

Wirbelstromprüfung an SP-gesinterten Hartstoffen zur Beurteilung der Schädigungsentwicklung bei wiederholten dynamischen Druckbeanspruchungen

Lutz KRÜGER, Kristin MANDEL, Markus RADAJEWSKI
TU Bergakademie Freiberg, Institut für Werkstofftechnik
Gustav-Zeuner-Str. 5, 09599 Freiberg
Kristin.Mandel@iwt.tu-freiberg.de

Kurzfassung. Hartstoffe werden vielfach für Zerkleinerungs- und Trennvorgänge eingesetzt. Während des Werkstoffeinsatzes unterliegen sie mehrfachen schlagartigen Belastungen. Diese Belastungen erzeugen sukzessive Mikrorisse im Material und können schließlich zum Versagen führen, obwohl das Spannungsniveau die Werkstofffestigkeit des Ausgangszustandes nicht überschreitet. Das Einbringen gezielter Schädigungen und insbesondere der Nachweis und die Quantifizierung von derartigen Mikrorissen und Mikrorissnetzwerken in den für Festigkeitsuntersuchungen erforderlichen Proben mit Abmessungen von wenigen Millimetern ist eine besondere Herausforderung an die Prüftechnik.

Als interessante nanokristalline Hartstoffe mit hohem Entwicklungspotential werden eine TiN-AlN-Keramik und ein kornwachstumshemmerfreies Wolframcarbid-Cobalt-Hartmetall betrachtet und näher untersucht.

Beide Hartstoffe wurden durch das Spark-Plasma-Sintering-Verfahren (SPS) hergestellt und weisen nach der vollständigen Verdichtung ein nanokristallines Gefüge auf. Kleinste kritische Fehler können bei solchen Materialien schon in der Größenordnung der Korngröße liegen, im vorliegenden Fall bei etwa 200 nm. Beim Nachweis derart kleiner Ungängen stößt selbst die Hochfrequenz-Ultraschalltechnik an ihre Grenzen. Radiologische Prüfverfahren scheitern im Fall des Hartmetalls am hohen Schwächungskoeffizienten des Wolframs sowie der Probengeometrie. Die elektrische Leitfähigkeit der hier untersuchten Hartstoffe eröffnet hingegen die Möglichkeit der Nutzung der Wirbelstromtechnik zum Rissnachweis. Die hohe Empfindlichkeit der Wirbelstromsignale verlangt eine präzise Versuchsdurchführung und eine sorgfältige Probenvorbereitung.

Zum gezielten Einbringen kumulativer Schädigungen durch wiederholte dynamische (schlagartige) Druckbelastungen in zylinderförmige Stauchproben der beiden Hartstofftypen werden ein instrumentiertes Fallwerk und ein Split Hopkinson Pressure Bar Aufbau genutzt. Der Grad der Schädigung wird sowohl zerstörungsfrei als auch mit mikroskopischen Methoden abgeschätzt.

Im Rahmen des Beitrags werden Möglichkeiten und Grenzen der Wirbelstromtechnik zum Nachweis der Schädigungsentwicklung durch Multihit-Beanspruchungen in Hartstoffen gezeigt.

1 Einführung

Aufgrund ihrer guten Verschleißbeständigkeit werden Hartstoffe häufig bei Zerkleinerungs- und Trennprozessen eingesetzt. Bei diesen Prozessen wirken wiederholt schlagdynamische Beanspruchungen auf den Hartstoff ein. Obwohl das Spannungsniveau die Werkstofffestigkeit des Ausgangszustandes nicht überschreitet, können diese mehrfachen schlagdynamischen Belastungen eine sukzessive Bildung von Mikrorissen und Mikrorissnetzwerken im Material bewirken und schließlich zum Versagen führen [1]. Das wesentliche Ziel dieser

Arbeit ist der zerstörungsfreie Nachweis und die Quantifizierung von schlagdynamisch bedingten Schädigungen in Hartstoffen.

Gegenwärtig geht der Trend in der Hartstoffentwicklung zu immer feinkörnigeren Gefügen. Zielgedanke hierfür ist das enorme Potential zur Härtesteigerung. Allerdings bewirkt die Kornfeinung auch ein Herabsetzen der für die Rissinitiierung maßgeblichen kritischen Fehlergröße und damit eine Steigerung der Sprödbbruchanfälligkeit [2]. Dies ist auf die Korrelation zwischen kritischer Fehlergröße und mittlerer Korngröße zurückzuführen (≈ 200 nm). Im Fokus der hier durchgeführten Untersuchungen stehen zwei mittels SPS hergestellte near-nano Hartstoffe mit Korngrößen bis ca. 200 nm. Zum einen wird hierbei eine extrem harte und spröde sowie elektrisch leitfähige TiN-AlN-Keramik und zum anderen ein kornwachstumshemmerfreier WC-Co-Verbundwerkstoff betrachtet. Beide Werkstoffe weisen hohe dynamische Druckfestigkeiten mit $\sigma_{dB,dyn} > 3000$ MPa auf, was für die Festigkeitsprüfung wiederum verhältnismäßig kleine Probengeometrien erfordert, da die verfügbaren Maschinenkräfte begrenzt sind bzw. verwendete Werkzeugmaterialien an ihre Belastungsgrenze stoßen. Diese geringen Dimensionen der Zylinderstauchproben mit den Abmessungen Durchmesser = Höhe = 4 mm sowie die kleinen zu detektierenden Ungängen im gesamten Probenvolumen stellen eine besondere Herausforderung an die ZfP dar.

Die Ultraschalltechnik stößt hier an ihre Nachweisgrenzen. Im Falle des WC-Co-Hartmetalls scheitern Röntgenverfahren am hohen Absorptionsvermögen des Wolframs und Neutronenverfahren an der Neutronenaktivierung des Cobalts.

Da beide Untersuchungswerkstoffe elektrisch leitfähig sind, ist allerdings die Nutzung der Wirbelstromtechnik zum Schädigungsnachweis möglich.

Im Rahmen dieses Beitrags werden Hartstoffproben durch mehrfache schlagdynamische Belastungen mit Hilfe eines Split Hopkinson Pressure Bar Aufbaus gezielt geschädigt. Diese Schädigungen werden anschließend sowohl zerstörungsfrei mit der Wirbelstromtechnik als auch mittels Rasterelektronenmikroskopie beurteilt.

2 Experimentelles

2.1 Materialien

Die untersuchten Materialien einschließlich ihrer Herstellungsparameter sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Die Ausgangspulver wurden in einer Fritsch Pulverisette 6 Planetenkugelmühle einer Mischmahlung unterzogen. Nach dem Mahlprozess wiesen die Pulver eine mittlere Partikelgröße von $d_{BET,WC-12Co} = 120$ nm bzw. $d_{BET,TiN_{25}AlN} = 95$ nm auf. Zur Sinterung der Pulver wurde das SPS-Verfahren verwendet. Beim SPS von elektrisch leitfähigen Pulvern wird ein mechanischer Druck auf das Pulver aufgebracht und gleichzeitig ein gepulster Gleichstrom durch Matrizie und Pulver geleitet. Die durch den Strom verursachte Joulesche Erwärmung ist die einzige Wärmequelle beim hier genutzten SPS-Verfahren.

Nach dem Sinterprozess wurden die Kompaktproben zunächst auf eine Höhe von 4 mm planparallel geschliffen. Anschließend wurden zylindrische Stauchproben mit einem Durchmesser von 4 mm herausgetrennt. Die WC-Co-Proben wurden vor der Multihit-Beanspruchung zusätzlich poliert um fertigungsbedingte Unebenheiten zu entfernen. Die Eigenschaften der untersuchten Hartstoffe sind ebenfalls in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1: Pulver, Herstellungsbedingungen und Eigenschaften der Volumenhartstoffe

	WC-12Co	TiN-25AlN
Pulveraufbereitung		
Zusammensetzung	WC [3] & 12 Ma.-% Co [4]	TiN [5] & 25 Vol.-% AlN [6]
Mahlkugel-Ø	5 mm	10 mm
Ball-to-powder-ratio	6:1	5:1
Drehzahl	130 rpm	600 rpm
Mahlflüssigkeit	Cyclohexan	-
Mahldauer	500 min	360 min
Sinterprozess		
Atmosphäre	Feinvakuum	Feinvakuum
Sintertemperatur	1250 °C	1700 °C
Max. Stromstärke	1,29 kA	1,74 kA
Max. Leistung	6,4 kW	9,8 kW
Haltezeit	5 min	5min
Pulszeit	10 ms	10 ms
Pausezeit	5 ms	5 ms
Eigenschaften der Kompaktkörper		
Dichte [g/cm ³]	14,3	4,86
Härte HV3 [GPa]	16,9	19,9
K _{Ic} [MPa√m]	11,2	3,7
mittlere Korngröße [nm]	200	170
Stauchprobenfertigung	Ultraschallbohren	Erodieren

2.2 Druckfestigkeitstests und Multihit-Versuche

Zur Untersuchung der Druckfestigkeit bei unterschiedlichen Beanspruchungsgeschwindigkeiten wurden eine servohydraulische Prüfmaschine (statisch, $\dot{\epsilon}_{el} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), ein Fallwerk (dynamisch, $\dot{\epsilon}_{el} = 50 \text{ s}^{-1}$) sowie ein modifizierter Split Hopkinson Pressure Bar Aufbau (MSHPB) (dynamisch, $\dot{\epsilon}_{el} = 200 \text{ s}^{-1}$) genutzt. Die Druckfestigkeit wurde aus der Maximalkraft (bei Fragmentierung der Probe) und der Probenquerschnittsfläche nach

$$\sigma_{dB} = \frac{F_{\max}}{A} \quad (1)$$

errechnet. Die statischen Versuche erfolgten weggeregelt. Die Kraft wurde mit einer Kraftmessdose gemessen. Am Fallwerk wurde ein mit Dehnungsmessstreifen (DMS) instrumentierter Maraging-Stahl-Stempel genutzt, der zuvor statisch kalibriert wurde. Die Ausgangshöhe des Fallgewichts ($m \approx 190 \text{ kg}$) betrug 50 mm.

Beim MSHPB wird die Probe zwischen zwei schlanken Stäben positioniert. Der Eingangsstab wird mit einem Projektil beschossen, wodurch eine Druckwelle initiiert wird, die den Eingangsstab, die Probe und den Ausgangsstab durchläuft. Mit dieser Technik können Druckversuche mit Stauchraten bis ca. 1000 s^{-1} realisiert werden. Der hier genutzte

MSHPB besteht aus Ø 19,7 mm Maraging-Stahl-Stangen mit den Längen $l_{ES} = 1850$ mm und $l_{AS} = 930$ mm, die mittig mit DMS instrumentiert sind, um die elastischen Wellen zu messen. Zur Erzeugung eines glockenförmigen Druckimpulses wurde ein Gummi-Kupfer-Komposit-Impulsformer vor dem Eingangsstab platziert. Um plastische Deformationen der Stangen durch Eindrücken der harten Proben zu vermeiden, wurden impedanzkompatible Hartmetallstauchplatten verwendet.

Zur Ermittlung der dynamischen Druckfestigkeit wurde ein Ladedruck von 1,5 bar und ein Projektil mit 393 mm Länge genutzt. Die Multihit-Versuche am MSHPB wurden mit unterschiedlichen Projektilen und Ladedrücken unterhalb von 1 bar durchgeführt. Dies erlaubt eine schlagdynamische Druckbeanspruchung mit verhältnismäßig hohen Spannungen, die jedoch nicht zum Versagen führen. Die Spannung in der Probe kann aus dem Dehnungsimpuls im Ausgangsstab ε_t mit

$$\sigma_{d,dyn} = \frac{A_{Stab}}{A_{Probe}} E_{Stab} \varepsilon_t \quad (2)$$

ermittelt werden.

2.3 Wirbelstromprüfung

Die Wirbelstromuntersuchungen wurden mit Hilfe eines ELOTEST N 300 und der zugehörigen Software B300WinClient durchgeführt. Es wurde eine Tastsonde „PLA 32-11“ mit einer Wirkbreite von 10 mm genutzt, auf der die Proben mit Hilfe einer Positioniervorrichtung mittig platziert wurden. Daraus ergibt sich für die Spule ein Füllfaktor von $\eta = 0,16$. Auf Basis des Zusammenhangs für die Standardeindringtiefe

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi \cdot f \cdot \sigma \cdot \mu_0 \cdot \mu_r}} \quad (3)$$

und den Materialeigenschaften wurde die optimale Frequenz zur Erfassung der gesamten Probenhöhe mit der Tastsonde berechnet. Die Parameter sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Die Phase wurde mit Hilfe des Lift-offs so eingestellt, dass Impedanzänderungen nur in y-Richtung sichtbar wurden. Pre- und Mainamplifier wurden auf 40 bzw. 35 dB gesetzt.

Tabelle 2: Materialspezifische Parameter der Wirbelstromprüfung

	WC-12Co	TiN-25AlN
Leitfähigkeit [MS/m]	1,513	2,161
Rel. Permeabilität [-]	2,11	1
Frequenz [kHz]	5	7,3
Phase [°]	140	58

Nach jeder schlagdynamischen Belastung wurden die Stauchproben von beiden Seiten mit der Wirbelstromtechnik geprüft. Vor jeder Messung erfolgte ein Abgleichen der Gerätesoftware mit Hilfe einer Referenzprobe. Die Hartmetallproben wurden nach jedem Schlag mit Hilfe einer Spule entmagnetisiert.

3 Ergebnisse

3.1 Druckfestigkeit

Abbildung 1 zeigt die Druckfestigkeit der Untersuchungsmaterialien bei unterschiedlichen Stauchraten. Da das Spannungs-Stauchungs-Verhalten der Hartstoffe überwiegend elastisch ist, wird hier die elastische Stauchrate angegeben. Wie aus der Abbildung ersichtlich, existiert ein exponentieller Zusammenhang zwischen der elastischen Stauchrate und der Druckfestigkeit. Der Stauchraten-Exponent N liegt bei $N_{WC-12Co} = 0,01779$ für das Hartmetall und bei $N_{TiN-25AlN} = 0,01756$ für die Keramik. Diese Werte liegen innerhalb der typischen Grenzen für Hartstoffe ($0,005 < N < 0,02$) [1]. Nach [5] ist bei keramischen Werkstoffen eine Mikrorissbildung zu erwarten, wenn das Belastungsniveau bei ca. 60 % der Werkstofffestigkeit des Ausgangszustands liegt.

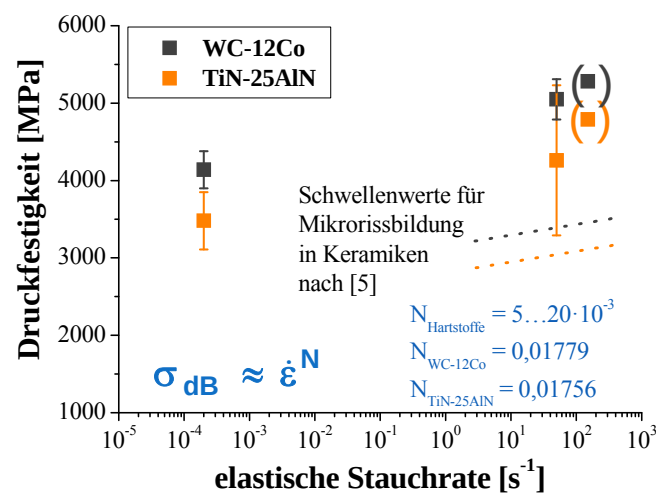


Abbildung 1: Druckfestigkeiten der SPS-Hartstoffe bei unterschiedlichen elastischen Stauchraten (Mittelwerte aus fünf Versuchen; in Klammern: Einzelmessungen)

3.2 Multihit-Versuche und Wirbelstromtests

3.2.1 WC-12Co

Bei Multihit-Belastungen mit Spannungsniveaus unterhalb der Druckfestigkeit zeigten die WC-12Co-Proben keine makroskopischen Geometrieänderungen. Mit Hilfe der Wirbelstromtechnik konnte nach jedem Schlag sowohl auf der Welleneingangs- als auch auf der Wellenausgangsseite der Probe eine Signaländerung registriert werden (Abbildung 2 (a)), was auf eine sukzessive Abnahme der Leitfähigkeit schließen lässt und die Vermutung einer Mikrorissbildung zulässt. Die Änderung des Wirbelstromsignals nach jedem Schlag ist auf beiden Probenseiten ähnlich. Dies deutet auf vergleichbare Belastungsschäden auf Wellenein- und Wellenausgangsseite hin, was wiederum bedeutet, dass sich während des Belastungsversuchs ein Spannungsgleichgewicht in der Probe ausgebildet hat. Abbildung 2 (b) zeigt die Änderung des Wirbelstromsignals nach mehreren Schlägen bei unterschiedlichen Belastungsniveaus. Es ist ersichtlich, dass mit steigender mechanischer Belastungsspannung auch steigende Unterschiede in der elektrischen Spannung gemessen werden. Bei einer Spannungszunahme erfolgt demnach eine verstärkte Mikrorissbildung bzw. erhöhtes Mikrorisswachstum sowie eine stärker ausgeprägte Ausbildung eines Mikrorissnetzwerkes. Die steigende Leitfähigkeitsabnahme mit steigender Beanspruchung bestärkt die Vermutung einer Mikrorissbildung.

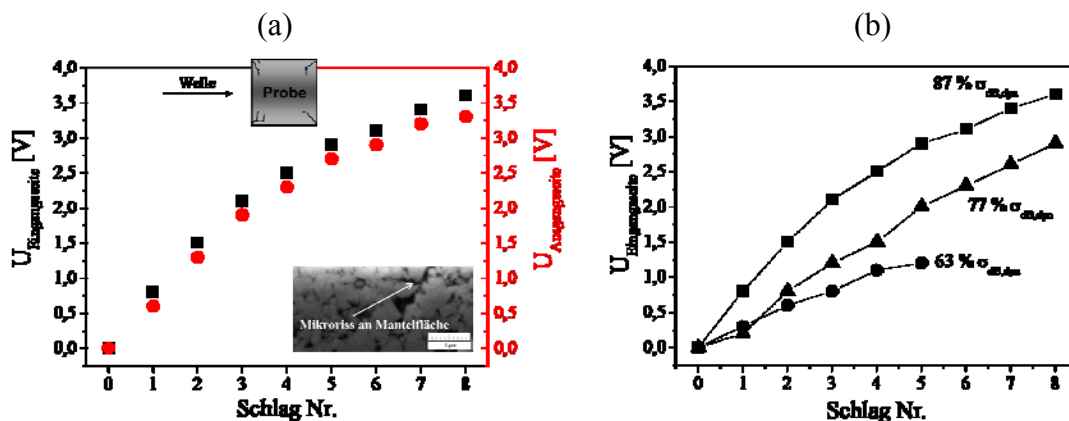


Abbildung 2: Wirbelstrom-Signale auf beiden Probenseiten nach mehreren Schlägen mit 87 % der Bruchspannung (a) und Wirbelstrom-Signale auf der Eingangsseite nach mehreren Schlägen bei verschiedenen Belastungsniveaus (b)

Mit Hilfe von rasterelektronischen Untersuchungen an Längsschliffen der belasteten Multi-hit-Proben konnten nur vereinzelte Mikrorisse nachgewiesen werden. Diese befanden sich erwartungsgemäß in Kantennähe (Spannungskonzentrationsstellen). Bei näherer Betrachtung der Probenkanten waren auch mikroskopische Abplatzungen sichtbar. Diese beiden Schädigungsarten werden als Ursache für die Leitfähigkeitsabnahme angesehen. Die Ausbildung von Mikrorissnetzwerken konnte hingegen nicht nachgewiesen werden. Zukünftige Untersuchungen sollen zeigen, ob bei mit mehreren Belastungsstufen eine Bildung von Mikrorissnetzwerken eintritt.

3.2.2 TiN-25AlN

Aufgrund der hohen Sprödigkeit des TiN-25AlN wiesen die zylindrischen Druckproben fertigungsbedingte Vorschädigungen an der Oberfläche auf (vgl. Abbildung 3 (a)). Dies führt bei fortschreitender Schädigung durch mehrfache Belastungen infolge von lokalen Spannungskonzentrationsstellen zu Abplatzungen an der Mantelfläche und somit zu einer makroskopischen Geometrieänderung. Anhand der Abbildung 3 (b), welche die Mantelfläche einer Druckprobe vor und nach der Beanspruchung zeigt, wird dieses Phänomen veranschaulicht. Demnach wird die Schädigung bevorzugt an der Probenoberfläche und nicht wie angestrebt im Werkstoffinneren hervorgerufen.

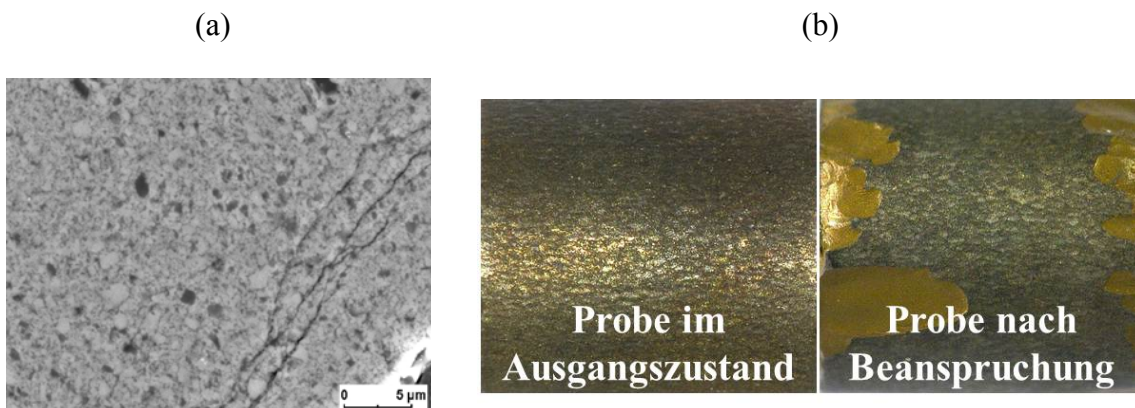


Abbildung 3: (a) REM-Aufnahme der Probenoberfläche (b) Makroskopische Aufnahmen der Mantelfläche vor und nach der Beanspruchung

Die Abbildung 4 zeigt die registrierte Signaländerung bei der Wirbelstromprüfung in Abhängigkeit vom Belastungsschritt. Wie auch am Beispiel des WC-12Co wurde die Signaländerung auf der Welleneingangs- und Wellenausgangsseite der Probe erfasst. Es ist ersichtlich, dass die Schädigung auf der Welleneingangsseite der Proben stärker ausgeprägt ist als auf der Probenrückseite. Da während der Versuchsdurchführung lokale Spannungskonzentrationsstellen vorliegen, die sich bei spröden Werkstoffen in der frühzeitigen Ausbildung von Schädigungen, z. B. in Form von Abplatzungen, widerspiegeln, müssen die Signaländerungen bei der Wirbelstromprüfung infolge der mehrfachen dynamischen Beanspruchungen vorrangig auf die Probendefekte an der Mantelfläche zurückgeführt werden. Demnach muss die Oberflächengüte der Druckproben verbessert werden, um die Schädigungsentwicklung im Materialvolumen mittels Wirbelstromverfahren interpretieren zu können.

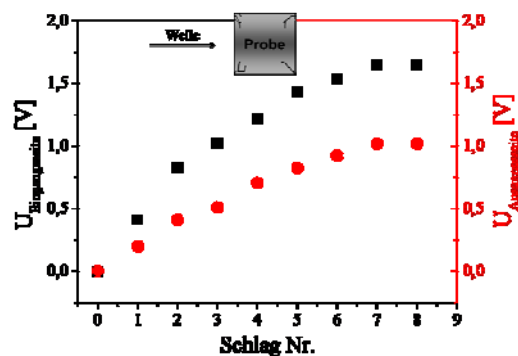


Abbildung 4: Wirbelstrom-Signale auf beiden Probenseiten nach mehreren Schlägen am Beispiel des TiN-AlN

4 Zusammenfassung

Mit Hilfe der Wirbelstromtechnik konnten in beiden Untersuchungsmaterialien messbare Impedanzunterschiede nach mehrfachen schlagdynamischen Druckbelastungen festgestellt werden. Die Abnahme der Leitfähigkeit ist proportional zum Niveau der Belastungsspannung. Diese Leitfähigkeitsänderungen werden am Beispiel des WC-Co auf Mikrorisse und mikroskopische Abplatzungen und beim TiN-AlN auf makroskopische Abplatzungen zurückgeführt. Die Sichtbarkeit einer Signaländerung schon nach der ersten Belastung zeigt die hohe Sensitivität des Wirbelstromverfahrens.

Die Wirbelstromtechnik wird als brauchbare Methode zur Einschätzung der Schädigungsentwicklung nach wiederholten Schlagbelastungen eingestuft und soll auch in Zukunft weiter Anwendung finden. Die Ermittlung eines durch Multihit-Belastungen hervorgerufenen Schädigungsgrades und seine Korrelation mit dem Wirbelstromsignal ist das Hauptziel künftiger Untersuchungen.

Danksagung

Die Autoren danken der Dr.-Erich-Krüger-Stiftung für die Forschungsfinanzierung. Außerdem wird dem Spitzentechnologiecluster ADDE (Funktionales Strukturdesign neuer Hochleistungswerkstoffe durch Atomares Design und Defekt Engineering), das aus Mitteln der Europäischen Union und des Freistaates Sachsen finanziert wird, für seine Unterstützung gedankt.

Referenzen

- [1] Subhash, G. & Ravichandran, G.: Split-Hopkinson Pressure Bar Testing of Ceramics. In: Kuhn, H. & Medlin, D. (Eds.): ASM-Handbook Vol. 8, ASM 2000, Mechanical Testing and Evaluation, 497-504
- [2] Launey, M. E. & Ritchie, R. O.: On the Fracture Toughness of Advanced Materials. Adv. Mater. 2009, 21, 2103-2110
- [3] H.C. Starck: Powders for the hardmetal industry, PD-1406, Issue 1. Goslar, 10.09.2010
- [4] Umicore: Cobalt powders for Hard Metals. Olen, 22.10.2010
- [5] Alfa Aesar: Titanium nitride 99.7% (metals basis). Karlsruhe, 04.05.2011
- [6] ABCR: Aluminium nitride, agglomerated powder, high purity. Karlsruhe, 09.05.2011
- [7] W. Chen: Dynamic failure behavior of ceramics under multiaxial compression. PhD-Thesis. California Institute of Technology, Pasadena, California, 1995