

Zerstörungsfreie Prüfung nitriergehärteter Oberflächen mittels mikromagnetischer Verfahrensansätze

Jens JUNKER, Silvia SCHUHMACHER, Hochschule für Technik und Wirtschaft Aalen;
Klaus SZIELASKO, Iris ALTPETER, Michael KRÖNING, Fraunhofer-Institut für
Zerstörungsfreie Prüfverfahren IZFP, Saarbrücken

Kurzfassung. Nitrierverfahren bieten die Möglichkeit der partiellen Behandlung von Bauteilen, beispielsweise wenn eine hohe Härte und Verschleißfestigkeit nur in bestimmten Bereichen der Randschicht eines Bauteils erforderlich ist, während andere Bereiche unbehandelt bleiben sollen. Um nachzuweisen, dass im Produktionsprozess die geforderten Spezifikationen erfüllt sind, bieten sich mikromagnetische Verfahrensansätze zur Qualitätskontrolle an.

In diesem Beitrag wird am Beispiel plasmanitrierter Gewindeproben gezeigt, dass es unter Nutzung mikromagnetischer Verfahrensansätze möglich ist, die Ausbildung bzw. Nichtausbildung einer Verbindungsschicht zerstörungsfrei und im Sekundentakt nachzuweisen. Darüber hinaus konnte an ersten Beispielen gezeigt werden, dass einige mikromagnetische Prüfgrößen mit der Nitrierzeit und damit der Ausbildung der Diffusionsschicht korrelieren. Es sollte deshalb möglich sein, das Verfahren zur Bestimmung der Ausbildung einer Diffusionsschicht einzusetzen.

1. Einleitung

Moderne Verfahren der Oberflächenhärtung bieten eine Möglichkeit Bauteile aus Stahl partiell mit einer hohen Oberflächenhärte und damit guten Verschleißigenschaften zu versehen, während andere Bereiche davon ausgespart bleiben, um dort andere Werkstoffigenschaften, wie beispielsweise eine hohe Zähigkeit zu nutzen. Derartige Eigenschaftsprofile werden immer stärker erwünscht, da so die Funktionalität von Bauteilen optimal genutzt werden kann.

Ein Verfahren der Oberflächenhärtung ist das Nitrierhärten, bei dem Stickstoffatome durch Diffusion zunächst interstitiell im Gitter des Matrixmaterials eingelagert werden und bei zunehmendem Stickstoffgehalt Nitridausscheidungen bilden. In der so entstandenen Diffusionsschicht bilden sich Eigenspannungszuständen und Nitridausscheidungen, die eine Härtesteigerung bewirken. Nimmt die Stickstoffkonzentration weiter zu, so bildet sich eine durchgehende Schicht aus Eisennitrid, die Verbindungsschicht. Diese weist eine noch höhere Härte auf als die Diffusionsschicht.

Soll während des Nitrierprozesses eine Aussparung eines bestimmten Bereichs erfolgen, so muss dieser durch eine Abdeckung vor dem stickstoffhaltigen Umgebungsmedium geschützt werden. Um für die Qualitätssicherung den Nachweis über die Ausbildung bzw. die Nichtausbildung einer Verbindungsschicht führen zu können ist ein Verfahren erforderlich, welches schnell und mit hoher Sicherheit eine Einordnung der einzelnen Teile zulässt.

2. Einsatz der mikromagnetischen Verfahrenstechnik

Die Nutzung mikromagnetischer Verfahrensansätze wurde in Betracht gezogen, weil diese nachweislich mit Härtegraden und Eigenspannungen des Werkstoffs interagieren und schon in der Vergangenheit in Form des 3-MA II – Geräts des Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP) erfolgreich bei Untersuchungen zu Oberflächenhärteverfahren wie dem Nitrieren eingesetzt wurden [1].

2.1. Physikalischer Hintergrund

Die Kennwerte des magnetischen Barkhausenrauschens und der Oberwellenanalyse werden durch Eigenspannungen und Ausscheidungen stark beeinflusst. Beides ist damit zu erklären, dass die genannten Ursachen mit den Blochwänden interagieren und somit die Unstetigkeit ihrer Bewegung beeinflussen, was sich letztlich im magnetischen Barkhausenrauschen widerspiegelt [2]. Weiterhin sind sowohl Eigenspannungen als auch Ausscheidungen härtesteigernde Faktoren. Daraus resultiert, dass die Kennwerte des magnetischen Barkhausenrauschens und der Oberwellenanalyse mit der Härte eines Werkstoffs korrelieren [3].

Beim Nitrierhärten werden durch Eindiffundieren von Stickstoff durch interstitiell eingelagerte Stickstoffatome Eigenspannungen erzeugt, bei weiter ansteigendem Stickstoffgehalt beginnt die Bildung von Nitridausscheidungen. Über die Bildung von einzelnen Nitridausscheidungen mit ansteigendem Stickstoffgehalt kommt es bei ausreichender Stickstoffanreicherung zur Bildung einer durchgehenden Schicht aus Eisenitrid, der so genannten Verbindungsschicht

2.2. Das MikroMach – Prüfsystem

Das MikroMach – Prüfgerät (siehe Abbildung 4) wurde am IZFP entwickelt und beinhaltet die Verfahren *magnetisches Barkhausenrauschen* und *Analyse des Oberwellenanteils im Zeitsignal der magnetischen Tangentialfeldstärke*.



Abbildung 1 MikroMach – Prüfgerät (grau) mit Netzteil zur Spannungsversorgung und PC zur Daten auswertung

Dieses Gerät wurde entwickelt, um ein kostengünstiges Gerät zur Prüfung mikromagnetischer Kennwerte in Aufsatztechnik zu realisieren. Prüfungen in Aufsatztechnik bieten den Vorteil sehr schnelle Prüftaktungen im Sekundentakt zu ermöglichen. Das Gerät bietet

die Möglichkeit eine Vielzahl von Kennwerten (siehe Tabellen 1 und 2) aufzunehmen um mit diesen in einem Multi-Parameter-Ansatz Probenzustände automatisiert zu erkennen.

M_r	Amplitude der Barkhausenrauschkurve am Ort $H(t) = 0$
M_{mean}	Von der Barkhausenrauschkurve eingeschlossenen Fläche
M_{max}	Amplitude der Barkhausenrauschkurve am Ort des Maximums
H_{cm}	Feldstärke H_t am Ort des Maximums der Barkhausenrauschkurve
ΔH_{25}	Kurvenaufweitung der Barkhausenrauschkurve bei 25% der Höhe des Maximums
ΔH_{50}	Kurvenaufweitung der Barkhausenrauschkurve bei 50% der Höhe des Maximums
ΔH_{75}	Kurvenaufweitung der Barkhausenrauschkurve bei 75% der Höhe des Maximums

Tabelle 1 Kennwerte des magnetischen Barkhausenrauschen

H_{co}	Koerzitivfeldstärke aus der Oberwellenanalyse
H_{ro}	Oberwellenanteil im Remanenzdurchlauf
K	Klirrfaktor $K = \sqrt{\frac{A_3^2 + A_5^2 + A_7^2}{A_1^2}}$
A_3	Amplitude der dritten Oberwelle
A_5	Amplitude der fünften Oberwelle
A_7	Amplitude der siebten Oberwelle
P_3	Phasenverschiebung der dritten Oberwelle
P_5	Phasenverschiebung der fünften Oberwelle
P_7	Phasenverschiebung der siebten Oberwelle
UHS	Upper Harmonic Sum = Summe aller Oberwellenamplituden

Tabelle 2. Kennwerte der Analyse des Oberwellenanteils im Zeitsignal der magnetischen Tangentialfeldstärke

3. Optimierung der Sensorgeometrie

3.1. Sensorgeometrie des MikroMach – Prototypen

Bei den untersuchten Proben handelte es sich um rotationssymmetrische Bauteile. Bei denen an einem Durchmesser D_1 ein Gewinde mit einem geringeren Durchmesser D_2 ansetzte. Für die Untersuchungen wurde das am IZFP entwickelte MikroMach – Prüfgerät verwendet. Zu Beginn der Untersuchung stand die äußere Form in einem geometrisch ungünstigen Verhältnis zur Probenform (siehe Abbildung 2).

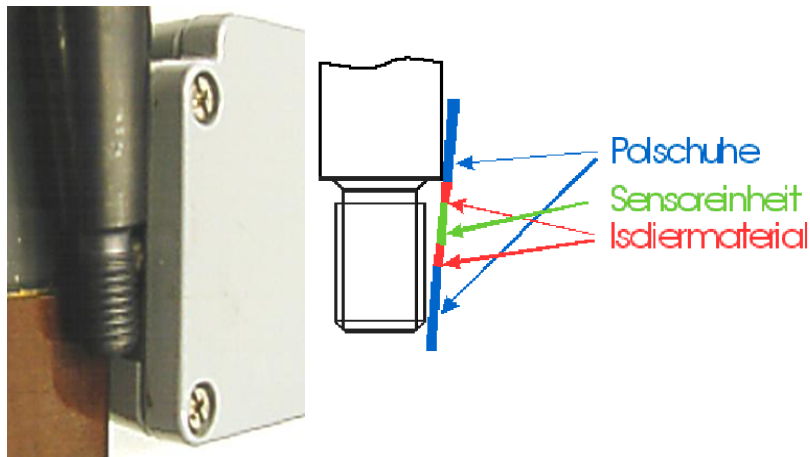


Abbildung 2 Geometrie des Gewindes

Um eine möglichst gute Ankopplung zu erzielen wurde beschlossen, einen Sensor aufzubauen, der unterhalb des größeren Durchmessers quer auf das Gewinde aufgesetzt werden konnte und somit für mehrere Geometrien mit unterschiedlichen Gewindedurchmessern verwendbar war. Hierzu war es nötig, einen beweglichen Sensorkopf zwischen den Schenkeln eines U-förmigen Elektromagneten, dessen Pole über das Gehäuse des Sensors hinaus ragten, zu platzieren (siehe Abbildungen 3 und 4).

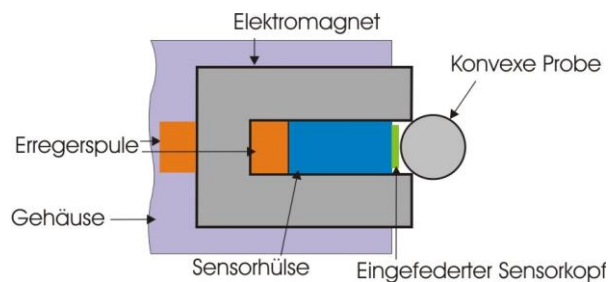


Abbildung 3 Koppelsituation mit angepasstem Sensor

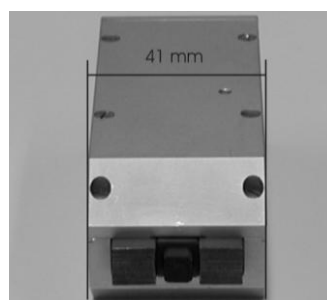


Abbildung 4 Gehäuse mit Elektromagnet und Sensor

4. Versuche und Ergebnisse

4.1. Versuche an nitrierten Gewindeteilen mit und ohne Verbindungsschicht

Mit der angepassten Sensorgeometrie wurden Messungen an Serienteilen durchgeführt, die teilweise eine Verbindungsschicht aufwiesen. Deren Ergebnisse sind Auszugsweise in den Abbildungen 4 bis 6 dargestellt (farblich hinterlegt ist jeweils der Bereich der zweifachen

Standardabweichung). Die Darstellungen umfassen jeweils 80 Proben ohne Verbindungsschicht (links der roten Markierung) und 25 Proben mit Verbindungsschicht (rechts der roten Markierung).

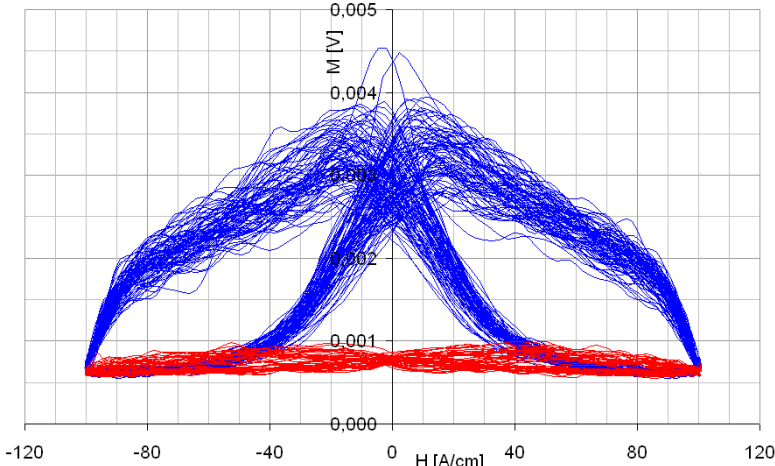


Abbildung 5 Barkhausenrauschprofilkurven (blau = Proben ohne Verbindungsschicht; rot = Proben mit Verbindungsschicht)

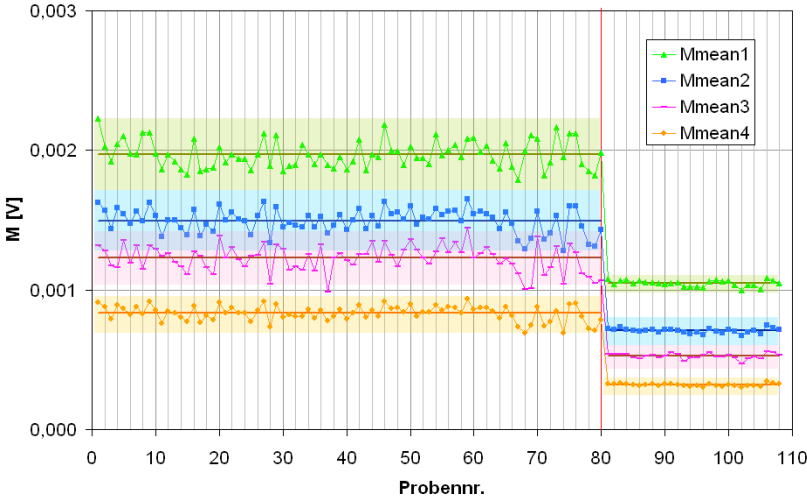


Abbildung 6 M_{mean} Werte des Barkhausenrauschens bei zunehmend schmalbandigerer Filterung

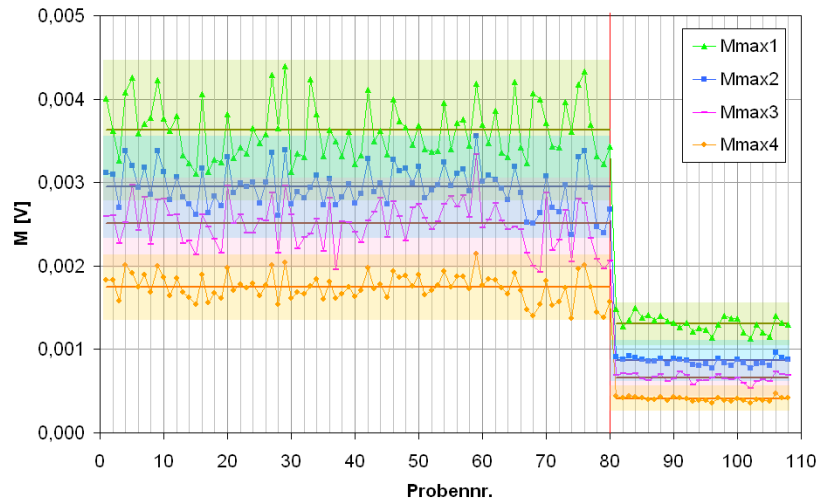


Abbildung 7 Mmax Werte des Barkhausenrauschens bei zunehmend schmalbandigerer Filterung

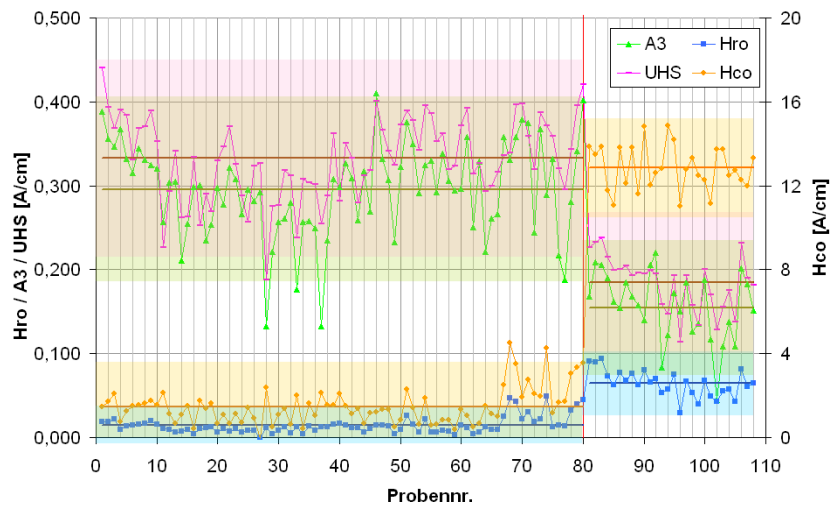


Abbildung 8 Werte der Oberwellenanalyse

Ins besondere die Werte des Barkhausenrauschens zeigten schon ohne weitere Auswertung eine gute Trennung der beiden Probenzustände, welche durch ein Gewichtung mittels eines genetischen Algorithmus [4][5] soweit verbessert wurde, dass eine Mustererkennung die Zustände mit hoher Genauigkeit erkennen konnte (Abbildung 8).

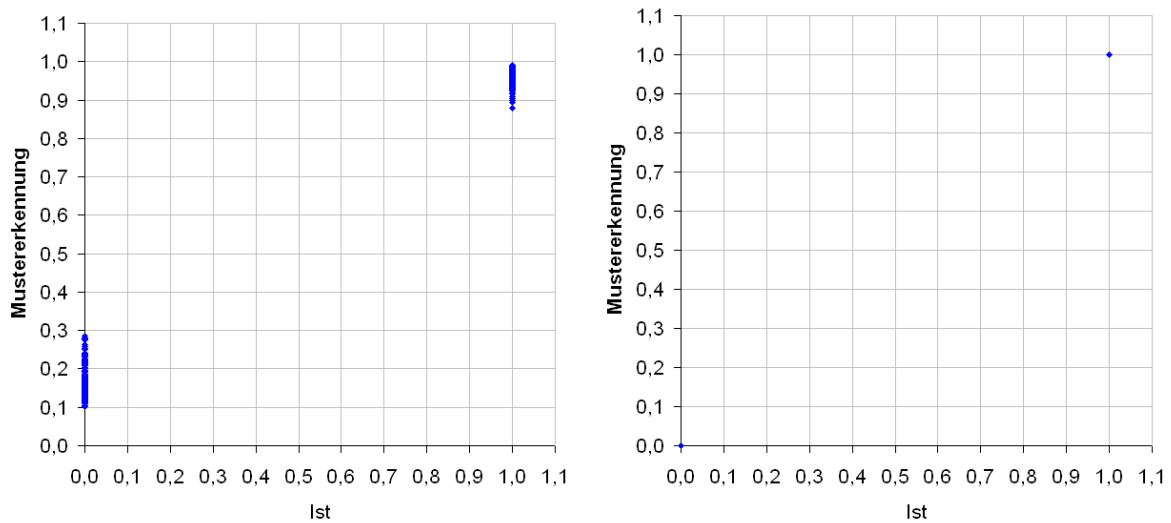


Abbildung 9 Von der Mustererkennung gelieferte Zustandswerte (0=ohne Verbindungsschicht; 1= mit Verbindungsschicht) über dem tatsächlichen Zustand. Im linken Teilbild wurden die Kennwerte mit Faktoren gewichtet, die mit Hilfe eines genetischen Algorithmus ermittelt wurden

4.2. Untersuchung der Ausbildung einer Diffusionsschicht

Über die Versuche zur Erkennung einer Verbindungsschicht hinaus wurden Untersuchungen an Proben durchgeführt, die unter Laborbedingungen mit definierter Behandlungszeit nitriert worden waren. Dies sollte zeigen, in wie weit mit diesen Methoden auch Diffusionsschichten erkannt werden können. Der entsprechende Probensatz umfasste jeweils zwei Proben gleicher Behandlungszeit. Die Behandlungszeiten waren 0 min (unbehandelt), 15 min, 30 min, 60 min und 90 min. Aus den unterschiedlichen Behandlungszeiten resultierten entsprechende Diffusionsschichtdicken.

Die Ergebnisse der Versuche an diesen Proben sind in den Abbildungen 9 bis 11 dargestellt

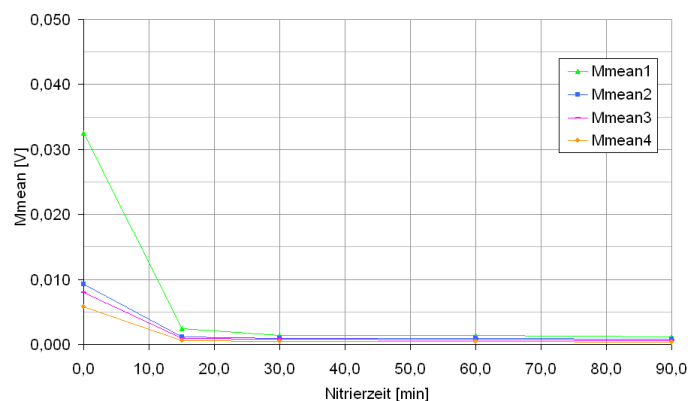


Abbildung 10 M_{mean} Werte des Barkhausenrauschens bei zunehmend schmalbandigerer Filterung

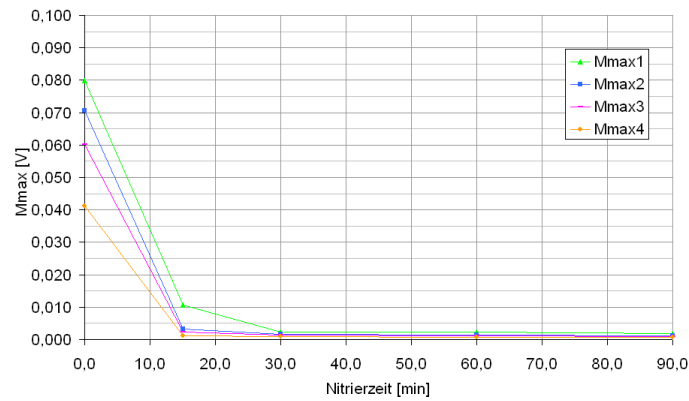


Abbildung 11 Mmax Werte des Barkhausenrauschens bei zunehmend schmalbandigerer Filterung

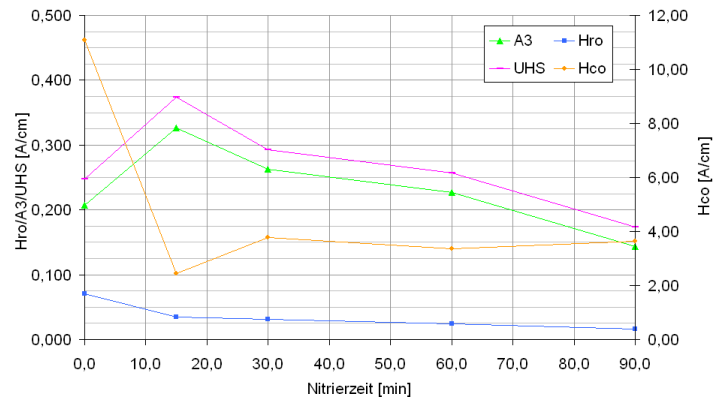


Abbildung 12 Werte der Oberwellenanalyse

Die Ergebnisse zeigen weitestgehend einen Zusammenhang zwischen den dargestellten Werten und der Nitrierzeit, lediglich die Oberwellenanalyse der unbehandelten Proben zeigt Abweichungen davon, die jedoch im Bezug auf die Erkennbarkeit durch die Mustererkennung durch eine sinnvolle Gewichtung der Werte weitgehend ausgeglichen werden können. In Abbildung 12 ist dargestellt, in wieweit die Mustererkennung die Behandlungszeit nach einer Gewichtung der Kennwerte mit Faktoren, die mit einem genetischen Algorithmus ermittelt wurden, zuordnen konnte.

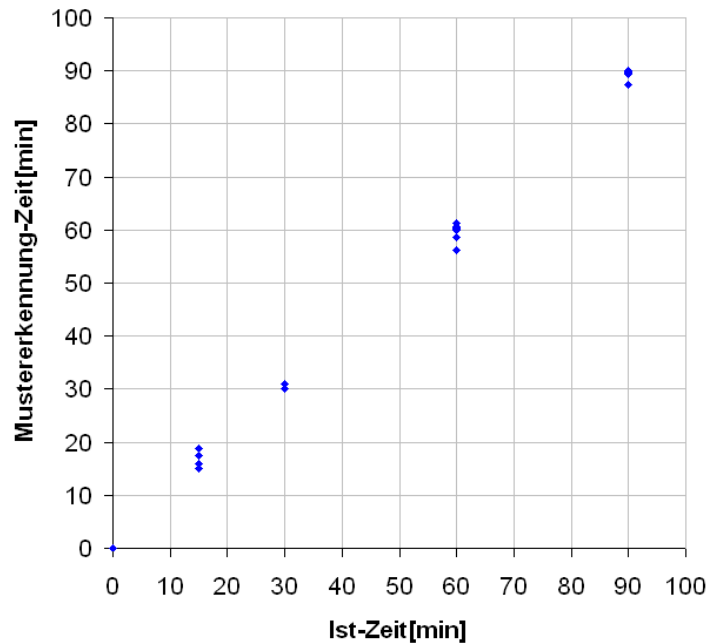


Abbildung 13 Von der Mustererkennung gelieferte Werte der Behandlungszeit über der tatsächlichen Behandlungszeit

Die von der Mustererkennung ausgegeben Nitrierzeit zeigt eine gute Korrelation mit der tatsächlichen Nitrierzeit.

5. Zusammenfassung und Ausblick

Die durchgeführten Untersuchungen haben gezeigt, dass mit mikromagnetischen Verfahrensansätzen das Vorhandensein bzw. nicht Vorhandensein von Verbindungsschichten an nitrierten Gewindebauteilen nachgewiesen werden kann. Dazu war eine Optimierung der Sensorgeometrie des MikroMach – Prüfgeräts erforderlich, um eine hinreichend gute Ankopplung zu gewährleisten. Mit der optimierten Sensorgeometrie kann eine Prüfung realisiert werden, die im Sekundentakt erfolgt.

Darüber hinaus wurde an ersten Proben gezeigt, dass unter Verwendung eines genetischen Algorithmus zur Festlegung von Gewichtungsfaktoren, mittels einer Mustererkennung eine Zuordnung der Nitrierzeit und der damit verbundenen Diffusionsschichtdicke möglich ist.

6. Literatur

- [1] Altpeter, I. et. al. *Zerstörungsfreie Prüfung von Nitrierschichten*, Härtereitechnische Mitteilungen 51 (1996) S. 386 – 389
- [2] Kneller, E. *Ferromagnetismus*, Springer Verlag (1962)
- [3] Pitsch, H. *Die Entwicklung und Erprobung der Oberwellenanalyse im Zeitsignal der magnetischen Tangentialfeldstärke als neues Modul des 3MA-Ansatzes*, Saarbrücken, Universität des Saarlandes, Dissertation (1989)
- [4] Szielasko, K. *Aufbau eines modularen Messsystems auf Softwarebasis zur zerstörungsfreien Charakterisierung des Versprödungszustandes von kupferhaltigen Stählen*, Diplomarbeit, Saarbrücken, HTW des Saarlandes (2001)
- [5] Tschuncky, R. *Entwicklung eines Mustererkennungs- und Klassifikationsmoduls für die indirekte Charakterisierung von Werkstoffeigenschaften*, Saarbrücken, Universität des Saarlandes, Diplomarbeit (2004)
- [6] Altpeter, I. *Werkstoffcharakterisierung mit magnetischen Methoden*, Kolloquium über Materialcharakterisierung mit zerstörungsfreien Methoden; 30.09.-01.10.1992, Magdeburg (1993)

- [7] Rhe, S. Zerstrungsfreie Prfung der Nitrierhrtetiefe und der Oberflchenhrte an gas- und ionitrierten Bauteilen mit mikromagnetischen Verfahrensanstzen, Magdeburg, Otto von Gricke Universitt, Diplomarbeit (1995)
- [8] Wolter, B. Zerstrungsfrei messen, Automobil-Entwicklung Mai 2004, S.58