

# Restaustenitbestimmung-vergleichende Untersuchung mit zerstörungsfreien Messmethoden

Lothar SPIESS\*, Sören MORGENBRODT\*, Gerd TEICHERT\*\*, Peter SCHAAF\*

\* Technische Universität Ilmenau – Institut für Werkstofftechnik,  
FG Werkstoffe der Elektrotechnik, Postfach 100565, 98684 Ilmenau

\*\* MFPA-Weimar, Prüfzentrum Schicht- und Materialeigenschaften;  
Gustav-Kirchhoff-Str. 5, 98693 Ilmenau  
Kontakt: lothar.spiess@tu-ilmenau.de

**Kurzfassung.** Der Restaustenitgehalt bestimmt maßgeblich die mechanischen Eigenschaften von wärmebehandelten Bauteilen. Die Bestimmung über metallographische Verfahren ist aufwendig und oft nicht durchführbar, stellt aber das derzeitige geforderte Referenzverfahren zur Bestimmung des Restaustenitgehalts dar. Mittels röntgenografischer quantitativer Phasenanalysen - Rietveld-Methode, magnetinduktiver Messungen (Ferritscope) und mittels Wirbelstrommessungen wurde an Duplexstählen und ADI-Proben der Restaustenitgehalt bestimmt. Die Vergleichbarkeit der Messverfahren wird vorgestellt und diskutiert.

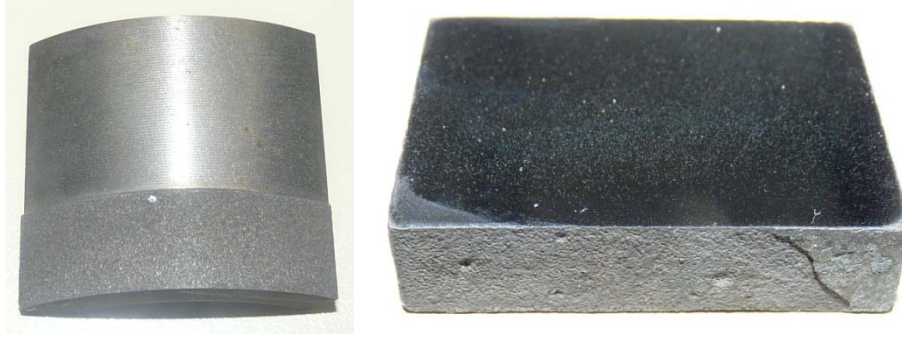
## 1 Einführung

Eisenlegierungen sind die wichtigsten Konstruktionswerkstoffe unserer Zeit. Aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften sind sie gegenüber anderen Materialgruppen in vielen technischen Bereichen favorisiert. Eine Verbesserung der mechanischen Kennwerte lässt sich vor allem durch das Erzeugen eines definierten Austenitgehalts im Gefüge erreichen. Hohe Festigkeitswerte bei gleichzeitiger Duktilität sind somit realisierbar. Alterungs- und Verschleißerscheinungen sind ebenso von dem Austenitgehalt abgängig. In der Qualitätskontrolle ist eine sichere quantitative Bestimmung des Austenitgehalts von großer Bedeutung. Es gibt eine Vielzahl von Methoden zur Quantifizierung der kubisch flächenzentrierten Austenitphase. Die Ergebnisse der Analyse mittels der zerstörenden Metallographie, dem derzeitigen Referenzverfahren und der zerstörungsfreien röntgenographischen Phasenanalyse (XRD), der magnetinduktiven Messmethode und des Wirbelstrommessverfahren werden miteinander verglichen.

## 2 Proben

Die Austenitbestimmung wurde an Duplexstahl- und an ADI- (austempered ductile iron) Proben durchgeführt, Abbildung 1. Bei den Duplexstahlproben handelte es sich um Duplexschichten, welche auf einem Stahlrohr (Krümmungsdurchmesser Ø 50 mm) atmosphärisch aufgespritzt worden sind. Die plasmagespritzte Schicht wurde zudem wieder teilweise abgedreht, um eine glattere Oberfläche zu garantieren. Die mittlere Dicke der bearbeiteten Schicht betrug somit 340 µm. Die ADI-Proben wurden aus Teilstücken einer

Gusseisenplatte hergestellt, welche bei 900°C für 90 min austenitisiert und für verschieden lange Zeiten bei 400°C im Salzbad transformiert worden sind.



**Abbildung 1:** Duplexstahl-(links) und ADI-Proben (rechts)

### 3 Durchführung

Für die metallographischen Untersuchungen sind die Proben in mehreren Schritten geschliffen und mit 9  $\mu\text{m}$  und 3  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension poliert wurden. Die ADI-Proben wurden anschließend mit 3 % Nital und die Duplexstahlproben mit einer Farbniederschlagsätzung nach Lichtenegger und Bloech geätzt [1]. Die Aufnahme der Schliffbilder erfolgte mit dem Axio Imager M2m der Firma Carl-Zeiss. Mittels des Programmmodul AutMess wurde ausgewertet. Die röntgenographischen Messungen wurden in Bragg-Brentano-Geometrie am Diffraktometer D5000 der Firma Bruker AXS GmbH angefertigt. Dabei kam die charakteristische  $K\alpha$ -Strahlung von Molybdän und Chrom zur Anwendung. Die quantitative Auswertung der Diffraktogramme erfolgte mit dem Rietveld-Verfahren mit dem Programm TOPAS (Bruker AXS) und mittels der ASTM Norm E975 [2, 3]. Zur Durchführung des magnetinduktiven Messverfahrens wurde das FISCHERSCOPE MMS und die EGAB1.3-Fe Messsonde der HELMUT FISCHER GmbH genutzt. Die Messungen nach dem Wirbelstromverfahren wurden mit dem Gerät eddyvisor SC der Firma ibg mit Präventiver-Mehr Filter-Prüfung (PMFP) durchgeführt.

### 4 Ergebnisse

#### 4.1 Metallographie

In Abbildung 2 sind beispielhaft zwei geätzte Schliffbilder der Proben dargestellt. Durch die bei den Duplexstählen verwendete Farbniederschlagsätzung erscheint der Austenit farbig, der Ferrit bleibt hingegen farblos. Deutlich ist zu erkennen, dass sich die einzelnen Spritzpartikel als einphasig darstellen. Im Schliffbild der ADI-Proben sind klar die blaugrauen Ferritnadeln und der schwarze Kugelgraphit ersichtlich, welche in einer hellen Matrix eingebettet sind. Diese setzt sich aber gerade bei den niedrigen Transformationszeiten aus kohlenstoffreichen Martensit und Austenit zusammen, womit ein Differenzieren zwischen diesen beiden Phasen mittels der Metallographie nicht möglich ist. Bei der Auswertung werden die Flächenanteile einer Farbe bestimmt und somit ist eine Bestimmung des Austenitgehalts als Flächenanteil nur bei den Duplexstahlproben möglich, Ergebnisse in Abbildung 8.

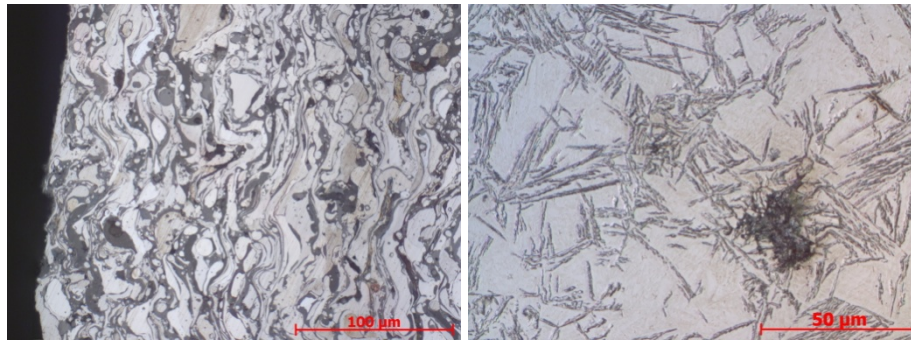


Abbildung 2: Duplexstahl-(links) und ADI-Proben (rechts)

#### 4.2 Röntgenographische Phasenanalyse

Abbildung 3 zeigt das mit Molybdän  $K\alpha$  -Strahlung gemessene und das mit TOPAS gefittete Diffraktogramm einer Duplexprobe. Aus der gesamten Fitkurve wird der Austenitgehalt errechnet [2].

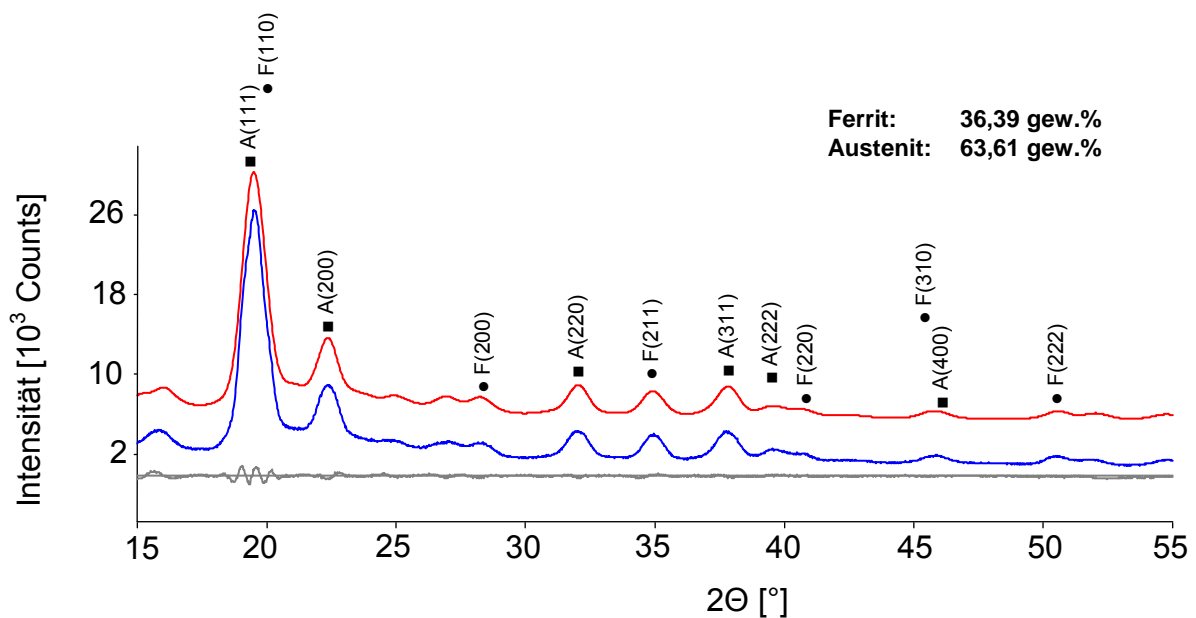


Abbildung 3: Diffraktogramm (blau), Fit (rot – linear verschoben zur besseren Darstellung) und Differenzkurve (grau)

Die Quantifizierung des Austenitgehalts erfolgt bei der ASTM Norm über die Verrechnung der integrierten Intensitäten  $I$  der einzelnen Beugungsreflexe mit den entsprechenden winkelabhängigen Reflexionsfaktoren  $R$ , siehe vereinfachte Gleichung 1 [3] für z.B. die A(200) und die F(211)Netzebenen. Das Ergebnis ist hier der Volumenanteil.

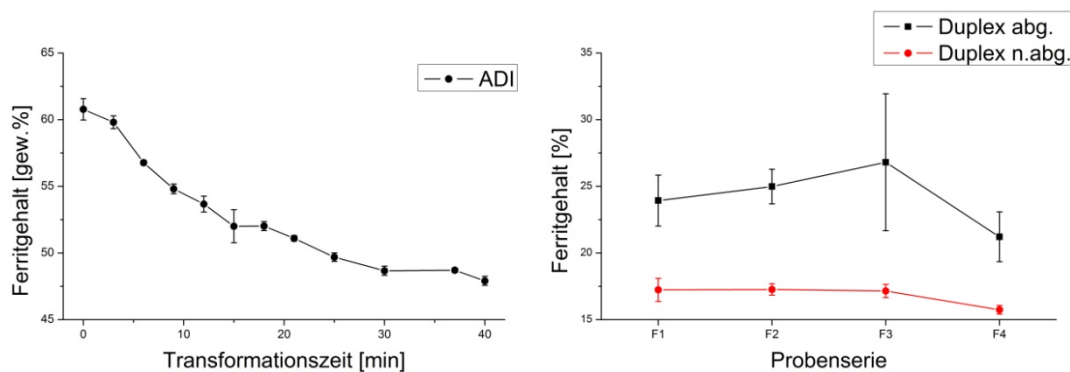
$$V_A = (I_A^{200} \cdot R_A^{200}) / ((I_F^{211} \cdot R_F^{211}) + (I_A^{200} \cdot R_A^{200})) \quad (\text{Gl. 1})$$

Das A und F kennzeichnen dabei die austenitische und die ferritische Phase.

#### 4.3 Magnetinduktives Verfahren

In Abbildung sind die Ergebnisse des magnetinduktiven Messverfahrens zusammengefasst. Die ADI-Proben weisen einen fallenden Ferritgehalt mit steigender Transformationszeit auf. Das Messsignal wird dabei von dem Martensit und dem Ferrit erzeugt, da dieses Messverfahren nur ferromagnetische Phasen registriert und diese nicht

separieren kann. Der Ferritgehalt wächst zwar über der Transformationszeit an, der Martensit nimmt im Gegensatz dazu von hohen Werten ab. Um Einflüsse der Bauteilgeometrie auf das Messsignal auszuschließen müssen Korrekturfaktoren verwendet werden. Auf die Ermittlung dieser Faktoren (für die Bauteilkrümmung und Schichtdicke) ist bei den Duplexproben verzichtet worden. Aufgrund des großen Krümmungsradius von 50 mm kann davon ausgegangen werden, dass die Schichtdicke den größeren Einfluss auf den Anzeigewert besitzt. Der niedrigere Ferritgehalt der nicht abgedrehten Probenbereich [n.abg. Duplex], Abbildung , resultiert jedoch aus dem kleineren Einfluss des Grundmaterials auf die Messung.



**Abbildung 4:** Ergebnisse der magnetinduktiven Messungen

#### 4.4 Wirbelstrommethode

Mit Hilfe des Kalibriersatzes für die magnetinduktive Messmethode wurden bei acht verschiedenen Frequenzen zwischen 25 Hz und 25 kHz Kalibrierkurven erstellt, worauf die Messpunkte der Proben projiziert worden sind. Mit steigender Prüffrequenz konnte hierbei eine immer stärker werdende Abweichung der Kurven von einer Geraden festgestellt werden, was auf strukturelle und stoffliche Unterschiede innerhalb des Kalibriersatzes zurückgeführt werden kann. In der Abbildung und 5 befinden sich beispielhaft die Kalibrierkurven der 25 Hz und der 25 kHz Prüffrequenz mit den entsprechenden Messpunkten der verwendeten Proben. Während bei der kleineren Frequenz die Datenpunkte der Proben die gleiche Streubreite und Abstand von der Kurve besitzen, so weisen die nicht abgedrehten (n.abg.) Probenbereiche der Duplexproben bei 25 kHz den größten Abstand auf. Der Einfluss der wesentlich raueren Oberfläche der gespritzten Schicht kommt bei den höheren Frequenzen somit stärker zur Anzeige.

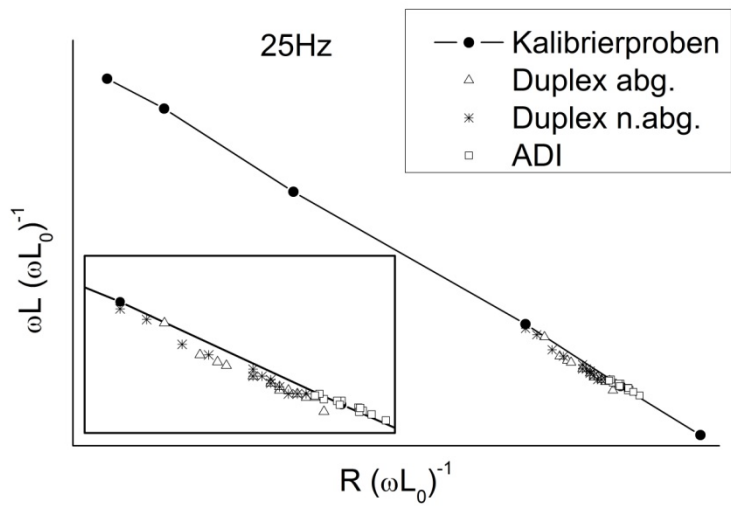


Abbildung 5: Kalibrierkurve mit Messpunkten bei 25 Hz

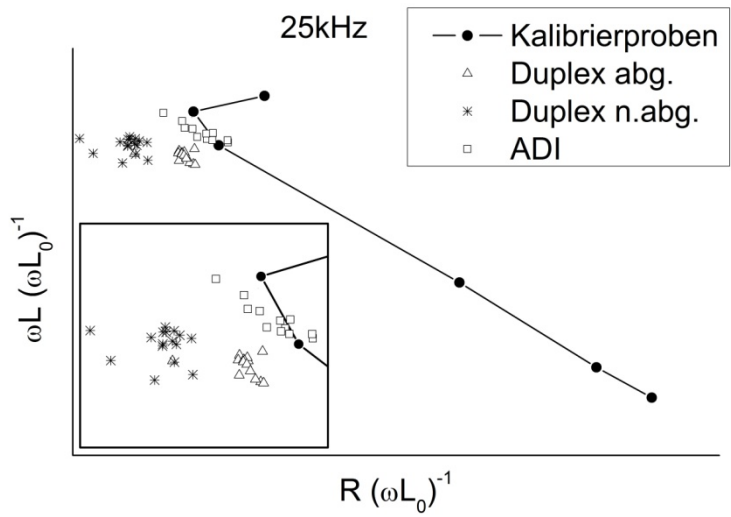


Abbildung 6: Kalibrierkurve mit Messpunkten bei 25 kHz

Die Berechnung des Austenitgehalts kann einmal über die Projektion der Datenpunkte auf den Real- oder den Imaginärteil der Kalibrierkurve erfolgen. In Abbildung sind die Teilkurven der genannten Prüffrequenzen dargestellt.

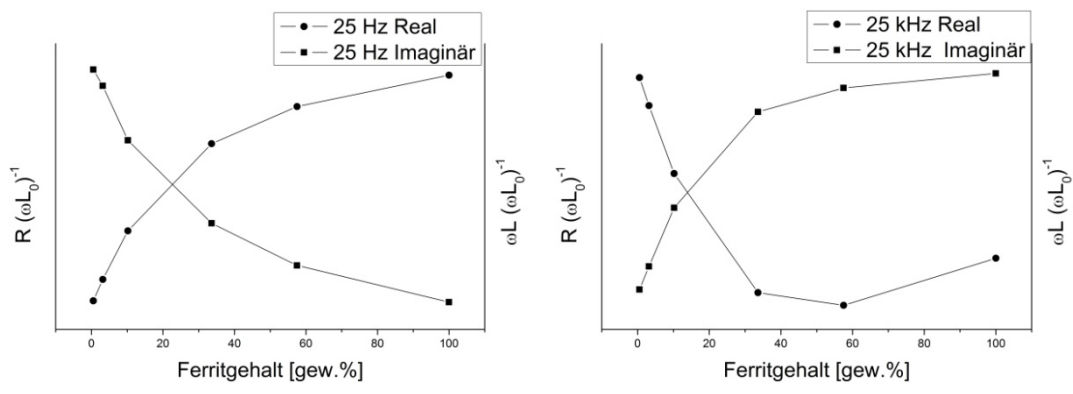


Abbildung 7: Real- und Imaginärteil der gezeigten Kalibrierkurven

Eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse von realer und imaginärer Teilkurve ist nur bei den niedrigen Prüffrequenzen, aufgrund der annähernden Linearität der Kalibrierkurve festzustellen.

## 5 Zusammenfassung

In Abbildung 9 sind zum Vergleich der Verfahren die Ergebnisse ausgewählter Proben gegenübergestellt. Es konnte gezeigt werden, dass bei allen Verfahren vergleichbare Tendenzen im Austenitgehalt ersichtlich sind. Dies kann vor allem bei den ebenen ADI-Proben gut beobachtet werden. Die speziellen Probeneigenschaften der Duplexstähle haben somit auch einen Einfluss auf die röntgenographische Phasenanalyse.

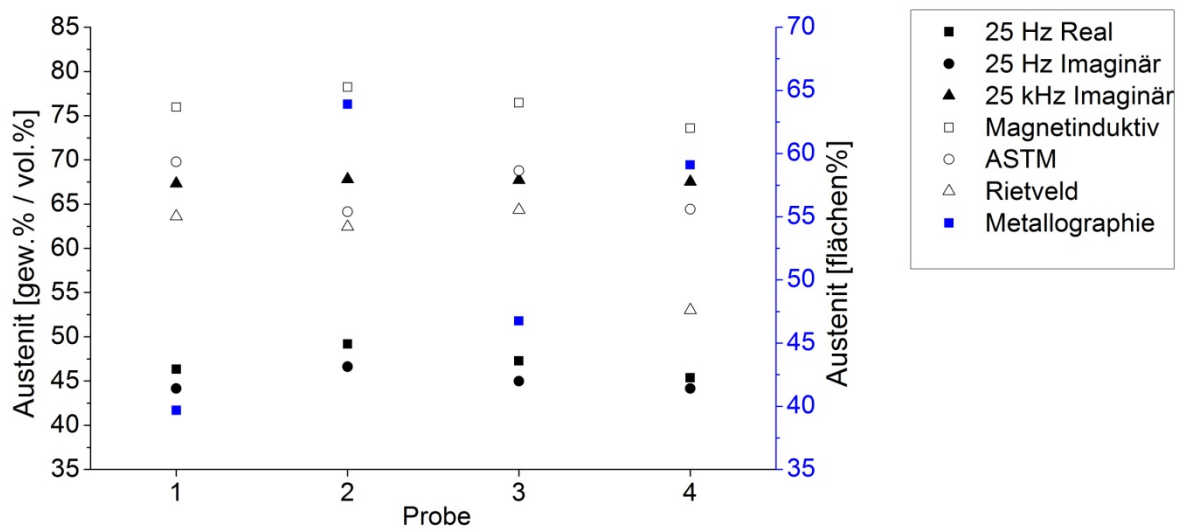
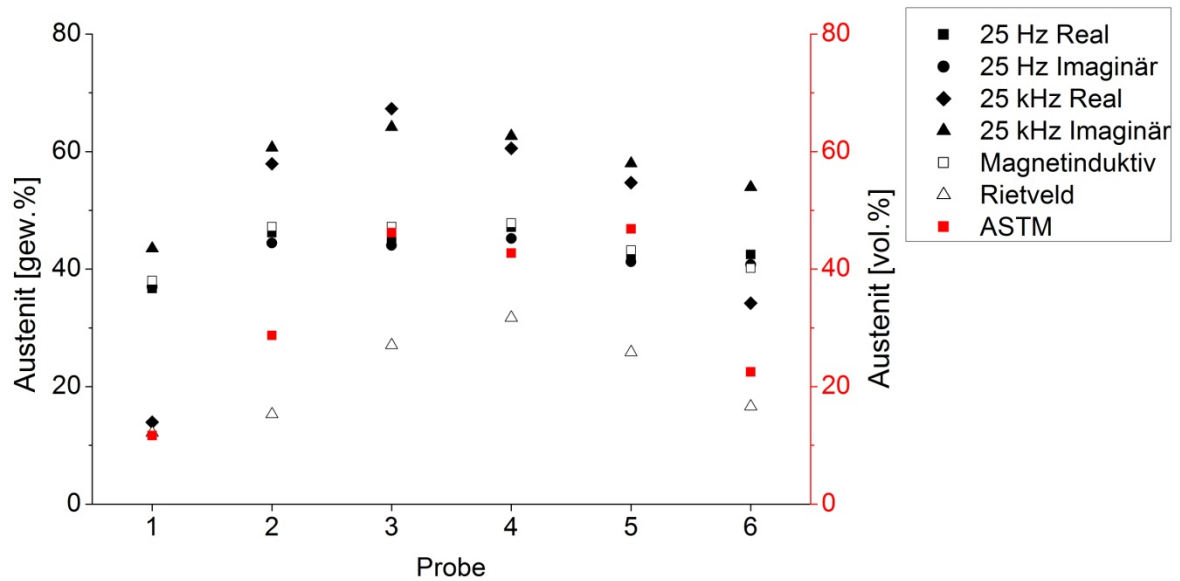


Abbildung 8: Übersicht Duplexstahlproben

Die Metallographie eignet sich hingegen für keine Quantifizierung des Austenitgehalts. Anhand Abbildung der Duplexproben sind große Schwankungen im Gehalt zu erkennen, die nicht mit den restlichen Verfahren in Übereinstimmung gebracht werden können. Obwohl das FISCHERSCOPE mit einer Prüffrequenz von 50 Hz arbeitet, liegen nur die Messwerte der ADI-Proben, Abbildung 9 in der Nähe der niederfrequenten Wirbelströme. Wie in Abbildung zu erkennen ist, zeigt das magnetinduktive Messverfahren bei den Duplexstahlproben die höchsten Austenitwerte.



**Abbildung 9:** Übersicht ADI-Proben

Weiterhin ist noch zu klären, wann genau Real- und Imaginärteil der Wirbelstrom-Kalibrierkurven zur Berechnung verwendet werden können. Die Auswertung der Diffraktogramme mit Hilfe des Rietveld-Verfahren stellt die genaueste Methode zur Berechnung des Austenitgehalts dar. Es können verschiedenste gerätetechnische Einflüsse und Probeneigenschaften berücksichtigt werden, die einen Einfluss auf das Diffraktogramm haben. Für eine exakte Quantifizierung müssen jedoch alle Kristall-Phasen identifiziert und dabei auch die Kristallstruktur bzw. auch die Atompositionen und deren Besetzung bekannt sein.

Der Vergleich der Ergebnisse wird durch die unterschiedlichen Einheiten, mit denen die unterschiedlichen Verfahren rechnen, verkompliziert.

## Referenzen

- [1] Petzow, G.: Metallographisches Keramographisches Plastographisches Ätzen. 6. Auflage. Gebrüder Borntraeger, Berlin Stuttgart, 1994. - 298 S. - ISBN 3-443-23014-8
- [2] Spieß, L. ; Teichert, G. ; Schwarzer, R. ; Behnken, H. ; Genzel, C.: Moderne Röntgenbeugung - Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker. 2. Auflage, Vieweg + Teubner Verlag, 2009. - 565 S. - ISBN 978-3-8351-0166-1
- [3] E975; Standart Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation. In: ASTM International (2008), S. 7