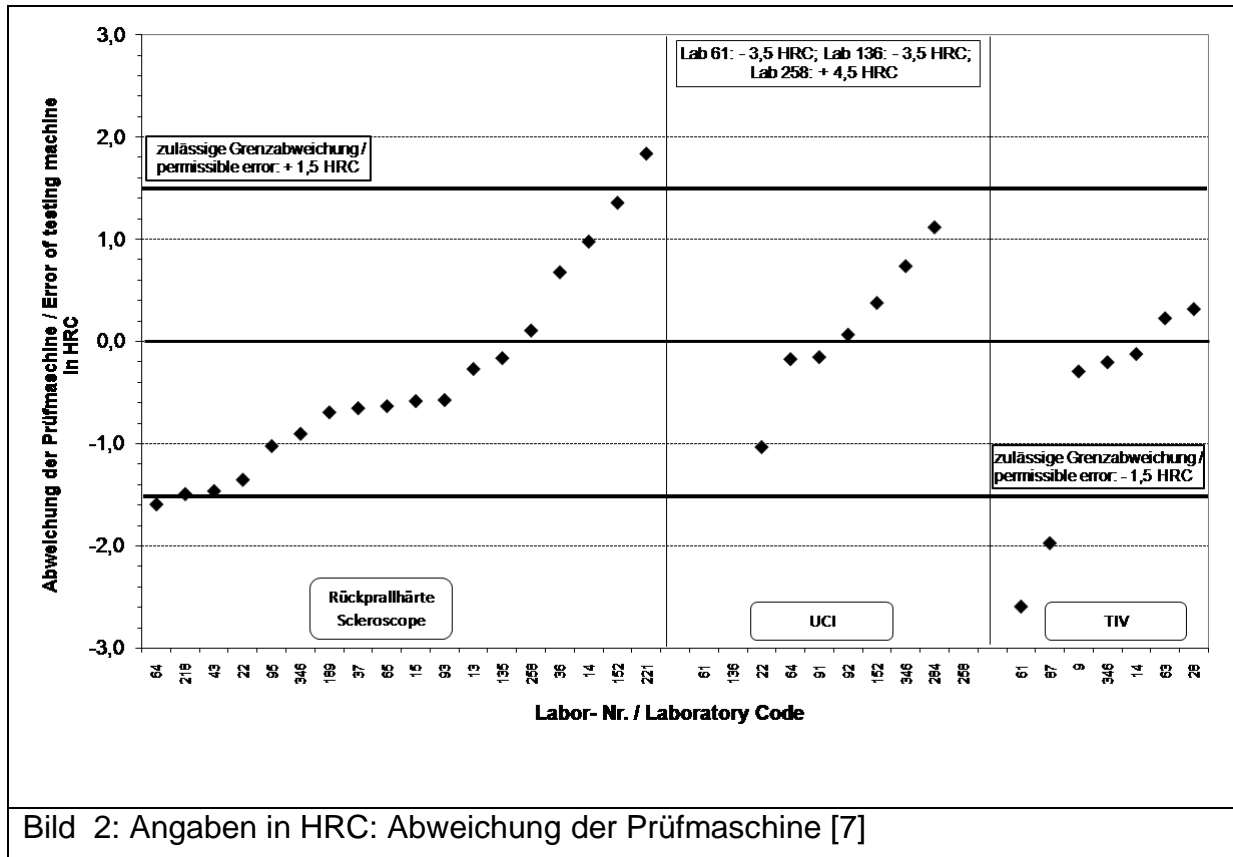
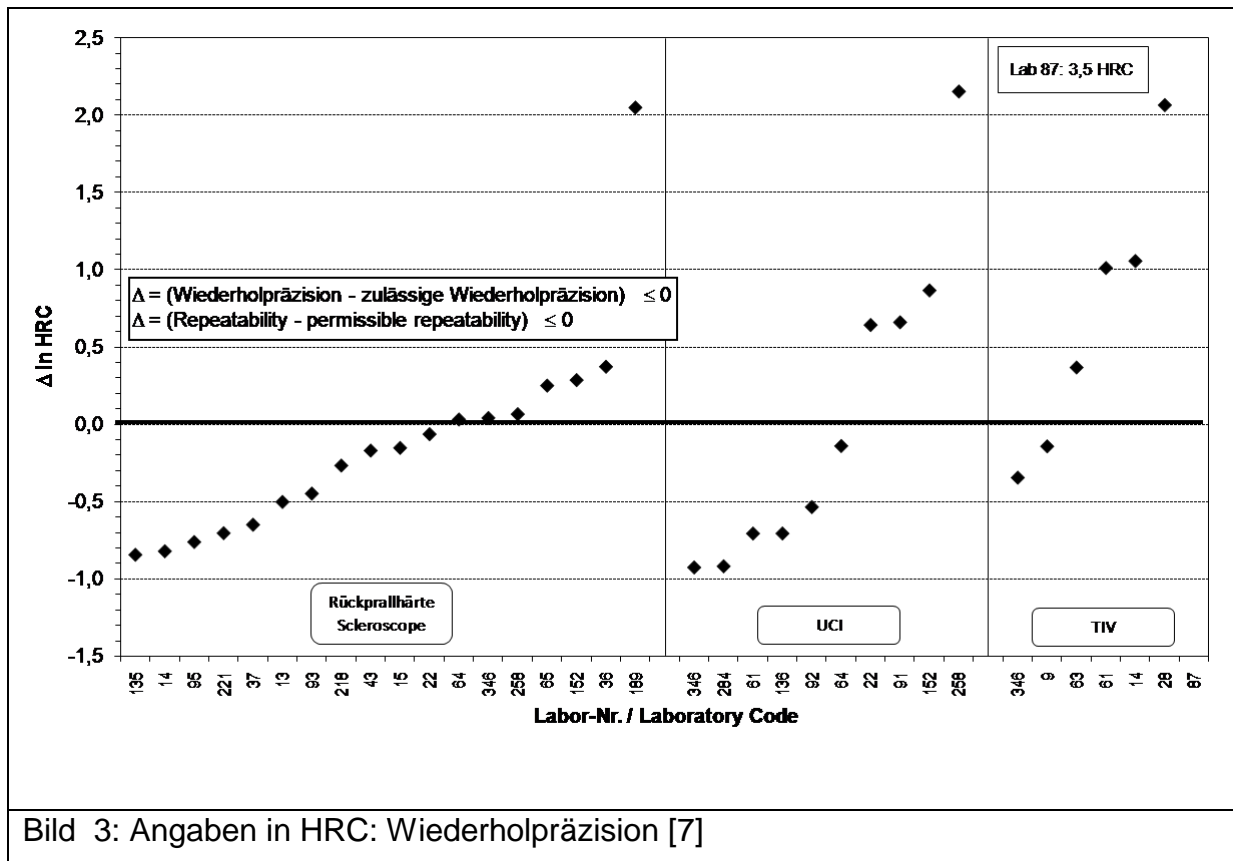


Bild 2: Angaben in HRC: Abweichung der Prüfmaschine [7]

Bild 3 zeigt die Ergebnisse der ermittelten Wiederholpräzision. Wenn der Wert  $\Delta$  [HRC] größer als Null wird (Bedingung 6a), ist die nach Norm zulässige Wiederholpräzision überschritten.



Alle Ergebnisse, die gleich Null sind oder unterhalb der Nulllinie liegen, erfüllen die Anforderungen der Norm nach DIN EN ISO 6508-2 [4]. Insgesamt 14 Ergebnisse liegen außerhalb der Normvorgaben.



### 4.3 Härte Vickers

Für diesen Prüfparameter standen insgesamt 38 Ergebnisse zur Verfügung. 18 Ergebnisse wurden mittels Rückprallhärteverfahren, 13 Ergebnisse mittels UCI-Verfahren und 7 Ergebnisse mittels TIV-Verfahren ermittelt. In Bild 4 sind die Ergebnisse dargestellt. Zwölf Laboratorien erzielten ein Ergebnis, dessen Abweichung vom Referenzwert die Bedingung (8) nicht erfüllt. Bild 5 zeigt die Wiederholpräzision der Laboratorien.

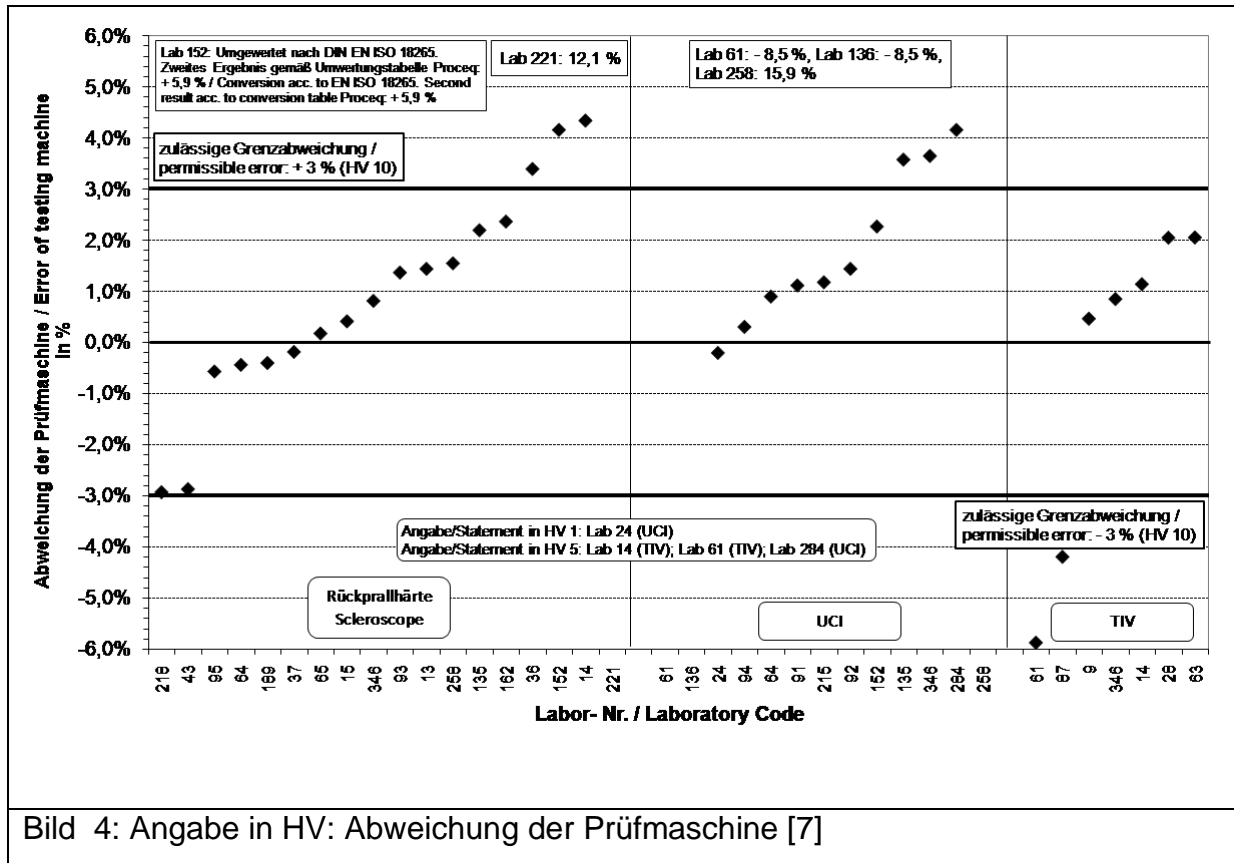


Bild 4: Angabe in HV: Abweichung der Prüfmaschine [7]

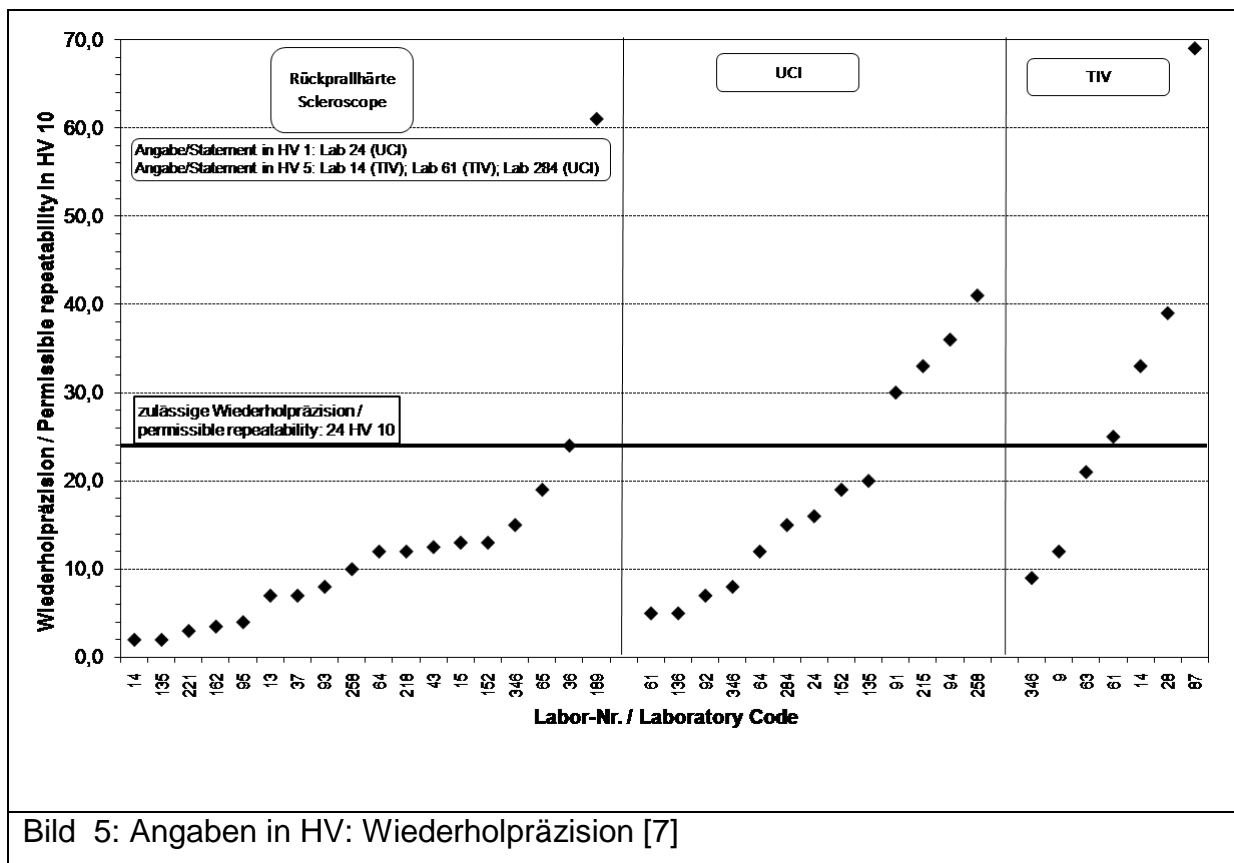


Bild 5: Angaben in HV: Wiederholpräzision [7]

## 6 Zusammenfassung

Das Institut für Eignungsprüfung führte 2010/2011 eine Eignungsprüfung zum Thema Mobile Härteprüfung durch. Mit den Ergebnissen dieser Eignungsprüfung wird ein aktueller Überblick über die Leistungsfähigkeit mobiler Härteprüfverfahren gegeben. Im Vergleich zur stationären Härteprüfung sind Defizite bezüglich der Wiederholpräzision und Richtigkeit der Messwerte zu erkennen. Ergebnisse, umgewertet in Rockwell- oder Vickers-Einheiten, sind nicht immer mit den zertifizierten, direkt gemessenen Werten der MPA NRW in Einklang zu bringen. Werden die eingereichten Ergebnisse nach DIN EN ISO 6507-2 / 6508-2 [5; 4] ausgewertet („Grenzabweichung / Wiederholpräzision der Prüfmaschine“), ergibt sich das in Tabelle 4 dargestellte Gesamtergebnis. Die Auswertung anhand der Grenzen aus DIN EN ISO 6507-2 / 6508-2 [5; 4] ermöglicht eine übersichtliche und informative Einschätzung der Ergebnisse.

Tabelle 4: Gesamtergebnis der IfEP Eignungsprüfung Mobile Härteprüfung 2011 [7]

<b>Kennwert</b>	<b>Zahl der Ergebnisse</b>	<b>Erfolgreiche Teilnahmen</b>
Grenzabweichung HRC	35	80 %
Wiederholpräzision HRC	35	60 %
Grenzabweichung HV 10	38	68 %
Wiederholpräzision HV 10	38	76 %
Leebeinheiten	17	94 %

Werden die Ergebnisse aus Eignungsprüfungen der stationären Härteprüfung nach Rockwell [8] und Vickers [9] als Vergleichsgruppen herangezogen, dann wird der qualitative Unterschied sichtbar. Tabelle 5 zeigt das Gesamtergebnis der Eignungsprüfung Rockwell aus 2011 [8].

Tabelle 5: Ergebnisse der IfEP Eignungsprüfung Rockwell HRC, 2011 [8]

<b>Kennwert</b>	<b>Zahl der Ergebnisse</b>	<b>Erfolgreiche Teilnahmen</b>
Grenzabweichung 25 HRC-Niveau	101	84 %
Wiederholpräzision 25 HRC-Niveau	101	95 %
Grenzabweichung 45 HRC-Niveau	101	83 %
Wiederholpräzision 45 HRC-Niveau	101	90 %
Grenzabweichung 64 HRC-Niveau	101	86 %
Wiederholpräzision 64 HRC-Niveau	101	84 %

In Tabelle 6 werden die Ergebnisse der Eignungsprüfung HV 10/HV 30 aus 2012 summarisch dargestellt. Hier werden bessere Ergebnisse erzielt, die bis zu 97% Bestehensquote reichen.

Tabelle 6: Ergebnisse der IfEP Eignungsprüfung HV 10/ HV 30, 2012 [9]

<b>Kennwert</b>	<b>Zahl der Ergebnisse</b>	<b>Erfolgreiche Teilnahmen</b>
Grenzabweichung HV 10	162	83 %
Wiederholpräzision HV 10 (HV 10)	162	92 %
Grenzabweichung HV 30	139	83 %
Wiederholpräzision HV 30 (HV 30)	139	97 %

Der Vergleich der Ergebnisse zeigt die aktuellen Unterschiede. Die Bestehensquote steigt von der Mobilien Härteprüfung über die Rockwell Härteprüfung bis hin zur Vickers Härteprüfung. Die stationären Versuchsbedingungen in der geschützten Laborumgebung sind für richtige und präzise Versuchsergebnisse zu bevorzugen.

Die Mobile Härteprüfung zeigt noch Verbesserungspotenzial. Sollen Ergebnisse mit mobilen Härteprüfern umgewertet werden und dann zur Bewertung der Einhaltung einer Werkstoffspezifikation herangezogen werden, ist große Vorsicht geboten. In einer aktuellen Eignungsprüfung wird der Entwicklungsstand dieses Jahr erneut evaluiert. Weitergehende Ergebnisse werden in den nächsten Monaten erwartet.

## **7 Literatur**

- [1] DIN EN ISO/IEC 17043:2010, Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen, Beuth Verlag, Berlin, Mai 2010.
- [2] DIN EN ISO/IEC 17025:2005, Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien. Beuth Verlag, Berlin, August 2005.
- [3] DIN ISO 13528:2009, Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche. Beuth Verlag, Berlin, Januar 2009.
- [4] DIN EN ISO 6508-2:2006, Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Rockwell - Teil 2: Prüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen. Beuth Verlag, Berlin, März 2006.
- [5] DIN EN ISO 6507-2:2006, Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 2: Prüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen. Beuth Verlag, Berlin, März 2006.
- [6] Weißmüller, C., Frenz, H.: Modelle zur Ermittlung der Messunsicherheit in der Härteprüfung; Statistische Auswertung eines Ringversuchs mit 90 Teilnehmern. In: Tagungsband Werkstoffprüfung, Neu-Ulm 25.-26.11.2004, MAT INFO, Frankfurt 2004.
- [7] MH-2010, Abschlussbericht Eignungsprüfung Mobile Härteprüfung, Institut für Eignungsprüfung IfEP GmbH, Recklinghausen, Juni 2008.
- [8] HRC-2011, Abschlussbericht Eignungsprüfung Härteprüfung nach Rockwell HRC, Institut für Eignungsprüfung IfEP GmbH, Recklinghausen, Februar 2012.
- [9] HV 10 / HV 30-2012, Abschlussbericht Eignungsprüfung nach Vickers HV 10 / HV 30, Institut für Eignungsprüfung IfEP GmbH, Recklinghausen, Juni 2008.