

Zerstörungsfreie Bestimmung von Werkstoffeigenschaften mit mikromagnetischen Multiparameter-Prüfverfahren

Klaus Szielasko, Melanie Kopp, Ralf Tschuncky,
Hans-Georg Herrmann
Fraunhofer-Institut für
Zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP)
Campus E3 1, 66123 Saarbrücken

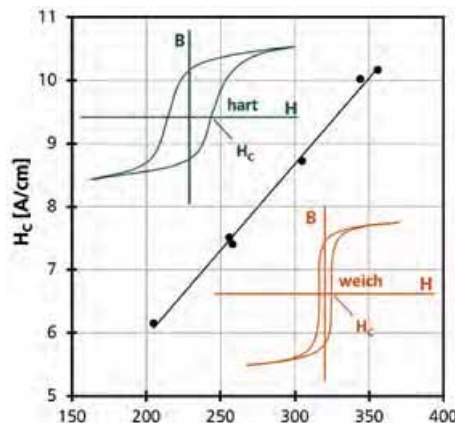
Einleitung

Stahl und Gusseisen spielen in der industriellen Fertigung nach wie vor eine herausragende Rolle. Gerade vor dem Hintergrund der verschärften gesetzlichen CO₂-Vorgaben findet eine ständige Weiterentwicklung der Werkstoffe statt, womit steigende Anforderungen an die Herstellungs- und Verarbeitungsprozesse einhergehen. Wo die Qualitätssicherung bisher nur Stichproben erforderte, ist zunehmend eine zerstörungsfreie 100%-Prüfung nachgefragt. Qualitätsentscheidende Kenngrößen sind meist Härte, Härtetiefe, Zugfestigkeit, Streckgrenze und Bruchdehnung sowie die Gefügezusammensetzung. Darüber hinaus sind Eigenspannungen und Textur entscheidend für die Weiterverarbeitbarkeit (Verinselung, Tiefziehen).

Viele mechanisch-technologische Kenngrößen sowie Eigenspannungen und Gefügemerkmale von ferromagnetischen Stählen und Gusseisen können anhand des magnetischen Werkstoffverhaltens zerstörungsfrei beurteilt werden [1-3]. Hierbei werden die Wechselwirkungen zwischen der Mikrostruktur und den mikroskopischen magnetischen Strukturen (Domänen, Blochwände) ausgenutzt, daher spricht man von mikromagnetischer Werkstoffcharakterisierung. Die Wechselwirkung der Mikrostruktur mit Versetzungen und Blochwänden erfolgt über einander ähnliche Mechanismen, weshalb das Werkstoffverhalten unter mechanischer Beanspruchung mit demjenigen unter Magnetisierung korreliert ist. Ein recht bekanntes Beispiel ist die Korrelation zwischen mechanischer und magnetischer Härte (Koerzitivfeldstärke H_c , siehe Figur 1). Gehärtete Werkstoffe zeigen fast immer hartmagnetisches Verhalten, d.h. breite Hysteresekurven.

Mikromagnetische Multiparameter-, Mikrostruktur- und Spannungs-Analyse (3MA)

Neben der Koerzitivfeldstärke lassen sich viele weitere mikromagnetische Kenngrößen bestimmen. Eine Herausforderung der industriellen Praxis besteht darin, dass sich in den mikromagnetischen



Figur 1: Durch magnetische Hysteresemessungen bestimmter Zusammenhang zwischen Vickers-Härte und Koerzitivfeldstärke H_c für unterschiedlich harte Zustände des Stahls 22NiMoCr3-7 [4]

Kenngrößen stets mehrere Werkstoffeigenschaften überlagert abbilden, wobei Messeffekt und Störeinfluss durchaus in der gleichen Größenordnung liegen. Variationen des Herstellungsprozesses (z.B. andere Werkstofflieferanten, Maschinenwechsel, Verformungsprozesse) können vom Trend abweichende Messwerte hervorrufen. In der Praxis sind die Verläufe der mikromagnetischen Kenngrößen über den Zielgrößen selten so eindeutig wie im Falle des Laborprobensatzes in Figur 1, daher genügt es meist nicht, nur eine einzige Kenngröße zu betrachten. Ebenso wie unser Gehirn die Informationen unterschiedlicher Sinne zu einer verlässlichen Gesamtaussage über Objekte und Situationen kombiniert, lassen sich unterschiedliche magnetische Merkmale bestimmen und durch mathematisch-statistische Methoden zu einem robusten Messergebnis kombinieren.

Dieses Vorgehen hat sich als zielführend erwiesen, um eine Zielgröße (z.B. die Härte) unabhängig von anderen Einflüssen (z.B. Eigenspannungen, Chargenschwankungen) bestimmen zu können. Das Fraunhofer IZFP verfolgt einen solchen Ansatz unter dem Begriff 3MA (Mikromagnetische Multiparameter-Mikrostruktur- und Spannungs-Analyse) seit mehr als 25 Jahren [5]. Derzeit befinden sich über 100 3MA-Prüfsysteme im industriellen Einsatz. Die aktuellen 3MA-Prüfsysteme wie z.B. 3MA-II (Figur 2) und MikroMach führen folgende vier Verfahren quasi simultan aus:

- Oberwellenanalyse im Zeitsignal der magnetischen Tangentialfeldstärke



Figur 2: 3MA-II-Prüfsystem (PC, Steuergerät, Prüfkopf auf Bauteil liegend)

- Analyse des magnetischen Barkhausenrauschens
- Überlagerungspermeabilitätsanalyse
- Mehrfrequenz-Wirbelstromimpedanzanalyse

Die Verfahren zeichnen sich durch unterschiedliche Wechselwirkungsmechanismen mit den magnetischen Strukturen im Werkstoff aus und besitzen eine variable Reichweite in die Werkstofftiefe (bis ca. 3 mm). Insgesamt werden auf diesem Wege ca. 40 mikromagnetische Kenngrößen bestimmt, die einen „magnetischen Fingerabdruck“ bilden, welcher für den betrachteten Werkstoffzustand charakteristisch ist.

Im Rahmen einer Kalibrierung an Proben bekannter Zustände wird der Zusammenhang zwischen magnetischen Kenngrößen und Zielgrößen einmalig erfasst. Danach kann das Verfahren zur Werkstoffcharakterisierung unbekannter Zustände innerhalb des kalibrierten Bereichs eingesetzt werden. Durch die hohe Anzahl ermittelter Kenngrößen ergeben sich zwei Vorteile gegenüber der Ermittlung nur eines Merkmals oder Durchführung nur eines Analyseverfahrens:

- 1) Da sowohl für die mechanisch-technologischen als auch für die mikromagnetischen Kenngrößen von Fall zu Fall die unterschiedlichsten Wechselwirkungsmechanismen entscheidend sind, ist die Bestimmung möglichst vieler Aspekte des magnetischen Werkstoffverhaltens hilfreich. So ist es sehr sicher, dass Kenngrößen gefunden werden, die eine starke Korrelation mit der Zielgröße besitzen.
- 2) Die Information aus mehreren (meist < 10) der 40 Kenngrößen wird mittels Regressionsanalyse oder Mustererkennung verknüpft, um quantitative Ergebnisse (z.B. Härte in HV, R_m oder

$R_{p0,2}$ in MPa, etc.) zu ermitteln und diejenigen Aufgaben zu lösen, bei denen jede Kenngröße von Störeinflüssen beeinträchtigt ist, wie das nachfolgende Beispiel zeigen soll.

Vorteil der Multiparameteranalyse am Beispiel der Zugfestigkeit R_m

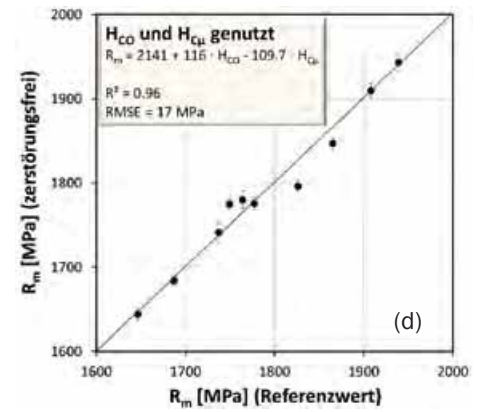
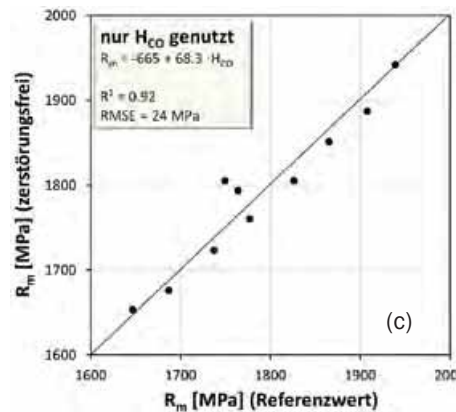
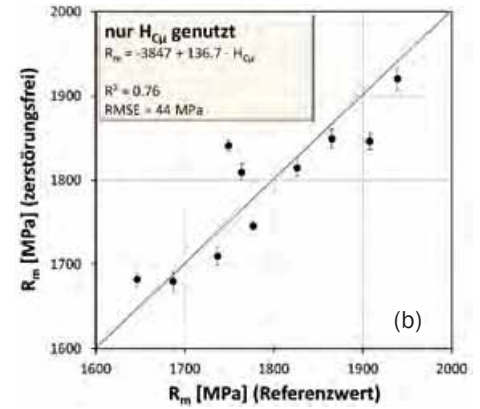
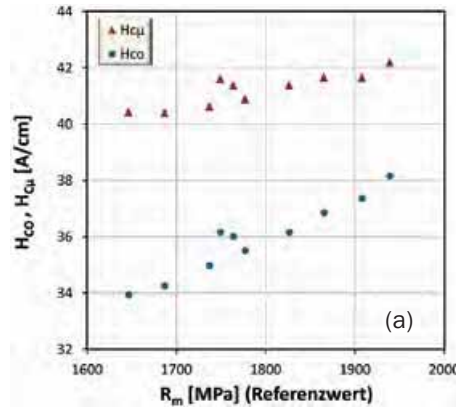
Anhand von Messdaten, die an einer Reihe von Blechen des Werkstoffs X30Cr13 erhalten wurden, lässt sich der Vorteil der Multiparameteranalyse anschaulich demonstrieren.

Figur 3a zeigt zwei der 40 mikromagnetischen Kenngrößen als Funktion der Zielgröße, in diesem Fall der Zugfestigkeit R_m . Bei der hier dargestellten Auswahl von Kenngrößen handelt es sich um die Koerzitivfeldstärke H_{Cu} , die in der oberflächennah arbeitenden Überlagerungspermeabilitätsanalyse ermittelt wird, sowie die Koerzitivfeldstärke H_{Co} , welche aus der Oberwellenanalyse mit hoher Tiefenreichweite stammt. Beide Größen zeigen eine Korrelation mit der Zielgröße, allerdings mit teilweise deutlichen Abweichungen vom Trend. Als Ursache der Abweichungen kommen z.B. Werkstoffunterschiede oder Eigenspannungen in Frage.

Im Rahmen der Kalibrierung bestimmt die 3MA-Software mittels Regressionsanalyse ein Polynom, welches die Zugfestigkeit als Funktion der mikromagnetischen Kenngrößen beschreibt und somit die gemessenen Kenngrößen in Näherungswerte der Zugfestigkeit umzurechnen erlaubt. Figur 3b zeigt das Ergebnis der Kalibrierung, wenn nur H_{Cu} verwendet wird, Figur 3c das Ergebnis, wenn nur H_{Co} verwendet wird. H_{Co} zeigt eine stärkere Korrelation zu R_m , jedoch sind im Bereich von 1750 MPa noch Abweichungen von ca. 50 MPa vorhanden.

Figur 3d zeigt, dass durch Einbeziehung beider Größen in die Kalibrierung, d.h. Bildung des Polynoms unter Beteiligung von H_{Co} und H_{Cu} , eine signifikante Verbesserung der Messgenauigkeit erzielt werden kann. Die maximale Abweichung vom Sollwert wird hierdurch ungefähr halbiert und der Standardfehler RMSE um ca. 30 % verringert.

Wie weiter oben erwähnt, werden in der Praxis meist bis zu 10 Kenngrößen in die Regressionsanalyse einbezogen, was eine weitere Verringerung des Fehlers bewirkt und die Abweichung im Bereich 1750 MPa völlig eliminiert. Die Regressionsanalyse findet automatisch einen Kompromiss zwischen Verringerung des Standardfehlers und Risiko der



Figur 3: Beispiel für die Reduzierung des Messfehlers durch Verknüpfung mehrerer Kenngrößen: Messdaten von H_{Cu} und H_{Co} (a), Korrelationen zwischen zerstörungsfrei bestimmten Werten und Referenzwerten der Zugfestigkeit R_m bei Kalibrierung mit nur H_{Cu} (b), nur H_{Co} (c), sowie H_{Co} und H_{Cu} zusammen (d). In den Diagrammen (b)-(d) sind jeweils das Polynom zur Berechnung der R_m -Werte aus den Messdaten sowie Bestimmtheitsmaß R^2 und Standardfehler RMSE der Korrelation angegeben.

Überbestimmtheit durch Einbringung zu vieler Freiheitsgrade in den Lösungsansatz.

Diese Vorgehensweise hat sich in einer Vielzahl von Vorhaben bewährt. Wird anstelle der Regressionsanalyse eine Mustererkennung eingesetzt, können zudem Aufgabenstellungen bearbeitet werden, bei welchen kein durch mathematische Funktionen einfach beschreibbarer Zusammenhang zwischen der Zielgröße und den mikromagnetischen Kenngrößen besteht [6].

Die Weiterentwicklung am Fraunhofer IZFP konzentriert sich auf die Vereinheitlichung der messtechnischen Sensoreigenschaften, Reduzierung des Kalibrieraufwandes und Erstellung einer intuitiven Mensch-Maschine-Schnittstelle, die den Zusammenhang zwischen magnetischen Eigenschaften und Zielgrößen visuell begreifbar macht. Dadurch wird dem Anwender ein zuverlässiges und zugleich bedienerfreundliches System zur Bewältigung seiner Aufgaben im Sinne der Werkstoffcharakterisierung und Qualitätssicherung zur Verfügung gestellt.

- [1] E. Hanke, Prüfung metallischer Werkstoffe Band 2. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1960.
- [2] D.L. Atherton, D.C. Jiles: Effects of stress on magnetization, NDT Int. 19, 3, 15-19 (1986).
- [3] U. Maisl, R. Frauendorfer, M. Kopp, I. Altpeiter, Zerstörungsfreies Prüfverfahren zur Bestimmung von Werkstoffeigenschaften von Gußeisen, Gießerei-Praxis 3/2000, 113-121. Fachverlag Schiele & Schön, Berlin, 2000.
- [4] K. Szielasko, Entwicklung messtechnischer Module zur mehrparametrischen elektromagnetischen Werkstoffcharakterisierung und -prüfung, Dissertation, Universität des Saarlandes, 2009.
- [5] G. Dobmann, NDT – Do We Have the Potential to Predict Material Properties as Yield Strength, Tensile Strength and Fracture Toughness on the Component? A State of the Art Survey, in: BAM Berlin: Europ. Conf. on Fracture (18), 2010.
- [6] R. Tschuncky: Sensor- und geräteunabhängige Kalibrierung elektromagnetischer zerstörungsfreier Prüfverfahren zur praxisorientierten Werkstoffcharakterisierung, Dissertation, Universität des Saarlandes, 2011.

Ultraschall-Piezoelemente im Einsatz

Als Ultraschall bezeichnet man Schall mit Frequenzen oberhalb des menschlichen Hörfrequenzbereichs, also ab etwa 16 kHz. Industrie und Forschung nutzen diesen Frequenzbereich in vielerlei Hinsicht. Das Spektrum reicht von Abstandsbestimmung und Objekterkennung, Füllstand- oder Durchflussmessungen, Ultraschall-Schweißen bzw. Ultraschall-Bonden, über hochauflösende Materialprüfungen bis hin zur medizinischen Diagnostik. Zum Erzeugen und Detektieren der Ultraschallwellen bieten piezoelektrische Keramiken beste Voraussetzungen. Sie lassen sich praktisch in beliebigen Formen preisgünstig fertigen und bieten so für die unterschiedlichen Anwendungen maßgeschneiderte Lösungen.

Piezoelektrische Materialien können bei Kräfteinwirkung eine Ladung erzeugen (das ist der Piezoeffekt) oder unter dem Einfluss eines elektrischen Feldes ihre Abmessungen verändern (das ist der inverse Piezoeffekt). Sie wandeln also mechanische in elektrische Energie um und umgekehrt, man spricht hier auch von Transducern. Während sich der direkte Piezoeffekt für sensorische Anwendungen nutzen lässt, bietet sich der inverse Piezoeffekt für die Realisierung von Aktoren an. Die Bewegung beruht dabei ausschließlich auf Festkörpereffekten, d. h. sie ist reibungs- und verschleißfrei. Piezos erzeugen außerdem keine Magnetfelder und werden auch nicht von solchen beeinflusst.

Frequenzen und Amplituden

Das Erzeugen und Detektieren von Ultraschall ist eine klassische Piezo-Anwendung, denn beim Anlegen einer Wechselspannung beginnt das Piezoelement zu schwingen. Die kurzen Ansprechzeiten und die hohe Dynamik dieser Bewegung kommen der Ultraschallerzeugung natürlich ebenfalls entgegen. Die Piezoelemente ZIBI von PI Ceramic arbeiten mit Frequenzen von bis zu 20 MHz und eignen sich damit für eine Vielzahl von Ultraschallanwendungen. Diese lassen sich grob klassifizieren in zumeist sensorische Anwendungen für Frequenzen bis 20 MHz und Leistungultraschall, bei dem die Energiedichten höher sind. Dadurch verrichten die Piezoelemente dann beachtliche mechanische Arbeit, z. B. bei der Nierensteinzertrümmerung und Zahnsteinentfernung, für Reinigungsbäder, aber auch beim industriellen Schweißen oder Bonden. Die typischen Frequenzen des Leistungultraschalls liegen dabei zwischen 20 und 800 kHz.

Flexibilität bei den Bauformen

Bei Piezokomponenten sind neben der auf die jeweilige Applikation bezogene Materialauswahl, unterschiedliche geometrische Varianten und Resonanzfrequenzen realisierbar. Bauelemente wie Dickenschwinger in Scheiben- bzw. Plattenform, Piezoringscheiben, Piezorohre und Scherelemente mit Standardabmessungen können auf Basis vorrätiger Halbzeuge sehr kurzfristig geliefert werden. Über die Standardabmessungen hinausgehende Geometrien sind auf Anfrage ebenfalls erhältlich. Wichtig ist zudem die Integration in das endgültige Produkt. Dazu gehören sowohl die elektrische Kontaktierung der Elemente nach Kundenvorgaben als auch die Montage in bereitgestellte Bauelemente, das Verkleben oder der Verguss der Ultraschallwandler. Für Durchfluss-, Füllstand- und Kraft- oder Beschleunigungsmessung werden Sensorkomponenten hergestellt, die sich einfach in die jeweilige Applikation integrieren lassen.

Anwendungsbeispiele aus der Praxis

Die Anwendungsgebiete piezokeramischer Bauelemente sind breit gefächert. Die Ultraschall-Laufzeitmessung nutzt dabei sowohl den direkten als auch den inversen Piezoeffekt. Ein typischer Anwendungsfall für die Laufzeitmessung ist die Messung von Füllständen. Der Piezowandler arbeitet als Sender und Empfänger. Er sendet einen Ultraschallimpuls aus, der vom Füllmedium reflektiert wird. Die benötigte Laufzeit ist ein Maß für den zurückgelegten Weg im leeren Behälterteil. Bei der Durchflussmessung basiert auf der Laufzeitdifferenz bei wechselseitigem Senden und Empfangen von Ultraschallimpulsen in und gegen die Strömungsrichtung. Dabei werden zwei Piezowandler, die sowohl als Sender als auch Empfänger arbeiten, in einer Schallstrecke schräg zur Strömungsrichtung angeordnet. Arbeitet man nach dem Prinzip des Doppler-Effekts, wird die Phasen- bzw. Frequenzverschiebung der von den Flüssigkeitspartikeln gestreuten bzw. reflektierten Ultraschallwellen ausgewertet. Die Frequenzverschiebung zwischen abgestrahlter und am gleichen Piezowandler empfangener, reflektierter Wellenfront ist proportional zur Strömungsgeschwindigkeit. Auf ähnliche Weise lassen sich viele andere Aufgabenstellungen effektiv lösen, z. B. Objekterkennungen oder hochauflösende Materialprüfungen.

Weitere interessante Anwendungsgebiete liegen im Bereich des Leistungultraschalls. Im industriellen Umfeld gelten das Ultraschallschweißen vornehmlich von Kunststoffen und das Bonden von

Drähten in der Chipfertigung als preisgünstige, effiziente Lösung. Eine andere industrielle Anwendung ist die Ultraschallreinigung, auch in der Mikrosystemtechnik und Halbleiterfertigung. Ultraschallgetriebene Werkzeuge ermöglichen heute minimalinvasive Operationstechniken ebenso wie die Zahnsteinentfernung. Mit hochenergetischen Stoßwellen lassen sich Nierensteine zertrümmern.

Ultraschallreinigung in der Mikrosystemtechnik und Halbleiterfertigung

Kleinste Strukturen nicht zu zerstören ist eine Herausforderung für Reinigungssysteme, die auf Mikroebene arbeiten. Ultraschall-Systeme, die mit Arbeitsfrequenzen zwischen 700 kHz und 3 MHz arbeiten, bieten hierfür die besten Voraussetzungen. Mit ihnen lassen sich Schmutzpartikel im Nanometerbereich zuverlässig entfernen, ohne dass die empfindlichen Oberflächen durch zu hohen Druck oder hohe Temperaturen beschädigt werden. Dabei ist die prinzipielle Funktionsweise einfach zu verstehen.

Das Ultraschall-System besteht grundsätzlich aus drei Komponenten: dem elektronischen Ultraschall-Generator, dem Ultraschall-Schwinger/Transducer, also einem Piezoelement, und einer der Reinigungsaufgabe angepassten Flüssigkeit. Der Ultraschall-Generator wandelt die vom Netz gelieferte Wechselspannung von 50 bzw. 60 Hz in eine Frequenz, die der Betriebsfrequenz des Transducers entspricht. Die so gewonnene elektrische Energie setzt der Transducer in mechanische Schall-schwingungen um, bringt also die ihn umgebende Flüssigkeit zum Schwingen. Jede Schwingung bewirkt in der Flüssigkeit abwechselnd eine Überdruck- und eine Unterdruckphase, je nachdem ob sich der Transducer ausdehnt oder zusammenzieht. Während der Unterdruckphase entstehen in der Flüssigkeit infolge ihrer begrenzten Zugfähigkeit kleine Hohlräume, die in der Überdruckphase wieder zusammenfallen. Dieses Implodieren der sogenannten Kavitationsblasen löst an den Flächen zwischen Flüssigkeit und Reinigungsgut die Schmutzpartikel.

Berührungsloses 3D-Inline-Prüfsystem

Präzision ist die wohl wichtigste Eigenschaft, die einem Schweizer Uhrwerk zugeschrieben wird. Sie ist aber auch das A und O für industrielle Hersteller aus der Automobilbranche, wenn sie im