

Rissfortschritt in Sphärogussproben bei in-situ Zugversuchen im Synchrotron-Strahl

J. Crespo-Casanova, H.P. Degischer, IMST, TU Wien
C. Landron, E. Maire, MATEIS, INSA Lyon
B. Harrer, FH OÖ Forschungs- & Entwicklungs GmbH, Wels
K. Track, Georg Fischer Eisenguss GmbH, Herzogenburg

Zusammenfassung

Computertomografie ist eine zerstörungsfreie Prüfmethode, die mittels Röntgenstrahlung Inhomogenitäten in Werkstoffen räumlich abbildet. Graphitteilchen in Sphärogussgrundmatrix sowie Lunker geben starken Absorptionskontrast. Die Durchstrahlbarkeit von Eisenbasiswerkstoffen mit Röntgenmikrotomografie (μXCT mit $(7\ \mu\text{m})^3/\text{Voxel}$) erlaubt eine gute Ortsauflösung ($> 15\ \mu\text{m}$) in Proben mit Durchmessern $< 5\ \text{mm}$. Mikroporen ($< 100\ \mu\text{m}$) sind mittels μXCT von Graphitteilchen kaum unterscheidbar.

Dank der besonderen Brillanz der Synchrotron-Röntgenstrahlung (SCT mit Hochenergiestrahler ID15/ESRF, $(1,6\ \mu\text{m})^3/\text{Voxel}$) wird an Proben mit Durchmessern $< 1,5\ \text{mm}$ die Ortsauflösung auf $> 5\ \mu\text{m}$ erhöht. Die Graphitteilchen und Mikroporen können über ihre Form diskriminiert werden. Eine SCT-Aufnahme benötigt weniger als 10s, sodass in-situ Zugversuche beobachtbar sind.

Die Risseinleitung bis zum Bruchvorgang wird beobachtet und der lokalen Verteilung der Graphitteilchen und Mikroporen zugeordnet. Flachzugproben aus EN-GJS-700 mit quadratischem Querschnitt in der Messlänge und verschiedenen Graphitverteilungen werden zu Beginn des Zugversuches und in regelmäßigen Abständen während der Verformung an ID15A tomografiert. Die SCT Tomografien werden mit sub-Mikrometer-CT-Aufnahmen (μXCT mit $(0,75\ \mu\text{m})^3/\text{Voxel}$) nach dem Bruch korreliert. Als Befund wird die Wirkung der Graphitanhäufungen sowie der Mikroporen auf den Rissfortschritt während der Zugbelastung von Sphäroguss gezeigt.

Stichwörter: Sphäroguss, Synchrotrontomografie, Röntgentomografie, Rissfortschritt, Gussproben

1 Einleitung

Sphäroguss EN-GJS-700 (**Tabelle 1**) ist ein graues Gusseisen, das aus vorwiegend perlitischer Matrix besteht, und das besondere Gefügemerkmal sind die kugeligen Graphitausscheidungen, wodurch ausreichende Zähigkeit bei gleichzeitig hoher Festigkeit erreicht wird [1]. Für diese Arbeit wurden Proben aus einer Kurbelwelle der Fa. Georg Fischer Eisenguss GmbH entnommen.

Gebrochene Zugproben $< 5\ \text{mm}$ Durchmesser aus Sphäroguss EN-GJS-500 haben mittels μXCT) gezeigt [2], dass die Verteilung der Graphitteilchen nicht immer regelmäßig ist, sondern Flächen mit Anhäufungen von Graphitteilchen $> 50\ \mu\text{m}$ auftreten. Die Diskriminierung der Lunker $< 100\ \mu\text{m}$ von den Graphitteilchen war im μXCT nicht möglich.

Mittels Mikroradiografien mit $> (3\ \mu\text{m})^2/\text{Pixel}$ wurden die Schrumpfungsporen in Gussteilen aus Sphäroguss EN-GJS-700 abgebildet [3]. Diese Lunker sind wie die anschließenden Graphitzeilen orientiert. In den 3D Rekonstruktionen mittels μXCT (FH-OÖ Wels) mit $(6,95\ \mu\text{m})^3/\text{Voxel}$ ist erkennbar, dass die Schrumpfungsporosität aus zusammenhängenden Mikroporen besteht, die in den interdendritischen Bereichen räumlich angeordnet sind und sich in Graphitzeilen fortsetzen.

Velichko [4] beschrieb die 3D Morphologie der Graphitteilchen. Murakami [5] studierte den Einfluss der Größe der Graphitsphärolithen auf die Ermüdungseigenschaften, indem er sie als nicht metallische Einschlüsse in einer ferritisch-perlitischen Grundmatrix betrachtete. Anhäufungen von Graphitteilchen wirken Riss einleitend wie größere Einschlüsse.

In-situ Zugversuche im Synchrotron-Hochenergiestrahler der Beamline ID15 des ERSF in Grenoble [6] ermöglichen die tomografische Abbildung (SCT) der Veränderung der Mikrostruktur mit der Verformung. Der Rissfortschritt kann mit den Mikroporen sowie den Graphitanhäufungen korreliert werden.

2 Experimentelles

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung und Festigkeit des EN-GJS-700 (Gew. %)

C	Si	Mn	P	S	Mg	Cr	Cu	MgS	C _{eq}	R _m [MPa]	A[%]
3,72	1,93	0,68	0,028	0,002	0,04	0,02	0,91	0,04	4,42	>700	>2

Tabelle 2 Vergleich der verwendeten Tomografie Methoden

	Spannung (Energie)	Voxel	Proben Durchmesser	Räumliche Auflösungsvermögen	Messzeit /scann
μXCT	225 kV	(6,95 μm) ³	< 5 mm	15 – 20 μm	90 min
spXCT	145 kV	(0,75μm) ³	< 1,5 mm	5 – 10 μm	180 min
SCT	30-200 KeV	(1,6 μm) ³	< 1,5 mm	> 5 μm	30 s

Die ROI ist das 3. Hauptlager einer Kurbelwelle. Wegen der relativ hohen Schmelzmenge im 3. Hauptlager einer Kurbelwelle erfolgt die Erstarrung langsamer als in angrenzenden Bereichen und die Verbindung zum Speiser kann einfrieren. Dadurch können Lunker bzw. Mikroporen auftreten. Aus diesem Bereiche wurden Proben mittels Mikroradiografie ausgewählt, in denen keine Makroporosität erkennbar war. Daraus wurden Flachproben (siehe **Bild 1**) mit einem Querschnitt von ca. 1 x 1 mm² in der Messlänge gefertigt, um eine hohe Ortsauflösung im SCT zu erzielen.

Die Methode der in-situ Zugprüfung während der Tomografie ist in [7] beschrieben. Für die SCT-Aufnahmen mit (1,6 μm)³ /Voxel wurde der Zugversuch bei bestimmten Dehnungen angehalten. Die Dehnrate wurde mit 2μm/s eingestellt. Im Spannungs-Dehnungs-Diagramm in **Bild 1** erkennt man deutlich die Relaxation des Zugversuchsaufbaus während der Zeitspanne für die Tomografie (ca. 30 s). Die SCT-Aufnahme des Ausgangszustandes wurde im vorgespannten Zustand durchgeführt, der für die vier Proben unterschiedlich war, sodass die Nullpunkte der Kurven in **Bild 1** nicht übereinstimmen. Graphitteilchen und Poren kleiner als 7,5 μm werden nicht betrachtet. Graphitteilchen weisen Sphärizitätswerte > 0,7 auf und sind im Ausgangszustand nicht mit den Mikroporen verbunden. Diese können mittels einer visuellen Segmentierung nach der Form voneinander unterschieden werden.

Der Bruchbereich wurde nach dem Versuch mit einer hochauflösenden Mikrofokus-XCT Anlage (spXCT) an der FH-OÖ in Wels mit (0,75 μm)³ /Voxel tomografiert, um den Verlauf der Bruchflächen mit den SCT des Volumens der Messlänge zu korrelieren (siehe **Bild 2**). Die Bruchfläche wurde auch nach dem Versuch mittels Rasterelektronenmikroskopie abgebildet. Für die Auswertung der Tomografien und für die Anpassung der spXCT- mit der SCT-Datensatz wurde die Software ImageJ und Avizo verwendet.

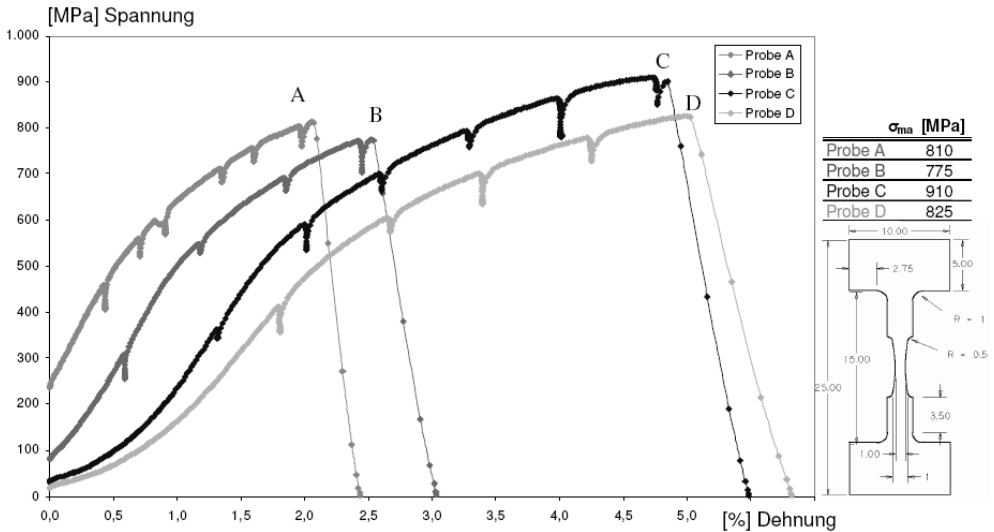


Bild 1 Spannungs-Dehnungs-Diagramm und Zugfestigkeitsangaben der in-situ Zugversuche im ID15-Strahl (Spannungsabnahmen entstehen während der SCT-Aufnahmezeit), sowie Skizze der Zugprobe

3 Resultate und Diskussion

In den Zugproben wurde mittels SCT Mikroporen ($200 \mu\text{m} > \text{Abmessungen} > 5 \mu\text{m}$) identifiziert, die in der Radiografie nicht erkennbar waren. In den Messlängen der Proben wurde der im SCT erkennbare Porenanteil mit $0,1 - 0,25 \text{ vol\%}$ bestimmt. Erst kurz vor dem Bruch wurde eine Erhöhung um weitere $0,1$ bzw. $0,2 \text{ vol\%}$ gemessen (**Bild 3a**). **Bild 4** zeigt, wie diese Erhöhung in der letzten Tomografie vor dem Bruch erfolgt: Rissfortschritt von Mikroporen zu Graphitteilchen und Ablösung der Graphitteilchen von der Matrix. **Bild 2a** zeigt die lokale Erhöhung des Porenanteils, dort wo im Ausgangszustand ein relativ hoher Lunkenanteil war und der Riss entstand.

Aus den SCT-Aufnahmen wurde die Graphitverteilung ermittelt (Nodularität, Partikeldichte und Graphitanteil) und mit der Auswertung aus metallografischen Schliffen verglichen (**Tabelle 3**). Während der Zugverformung nimmt der gemessene Graphitanteil mit der Dehnung zu (**Bild 3a**), was auf die Ablösung der Graphitteilchen von der Matrix zurückgeführt wird, die im SCT zu deren scheinbare Vergrößerung führt.

Tabelle 3 2D- und 3D-Charakterisierung der Graphitteilchen in den EN-GJS-700 Proben.

	2D	3D
Graphitanteil	9,05 %	7,8 - 8,4 %
Partikeldichte	278 /mm ²	4 - 5,5 x 10 ³ /mm ³
Nodularität	76 %	Sphärizität 75 - 85 %

Der μXCT Datensatz des Bruchbereichs mit der Bruchfläche wurde mit dem SCT Volumen vor dem Bruch zusammengeführt (**Bild 4b**). Der Rissverlauf zwischen den Mikroporen und den Graphitteilchen ist gut erkennbar. Aussagen über die Graphitverteilung um den Riss können getroffen werden.

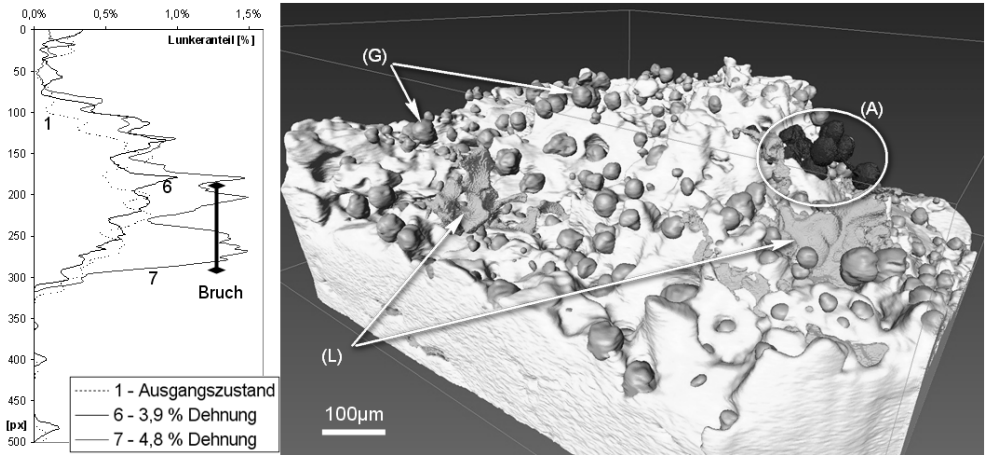


Bild 2 Zugprobe C: a) relative Variation des Lunkeranteils im Probenquerschnitt entlang der Messlänge (Einheit Pixel) bei verschiedenen Dehnungen (siehe **Bild 3a**) mit markiertem Bruchbereich; b) Darstellung der Bruchfläche mit den darin erscheinenden Mikroporen (L), kugeligen Graphitteilchen (G) und einer markierten Anhäufung (A).

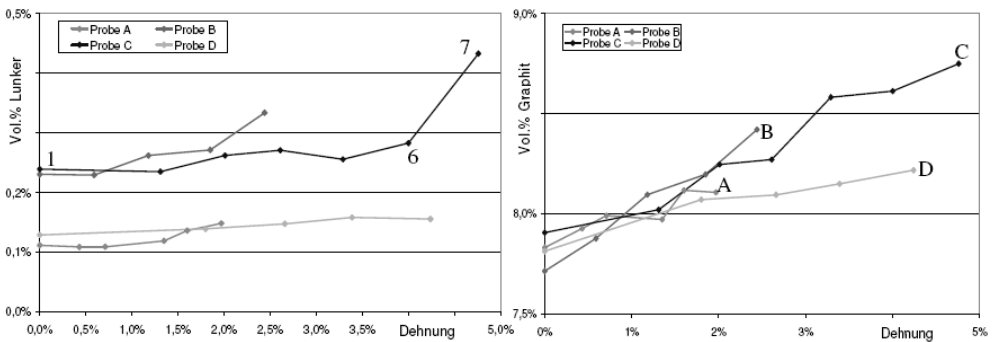


Bild 3 Entwicklung der Volumenanteile der gering absorbierenden Gefügebestandteile mit der Dehnung: a) Lunker / Poren b) Graphitteilchen mit Sphärizitäten > 0,7.

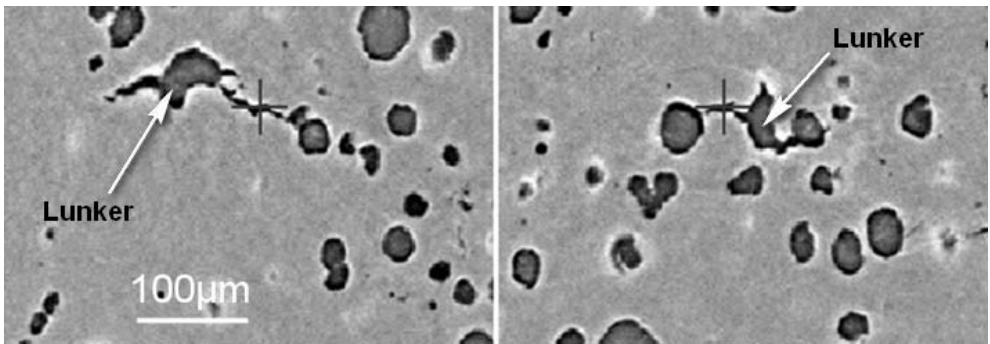


Bild 4 a) Frontal- (x,z) und b) Sagittalansicht (y,z) eines Risses (+), der kurz vor dem Bruch von einem Mikroporen zu benachbarten Graphitteilchen wächst. (Zugrichtung senkrecht)

4 Schlussfolgerungen

Mittels Absorptionskontrast-SCT ist die Unterscheidung von Graphitsphäroliten ($> 5 \mu\text{m}$) und Mikroporen durch die Form möglich.

Die Überlagerung von Tomografien vor und nach dem Bruch erlaubt die Korrelation des Rissverlaufs mit dem Gussgefüge. Die Lage und Ausdehnung der Porosität quer zur Zugrichtung erscheint für den Ort der Rissbildung als vorgegeben. Der Anriss entsteht im Querschnittsbereich mit dem relativ größten Porenanteil und verläuft zu den nächstgelegenen Graphitteilchen.

Risse in 45° -Scherrichtung werden durch Anhäufungen von Graphitteilchen (lokal $> 30 \text{ vol}\%$) beobachtet.

Graphitteilchen lösen sich von der sich plastisch verformenden Matrix im Bereich des Bruchs kurz vor dem Versagen ab. Trotz $0,1\text{-}0,3 \%$ Porenanteil ($> 5 \mu\text{m}$) im Ausgangszustand erreichten die Proben Festigkeiten um ca. 20% über den Werten für makroskopische Normproben.

Es wurde die Wirkung lokalisierter Mikroporen in geeigneten Zugproben mit einem Querschnitt von ca. $1 \times 1 \text{ mm}^2$ aus einem ausgewählten Bereich mit erhöhtem Mikroporenanteil auf den Rissfortschritt untersucht. Die möglichen Zusammenhänge sind auf Standard-Zugproben bzw. Eigenschaften des Bauteils nicht eindeutig extrapolierbar.

5 Ausblick

Die laufende Arbeit beinhaltet die Bestätigung dieses Befunds auch in mini Proben mit anderem Gefüge, sowie den Einsatz der Überlagerung von Tomografien vor und nach dem Bruch, um Rissfortschritt in Standard-Zugproben (6 und $8 \text{ mm}\varnothing$) zu beweisen.

6 Danksagung

Die Autoren danken der Fa. Georg Fischer Eisenguss GmbH, Herzogenburg, und der FFG für die Finanzierung im Rahmen des K-Projektes „Zerstörungsfreie Prüfung und Tomografie“ der COMET-Aktion

7 Literatur

- [1] Cast Irons, ASM Handbook (2008), Metals Park/USA.
- [2] B. Harrer, B. Plank, D. Moore, J. Kastner, H.P. Degischer: Röntgen-Computertomografie zur Charakterisierung von Heterogenitäten in metallischen Werkstoffen, Tagungsb. „Industrielle CT“, Wels, Shaker Verlag (2008), 89-95
- [3] B. Tomic, B. Harrer, A. Kottar, H.P. Degischer, L. Zeipper, J. Kastner: Charakterisierung der Grafitverteilung in Sphäroguss; in Sdbd. d. Praktischen Metallografie, 38 (2006), S. 113 - 120.
- [4] A. Velichko, C. Holzapfel, A. Siefers, K. Schladitz, F. Mücklich: Unambiguous classification of complex microstructures by their three dimensional parameters, Acta Mat. 56 (2008) 1981–1990.
- [5] Y. Murakami: Metal fatigue: effects of small defects and nonmetallic inclusions, Elsevier, Amsterdam (2002)
- [6] www.ersf.eu
- [7] E.Maire, O.Bouaziz, M.Di Michiel, C.Verdu: Initiation and growth of damage in a dual phase steel observed by X-ray micro-tomography, Acta Mat.56 (2008), 4954-4964.