Materialcharakterisierung an Messing-Legierungen, Computertomographie zur Gefügebeurteilung

Lothar SPIESS*; Marcus WILKE**; Anke KAIS**; Gerd TEICHERT**
* TU Ilmenau, Institut für Werkstofftechnik, Gustav-Kirchhoff-Str. 5;
lothar.spiess@tu-ilmenau.de
**MFPA Weimar, Prüfzentrum Schicht- und Materialcharakterisierung an TU Ilmenau

Kurzfassung. Bei der Analyse von Korrosionsprodukten mittels Röntgenbeugung an bleihaltigen Messingbauteilen stellte sich heraus, dass im Röntgendiffraktogramm zwei Messingphasen und Blei in reiner Form im Grundmaterial detektierbar sind. Die Röntgenfluoreszenzanalyse ergab einen Bleigehalt von 1,86 wt%. Die röntgenographische Rietveldanalyse der Röntgenbeugungsdiagramme und die Glimmentladungsspektroskopie lieferten einen ähnlichen Bleigehalt.
Mit Hilfe eines Computertomographen konnten diese Bleiausscheidungen sehr gut sichtbar gemacht werden. Die Bleiausscheidungen fördern die Zerspanbarkeit, können aber bei nicht gleichmäßiger Verteilung trotz Messung eines vergleichbaren Bleigehalts mit RFA, XRD oder GDOES Ausgangspunkt für mechanisches Versagen sein. Vorteil der Computertomographie ist, dass nach einem erstellten Scan Schnitte erstellt werden können, die mit Gefügebildern aus der Metallographie sehr gut übereinstimmen, aber zerstörungsfrei und über das gesamte Volumen vorgenommen werden können. Nachweisgrenzen und Restriktionen werden aufgezeigt.

Einführung

Messing wird in der Technik sehr vielfältig genutzt. Die Eigenschaften hängen dabei stark von der Cu-Zn-Verteilung entsprechend dem Phasendiagramm, Bild 1a ab [1]. Besonders deutlich wird der Einfluss der Zusammensetzung bei den mechanischen Eigenschaften, wie im Bild 1b aufgeführt. So hängt die Verformbarkeit A und die Zugfestigkeit R_M ebenso wie die Brinellhärte HB extrem von dem Anteil der α- und β-Messing-Phasen ab. Schwankungen in der Zusammensetzung von 10 wt% rufen dabei eines Steigerung von 75% der Zugfestigkeit bei gleichzeitiger Verminderung der Verformbarkeit von 68% auf 30%, also Minderung der Verformbarkeit um mehr als 100% hervor.

An einem Bauteil aus Messung wurden Metallographieaufnahmen, Bild 2, und eine Mikrocomputertomographieaufnahme zur Klärung der Innengeometrie angefertigt. Dabei wurden in den CT-Aufnahmen die Bleiausscheidungen sichtbar, Bild 3. Die räumliche Verteilung der Bleiausscheidungen lässt sich aus Schnitten an der Tomographieaufnahme, Bild 3, hier aber zerstörungsfrei ebenso wie aus den Metallographiebildern, Bild 2, zerstörend ermitteln. Sichtbar werden z.B. sehr lang gezogene Pb-Ausscheidungen. Diese Ergebnisse waren Ausgangspunkt für weitere systematische Untersuchungen.

Lizenz: http://creativecommons.org/licenses/by/3.0/de

Zur Verbesserung der mechanischen Bearbeitbarkeit – besseres Spanverhalten – werden dem Messing geringe Anteile von unmischbaren Blei (< 4 wt%) zulegiert. Das weiche Blei bricht bei spanender Hochgeschwindigkeitsbearbeitung einerseits besser den Span und ver-

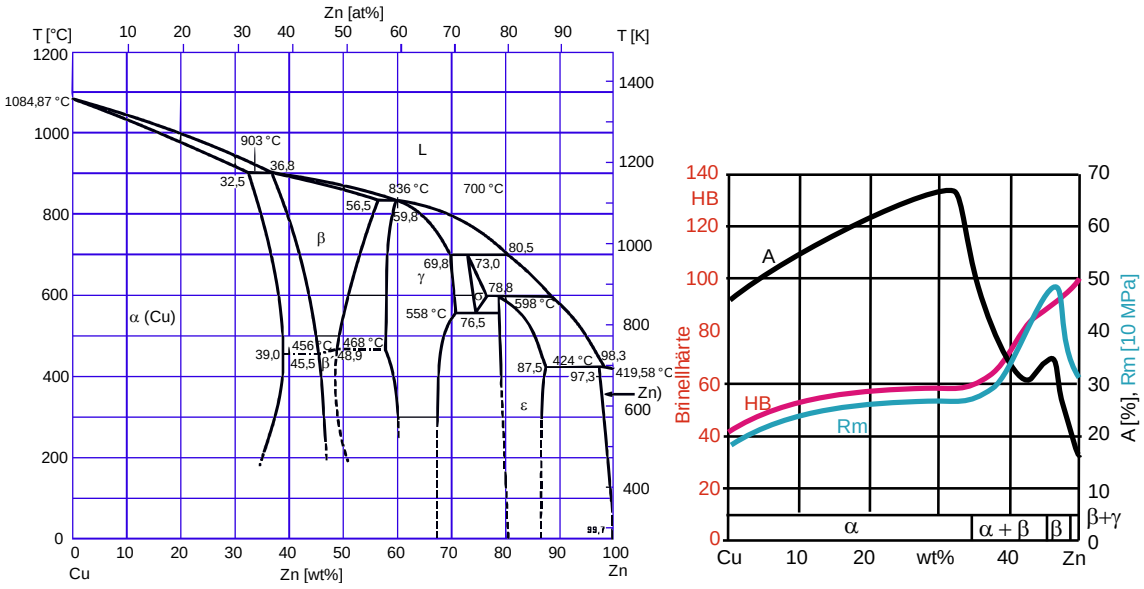


Bild 1: a) Phasendiagramm Messing b) Eigenschaftsdiagramm als Funktion der Cu-Zn Zusammensetzung bzw. des Phasengemischs

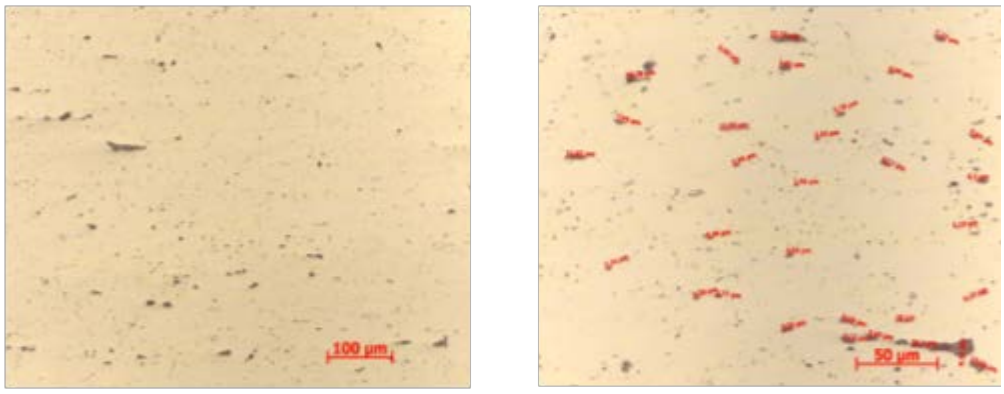


Bild 2: a) Längsschliff Messingbauteil, M = 200x
b) Querschliff, M = 500x und Bestimmung der Ausdehnung der Bleiausscheidungen

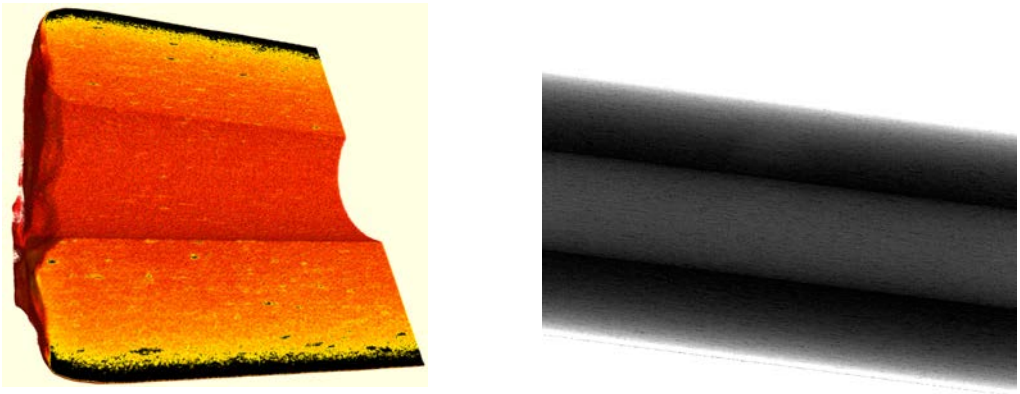


Bild 3: a) CT-Aufnahme des Messingbauteils und daraus erstelltes Volumenmodell mit Schnitt (Falschfarbendarstellung, hell Bleiausscheidungen) b) Durchstrahlungsaufnahme vom Bauteil – dunkle Stellen Bleiausscheidungen

hindert damit eine erneute Belegung des Werkstücks mit Spänen, andererseits dient es auch als Festschmierstoff. Nachteilig ist, dass an den Stellen der Bleieinlagerungen im Gefüge eine Stelle mit lokaler Festigkeitsminderung entsteht und diese Stelle bei starker Belastung zum Ausgangspunkt für Risse und damit zu einem Versagen im Werkstoff führen kann. Ziel der Untersuchungen sollte sein, dass diese Bleieinlagerungen quantitativ mit zerstörungsfreien Verfahren mit hoher Genauigkeit charakterisiert werden und das vor allen die lokale Verteilung der Bleiausscheidungen analysiert werden soll. Eine Summe von 10 kleinen gleichverteilten Partikeln kann eine gleiche Bleikonzentration ergeben, wie zwei große räumlich ausgedehnte Bleiausscheidungen. Die großen Bleipartikel können dann zu einer „Sollbruchstelle“ werden. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit bei sicherheitstechnisch relevanten Bauteilen, dass gerade die Form und räumliche Verteilung des Bleis ebenso zerstörungsfrei nachgewiesen werden muss.

Als Untersuchungsverfahren zur Bestimmung des Bleigehaltes und dessen Verteilung bieten sich an, Tabelle 1:

Tabelle 1: Zusammenstellung angewendeter Materialcharakterisierungsverfahren

Materialcharakterisierungsverfahren	Räumliche Bestimmung	Phasenbestimmung und Quantifizierung	Zerstörungsfreies Verfahren
Metallographie / Flächenanalyse [2]	Ja (an Einzelschnitten)	Nein	Nein
Röntgenfluoreszenzverfahren (RFA) [3]	Nein	Nein	Ja
Röntgendiffraktometrie (XRD) und Rietveld-Verfahren [4]	Nein	Ja	Ja
Mikrocomputertomographie (CT)	Ja	Nein	Ja
Glimmentladunsspektroskopie (GDOES) [5]	Nein	Nein	Ja

Durchführung und Ergebnisse

Es wurden gezielt verschiedene Messinglegierungen, Tabelle 2 bezogen. Daraus wurden nach Bild 4 Drehteile für die weitere Computertomographie hergestellt. Es wurde eine Nanomex 180 der Fa. GE verwendet. Als Spannung wurden 150 kV, 740 Bilder, 500 ms Bildaufnahmezeit und der Arbeitsabstand so eingestellt, dass sich eine VOXEL-Größe von 4,5 µm^3 ergibt. Eine Seite am Drehteil wurde bewusst leicht abgeschrägt (rote Linie Bild 4) und die Proben in den CT gezielt leicht taumelig eingebracht, um die spätere Rekonstruktion der Aufnahme besser zu ermöglichen. Die Späne wurden separat untersucht. Deutlich sind die unterschiedlichen Spanformen erkennbar. Die längsten Späne ergaben sich bei Probe 6, Bild 5a.

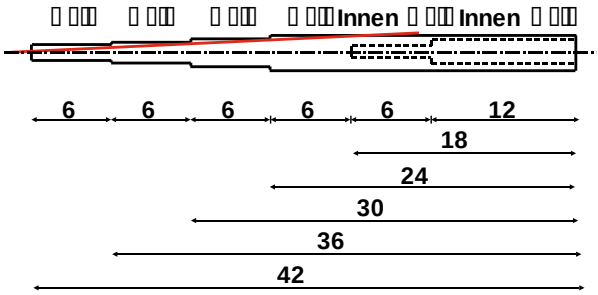


Bild 4: Drehteil für CT

Bei den CT-Aufnahmen stellte sich heraus, dass bei gleicher durchstrahlter Gesamtdicke von 1,8 mm die Hohlraumform bessere Kontraste lieferte als die CT bei dem kompakteren Probenabschnitt, Bild 5 für Probe P2.

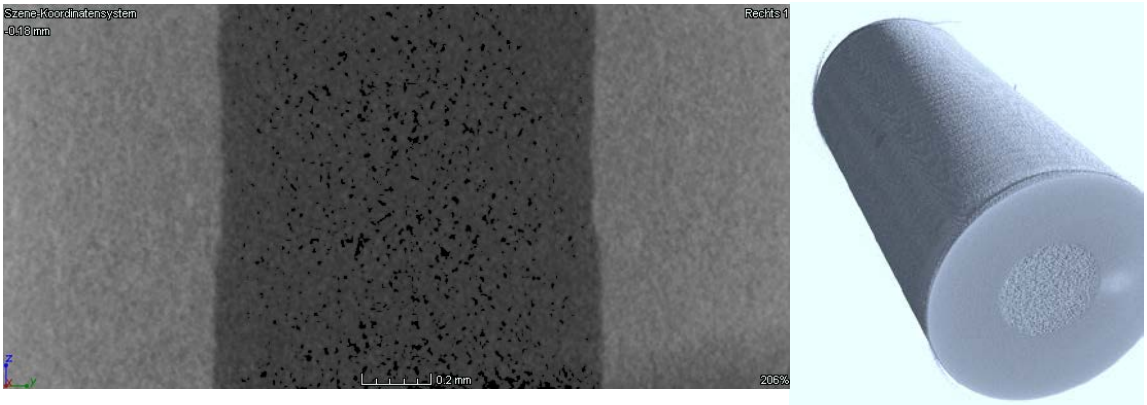


Bild 5: a) CT-Schnitt Probe 2 mit sichtbaren Bleiausscheidungen
b) CT-Rekonstruktion Gesamtkörperteilbereich

Mit einem Fischerscope RFA Gerätes wurden bei 50 kV mit Ni-Filter die RFA-Analysen, Tabelle 2, durchgeführt.

Von allen Proben wurden in Längs- und Querrichtung metallografische Schliffe angefertigt und mit einer 200-fachen Vergrößerung im Auflichtmikroskop aufgenommen. Die Flächenanalyse wurde mit dem Programm Axio-Imager an den dunkel erscheinenden Bleipartikel ausgeführt, Ergebnisse der Analyse in Tabelle 2.

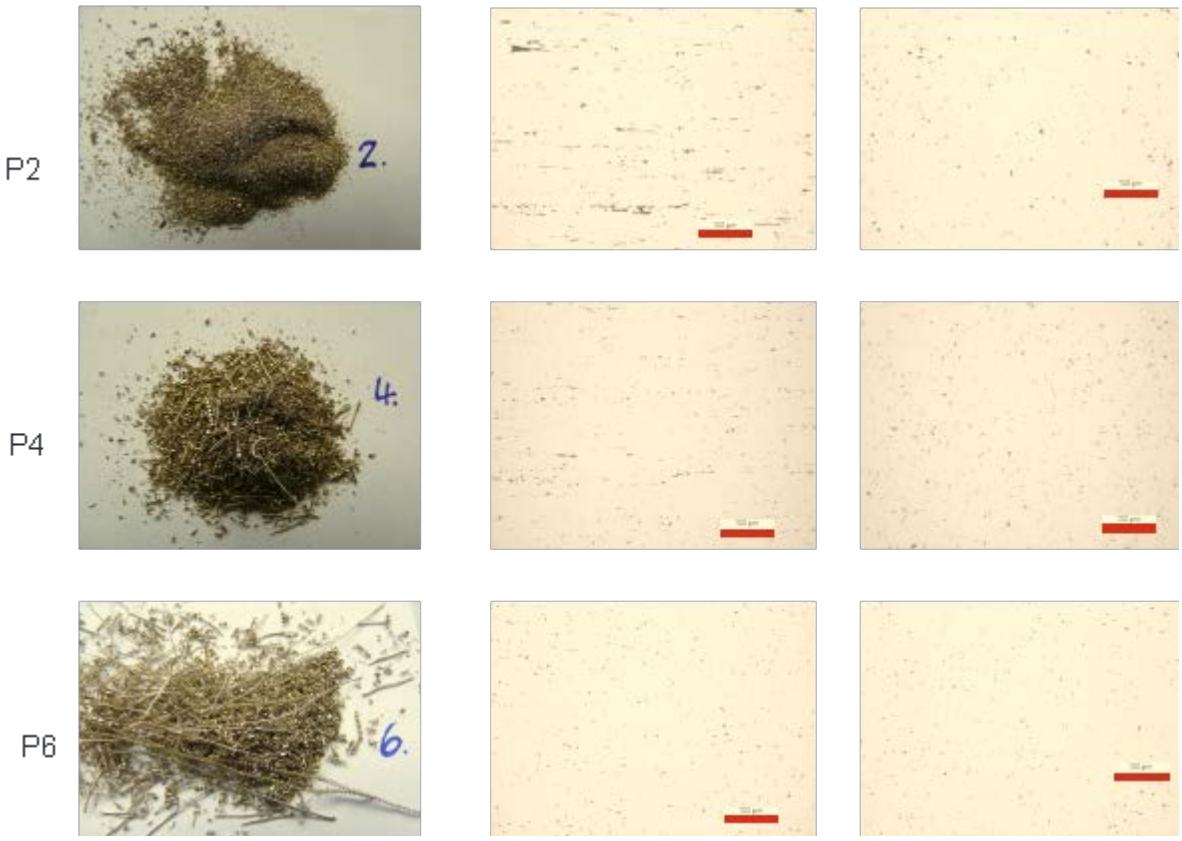


Bild 6: a) Spanausbildung b) Längsschliff c) Querschliff, jeweils M = 200x

Die Röntgenbeugungsuntersuchungen an den Spänen ließen sich mit dem Rietveld Verfahren mit Hilfe des Programms Topas 4.2 von Bruker-AXS quantifizieren. Nur mit diesen Verfahren lassen sich die einzelnen Messingphasen analysieren, Tabelle 2. Der geringste Bleigehalt aller Vergleichsproben und der relativ geringe Anteil von β-Messing ist verantwortlich für die überaus lange und nichtbrechende Spanbildung bei Probe P6. Der noch geringe β-Messinganteil bei Probe P4 wird durch den höheren und gleichmäßigeren Blei-Anteil teilweise kompensiert, die Späne brechen daher eher.

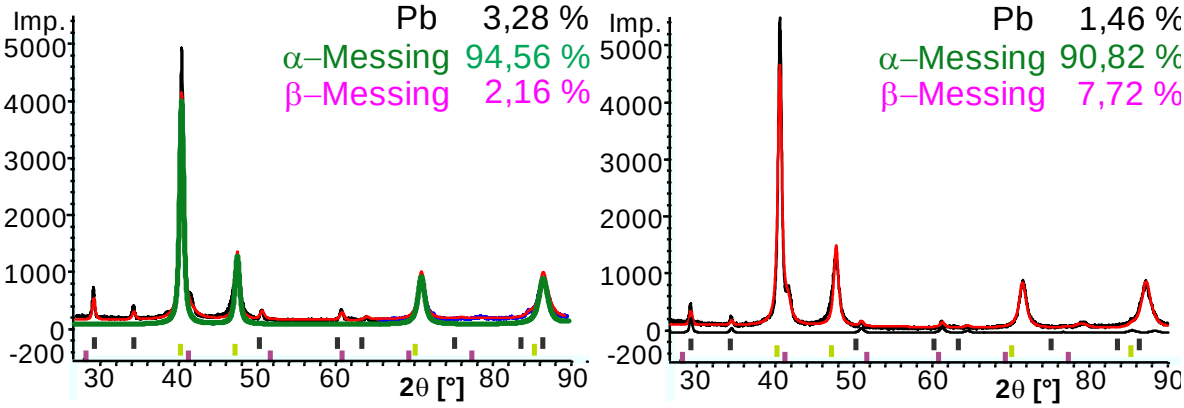


Bild 7: Mit Rietveld analysierte Phasenzusammensetzung der Proben
a) P4 und b) P6

Die Glimmentladungsspektroskopie [5] ist mittlerweile das Verfahren, welches für Kompaktproben die chemische Analyse nach und nach verdrängt und als Referenzverfahren zur Bestimmung stöchiometrischer Analysen dient. Die Ergebnisse der Glimmentladungsspektroskopie können hier als Referenzwerte angesehen werden.

Tabelle 2: Zusammenstellung Ergebnisse der Vergleichsproben mit Messprobe

Verfahren	**Herstellerangaben**		**RFA 50 kV; Ni-Filter**			**GDOES**		
Probe	**Name**	**Pb-Gehalt**	**Cu**	**Zn**	**Pb**	**Cu**	**Zn**	**Pb**
P 1	CuZn39Pb2	2,2 – 2,5	59,27	38,68	2,05	59,15	38,01	2,44
P 2	CuZn39Pb3	3,1 – 3,5	58,55	39,24	2,21	57,155	39,33	3,00
P 3	CuZn39Pb2	2,7 – 3,0	57,14	40,52	2,23	56,72	40,20	2,58
P 4	CuZn36Pb3	3,1 – 3,5	60,09	37,11	2,79	58,73	37,49	3,17
P 5	CuZn40Pb2	2,2 – 2,5	5903	38,97	2,00	58,57	38,67	2,26
P 6	CuZn38Pb2	1,7 – 2,0	60,01	38,58	1,31	58,77	39,26	1,68
Messprobe	-	-	58,84	39,05	2,11	58,79	38,84	2,37

Verfahren	**Flächenanalyse Pb [at%]**		**Rietveld-Analyse**		
Probe	**längs**	**quer**	**α-Messing**	**β-Messing**	**Pb**
P 1	1,64	1,76	80,77	17,33	1,90
P 2	2,02	2,19	74,54	22,74	2,37
P 3	2,48	2,55	72,08	25,96	1,97
P 4	3,58	3,97	94,56	2,16	3,28
P 5	2,08	2,27	83,92	13,96	2,11
P 6	2,28	1,90	90,82	7,72	1,46
Messprobe	1,97	1,76	60,97	37,85	1,19

Zusammenfassung

Mit der Tomographie konnten erneut lokale Bleiausscheidungen mit größerer Ausdehnung in den Vergleichsproben (P2) festgestellt werden. Beste Kontraste in der Tomographie werden an Hohlproben mit Wandstärke 0,9 mm erzielt. Die CT ist heute in der Lage, solch kleine Materialausscheidungen räumlich in ihrer Lage und Verteilung zu analysieren.

Der Vergleich der Stöchiometriebestimmung zeigt die hervorragende Übereinstimmung aller Methoden zur Bestimmung des Bleigehalts selbst bei kleinen Konzentration. Die Ergebnisse zeigen weiterhin eindrucksvoll die Leistungsfähigkeit ausgewählter zerstörungsfreier Materialcharakterisierungsverfahren.

Danksagung

Der Fa. Aurubis Stolberg GmbH & Co. KG danken wir für die Bereitstellung des Vergleichsmaterials.

Referenzen

[1] Brandes, E. A.; Brook, G.B.: Smithels Light Metals Handbook, Butterworth Heinemann, 1998
[2] Schumann, H.; Oettel, H.: Metallographie; Wiley-VCH, 2004, 14. Auflage
[3] Spieß, L.; Teichert, G.; Schwarzer, R.; Behnken, H.; Genzel, Ch.: Moderne Röntgenbeugung; Vieweg-Teubner, 2009, 2. Auflage
[4] Weinheimer, P. H.; Alfred Hirner, A.; Weber-Diefenbach, K.: Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden: Grundlagen und praktische Anwendung in den Geo-, Material- und Umweltwissenschaften; Springer; Auflage: 2., überarb. Auflage, 2000
[5] Spieß, L.; Teichert, G.; Wilke, M.: Die Materialcharakterisierungsverfahren Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) und Glimmentladungsspektroskopie (GDOES) im Alltag eines Werkstoffprüflabors; Jahrestagung der DGzfP Erfurt, 2010, Berichtscd

Materialcharakterisierung an Messing-Legierungen, Nano-Computertomographie zur Gefügebeurteilung

L. Spieß [(1)], M. Wilke [(2)], A. Kais [(2)], G. Teichert [(2)]

[1] Technische Universität Ilmenau – Institut für Werkstofftechnik, FG Werkstoffe der Elektrotechnik, Postfach 100565, 98684 Ilmenau, Germany
[2] MFPA-Weimar, Prüfzentrum Schicht- und Materialeigenschaften; Gustav-Kirchhoff-Str. 5, 98693 Ilmenau

*lothar.spiess@tu-ilmenau.de

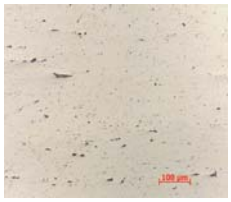
Motivation

- Röntgenbeugung an bleihaltigen Messingbauteilen => zwei Messingphasen und Blei detektiert
- Röntgenfluoreszenzanalyse => Bleigehalt 1,86 wt%
- die röntgenographische RIETVELD-Analyse der Röntgenbeugungsdiagramme, die Glimmentladungsspektroskopie, die Flächenanalyse metallographische Schliffe liefern gleichen Bleigehalt
- mit der Nanocomputertomographie =>Bleiausscheidungen sehr gut sichtbar
- Bleiausscheidungen fördern die Zerspanbarkeit
- **ungleichmäßige lokale Verteilung der Bleiausscheidungen trotz Messung eines vergleichbaren Bleigehalts mit RFA, XRD oder GDOES können Ausgangspunkt für mechanisches Versagen im Bauteil sein**

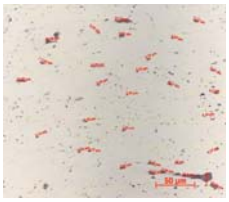
Experimente und Ergebnisse / Schlussfolgerungen

- Materialanalyse mit energiedispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse, optische Glimmentladungsspektroskopie, Röntgenbeugung in Verbindung mit RIETVELD-Analyse und Flächenanalyse metallografischer Schliffe zur Bestimmung des Bleigehalts in verschiedenen Messingproben (Axio-Imager)
- Vergleichbarkeit der Bleigehalte bei Messung mit unterschiedlichen Verfahren wird gezeigt
- RIETVELD-Analyse zeigt unterschiedliche Messingphasen zwischen Muster-und Vergleichsproben
- mit Tomographie konnten erneut lokale Bleiausscheidungen (P2) festgestellt werden
- **beste Kontraste in Tomographie an Hohlproben, Wandstärke 0,9 mm**

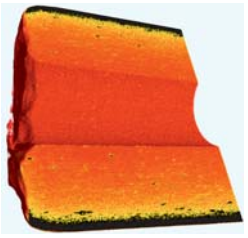
Musterbauteil



Längsschliff 200 x

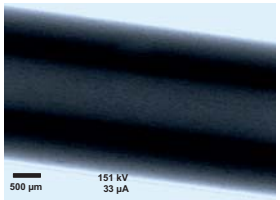


Längsschliff 500 x

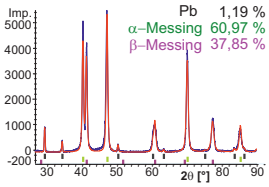


Computertomographie, VOXEL-Größe 4,5 µm

zerstörungsfreie Prüfverfahren

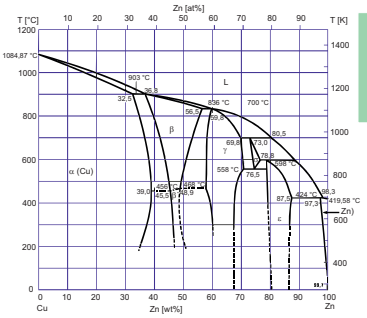


Durchstrahlung mit sichtbare Bleiausscheidungen

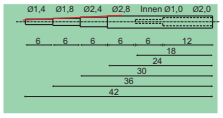


RIETVELD-Analyse

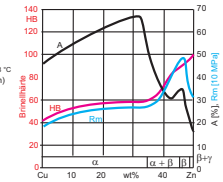
Vergleichsproben



Phasendiagramm Messing



Zeichnung der Musterproben für Tomographie
Abschrägung einer Seite zur Verbesserung der Rekonstruktion



Eigenschaftsverhalten

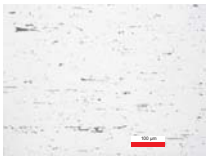
Vergleich der Ergebnisse von Materialanalyseverfahren zur Bestimmung der chemischen und strukturellen Zusammensetzung der Vergleichsproben

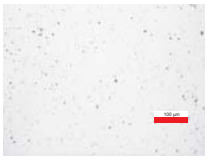
Verfahren	Herstellerangaben		RFA 50 kV; Ni-Filter; Blende 1			GDOES		
Proben	Name	Pb-Gehalt	Cu	Zn	Pb	Cu	Zn	Pb
P 1	CuZn39Pb2	2,2 - 2,5	59,27	38,68	2,05	59,15	38,01	2,44
P 2	CuZn39Pb3	3,1 - 3,5	58,55	39,24	2,21	57,40	39,33	3,00
P 3	CuZn39Pb2	2,7 - 3,0	57,14	40,62	2,23	56,72	40,20	2,58
P 4	CuZn36Pb3	3,1 - 3,5	60,09	37,11	2,79	58,73	37,49	3,17
P 5	CuZn40Pb2	2,2 - 2,5	59,03	38,97	2,00	58,57	38,67	2,26
P 6	CuZn38Pb2	1,7 - 2,0	60,01	38,68	1,31	58,77	39,26	1,68

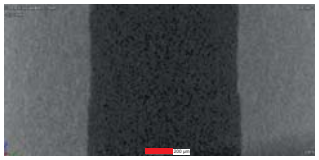
Verfahren	Flächenanalyse Pb [at%]		RIETVELD-Analyse		
Proben	längs	quer	α-Mess.	β-Mess.	Pb
P 1	1,64	1,76	80,77	17,33	1,90
P 2	2,02	2,19	74,54	22,74	2,37
P 3	2,48	2,55	72,08	25,95	1,97
P 4	3,48	3,97	94,56	2,16	3,28
P 5	2,08	2,27	83,92	13,96	2,11
P 6	2,28	1,90	90,82	7,72	1,46

zfP - Analyseverfahren

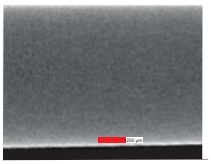
P2

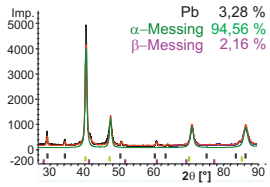




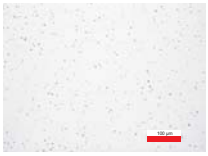


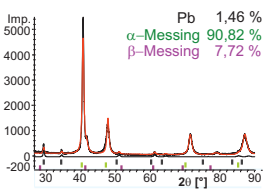
P4





P6





Späne vom Drehteil | Längsschliff 200 x | Querschliff 200 x | Computertomographie, VOXEL 4,5 µm | RIETVELD-Analyse

Technische Universität Ilmenau
Institut für Werkstofftechnik
FG Werkstoffe der Elektrotechnik

Kontakt: Prof. Dr.-Ing. habil. L. Spieß Tel.: 03677 693134
www.tu-ilmenau.de/wt
wet@tu-ilmenau.de