Tagung
Werkstoffprüfung 2022

27. und 28. Oktober 2022
Dresden

Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand

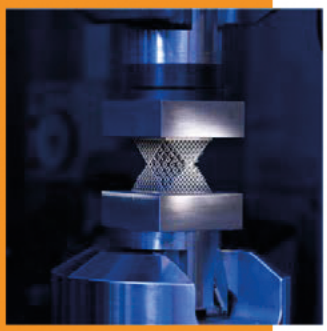
Prüftechnik – Kennwertermittlung – Schadensvermeidung

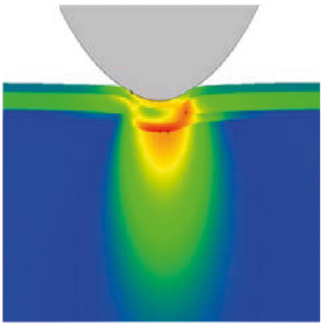
Herausgegeben von
Martina Zimmermann

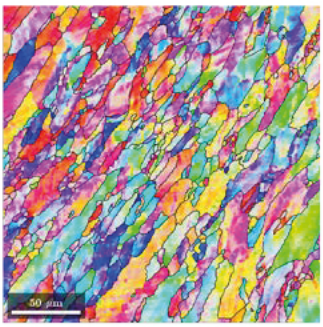
DGM
Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V.

DVM
Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung e.V.

Stahl
Stahlinstitut VDEh







Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand

Prüftechnik – Kennwertermittlung – Schadensvermeidung

Herausgegeben von
Martina Zimmermann

IMPRINT – IMPRESSUM
40. Vortrags- und Diskussionstagung Werkstoffprüfung 2022
Editor: Prof. Dr.-Ing. Martina Zimmermann

Veranstalter:
DGM - Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V.
Marie-Curie-Straße 11-17
53757 Sankt Augustin

T +49 (0) 69 75306 750
F +49 (0) 69 75306 733
E-Mail: dgm@dgm.de
Web: www.dgm.de

978-3-88355-430-3

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne schriftliche Zustimmung der DGM und der Herausgeber unzulässig und strafbar.

Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

This work, including all its parts, is protected by copyright. Any use outside the strict constraints of the German Copyright Law without the written permission of the DGM and the editors is prohibited and liable to prosecution.

This applies particularly for reproduction, translation, adaption on microfilm, and storage or processing in electronic systems.

© DGM - Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V.

Tagung „Werkstoffprüfung“
27. und 28. Oktober 2022 in Dresden

Herausgegeben von:

Prof. Dr. Martina Zimmermann
Institut für Werkstoffwissenschaft, Fakultät Maschinenwesen, TU Dresden
Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik, Dresden

Veranstalter:

Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V. (DGM)
Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung e.V. (DVM)
Stahlinstitut VDEh

Inhaltsverzeichnis

Künstliche Intelligenz als Allheilmittel – oder brauchen wir in Zukunft doch noch Werkstoffexperten? 1

Britz, D. (V)[1]; Müller, M.[2]; Bachmann, B.[1]; Herges, A.[1]; Mücklich, F.[2]

[1]Material Engineering Center Saarland (MECS), Saarbrücken; [2]Universität des Saarlandes

Schädigungsorientierte Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens glasfaserverstärkter Kunststoffe vom LCF- bis VHCF-Bereich 13

Hülsbusch, D. (V)[1]; Mrzljak, S.[1]; Helwing, R.[1]; Gerdes, L.[1]; Walther, F.[1]

[1]Technische Universität Dortmund

Verbunde für Lebensmittelverpackungen – Kombination von Film und Folie – Noch up-to-date? 24

Schubert, G.[1]

[1]Speira GmbH, Bonn

Was Stahlnormen leisten und was sie nicht leisten 45

Sommer, P. (V)[1]

[1]Dr. Sommer Werkstofftechnik GmbH

Hohlprobentechnik zur Werkstoffcharakterisierung im Ermüdungsversuch unter Druckwasserstoffeinfluss 54

Ebling, F. (V)[1]; Oesterlin, H.[1]; Reichenbacher, A.[1]; Wackermann, K.[1]

[1]Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg im Breisgau

Wasserstoffversprödung eines kaltumgeformten austenitischen TRIP-Stahls 61

Hempel, C. (V)[1]; Krüger, L.[1]; Mandel, M.[1]; Quitzke, C.[2]; Schröder, C.[1]; Volkova, O.[1]; Wendler, M.[1]

[1]Technische Universität Bergakademie Freiberg; [2]TU Bergakademie Freiberg

Rissfortschrittsuntersuchungen in gefügten Nickelbasiswerkstoffen bei hoher Temperatur 67

Bhadeliya, A. (V)[1]; Fedelich, B.[1]; Jokisch, T.[2]; Olbricht, J.[1]; Rehmer, B.[1]; Skrotzki, B.[1]

[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin; [2]Siemens Energy Global GmbH & Co. KG,, Berlin

Schadensanalyse an Fahrradkomponenten: Fraktographie, Ursachen, Prävention 73

Bettge, D. (V)[1]; Klinger, C.[1]; Roth, J.[2]

[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin; [2]Hochschule für Technik und Wirtschaft Berlin

Bewertung des Porositätseinfluss auf lokale mechanische Eigenschaften von Aluminiumgussbauteilen mittels digitaler Datenfusion 79

Lienhard, J. (V)[1]

[1]Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg im Breisgau

Nutzerunabhängige Analyse von Zugversuchsdaten für zukünftige Datenbanksysteme 85

Babaei, N. (V)[1]; Wang, J.[1]; Kisseler, E.[1]; Ackermann, M.[1]; Wesselmecking, S.[1]; Krupp, U.[1]

[1]RWTH Aachen University

Von der Labor-Prüfdatenspeicherung zum unternehmensweiten Werkstoff-Wissens-Management 92

Schaak, C. (V)[1]; Diekmann, U.[1]; Koch, B.[1]

[1]Matplus GmbH, Wuppertal

Werkzeuge zum Umgang mit Erfahrungswissen in der Werkstoffprüfung 99

Hausmann, S. (V)[1]; Ott, G.[1]; Schmauder, M.[1]

[1]Technische Universität Dresden

Zugversuchsdaten FAIR integriert: Von der normenkonformen Ontologie bis zu interoperablen Daten im Triple Store 105

Schilling, M. (V)[1]; Bayerlein, B.[1]; Birkholz, H.[2]; Chen, Y.[1]; Grundmann, J.[2]; Hadzic, N.[3]; Marschall, N.[1]; Portella, P.[4]; Skrotzki, B.[1]; Waitelonis, J.[5]; von Hartrott, P.[4]

[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin; [2]Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien (IWT), Bremen; [3]Institut für Mikrosystemtechnik (IMTEK), Universität Freiburg; [4]Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik (IWM), Freiburg; [5]Leibniz Institute for Information Infrastructure (FIZ), Karlsruhe

Einfluss von Prozessparametern auf die chemische Zusammensetzung von AlSi10Mg-Bauteilen beim pulverbettbasierten Elektronen-Strahlschmelzen 111

Kretzer, N. (V)[1]; Grimm, T.[1]; Ortmann, R.[1]; Sehrt, J.T.[1]

[1]Ruhr-Universität Bochum

Feature parameters for Metal Additive Surface Texture Characterization 117
Buchenau, T. (V)[1]; Amkreutz, M.[1]; Brüning, H.[1]
[1]Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung, Bremen

Mechanische Prüfung und Modellierung von LPBF prozessierten Gitterstrukturen inklusive optischer Verformungsmessung mittels DIC 124
Günther, F. (V)[1]; Gebert, A.[2]; Pilz, S.[2]; Schettler, S.[3]; Wagner, M.[3]; Zimmermann, M.[4]
[1]Technische Universität Dresden, Fraunhofer IWS Dresden; [2]Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung IWF Dresden; [3]Fraunhofer IWS Dresden; [4]Technische Universität Dresden, Fraunhofer IWS Dresden

Methodik zur mechanischen Charakterisierung additiv gefertigter Bauteile als Funktion der Ausrichtung während des Bauprozesses und den daraus resultierenden Oberflächeneigenschaften (CharAM) 131
Scheithauer, U. (V)[1]; Brouczek, D.[2]; Lorenz, N.[1]; Lube, T.[3]; Reichel, M.[1]; Schmid, H.[4]; Scholz, S.[1]; Schwarzer-Fischer, E.[1]; Schwentenwein, M.[2]; Staudacher, M.[3]
[1]Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS, Dresden; [2]Lithoz GmbH, Wien (Austria); [3]MU Leoben; [4]Gramm UG, Deggendorf

Prüfung anisotroper Materialeigenschaften für die simulative Auslegung von additiv gefertigten Kunststoffbauteilen 137
van Roo, T. (V)[1]; Fornoff, M.[1]
[1]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit, Darmstadt

Qualifikation bruchmechanikbasierter Lebensdauervorhersagen von additiv- und gießtechnisch- gefertigten Al-Si-Mg-Legierungen 143
Stammkötter, S. (V)[1]; Merghany, M.[1]; Tenkamp, J.[1]; Walther, F.[1]
[1]Technische Universität Dortmund

Synchrotron-basierte Analysemethoden zur hochauflösenden Prüfung additiv gefertigter metallischer Werkstoffe 150
Kölpin, N. (V)[1]; Thiry, M.[2]
[1]Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY, Hamburg; [2]Helmholtz-Zentrum hereon, Hamburg

Ungänzen in additiv gefertigten Bauteilen - Einfluss auf die dynamischen Festigkeiten 156
Weidig, C. (V)[1]
[1]Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH, Jena

Verhalten additiv gefertigter Werkstoffe unter Kavitationserosionsangriff 162
Treutler, K. (V)[1]; Dieffenbach, T.[1]; Lorenz, S.[1]; Spitzer, K.-H.[1]; Wesling, V.[1]
[1]Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld

Bewertung von IR-Schweißverbindungen an kurzfaserverstärkten Thermoplasten mittels digitaler Bildkorrelation 169
Schraa, L. (V)[1]; Gevers, K.[2]; Stommel, M.[1]; Töws, P.[3]; Uhlig, K.[1]
[1]Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V.; [2]Kunststofftechnik Paderborn, Universität Paderborn; [3]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Bruchmechanische Analyse des Delaminationswachstums in glasfaserverstärkten Verbundkunststoffen bei Ermüdungsbelastung 176
Just, G. (V)[1]; Brod, M.[2]; Gude, M.[1]; Hacker, G.[2]; Koch, I.[1]; Rolfes, R.[2]; Scheffler, S.[2]
[1]Technische Universität Dresden; [2]Leibniz Universität Hannover

Curvature Resistance Test – Eine Methodik zum Parametrisieren makroskopischer Materialmodelle von Verbundwerkstoffen zur Abbildung von plastischen Biegen und Falten 183
Schneider, T. (V)[1]; Miletzky, F.[2]
[1]Papiertechnische Stiftung, Heidenau; [2]Institut für Naturstofftechnik / TU-Dresden

Die experimentelle Etablierung von Prüfregimen für Verbundwerkstoffe in den 1930er und 1940er Jahren 189
Haka, A. (V)[1]
[1]Universität Stuttgart

Neue Methoden zur Charakterisierung von Proben aus dem Mikrospritzgießen in der Polymerwerkstoffentwicklung 196
Fischer, M. (V)[1]; Kühnert, I.[1]; Wiegand, J.-J.[1]
[1]Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.

Objektive Bewertung der Kratzersichtbarkeit auf genarbten Oberflächen 202
Fritz, S. (V)[1]; Simon, F.[1]
[1]FILK Freiberg Insitute gGmbH

Schädigungsmechanismenbasierte Quantifikation des Laminatrandeffektes in faserverstärkten Kunststoffen unter Ermüdungsbeanspruchung 209
Helwing, R. (V)[1]; Hülsbusch, D.[1]; Walther, F.[1]
[1]Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund

Visualisierung der Deformation kristalliner Strukturen während der mechanischen Beanspruchung thermoplastischer Polymere 216
Boldt, R. (V)[1]; Fischer, M.[1]; Kühnert, I.[1]; Spörer, Y.[1]
[1]Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.

Ableitung flacher Probengeometrien zur Abbildung mehraxialer Spannungszustände in Clinchverbindungen unter zyklischer Beanspruchung 223
Ewenz, L. (V)[1]; Kuczyk, M.[1]; Schöne, S.[1]; Zimmermann, M.[1]
[1]Technische Universität Dresden

Auswertung mehrachsiger Schwingfestigkeitsversuche am Beispiel von Baustahl und Gusseisen mit Kugelgraphit 229
Linn, A. (V)[1]; Esderts, A.[1]; Wächter, M.[1]
[1]Institut für Maschinelle Anlagentechnik und Betriebsfestigkeit, TU Clausthal, Clausthal-Zellerfeld

Auswirkung von Größeneinflüssen auf das zyklische Werkstoffverhalten von mischkristallverfestigtem GJS 237
Niewiadomski, J. (V)[1]; Bleicher, C.[1]; Kaufmann, H.[1]
[1]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Beurteilung des Einflusses von Strahlprozessen auf das zyklische Werkstoffverhalten von Gusseisen 244
Weichert, J. (V)[1]; Bleicher, C.[2]
[1]Technische Universität Darmstadt, Fachgebiet Systemzuverlässigkeit, Adaptronik und Maschinenakustik SAM; [2]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Bewertung der Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Lamellengraphit (GJL) anhand der Graphitmorphologie 250
Kansy, A. (V)[1]; Bleicher, C.[1]; Kaufmann, H.[1]; Kaynak, M.[2]
[1]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit, Darmstadt; [2]RWTH Aachen

Bewertung des Einflusses von Reparaturschweißungen auf das zyklische Werkstoffverhalten von dickwandigem Gusseisen mit Kugelgraphit 257
Bleicher, C. (V)[1]; Schönborn, S.[1]
[1]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Bewertung von Einflussgrößen auf die Streuung der Schwingfestigkeit 263
Jensen, M. (V)[1]; Esderts, A.[1]; Wächter, M.[1]
[1]Institut für Maschinelle Anlagentechnik und Betriebsfestigkeit, Clausthal-Zellerfeld

Charakterisierung des LCF-Ermüdungsverhaltens des in kerntechnischen Komponenten eingesetzten austenitischen Stahls X6CrNiNb18-10 269
Donnerbauer, K. (V)[1]; Acosta, R.[2]; Arndt, J.[3]; Bill, T.[4]; Boller, C.[2]; Heckmann, K.[3]; Schopf, T.[5]; Sievers, J.[3]; Starke, P.[4]; Walther, F.[1]
[1]Technische Universität Dortmund; [2]Universität des Saarlandes, Saarbrücken; [3]Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit (GRS), Köln; [4]Hochschule Kaiserslautern; [5]Universität Stuttgart

Charakterisierung des legierungs- und mikrostrukturabhängigen Korrosionsermüdungsverhaltens gelöteter X2CrNi18-9/NiCrSiB-Verbindungen 275
Otto, J.L. (V)[1]; Henkel, T.[1]; Kalenborn, A.[1]; Walther, F.[1]
[1]Technische Universität Dortmund

Die Ermittlung des Druckeigenspannungszuwachses beim Spannungsstrahlen von Parabelfedern gegenüber konventionellem Kugelstrahlen 281
Müller, E. (V)[1]
[1]Hochschule Bochum

Elektrische Widerstandsmessung zur effizienten Ermittlung von Bauteilwöhlerkurven 288
Blinn, B. (V)[1]; Beck, T.[1]; Eifler, D.[1]; Jost, B.[1]; Klein, M.[2]; Stelter, C.[3]
[1]TU Kaiserslautern; [2]TU Darmstadt; [3]ZF Friedrichshafen Group, Stemwede

Ermüdungseigenschaften von thermohydrogen erzeugten Gefügegradienten in Ti-6Al-4V 294
Schmidt, C.D. (V)[1]; Christ, H.-J.[1]; von Hehl, A.[1]
[1]Universität Siegen

Isolierte Betrachtung des Rauheitseinflusses im Schwingversuch 300
Hupka, M. (V)[1]; Esderts, A.[1]; Wächter, M.[1]
[1]Institut für Maschinelle Anlagentechnik und Betriebsfestigkeit, TU Clausthal, Clausthal-Zellerfeld

Rissinitiierungsort von Elektroband in Abhängigkeit der plastischen Verformung 307
Schwarz, P. (V)[1]
[1]Hochschule Esslingen

Schwingfestigkeitsverhalten von GJS-Werkstoffen mit unterschiedlichen Graphitdegenerationen 314
Steingräber, T. (V)[1]; Hoffmann, P.[2]; Bleicher, C.[2]
[1]Technische Universität Darmstadt; [2]Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Untersuchung des Frequenzeinflusses auf das Ermüdungsverhalten des Magnesiumblechwerkstoffs AZ31 321
Schöne, S. (V)[1]; Kirsten, T.[1]; Zeuner, A.T.[1]; Zimmermann, M.[1]
[1]Technische Universität Dresden

Untersuchungen zum Geometrie- und Frequenzeinfluss bei der Ermittlung zyklischer Kennwerte geclinchter Überlappverbindungen 328
Ewenz, L. (V)[1]; Kühne, R.[2]; Schöne, S.[1]; Zimmermann, M.[1]
[1]Technische Universität Dresden; [2]Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS, Dresden

Anrisserkennung an geclinchten Proben während einer zyklischen Belastung unter Nutzung eines Scanning Laser Doppler Vibrometers 335
Brosius, A. (V)[1]; Ewenz, L.[1]; Stephan, R.[1]; Zimmermann, M.[2]
[1]Technische Universität Dresden; [2]Technische Universität Dresden, Fraunhofer Institut für Werkstoff und Strahltechnik

Automatisierte Eigenspannungsmappings auf dreidimensionalen Oberflächen 342
Behler, J. (V)[1]; Holz, S.[1]
[1]sentenso GmbH, Datteln

Design der Probengeometrie und Charakterisierung der dynamischen Materialeigenschaften unter multiaxiale Hochgeschwindigkeitsbelastungen 348
Zeng, C. (V)[1]; Fang, X.[1]
[1]Universität Siegen, Lehrstuhl für Fahrzeugleichtbau

Entwicklung eines mobilen Prüfsystems zur Ermittlung der Kriecheigenschaften von in Laubholz geklebten Gewindestangen 355
Franck, P. (V)[1]; Scholz, R.[1]; Walther, F.[1]
[1]Technische Universität Dortmund

GPU-basierte Bildkorrelation für uni- und biaxiale Risswachstumsversuche 361
Blug, A. (V)[1]; Bertz, A.[1]; Carl, D.[1]; Conrad, F.[2]; Kontermann, C.[2]; Oechsner, M.[2]
[1]Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik IPM, Freiburg; [2]Technische Universität Darmstadt

Legierungsmodifikation und Einsatz hybrider Fräsprozesse zur Optimierung der Zerspanungssituation Ni-basierter Verschleißschutzauftragschweißungen mit definierten Oberflächen 368
Giese, M. (V)[1]; Kannengießer, T.[1]; Müller, T.[2]; Schröpfer, D.[1]; Treutler, K.[2]; Wesling, V.[2]
[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin; [2]Technische Universität Clausthal

Methoden zur Charakterisierung der Bindemechanismen bei geclinchten elektrischen Kontakten 374
Reschke, G. (V)[1]; Füssel, U.[1]; Kalich, J.[1]
[1]Technische Universität Dresden

Methoden zur Durchführung von Zugversuchen unter konstanten lokalen Dehnraten im Bereich niedriger bis hoher Prüfgeschwindigkeiten 380
Bisch, M.-M. (V)[1]; Fang, X.[1]; Reichmann, A.[1]; Zeng, C.[1]
[1]Universität Siegen

Oberflächenstrukturierte Spannbacken zur Prüfung hochfester Stähle 387
Weuthen, F. (V)[1]; Greef, M.[1]; Konrad, C.[1]
[1]SCHERDEL INNOTEC Forschungs- und Entwicklungs-GmbH, Marktredwitz

Prüftechnik zur Untersuchung der Ermüdungsschädigungsentwicklung in einem martensitischen Federstahl 393
Wildeis, A. (V)[1]; Brandt, R.[1]; Christ, H.-J.[1]; Fritzen, C.-P.[1]; Thimm, M.[1]
[1]Universität Siegen

Quantifizierung elektromagnetischer Eigenschaften durch Wirbelstrom-basierte Softsensoren 400
Hütter, S. (V)[1]; Halle, T.[1]; Mook, G.[1]
[1]Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Resistometriebasierte Charakterisierung der umform- und ermüdungsinduzierten Schädigung im Einsatzstahl 16MnCrS5 406
Lingnau, L.A. (V)[1]; Lücker, L.[1]; Walther, F.[1]
[1]TU Dortmund

Untersuchung zum Einfluss radioopaker Zwischenschichten bei der in-situ CT geclinchter Verbindungen 412
Köhler, D. (V)[1]; Gude, M.[2]; Kupfer, R.[2]; Troschitz, J.[2]
[1]Technische Universität Dresden; [2]Technische Universität Dresden - ILK

Vereinfachte dynamische Kalibrierung der Instrumentierung eines Split Hop-kinson Pressure Bar Versuchsstandes 420
Henschel, S. (V)[1]; Krüger, L.[1]
[1]TU Bergakademie Freiberg

Ausscheidungsverhalten und Eigenschaften der schweißbedingten Wärmeeinflusszonen hochfester Stähle in Abhängigkeit der Mikrolegierungsroute 427
Schröder, N. (V)[1]; Kannengießer, T.[1]; Rhode, M.[1]
[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Mechanisches Verhalten von Silica-Aerogelen in Abhängigkeit von der Druckdehnung 434
Fekadu, B. (V)[1]; Bartsch, M.[1]; Heyer, M.[1]; Milow, B.[1]; Rege, A.[1]
[1]Institut für Werkstoff-Forschung/Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V. (DLR), Köln

Prototypenfreie Charakterisierung der Garn-Auszugskraft 441
Strangfeld, M. (V)[1]
[1]FILK Freiberg Institute gGmbH (FILK)

Spannungszustandseinflüsse auf die Spaltbruchinitiierung in modernen krz-Stählen 447
Münstermann, S. (V)[1]; Lian, J.[2]; Shen, F.[3]
[1]RWTH Aachen University; [2]Aalto University; [3]RWTH Aachen

Untersuchung des Einflusses des vorliegenden Bindemechanismus auf die Körperschalldämpfung in Clinchverbindungen 454
Kalich, J. (V)[1]; Brosius, A.[1]; Füssel, U.[1]; Stephan, R.[1]
[1]Technische Universität Dresden

Zur Frage der Verwendung von Untermaßprobenergebnissen des Kerbschlagbiegeversuchs – eine ernüchternde Bilanz 462
Baer, W. (V)[1]; Wossidlo, P.[1]
[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Gesicherte Aussagen zur Konformität von Prüfergebnissen - Anforderungen und Herausforderungen aus DIN EN ISO/IEC 17025 468
Wieler, S. (V)[1]; Frenz, H.[2]; Kunze, K.[1]; Schenuit, E.[1]
[1]QUAISO GmbH, Marl; [2]Westfälische Hochschule, Recklinghausen

Neues aus der Normung auf dem Gebiet der Werkstoffprüfung 475
Lübbert, S. (V)[1]
[1]DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin

Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit für die Spannungskorrosion mittels C-Ringen für eine stranggepresste Mg-Dy-Nd-Legierung 481
Maier, P. (V)[1]
[1]Hochschule Strlasund, Stralsund

Werkstoffentwicklung für extreme Bedingungen – wichtige Prüfungen und neue Ansätze 488
Steinborn, C. (V)[1]; Gaitzsch, U.[2]; Kunz, W.[1]
[1]Fraunhofer IKTS Dresden; [2]Fraunhofer IFAM Dresden

Deformationsverhalten einer laserpulverauftragsgeschweißten Korrosionsschutzbeschichtung aus 1.4301 495
Zeuner, A.T. (V)[1]; Barbosa, M.[2]; Gerdt, L.[2]; Grün, P.[2]; Kaspar, J.[2]; Zimmermann, M.[1]
[1]Technische Universität Dresden; [2]Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik, Dresden

Flexible Nutzung eines Mehraxial-Prüfstandes bei der Untersuchung von Hochtemperatur- und Reibermüdung sowie des Reibverschleißes 502
Hahn, P. (V)[1]; Duó, P.[2]; Schlums, H.[2]; Thomas, A.[1]
[1]Siempelkamp Prüf- und Gutachter-Gesellschaft mbH, Dresden; [2]Rolls-Royce Deutschland Ltd & Co KG, Dahlewitz

Zyklischer Ritztest an unterschiedlich dotierten amorphen Kohlenstoffschichten 508
Wilsnack, E. (V)[1]; Makowski, S.[1]; Zawischa, M.[1]; Zimmermann, M.[1]
[1]Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS, Dresden

Auswirkung des Aufschlagimpulses auf das dynamische Bruchzähigkeitsverhalten von 42CrMo4 und EN-GJS-400-18 515
Koch, K. (V)[1]; Henschel, S.[1]; Krüger, L.[1]
[1]Technische Universität Bergakademie Freiberg

Bruchmechanische Untersuchungen an hochfesten Schweißverbindungen zur Qualitätssicherung im Mobilkranbau 521
Hähnel, U. (V)[1]; Hübner, P.[2]
[1]Hochschule Mittweida; [2]Weißenborn

Ermittlung des Schwellenwerts gegen Ermüdungsrissausbreitung bei hohen Lastverhältnissen in kontrollierter Atmosphäre 529
Schönherr, J.A. (V)[1]; Geilen, M.B.[1]; Klein, M.[1]; Oechsner, M.[1]
[1]Technische Universität Darmstadt

Ermüdungsrisswachstum unter proportionaler und nicht-proportionaler räumlicher Mixed-Mode-Belastung 535
Köster, P. (V)[1]; Sander, M.[1]
[1]Universität Rostock

Gezielte Werkstoffprüfung zur fail safe-Bauteilauslegung am Beispiel eines Achsschenkels 541
Baer, W. (V)[1]; Breidung, M.[1]; Wossidlo, P.[1]; Wahl, K.[1]; Gerwien, P.[1]; Zerbst, U.[1]; Madia, M.[1]; Küppers, M.[2]
[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin; [2]MAN Truck & Bus, München

Rissfortschrittsuntersuchungen und Simulationen an einem Großwalzlagerstahl für Windenergieanlagen 547
Friederici, V. (V)[1]
[1]Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien – IWT, Bremen

Schädigungsverhalten in dickwandigen Gusskomponenten aus GJS-600-3 mit Gefügegradienten 554
Hübner, S. (V)[1]; Henschel, S.[1]; Krüger, L.[1]; Lehnert, R.[1]
[1]Technische Universität Bergakademie Freiberg

Vorwort

Der vorliegende Berichtsband zur Tagung „Werkstoffprüfung 2022“, die erstmalig in Dresden stattfand, enthält eine nahezu vollständige Darstellung der als Vorträge oder Poster bei der Veranstaltung präsentierten Beiträge. Unter dem Leitthema „Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand“ mit dem Untertitel „Prüftechnik – Kennwertermittlung – Schadensvermeidung“ wurden vom Programmausschuss insgesamt 12 Themenschwerpunkte definiert. Darunter fanden sich sowohl etablierte Themen wie die Ermüdung und Betriebsfestigkeit oder auch die bruchmechanische Prüfung als auch zunehmend an Bedeutung gewinnende Fragestellungen auf den Gebieten der Prüfung additiv gefertigter Strukturen oder auch den neuen digitalen Konzepten und Methoden bis hin zum Datenmanagement. Das hybride Format der Tagung fand große Zustimmung, und es konnte eine sehr hohe Zahl von Beitragsanmeldungen verzeichnet werden. Die nunmehr 40. Tagung dieser seit Jahren erfolgreichen Veranstaltung hat somit nichts an Attraktivität eingebüßt. Dies ist nicht zuletzt dem Mehrwert des Netzwerkcharakters der Tagung durch die gemeinsame Ausgestaltung des Programms aus Vertreter*innen dreier Verbände – der Deutschen Gesellschaft für Materialkunde e.V. (DGM), dem Stahlinstitut VDEh und dem Deutschen Verband für Materialforschung und -prüfung e.V. (DVM) - zu verdanken. Wie bereits in den vergangenen Jahren werden in den vielfältigen Beiträgen alle Werkstoffklassen adressiert, wobei der deutliche Anstieg an Beiträgen auf dem Gebiet der Kunststoffe bzw. Verbundwerkstoffe hervorzuheben ist. Die örtlichen Randbedingungen im Hygienemuseum in Dresden erlaubte auch den Ausstellern eine Vorstellung ihrer jüngsten Entwicklungen und Produkte in Präsenz. Darüber hinaus wurden sie auch aktiv in das Vortragsprogramm eingebunden.

Das vielfältige Programm der Tagung zeigte wieder einmal, wie sehr die Materialkunde eine Fülle an Lösungsansätzen auf wichtige Fragen bietet, die unsere Gesellschaft heute beschäftigen, sei es der nachhaltige Umgang mit unseren Ressourcen, seien es Technologien zur Erreichung der Klimaneutralität, die technische Adaptierung biologischer Prinzipien oder auch die Entwicklung neuer medizinischer Produkte. Die Vorträge unterstrichen, dass eine wesentliche Voraussetzung zur wirtschaftlichen Wertschöpfung von Innovationen aus dem Bereich der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik eine solide Kenntnis über die Zuverlässigkeit der Werkstoffe und der daraus entstehenden Produkte ist. Der modernen Werkstoffprüftechnik sowie neuesten Messtechniken kommen hierbei eine zentrale Bedeutung zuteil. Unterstützt werden diese Prozesse zunehmend durch ein digitales Datenmanagement und der Einsatz des maschinellen Lernens zur Datenauswertung. Aber gerade im Zuge des digitalen Wandels in der Werkstoffprüfung rückt auch die Frage nach der Datenqualität erneut in den Vordergrund. Sowohl im Rahmen der Vorträge als auch der Podiumsdiskussion trafen hier die „alte“ und die „neue“ Welt der Werkstoffprüfung aufeinander, denn die Normung von Prüfverfahren, die Gewährleistung und Weiterentwicklung im Bereich Qualitätssicherung, ein gemeinsames Verständnis für die Entwicklung standardisierter Prüfprozesse, die Erfassung und Dokumentation von Messunsicherheiten oder auch die Entwicklung neuer Prüfstrategien und deren Validierung stellen die Eckpfeiler einer zukünftigen Datenexploration dar.

Wenngleich die neuen digitalen Formate der Präsentation und der Veröffentlichung von Forschungsergebnissen die Bedeutung des klassischen Buchdrucks als Konferenzband ein wenig in den Hintergrund treten lassen, soll dieser Tradition der Tagung Werkstoffprüfung dennoch mit dem vorliegenden Werk Rechnung getragen werden. Es ergänzt das zusätzlich im Nachgang zur Tagung eröffnete Angebot, sich die Vorträge online auf der Veranstaltungsplattform der DGM ansehen zu können.

Die Fertigstellung des Buchbands konnte nur in einer konzentrierten Zusammenarbeit aus Autoren, Mitautoren und den „Helfern im Hintergrund“ gelingen. Daher gilt mein ausdrücklicher Dank an alle Manuskriptverantwortlichen durch ihre Einhaltung der Formatvorgaben die Hürde für den endgültigen „Feinschliff“ der Schriftfassungen so gering wie möglich zu halten. Besonderer Dank gilt der gleichwohl noch bewältigten akribischen Durchsicht aller Manuskripte durch Frau Dimter. Ebenfalls ein ausdrücklicher Dank gilt Frau von der Bey, welche die reibungslose Organisation der Tagung ermöglichte und gemeinsam mit dem gesamten DGM-Team maßgeblich zum Erfolg derselben beigetragen hat. Die durchweg hohe Qualität der eingereichten Beiträge hat es den Mitgliedern des Programmausschusses zweifelsohne erleichtert, in einem engen Zeitfenster deren Begutachtung vorzunehmen. Trotz allem war es ein Kraftakt aller, für den ich mich auch noch einmal ausdrücklich bedanken möchte.

Prof. Dr.-Ing. Martina Zimmermann
Institut für Werkstoffwissenschaft, Fakultät Maschinenwesen, TU Dresden
Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik, Dresden
Vorsitzende des Programmausschusses der Tagung „Werkstoffprüfung 2022“

Künstliche Intelligenz als Allheilmittel – oder brauchen wir in Zukunft doch noch Werkstoffexperten?

Artificial intelligence as a panacea - or will we still need materials experts in the future?

Martin Müller[1,2], Dominik Britz[1,2,3], Björn Bachmann[1,2], Adrian Herges[1,2], Frank Mücklich[1,2,3]
[1] Material Engineering Center Saarland, Campus D3.3, 66123 Saarbrücken
[2] Lehrstuhl für Funktionswerkstoffe, Universität des Saarlandes, Campus D3.3, 66123 Saarbrücken
[3] Surfunction GmbH, Campus A1.1, 66123 Saarbrücken

Kurzfassung –. Künstliche Intelligenz (KI) und maschinelles Lernen (ML) haben in der Materialwissenschaft Einzug gehalten und innerhalb kürzester Zeit zu einem regelrechten Hype geführt. Dies führt allerdings dazu, dass auch viele Experten ohne materialwissenschaftlichen Hintergrund ML als Allheilmittel zur Bearbeitung von Fragestellungen in diesem Bereich einsetzen - allerdings ohne die komplexen materialspezifischen Fragestellungen genau zu berücksichtigen. Bei näherer Betrachtung wird jedoch schnell klar, dass nur ein kleiner Teil eines ML-basierten Segmentierungs- oder Klassifizierungsworkflows aus dem ML-Code selbst besteht. Hier wird ein ganzheitlicher Ansatz zur ML-basierten Gefügeanalyse vorgestellt, mit besonderem Fokus auf der Reproduzierbarkeit der Probenkontrastierung, korrelativen Mikroskopieansätzen und Methoden zur objektiven Zuordnung der Grundwahrheit. Dies stellt die Grundlage für eine erfolgreiche Implementierung ML-basierter Gefügeanalysen dar, wodurch auch die oft genannten Vorteile des ML wie Objektivität und Reproduzierbarkeit erreicht werden können. Als Anwendungsbeispiele werden die Segmentierung und Klassifizierung komplexer Stahlgefüge betrachtet. Dabei zeigt sich, dass trotz aller Fortschritte in KI und ML die materialwissenschaftliche Domänenexpertise immer noch unersetzlich ist.

Stichwörter: künstliche Intelligenz, maschinelles Lernen, Gefügeanalyse, Metallographie

Abstract – Artificial intelligence (AI) and machine learning (ML) have found their way into materials science and have led to a real hype within a very short time. However, this has led to many experts without a materials science background also using ML as a panacea for dealing with issues in this field - albeit without taking the complex materials-specific issues into account. On a closer look, however, it quickly becomes clear that only a small part of an ML-based segmentation or classification workflow consists of the ML code itself. Here, we present a holistic approach to ML-based microstructural analysis, with particular focus on reproducible sample contrasting, correlative microscopy approaches, and methods for an objective ground truth assignment. This provides the basis for a successful implementation of ML-based microstructural analysis, which in turn allows to achieve the often-mentioned advantages of ML such as objectivity and reproducibility. As application examples, the segmentation and classification of complex steel microstructures are presented. It is shown that despite all the advances in AI and ML, the materials science domain expertise is still irreplaceable.

Keywords: artificial intelligence, machine learning, microstructure analysis, metallography

1 Einleitung

Künstliche Intelligenz (KI) und maschinelles Lernen (ML) sind rasant wachsende Gebiete, die nahezu alle technologischen Aspekte der Gesellschaft betreffen und transformative Auswirkungen haben können [1]. Der endgültige Durchbruch des ML in Form der sog. faltungsbasierten neuronalen Netze (engl. convolutional neural network, CNN) fand im Jahre 2012 statt. Insbesondere bei der Bildverarbeitung und Spracherkennung konnten diese schnell herausragende Ergebnisse erzielen. Weitere treibende Kräfte für die Entwicklung und Verbreitung von KI und ML waren und sind u. a. das autonome Fahren oder biomedizinische Anwendungen, wo konventionelle Auswerteansätze schnell übertroffen wurden [2,3].

Auch in der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik haben sie inzwischen Einzug gehalten und erfreuen sich stetig wachsender Popularität. Dies spiegelt sich in einer kontinuierlich

steigenden Zahl an Veröffentlichungen wider. Darüber hinaus sind diese Themen inzwischen bei fast jeder Tagung oder Konferenz präsent, oft auch als separate Sessions. Man kann sogar so weit gehen und feststellen, dass mittlerweile ein regelrechter Hype in der materialwissenschaftlichen und werkstofftechnischen Community entstanden ist. Die Anwendungsfelder von KI/ML in dieser Fachrichtung sind äußert vielfältig: Angefangen in allgemeinen Bereichen wie die Auswertung großer Mengen hochdimensionaler Daten, das Ersetzen von mühsamen, zeitaufwändigen Arbeiten, die Modellierung analytisch nicht mehr zugänglicher Fragestellungen bis hin zu sämtlichen Aspekten der Bildverarbeitung. Entsprechend einer kürzlich veröffentlichten TMS Studie [4] können weitere, spezifische Anwendungsklassen definiert werden: (1) Entdecken und Designen von Werkstoffen, (2) Optimieren von Werkstoffen und Prozessen, dabei auch das Erkennen von Anomalien in Fertigungsprozessen, (3) vorausschauende Wartung und Zustandsüberwachung von Bauteilen, (4) Werkstoffcharakterisierung in Bezug auf Qualitätskontrollen und Bildverarbeitung.

Eine besondere Bedeutung kommt der Werkstoffcharakterisierung und Gefügeanalyse zu. In den vergangenen Jahren konnte in der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik ein Paradigmenwechsel festgestellt werden, von der erfahrungsbasierten Prozess-Eigenschafts-Korrelation hin zu einer gefügebasierten Werkstoffentwicklung. Das Gefüge wird dabei als der zentrale Informationsträger betrachtet, der einerseits skalenübergreifend Informationen über verschiedene Prozessschritte speichert und andererseits die mechanischen Eigenschaften bestimmt. Ziel ist dabei immer das Aufstellen von Prozess-Gefüge-Eigenschaftskorrelationen. Daher spielt das Gefüge sowohl in der Entwicklung und Erforschung neuer Hochleistungswerkstoffe als auch in der Qualitätssicherung eine zentrale Rolle. Beginnend bei der metallographischen Präparation über die Kontrastierung, Segmentierung, Quantifizierung bis zur Klassifizierung des Gefüges kommt jedem einzelnen Prozessschritt der Gefügeauswertung eine große Bedeutung zu. Durch immer komplexere und kleiner werdende Gefügebestandteile, mit gleichzeitig immer engeren Toleranzen und höheren Qualitätsanforderungen, stoßen bisherigen Auswertemethoden jedoch zunehmend an ihre Grenzen. Die größte Herausforderung auf dem Weg zur gefügebasierten Werkstoffentwicklung stellen jedoch die Gefügesegmentierung und -klassifizierung dar, die noch immer oft rein subjektiv von Experten vorgenommen werden [5]. Darüber hinaus fallen durch Fortschritte und Automatisierung von Charakterisierungsmethoden immer größere und höherdimensionale Datenmengen an, die einerseits bewältigt werden müssen, andererseits aber auch großes, bisher ungenutztes Potenzial an Informationen enthalten. Auch für die Werkstoffprüfung ist das Gefüge ein ganz essentieller und unverzichtbarer Teil. Gleichfalls sind die im Rahmen der Gefügeforschung entwickelten Methoden des maschinellen Lernens sowohl für die zerstörungsfreie als auch die zerstörende Werkstoffprüfung anwendbar und adaptierbar.

Zu einem gewissen Grad ist der ML Hype verständlich, versprechen Methoden des ML doch explizite Mehrwerte wie Automatisierung und Effizienzsteigerung oder erhöhte Objektivität und Reproduzierbarkeit der durchgeführten Auswertungen, z. B. bei der Gefüge-Segmentierung, -Quantifizierung oder -Klassifizierung. Viele Datenwissenschaftler und Informatiker ohne den entsprechenden materialwissenschaftlichen Background oder werkstofftechnisches Knowhow preisen ML allerdings geradezu als Allheilmittel an. Die komplexen materialspezifischen Grundlagen, Fragestellungen, Interpretationen und Herausforderungen werden jedoch weitestgehend ausgeblendet.

Beim überwachten ML erhält ein Algorithmus einen Satz an Trainingsdaten und zugehörigen zu erwartenden Ergebnissen und lernt daraus eine Funktion, die die Eingabedaten auf die Ausgabe abbildet. Grundlegend und entscheidend für den Erfolg des ML ist die Zuordnung der sog. Grundwahrheit, also den Trainingsdaten die zugehörigen zu erwartenden Ergebnisse zuzuordnen. Synonym für Grundwahrheit werden auch die Begriffe Label oder Annotation verwendet. Dieser Grundwahrheit kommt eine enorme Bedeutung zu, da die sog. starke KI, die selbstständig Aufgaben erkennen und sich das Wissen dazu aneignen kann [6], also ein selbstlernendes System ist, nämlich noch bei Weitem nicht in greifbarer Nähe ist und wir uns in der sog. schwachen KI befinden. Diese kann nicht selbstständig lernen, stattdessen ist ihre Lernfähigkeit zumeist auf das Trainieren von Erkennungsmustern (ML) reduziert, wo-

durch auch komplexe, aber klar definierte Aufgaben mit einer festgelegten Methodik bewältigt werden können [6]. Vereinfacht gesagt sehen sich Computer dementsprechend nur die Dinge an, die wir ihnen vorgeben zu sehen, und dieser anfängliche menschliche Input ist beim ML genau das, was seine Genauigkeit beeinträchtigen kann. Bei vergleichsweise einfachen Fragestellungen, d. h. Gefüge, die für alle Experten eindeutig zu beurteilen sind und bei denen es überwiegend um eine Automatisierung der Auswertung geht, stellt eine objektive Zuordnung der Grundwahrheit normalerweise kein Problem dar. Werden die Gefüge allerdings komplexer, und damit auch der Interpretationsspielraum bei der Beurteilung und die Uneinigkeit zwischen Experten größer, stellt die objektive Zuordnung der Grundwahrheit eine große Herausforderung dar, und es kann leicht eine subjektive Komponente Einzug halten, die sich dann durch den gesamten ML-basierten Arbeitsablauf ziehen wird, sodass die oftmals als Vorteil des ML genannte Objektivität nicht mehr gewährleistet ist. Das betrifft zum Beispiel die Definition von Klassen, die Zuordnung von Bildern zu diesen Klassen und die Annotation von Bildregionen für die Segmentierung. All dies sind schwierige Aufgaben, wenn sich der menschliche Experte ausschließlich auf das visuelle Erscheinungsbild des Gefüges verlassen muss, das von verschiedenen menschlichen Experten unterschiedlich wahrgenommen werden kann. Dies, und die schließlich genutzten Ansätze zur Zuordnung der Grundwahrheit, werden nur selten ausführlich genug diskutiert.

Dementsprechend ist es bei der Auswertung komplexer Gefüge nicht mehr ausreichend, nur Gefügeaufnahmen zu betrachten und diese in einen ML Algorithmus einzugeben. Stattdessen muss eine ML-basierte Auswertung ganzheitlich betrachtet werden, wobei besonderer Fokus auf den Prozessschritten (Probenpräparation und -kontrastierung, Bildaufnahme) hin zum Erhalt der Gefügeaufnahmen, die einen signifikanten Einfluss auf das Erscheinungsbild des Gefüges haben können, sowie der Zuordnung der Grundwahrheit für das ML liegen muss [7]. Dafür wird unsere grundlegende Domänenexpertise benötigt. Dies ist in **Bild 1** illustriert, wo plakativ Bilder natürlicher Szenerien und Gefügeaufnahmen sowie Bruchflächen gegenüberstellt werden.

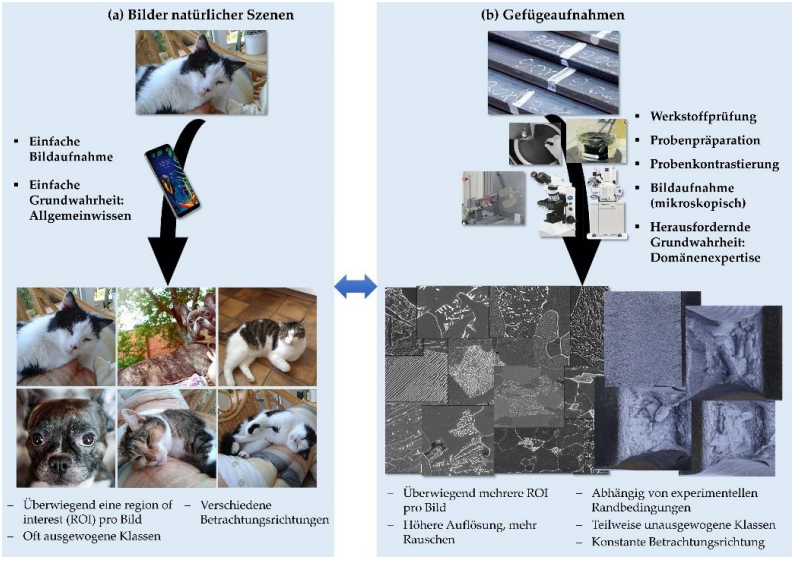


Bild 1: Gegenüberstellung von Bildern natürlicher Szenerien und Gefügeaufnahmen.
Figure 1: Comparison of natural scene images and microstructural images.

Nur eine solche ganzheitliche Betrachtung mit Fokus auf materialwissenschaftliche Aspekte kann die Grundlage für eine erfolgreiche Implementierung ML-basierter Gefügeanalysen und die Entfaltung der Vorteile des ML bilden, also Automatisierung, Objektivität und Reproduzierbarkeit sowie das Ermöglichen neuer Auswertungen komplexer Gefüge, für die konventionelle Ansätze bisher keine zufriedenstellenden Ergebnisse geliefert haben. Im Folgenden werden in Form eines Reviews der ganzheitliche Ansatz sowie einzelne Schritte/Methoden näher erörtert und Anwendungsbeispiele von erfolgreich implementierten ML-basierten Gefügeanalysen vorgestellt.

2 Methoden

Ganzheitlicher Ansatz für die ML Implementierung

Bild 2 skizziert eine solche ganzheitliche Betrachtung. Das Hauptaugenmerk wird im Folgenden auf der Probenkontrastierung, der Bildaufnahme in Form korrelativer Mikroskopie sowie der Zuordnung der Grundwahrheit liegen.



Bild 2: Ganzheitlicher Ansatz für die Implementierung einer ML-basierten Gefügeanalyse.
Figure 2: Holistic approach for the implementation of ML-based microstructure analysis.

Hinsichtlich Grundwahrheit gibt es starke Interdependenzen insbesondere zur Probenauswahl und Bildaufnahme. Bspw. kann durch eine geschickte Probenauswahl oder die Herstellung von Referenzzuständen die Grundwahrheit bereits vorgegeben werden. Durch eine korrelative Charakterisierung kann die Grundwahrheit ebenfalls bereitgestellt werden, indem mit sensitiveren, höher aufgelösten Methoden Gefügestrukturen oder Sachverhalte komplett aufgeklärt und Referenzen geschaffen werden.

Indem durch die ganzheitliche Betrachtung Prozesse, die zum Erhalt einer Gefügeaufnahme führen, verstanden und weitestgehend kontrolliert werden, können die Reproduzierbarkeit verbessert und Varianzen auf ein sinnvolles Maß begrenzt werden. Nach aktuellem Stand unserer Arbeiten kann dies die für das ML benötigte Datenmenge erheblich reduzieren und ML einfacher anwendbar machen, d. h. etablierte, verstandene und robuste Ansätze aus der Informatik können vergleichsweise einfach und unkompliziert eingesetzt werden.

Am Ende der ML Anwendung sollte immer eine Interpretation stehen. Durch Betrachtung von Fehlklassifizierung oder den wichtigsten Merkmalen bzw. Bildbereichen für die Entscheidungsfindung des ML Algorithmus können Rückschlüsse auf praktisch alle vorherigen Schritte gezogen werden. Dies kann auch dabei helfen, den oft intransparenten Entscheidungsfindungsprozess von ML Modellen besser nachvollziehen zu können. Dies ist sehr wichtig, da der „Blackbox-Charakter“ des ML in der Materialwissenschaft noch oft ein Grund ist, ML nicht einzusetzen [8].

Probenkontrastierung

Die Kontrastierung hat den größten Einfluss auf das letztliche Erscheinungsbild des Gefüges und dadurch auch darauf, wie das Gefüge beurteilt wird. Dabei gibt es nicht nur Unterschiede zwischen verschiedenen Ätzmitteln, auch innerhalb eines Ätzmittels kann durch Parameter wie Zeit, Temperatur, Konzentration oder durch Umgebungseinflüsse eine signifikante Varianz an Gefügeerscheinungen auftreten. Aufgrund des fehlenden Verständnisses über exakte Wirkweisen der Ätzungen werden nur einige wenige Ätzungen und diese meist rein empirisch eingesetzt. Neben enormem Potenzial, was insbesondere durch Farbätzun-

gen somit nicht erschlossen wird, kommt es durch die empirische, stark subjektiv durchgeführte Ätzung häufig zu fehlender Reproduzierbarkeit und großen Varianzen im Erscheinungsbild des Gefüges, was wiederum eine manuelle Gefüge-Beurteilung durch einen Experten als auch eine automatisierte Auswertung mit Methoden des maschinellen Lernens erschwert.

Um die Objektivität einerseits signifikant zu steigern und die maximalen Möglichkeiten einer Gefügekontrastierung andererseits auszuschöpfen, entwickelten Britz et al. zunächst mit dem Fokus auf Stahl- und eisenbasierte Werkstoffe eine Methodik und einen Aufbau zur objektiven, kontrollierten und reproduzierbaren Ätzung [9,10]. Neben kontrollierten und einstellbaren Ätzbedingungen zur Steigerung der Ätzqualität und Reproduzierbarkeit wurde mit der Möglichkeit der In-situ-Beobachtung des Ätzvorgangs auch ein Werkzeug entwickelt, um das bestmögliche Kontrastierungsergebnis feststellen zu können. Gleichzeitig eröffnet der Aufbau, der inzwischen gemeinsam mit der Firma Cloeren Technology zum Patent angemeldet wurde und (102022104461.0, 102022104460.2) und unter dem Markennamen ThEtching kommerziell verfügbar ist, die gezielte Optimierung von Kontrastierungen bzw. Substitution kritischer Ätzkomponenten durch die systematische Untersuchung alternativer Rezepturen.

Für den Einsatz im Bereich des maschinellen Lernens ergeben sich somit nicht nur enorme Vorteile für die Erstellung bestmöglicher Gefügeaufnahmen, sondern auch die Möglichkeit, die gezielte Herstellung von Varianzen der gleichen Gefügepositionen, um ein möglichst robustes Modell trainieren zu können, erzeugen zu können. Im Rahmen eines ganzheitlichen Ansatzes zur Gefügeklassifizierung kann auch nach der Erstellung des Modells mit einem derartigen Ansatz eine hohe Objektivität und Automatisierung erzielt werden.

Korrelative Mikroskopie

Bei den komplexen Gefügen moderner Werkstoffe kann eine einzige Charakterisierungsmethode oft nicht mehr alle für die Quantifizierung relevanten Gefügemerkmale erfassen. Durch die Kombination verschiedener Charakterisierungsmethoden in einem korrelativen Ansatz können Merkmale aus verschiedenen Längenskalen und unterschiedlichen, sich ergänzenden Informationsquellen kombiniert werden, wodurch die Nachteile einer bestimmten Methode überwunden werden. Etablierte Werkzeuge in der Gefügeanalyse sind das Lichtmikroskop (LM), das Rasterelektronenmikroskop (REM) sowie inzwischen auch vermehrt die Elektronenrückstreubeugung (EBSD) innerhalb des REM. Jede dieser Methoden hat seine spezifischen Vor- und Nachteile.

In diesem korrelativen Ansatz werden LM und REM mit zusätzlichen EBSD-Messungen kombiniert. Während LM und REM die Beurteilung basierend auf dem visuellen Erscheinungsbild des Gefüges erlauben, liefert EBSD einen ganz anderen Satz an Informationen, und zwar die gemessenen kristallographischen Eigenschaften und Orientierungen. Daraus lassen sich z. B. Missorientierungsparameter oder Daten über Korn- und Phasengrenzen ableiten, die die LM und REM Aufnahmen ideal ergänzen und helfen, das Gefüge besser zu verstehen und zu bewerten. Aufgrund der unterschiedlichen Physik der Bildentstehung können LM und REM Aufnahmen sowie EBSD Karten nicht einfach überlagert werden. Stattdessen müssen die Aufnahmen registriert werden. Nur dadurch lassen sich die Daten aus den verschiedenen, sich ergänzenden Informationsquellen voll ausschöpfen. Für die genaue Methodik der Bildregistrierung wird auf [11,12] verwiesen.

Bezogen auf eine ML Segmentierung oder Klassifizierung erlauben solch korrelative Daten ganz neue Untersuchungen. Einerseits kann untersucht werden, welche Methode welche Genauigkeiten erreichen kann, andererseits kann bestimmt werden, welche Methode für welche Fragestellung ausreichend bzw. notwendig ist. Außerdem können die EBSD Daten, die nicht wie im Falle der LM und REM Aufnahmen darauf beruhen, wie das Gefüge auf das Auge des Betrachters wirkt, für eine objektivere Zuordnung der Grundwahrheit verwendet werden. Generell ist es immer das Ziel, den erhöhten experimentellen Aufwand der korrelati-

ven Charakterisierung nur einmal bei der Erzeugung des Datensatzes für das ML zu betreiben. Dadurch sollen Referenzen geschaffen werden, die es ermöglichen, die Serienauswertung auf die einfachste Methode, hier LM oder REM, zu reduzieren.

3 Anwendungsbeispiele

Der Einsatz von ML wird am Beispiel von Stahlgefügen und Bruchflächen vorgestellt. Aufgrund seiner exzellenten Eigenschaftskombinationen und der Möglichkeit, durch Legierung und Prozesse Gefüge gezielt einzustellen, ist Stahl nach wie vor unser wichtigster Konstruktionswerkstoff. Da sich die verschiedenen Gefügearten oft stark in ihren Eigenschaften unterscheiden, ist eine sorgfältige und detaillierte Erfassung aller Arten nötig. Der Fokus liegt dabei zunächst auf dem Stahlgefüge Bainit, das durch seine Vielfalt und Komplexität der mikroskopischen Strukturen ideale und herausfordernde Fallstudien ermöglicht. Zudem können die mechanischen Eigenschaften zwischen verschiedenen Bainitarten stark variieren (z. B. oberer vs. unterer Bainit).

Klassifizierung der kohlenstoffreichen Zweitphase in Dualphasenstählen

Das erste Beispiel betrachtet Dualphasenstähle, bestehend aus einer ferritischen Matrix und kohlenstoffreichen Zweitphasenobjekten, die entweder aus Perlit, Martensit oder unterschiedlichen Bainitarten bestehen [13]. In REM Aufnahmen wird zunächst die gesamte kohlenstoffreiche Zweitphase segmentiert, dann werden objektweise Gefügemerkmale extrahiert (Bildtexturparameter und morphologische Parameter der Substruktur der Objekte), die dann mittels ML klassifiziert werden. Sieben Klassen werden berücksichtigt: Perlit, Martensit sowie die fünf Bainitarten (gemäß des Schemas nach Zajac [14]) degenerierter Perlit, „Zementitbruchstücke“ (engl. debris of cementite), Produkte unvollständiger Umwandlung (engl. incomplete transformation products), oberer und unterer Bainit. Mehrere dieser Klassen können gleichzeitig in einer Gefügeaufnahme vorkommen.

Die größte Herausforderung der Klassifizierung stellt wiederum die Zuordnung der Grundwahrheit dar. Dafür wurden Ringversuche durchgeführt, um den bestmöglichen Konsensus innerhalb einer Expertengruppe zu bestimmen, Referenzzustände [7] gezielt hergestellt und ausgewertet sowie erneut eine korrelative Charakterisierung inkl. EBSD eingesetzt. **Bild 3** zeigt ein Beispiel der korrelativen Charakterisierung. Durch Überlagerung der REM Aufnahmen mit bspw. EBSD Karten zur Darstellung von Korngrenzenarten, hier Sub-, Kleinwinkel- und Großwinkelkorngrenzen, können die unterschiedlichen Gefügeklassen besser verstanden werden und die Grundwahrheit so objektiv und reproduzierbar wie möglich zugeordnet werden.

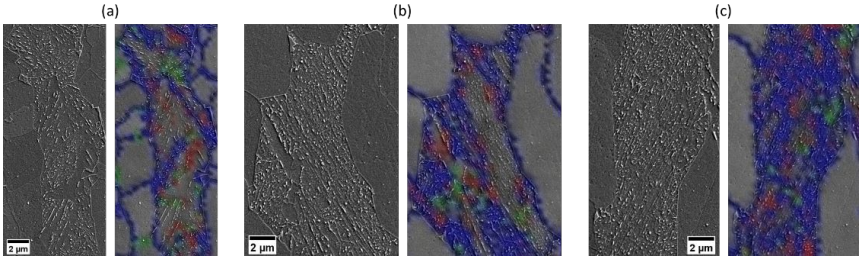


Bild 3: Überlagerung aus REM Aufnahme und EBSD Grenzflächenkarte (rot: Subkorngrenzen, grün: Kleinwinkelkorngrenzen, blau: Großwinkelkorngrenzen). (a) oberer Bainit. (b) Mischung aus oberem und unterem Bainit. (c) unterer Bainit. Übernommen aus [15].

Figure 3: Overlay from SEM image and EBSD interface map (red: subgrain boundaries, green: small angle grain boundaries, blue: large angle grain boundaries). (a) Upper bainite. (b) Mixture of upper and lower bainite. (c) Lower bainite. Taken from [15].

Das finale Modell erreicht eine Klassifizierungsgenauigkeit von ca. 83 %. In Anbetracht der Komplexität dieser Aufgabe und dem mangelnden Konsens von Experten bei der Beurteilung bainitischer Gefüge kann dieser Wert als „superhuman performance“ eingestuft werden. Weiterführende Informationen können [13] entnommen werden.

Segmentierung von Komplex-Phasen-Stähle

Betrachtet wird die DL Segmentierung sog. Komplex-Phasen-Stähle [16]. Gefüge dieser Stähle beinhalten in der Regel Ferrit, Bainit und feindisperse kohlenstoffreiche Zweitphasen. Im betrachteten Fall sollen die lattenförmigen Bainitbereiche vom Hintergrund aus polygonalem und irregulärem Ferrit mit kohlenstoffreicher Zweitphase unterschieden werden.

Eine objektive, reproduzierbare Grundwahrheit konnte nur durch eine korrelative Charakterisierung aus LM/REM und EBSD gewährleistet werden. Zum korrekten Annotieren der lattenförmigen Bainitbereiche waren Informationen aus der EBSD Messung, wie die Darstellung von Körner oder Korn/Grenzflächen sowie Missorientierungsparameter entscheidend, wie in **Bild 4** anhand diverser Überlagerungen von LM Aufnahme mit EBSD Karten dargestellt.

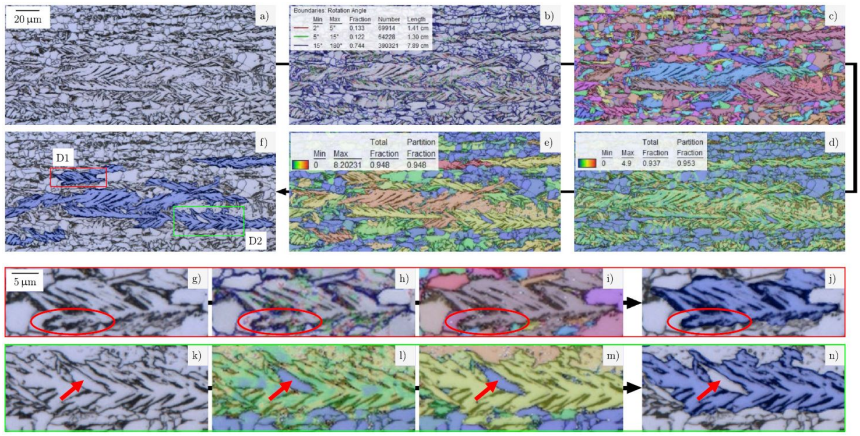


Bild 4: Überlagerung von LM Aufnahme mit verschiedenen EBSD Karten (Korn- und Korngrenzendarstellungen, Missorientierungsparameter) zur korrekten Vorgabe der Grundwahrheit, übernommen aus [16].

Figure 4: Overlays of LM image and different EBSD maps (grain and grain boundary visualizations, misorientation parameters) for a correct ground truth assignment, taken from [16].

Da weiterhin großer Wert auf die Reproduzierbarkeit von Probenkontrastierung und Bildaufnahme gelegt wurde, konnten sehr gute DL Modelle mit vergleichsweise kleinen Datensätzen (51 LM Aufnahmen bzw. 36 REM Aufnahmen) trainiert werden. Die Modelle erreichten Pixel-Genauigkeiten von ca. 90 %. **Bild 5** zeigt die Segmentierung ganzer, ungesehener Mikroskopaufnahmen. Die lattenförmigen Bainitbereiche werden sehr gut erfasst. Fehler treten überwiegend an den Bereichsgrenzen auf oder an Bereichen, wo sich Experten, trotz der korrelativen EBSD Informationen, weiterhin nicht sicher in der Beurteilung sind. In Bezug auf die bestimmten Phasenanteile liegen die Abweichungen lediglich in einer Größenordnung

von 1-2 % und damit niedriger als die Varianz bei der manuellen Bestimmung durch mehrere Experten. Für detaillierte Ausführungen wird auf [16] verwiesen.

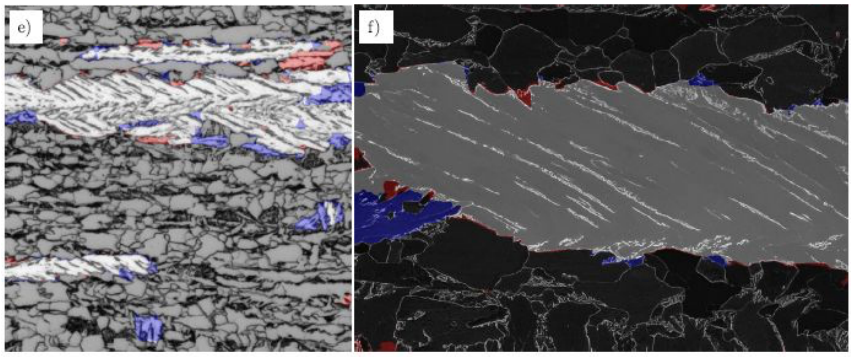


Bild 5: DL Segmentierung einer LM (e) und REM Aufnahme (f), übernommen aus [16].
Figure 5: DL segmentation of LM (e) and SEM image (f), taken from [16].

Segmentierung ehemaliger Austenitkorngrenzen

Bei der Stahlherstellung erfolgen Warmumformung und Wärmebehandlung in der Regel in der Hochtemperaturphase Austenit. Die Entwicklung der Austenitkorngröße währenddessen sowie die endgültige Austenitkorngröße sind von großer Bedeutung, da sie entweder die Prozesse beeinflussen oder die Art und die Eigenschaften des finalen Gefüges erheblich beeinflussen. Da der Austenit bei der anschließenden Abkühlung aber in verschiedene Raumtemperaturphasen umwandelt, ist eine direkte Bestimmung der ehemaligen Austenitkörner (engl. prior austenite grains, PAG) nicht möglich.

Die prominentesten Methoden zur Rekonstruktion der PAG sind metallographische Ätzverfahren oder die kristallographische Rekonstruktion mittels EBSD. Beide Verfahren weisen allerdings Nachteile auf. Ätzverfahren sind oft nur mäßig reproduzierbar und schlecht auf andere Stahlgüten übertragbar, darüber hinaus sind die resultierenden Gefügeaufnahmen mit konventionellen Ansätzen nur schwer zu segmentieren und quantifizieren, sodass oft nur eine mittlere Korngröße anhand von Richtreihen bestimmt werden kann. EBSD Rekonstruktionen dagegen sind sehr zeitintensiv. Zusätzlich sind beide Verfahren bei niedrigen Kohlenstoffgehalten nur bedingt anwendbar.

Auf der Grundlage von korrelativer Mikroskopie (LM, REM, EBSD) und ML ist es aber auch möglich, die PAG direkt aus Nital-geätzten LM Aufnahmen zu bestimmen. Nital ist eine weit verbreitete, weil einfache und reproduzierbare Ätzung für Stahlgefüge, wird in der Regel aber nicht zur PAG Bestimmung verwendet, weil diese Informationen nur sehr versteckt in den Aufnahmen enthalten sind. Die Grundwahrheit wird mit Hilfe von EBSD Rekonstruktionen bereitgestellt, die manuell anhand der REM Aufnahmen weiter verbessert werden. Darüber wird ein CNN trainiert, das anhand der LM Aufnahmen die PAG segmentieren kann. **Bild 6** zeigt die Grundwahrheit anhand der korrelativen Charakterisierung sowie ein Segmentierungsergebnis des CNN.

Die PAG werden gut erfasst. Durch geeignete Nachbearbeitung (u. a. Wasserscheide) ist eine weitere Verbesserung möglich. Lediglich einige größere Körner werden dadurch geteilt. Dennoch zeigen Vergleiche der mittleren Korngröße und der Korngrößenverteilung zwischen Grundwahrheit und DL Segmentierung eine sehr gute Übereinstimmung. Details können nach Veröffentlichung in [17] nachgelesen werden.

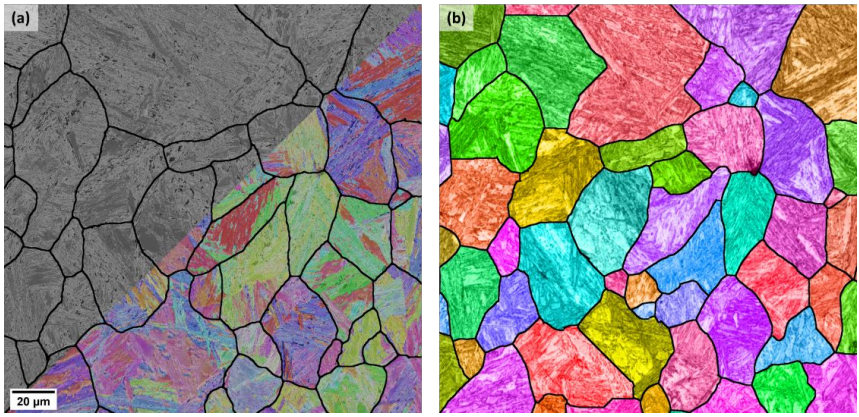


Bild 6: (a) Korrelative Mikroskopie: REM Aufnahme und EBSD inverse Polfigur Karte zur Vorgabe der Grundwahrheit (schwarz) (b) Überlagerung der LM Aufnahme mit der DL Segmentierung der PAG (nachbearbeitet durch Wasserscheide).

Figure 6: (a) Correlative microscopy: SEM image and EBSD inverse polfigure map for assigning the ground truth. (b) Overlay of LM image with DL segmentation of PAG (postprocessed with watershed).

Allen drei gezeigten Anwendungsbeispielen ist gemein, dass ML die Auswertung dieser komplexen Fragestellungen überhaupt erst ermöglicht hat. Nur durch die Betrachtung in einem ganzheitlichen Ansatz sowie insbesondere die korrelative Mikroskopie, die für eine bestmögliche Zuordnung der Grundwahrheit benötigt wurde, konnten effiziente, objektive und reproduzierbare ML Auswertungen realisiert werden. Diese ermöglichen verbesserte Gefügequantifizierungen und bilden darüber die Grundlage für Prozess- und Werkstoffoptimierungen im Kontext der gefügebasierten Werkstoffentwicklung.

Klassifizierung von Bruchflächen

Eine in der Werkstoffprüfung oft wiederkehrende Aufgabe ist die Beurteilung von Bruchflächen. Eine Quantifizierung von duktilen und spröden Bruchflächenanteilen erfolgt noch oft manuell, und ist dementsprechend nicht nur vom Experten abhängig, sondern auch mühsam und zeitaufwendig. Auch hier verspricht ML Verbesserungen. Die aufwendige Zuordnung der Grundwahrheit erschwert die Anwendung von ML allerdings. Es ist nicht nur sehr aufwendig, in einer Bruchflächen-Aufnahme die duktilen und spröden Bereiche zu annotieren, es kommt darüber hinaus auch oft zu Uneinigkeiten zwischen den Experten. Daher kommt in diesem Beispiel, im Gegensatz zu den vorherigen, das sog. unüberwachte ML zum Einsatz. Verglichen mit dem überwachten ML stehen beim unüberwachten ML keine gelabelten Trainingsdaten zur Verfügung. Stattdessen geht es darum, Muster in den vorliegenden Daten zu erkennen, um dadurch Gemeinsamkeiten und Unterschiede aufzudecken („explorative Datenanalyse“) [18]. Dieser Prozess wird gleichbedeutend oft als Clustering bezeichnet.

Bilder von Bruchflächen werden nun in kleine Teilbilder zerlegt (insgesamt 6000). Von diesen Bildern werden gemäß [19] mit einem vortrainierten CNN Merkmale extrahiert, die dann auf zwei Dimensionen reduziert und anschließend geclustert werden. In **Bild 7** ist ersichtlich, dass sich zwei klar trennbare Cluster ergeben, die den duktilen bzw. den spröden Teilbildern entsprechen. Diese Trennung der Daten, effizient und ohne Voreingenommenheit

durch einen Experten, kann nun auch die Grundlage für eine Klassifizierung mittels überwachtem ML bilden. Weitere Informationen sind nach Veröffentlichung [20] zu entnehmen.

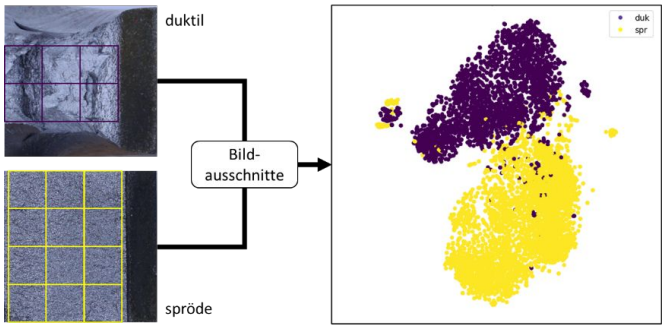


Bild 7: Bildausschnitte aus spröde und duktil gebrochenen Kerbschlagproben ergeben beim Clustering zwei klar trennbare Cluster.
Figure 7: During clustering, image tiles of brittle and ductile fractured impact specimens yield two clearly separable clusters.

4 Zusammenfassung

Die Kombination von KI/ML mit materialwissenschaftlichen Domänenwissen eröffnet völlig neue Wege in der Gefügeforschung und Werkstoffprüfung. Dadurch können einerseits einfache Aufgaben automatisiert, andererseits aber auch Auswertungen komplexer Gefüge, wozu es bisher keine zufriedenstellenden Ansätze gab, überhaupt erst ermöglicht werden. Dabei ist es wichtig zu betonen, dass ML nicht den menschlichen Experten ersetzen soll, sondern ihn in gezielter Weise entlasten und unterstützen soll. Tatsächlich wird das Expertenwissen benötigt, um ML-basierte Auswertungen zu implementieren.

Um dies auch langfristig erfolgreich zu gestalten, sollte ML ganzheitlich betrachtet werden. D. h., es werden nicht nur Gefügeaufnahmen in einen ML Algorithmus gegeben, sondern auch alle Schritte hin zum Erhalt einer Gefügeaufnahme wie die Probenkontrastierung und Bildaufnahme werden explizit berücksichtigt. Dabei nehmen die korrelative Mikroskopie und Ansätze für eine objektive Zuordnung der Grundwahrheit eine Schlüsselrolle ein. Dies erfordert unsere grundlegende Expertise in der Metallographie und Gefügecharakterisierung. Letztlich bieten die Kontrolle und das Verständnis der materialwissenschaftlichen Aspekte dabei eine größere Hebelwirkung für den Erfolg als die Optimierung der ML-Parameter. Somit können auch die beim ML antizipierten Vorteile Objektivität und Reproduzierbarkeit realisiert werden. Grundsätzlich sollte ML aber nur eingesetzt werden, wenn die Aufgabe es erfordert und ein tatsächlicher Mehrwert generiert wird, und nicht nur des Selbstzwecks wegen. Je nach Aufgabenstellung haben auch alte, etablierte Auswerteverfahren weiterhin ihre Daseinsberechtigung.

Letztlich können ML-basierte Segmentierungen und Klassifizierungen die Basis für eine verbesserte, fortschrittliche Gefügequantifizierung bilden, automatisiert, zuverlässig, objektiv und reproduzierbar und darüber, gemeinsam mit der Werkstoffprüfung, den Grundstein für Prozess-Gefüge-Eigenschaftskorrelationen und eine gefügebasierte Werkstoffentwicklung legen.

Danksagung – Die Autoren bedanken sich bei der Aktien-Gesellschaft der Dillinger Hüttenwerke für das Bereitstellen des verwendeten Probenmaterials sowie für die Förderung im

Projekt ZuMat durch die Staatskanzlei des Saarlandes aus Mitteln des Europäischen Fonds für Regionale Entwicklung (EFRE).

Literatur

[1] D.M. Dimiduk, E.A. Holm, S.R. Niezgoda, Perspectives on the Impact of Machine Learning, Deep Learning, and Artificial Intelligence on Materials, Processes, and Structures Engineering, Integr. Mater. Manuf. Innov. 7 (2018) 157–172. https://doi.org/10.1007/s40192-018-0117-8.

[2] A. Krizhevsky, I. Sutskever, G.E. Hinton, ImageNet Classification with Deep Convolutional Neural Networks, Adv. Neural Inf. Process. Syst. (2012) 1–9. https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.protcy.2014.09.007.

[3] O. Ronneberger, P. Fischer, T. Brox, U-Net: Convolutional Networks for Biomedical Image Segmentation, Lect. Notes Comput. Sci. (Including Subser. Lect. Notes Artif. Intell. Lect. Notes Bioinformatics). 9351 (2015) 234–241. https://doi.org/10.1007/978-3-319-24574-4_28.

[4] The Minerals Metals & Materials Socieity (TMS), Employing artificial intelligence to accelerate development and implementation of materials and manufacturing innovations, 2022. https://doi.org/dx.doi.org/10.7449/aistudy.

[5] E. Leunis, D. Hanlon, A. Rijkenberg, C. Scott, J. Drillet, R. Hackl, Quantitative phase analysis of multi-phase steels - PHAST, European Commission, 2006.

[6] Schwache vs. Starke KI, (n.d.). https://ki.fhws.de/thematik/starke-vs-schwache-ki-eine-definition/ (accessed July 26, 2022).

[7] M. Müller, D. Britz, F. Mücklich, Machine Learning for Microstructure Classification - How to Assign the Ground Truth in the Most Objective Way? ASM Adv. Mater. Process. 179 (2021) 16–21. https://static.asminternational.org/amp/202101/16/.

[8] E.A. Holm, In defense of the black box, Science. 364 (2019) 26–27. https://doi.org/10.1126/science.aax0162.

[9] D. Britz, A. Hegetschweiler, M. Roberts, F. Mücklich, Reproducible Surface Contrasting and Orientation Correlation of Low-Carbon Steels by Time-Resolved Beraha Color Etching, Mater. Perform. Charact. 5 (2016) 20160067. https://doi.org/10.1520/MPC20160067.

[10] D. Britz, Y. Steimer, F. Mücklich, A New Approach for Color Metallography: Through Controlled Conditions to Objective Microstructure Analysis of Low-Carbon Steels by LePera-Etching, in: 100 Years E04 Dev. Metallogr. Stand., ASTM International, 2019: pp. 130–151. https://doi.org/https://doi.org/10.1520/stp160720170242.

[11] D. Britz, J. Webel, J. Gola, A Correlative Approach to Capture and Quantify Substructures by Means of Image Registration, Pract. Metallogr. 54 (2017) 685–696.

[12] M. Müller, D. Britz, F. Mücklich, Scale-bridging Microstructural Analysis – A Correlative Approach to Microstructure Quantification Combining Microscopic Images and EBSD Data, Pract. Metallogr. 58 (2021) 408–426. https://doi.org/10.1515/PM-2021-0032.

[13] M. Müller, D. Britz, T. Staudt, F. Mücklich, Microstructural Classification of Bainitic Subclasses in Low-Carbon Multi-Phase Steels Using Machine Learning Techniques, Metals (Basel). 1836 (2021). https://doi.org/https://doi.org/10.3390/met11111836.

[14] S. Zajac, V. Schwinn, K.H. Tacke, Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels, Mater. Sci. Forum. 500–501 (2005) 387–394. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387.

[15] M. Müller, Klassifizierung komplexer bainitischer Gefüge mit maschinellem Lernen in Form eines ganzheitlichen materialwissenschaftlichen Ansatzes, to be published.

[16] A.R. Durmaz, M. Müller, B. Lei, A. Thomas, D. Britz, E.A. Holm, C. Eberl, F. Mücklich, P. Gumbsch, A deep learning approach for complex microstructure inference, Nat. Commun. 12 (2021) 1–15. https://doi.org/10.1038/s41467-021-26565-5.

[17] B. Bachmann, M. Müller, D. Britz, A.R. Durmaz, M. Ackermann, O. Shchyglo, F. Mücklich, Efficient reconstruction of prior austenite grains in steel from etched light optical micrographs using deep learning and annotations from correlative microscopy, to be submitted - Front. Mater. - Comput. Mater. Sci.

[18] M. Halkidi, Y. Batistakis, M. Vazirgiannis, On clustering validation techniques, J. Intell. Inf. Syst. 17 (2001) 107–145. https://doi.org/10.1023/A:1012801612483.

[19] A.R. Kitahara, E.A. Holm, Microstructure Cluster Analysis with Transfer Learning and Unsupervised Learning, Integr. Mater. Manuf. Innov. 7 (2018) 148–156. https://doi.org/10.1007/s40192-018-0116-9.

[20] A. Herges, L. Ulrich, M. Müller, F. Mücklich, Maschinelles Lernen zur Klassifizierung makroskaliger Bruchflächen, under review - Pract. Metallogr.

Schädigungsorientierte Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens glasfaserverstärkter Kunststoffe vom LCF- bis VHCF-Bereich

Damage-oriented characterization of the fatigue behavior of glass fiber-reinforced polymers in the LCF to VHCF regime

D. Hülsbusch, S. Mrzljak, R. Helwing, L. Gerdes und F. Walther
Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund

Kurzfassung – Die Arbeit gibt einen Leitfaden für die ganzheitliche Untersuchung der Ermüdungseigenschaften glasfaserverstärkter Kunststoffe (GFK) im Bereich geringer (LCF) bis sehr hoher (VHCF) Lastspielzahlen bei Einhaltung einer Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse. Aus den Untersuchungen geht hervor, dass insbesondere die Delaminationsbildung für die Leistungsfähigkeit maßgeblich ist. In diesem Zusammenhang lässt sich die geringere Neigung der Wöhlerkurven im VHCF-Bereich auf eine verzögerte Delaminationsinitiierung und -ausbreitung zurückführen. Die Ergebnisse stellen somit einen Beitrag zum grundlagenorientierten Verständnis des Ermüdungs- und Schädigungsverhaltens anwendungsrelevanter GFK-Strukturen dar. Dies bildet die Basis für weiterführende Untersuchungen hinsichtlich des temperaturabhängigen Ermüdungsverhaltens im VHCF-Bereich und dient der Optimierung langlebiger, ermüdungsbeanspruchter faserverstärkter Strukturbauteile. Letzteres erfolgt im Sinne einer bestmöglichen Ausnutzung der mechanischen Leistungsfähigkeit und dadurch eines reduzierten Materialeinsatzes sowie Recyclingaufkommens, bspw. von Rotorblättern in Windkraftanlagen.

Stichwörter: Computertomographie, Ermüdung, glasfaserverstärkte Kunststoffe, Schädigungsverhalten, sehr hohe Lastspielzahlen (VHCF)

Abstract – This study provides a guideline for the holistic investigation of the fatigue properties of glass fiber-reinforced polymers (GFRP) in the range of low cycle fatigue (LCF) to very high cycle fatigue (VHCF) while maintaining comparability of the test results. The investigations show that delamination initiation and propagation is decisive for the fatigue performance capabilities. In this context, the lower slope coefficient of the S/N curves in the VHCF regime can be attributed to delayed initiation and reduced propagation of delamination. The results thus represent a contribution to the fundamental understanding of the fatigue and damage behavior of application-relevant FRP structures. This forms the basis for further investigations into temperature-dependent fatigue behavior in the VHCF regime and serves to optimize long-life, fatigue-subjected fiber-reinforced components. The latter is carried out in the sense of an ideal utilization of the mechanical performance capability and thus a reduced amount of material and recycling volume, e.g. for rotor blades in wind power plants.

Keywords: Damage behavior, fatigue, glass fiber-reinforced polymers, very high cycle fatigue (VHCF), X-ray computed tomography

1 Einleitung

Glasfaserverstärkte Kunststoffe (GFK) werden zunehmend in sicherheitsrelevanten Bauteilen eingesetzt, bspw. im Zuge des Ausbaus der erneuerbaren Energien als Hauptbestandteil von Rotorblättern von Windkraftanlagen. Durch den Einsatz von GFK und die Kombination mit anderen Werkstoffen können größere Rotorblätter realisiert und dadurch die Leistung der Windkraftanlagen erhöht werden. Diese Strukturen sind Ermüdungsbeanspruchungen von mehr als N = 1E9 Lastspielen ausgesetzt. Das Ermüdungs- und Schädigungsverhalten von GFK ist bis in den Zeitfestigkeitsbereich (HCF, N < 1E7) gut erforscht, jedoch aktuell im Langzeitfestigkeitsbereich (VHCF, N > 1E7) noch unzureichend, was sich durch eine geringe Publikationsleistung widerspiegelt. Die Gründe hierfür sind zum einen die hohe Versuchsdauer für Untersuchungen im VHCF-Bereich, zum anderen das temperatur- und dehnratensensible Verformungsverhalten von GFK, das eine geeignete Versuchsführung deutlich erschwert. Demgegenüber steht die Notwendigkeit, das Werkstoffverhalten ganzheitlich zu

verstehen, um auch in Anwendungsfällen im VHCF-Bereich eine ausreichende Betriebsfestigkeit und Bauteilsicherheit zu gewährleisten.

Nach Talreja und Singh [1] weisen faserverstärkte Kunststoffe (FVK) eine Dauerfestigkeit auf, die durch die Region III im Ermüdungs-Lebensdauer-Diagramm (engl.: fatigue-life-diagram [2], **Bild 1**) dargestellt wird. In dieser Region ist die Dehnungsamplitude zu klein, um Matrixrisse zu initiieren und/oder eine für das Versagen ausreichende Risswachstumsrate auszulösen. In Untersuchungen von Wu et al. [3], Hosoi et al. [4] und Adam und Horst [5] wird diese Theorie gestützt. So konnten Hosoi et al. bei einer relativen Oberspannung von 20 % der Zugfestigkeit bis zu 3E8 Lastspielen keine Schädigung in quasi-isotropem GFK feststellen, weshalb ein Grenzwert hinsichtlich der Schädigungsinitiierung und damit der Dauerfestigkeit angenommen wurde. Adam und Horst konnten in Ermüdungsuntersuchungen an GFK unter 4P-Biegung bei einer initialen Dehnung von 46-51 % der statischen Dehnung bis Zwischenfaserbruch keine oder nur geringe Delaminationen feststellen. Auf dieser Grundlage nahmen die Autoren einen Grenzwert für die Dehnung an, der eine Dauerfestigkeitsgrenze darstellt. In diesen Fällen wäre es in der Praxis ausreichend, die Ermüdungseigenschaften bis zum Erreichen der Dauerfestigkeit zu charakterisieren. Untersuchungen im VHCF-Bereich und die damit einhergehenden Problematiken der Versuchsführung wären somit irrelevant.

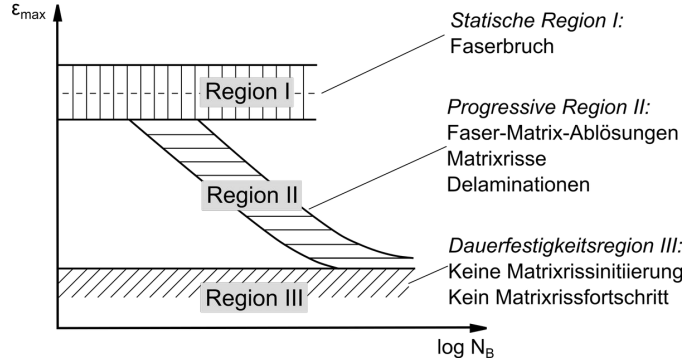


Bild 1: Ermüdungs-Lebensdauer-Diagramm für faserverstärkte Kunststoffe, vgl. [2,6]
Figure 1: Fatigue-life-diagram for fiber-reinforced polymers

In neueren Versuchsreihen sind jedoch gegenteilige Ergebnisse zu finden, die eine generelle Dauerfestigkeit im VHCF-Bereich widerlegen. In Ermüdungsversuchen mit GFK [7], CFK [8] und flachsfaserverstärktem EP [9] konnte keine Dauerfestigkeit oder ein diesbezüglicher Trend erkannt werden. Weibel et al. [8] stellten unter 3P-Biegung eine signifikante Zunahme der Rissdichte bis zu 1E9 Lastspielen fest, sowie an weiteren Proben ein Versagen bei ca. 2E9 Lastspielen. Untersuchungen an unidirektionalem GFK unter axialer Zugbelastung zeigen ähnliche Tendenzen [7]. Zwar weist die Wöhlerkurve vom HCF- zum VHCF-Bereich eine deutliche Abflachung auf, doch trat auch im VHCF-Bereich ein Werkstoffversagen ein. Dabei führte eine initiale Dehnungsamplitude von nur ca. 0,11 % zu einer Bruchlastspielzahl von 1,6E9. In Anlehnung an die Theorie von Talreja und Singh [1] sowie Hosoi et al. [4] beweist dies, dass auch geringe Dehnungsamplituden zu einem Versagen von FVK führen können. Obwohl nicht ausgeschlossen werden kann, dass bei noch geringeren Dehnungsamplituden und/oder anderen Struktureigenschaften eine Dauerfestigkeit vorhanden ist, spiegeln die aktuellen Forschungsergebnisse die Notwendigkeit wider, den VHCF-Bereich zu untersuchen.

Im Mittelpunkt dieser Arbeit steht die vergleichende, schädigungsorientierte Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens von GFK im HCF- und VHCF-Bereich. Die Untersuchungen wurden an GFK mit anwendungsrelevantem, quasi-isotropem Lagenaufbau durchgeführt.

Zur Analyse des Schädigungsverhaltens wurde ein sequenzielles Prüfverfahren angewandt, um die Schädigungsinitiierung und -entwicklung schrittweise zu ermitteln. Für die Untersuchungen im VHCF-Bereich wurde ein Hochfrequenz-Resonanzprüfsystem unter besonderer Berücksichtigung der Selbsterwärmung eingesetzt und weiterentwickelt.

2 Werkstoffe

Die Untersuchungen wurden an GF-Epoxid (GF-EP) und GF-Polyurethan (GF-PU) durchgeführt. Beide Werkstoffe wurden mit einem quasi-isotropen Lagenaufbau $[45/-45/0/90]_{2S}$ und einem Faservolumenanteil von 46 vol.-% gefertigt. Das Fasermaterial ist Hex-Force 07781 1270 (Endlos-E-Glas, 9 µm Faserdurchmesser) in 8h-Satin-Gewebe. Die Fasern weisen eine Silan-Schlichte auf, die mit beiden Matrixsystemen kompatibel ist.

Als EP-Matrixsystem kam das luftfahrtzertifizierte Hex Ply 914 zum Einsatz. Das PU-Matrixsystem wurde von Rühl Puromer neu entwickelt und basiert auf einer Kombination des langsam reagierenden Polyols puropreg 185-2L IT und dem niedrigviskosen Isocyanat puronate 905. Signifikante Unterschiede der Matrixeigenschaften sind insbesondere die geringere Temperaturfestigkeit sowie die höhere Duktilität des Polyurethans (**Tabelle 1**). Das GF-EP wurde von FACC im Autoklav-Verfahren für 1 Stunde bei 7 bar und 175 °C hergestellt. Das GF-PU wurde am Institut für Werkstofftechnik und Kunststoffverarbeitung im Vakuum-RTM-Verfahren mit einer Injektionsrate von 7 $g \cdot s^{-1}$ für 41 s gefertigt. Die Aushärtung fand 300 s bei 35 bar und 85 °C statt. Die Fertigungsprozesse resultieren in abweichenden mikrostrukturellen Eigenschaften. Dabei ist insbesondere der Porengehalt von 0 % (GF-EP) zu 1,2 % (GF-PU) zu erwähnen, der in der Bewertung der Ergebnisse zu berücksichtigen ist. Nähere Informationen zu den Fertigungsprozessen und Werkstoffeigenschaften sind in [6] zu finden.

Tabelle 1 Eigenschaften der Matrixsysteme Epoxid und Polyurethan, vgl. [6]
Table 1 Properties of the neat resins of epoxy and polyurethane

Matrixsystem	**Elastizitätsmodul E in GPa**	**Bruchdehnung A in 10^{-2}**	**Glasübergangstemperatur Tg in °C**
Epoxid	3,9	1,5	190
Polyurethan	3,1	9,1	130

3 Prüfstrategie

Die Untersuchung des Ermüdungsverhaltens erfolgte mittels Einstufenversuchen (ESV) vom LCF- bis VHCF-Bereich. Die ESV wurden spannungskontrolliert unter zugschwellender Beanspruchung bei einem Spannungsverhältnis von R = 0,1 mit sinusförmiger Kraft-Zeit-Funktion durchgeführt. Die Ermüdungsfestigkeit vom LCF- bis VHCF-Bereich wurde anhand von Wöhlerkurven grafisch dargestellt und mathematisch in Anlehnung an Basquin mittels Potenzfunktionen beschrieben. Durch eine regionsspezifische Beschreibung nach DIN 50100 wurden beanspruchungsabhängige Unterschiede im Ermüdungsverhalten verdeutlicht.

Zur Analyse des Schädigungsverhaltens wurde ein sequenzielles Prüfverfahren angewandt, bei dem die ESV nach einer spezifischen Steifigkeitsdegradation (LCF- bis HCF-Bereich) bzw. Lastspielzahl (VHCF-Bereich) gestoppt und der Schädigungsgrad mittels in situ 3D-Computertomographie (CT) ermittelt wurde. Aufgrund der Einschränkungen der in situ CT-Stage ist eine adaptierte Probengeometrie erforderlich. Die Probengeometrie resultiert in einer annähernd homogenen Spannungsverteilung in der Messlänge. Die Abmessungen der Probengeometrie erlauben einen CT-Scan der gesamten Messlänge, sodass das Proben- und Schädigungsvolumen vollständig erfasst und in der Analyse berücksichtigt wird. Für die ESV wurden zwei verschiedene Prüfsysteme für den LCF- bis HCF-Bereich und den VHCF-Bereich verwendet, die in den folgenden Unterabschnitten vorgestellt werden.

3.1 LCF- bis HCF-Bereich

Für die Untersuchungen im LCF- bis HCF-Bereich wurde ein servo-hydraulisches Prüfsystems (Shimadzu EHF-UV100, F_{max} = ±100 kN) mit einer 30 kN Kraftmessdose eingesetzt und die Versuche in einer Klimakammer bei 23 °C durchgeführt. Die Frequenz wurde spannungsabhängig zwischen 1,5 Hz (200 MPa) und 30,0 Hz (100 MPa) variiert, um eine konstante induzierte Energierate und damit eine vergleichbare Eigenerwärmung zu realisieren. Weitere Informationen zum Prinzip der induzierten Energierate sind in [12] zu finden. Die sequenziel-len ESV zur Untersuchung der Schädigungsentwicklung wurden bei einer relativen Oberspannung von $\sigma_{o,r}$ = 0,55 – bezogen auf die Zugfestigkeit – durchgeführt.

3.2 VHCF-Bereich

Aus wirtschaftlichen Gründen müssen Untersuchungen im VHCF-Bereich bei hohen Frequenzen durchgeführt werden, um die Versuchsdauer zu begrenzen. Daher wurde ein Hochfrequenz-Resonanzprüfsystem (Rumul Gigaforte, F_{max} = ±25 kN) verwendet, das spannungskontrollierte Versuche mit einer Frequenz von ca. 1.000 Hz ermöglicht. Die weiteren Versuchsparameter waren identisch zu denen im LCF- bis HCF-Bereich. Durch den Einsatz der Gigaforte kann gegenüber den in der Literatur für VHCF-Untersuchungen vielfach genutzten Ultraschallprüfsystemen [7,11] eine bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse zwischen dem HCF- und VHCF-Bereich gewährleistet werden. Dies wird durch die deutlich geringere Frequenz von 1 kHz (Gigaforte) gegenüber 20 kHz (Ultraschall) ermöglicht. Da jedoch weiterhin ein großer Unterschied zwischen den im HCF- und VHCF-Bereich genutzten Frequenzen besteht und bekannt ist, dass die Frequenz die Eigenerwärmung und damit das Ermüdungsverhalten signifikant beeinflusst [12], wurde dem Einfluss der Frequenz besondere Aufmerksamkeit gewidmet. Dazu wurde die beanspruchungsabhängige Entwicklung der Oberflächen- und Kerntemperatur mit und ohne Verwendung von zusätzlicher Luftkühlung untersucht.

Bild 2 zeigt die Ergebnisse an GF-EP unter zyklischer Beanspruchung von 60 bis 140 MPa Oberspannung bei gleichzeitiger Luftkühlung. Die Kerntemperatur steigt mit zunehmender Oberspannung linear um etwa 40 K an, wohingegen die Oberflächentemperatur nahezu konstant bleibt. Letzteres ist auf die Luftkühlung zurückzuführen, die maßgeblich die Oberflächentemperatur beeinflusst. Die Differenz zwischen Oberflächen- und Kerntemperatur wächst somit mit zunehmender Beanspruchung an. In weiteren Versuchen ohne Luftkühlung zeigt die Oberflächentemperatur einen qualitativ vergleichbaren Verlauf zur Kerntemperatur und daher nur eine geringe Zunahme der Temperaturdifferenz. Jedoch ist die Entwicklung exponentiell, so dass bereits bei σ_o = 90 MPa eine Kerntemperatur von deutlich über 100 °C erreicht wird.

Aus den Untersuchungen wird gefolgert, dass (1) für die Durchführung von Versuchen mit hohen Frequenzen eine Luftkühlung notwendig ist und (2) das Konzept, die Probentemperatur anhand der Oberflächentemperatur zu bewerten, als ungeeignet angesehen werden muss. Im Hinblick auf diese Erkenntnisse ist die u. a. von Flore et al. [7] festgestellte geringe Eigenerwärmung in ihrer Gültigkeit zu hinterfragen. Es ist davon auszugehen, dass die Kerntemperatur deutlich höher ist. Geringere Ermüdungsfestigkeiten im Vergleich zu Untersuchungen mit konventionellen Prüfverfahren, wie sie z. B. von Weibel et al. [8] ermittelt wurden, lassen sich daher wahrscheinlich mit einer signifikanten Temperaturerhöhung im Kern begründen.

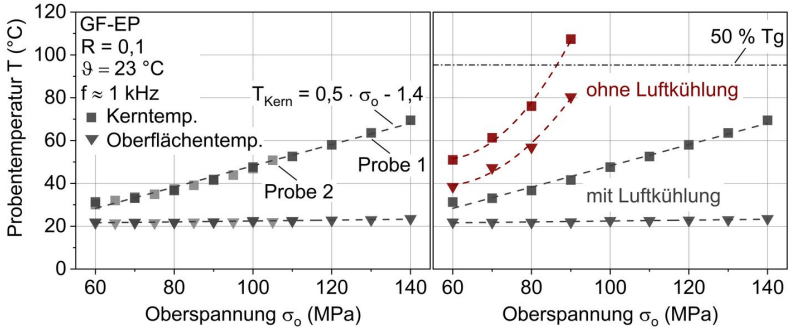


Bild 2: Beanspruchungsabhängige Eigenerwärmung von GF-EP bei einer Frequenz von 1 kHz. Vergleich der Oberflächen- und Kerntemperatur und Einfluss der Luftkühlung, [6,13]

Figure 2: Stress-dependent self-heating of GF-EP specimens at a frequency of 1 kHz. a) Comparison of surface and core temperatures and b) influence of air cooling

Die Ergebnisse bestätigen, dass das Hochfrequenz-Resonanzprüfsystem für Untersuchungen an GFK nur in einem niedrigen Beanspruchungsbereich (VHCF) geeignet ist. Das Prüfsystem wurde daher ausschließlich in einem Beanspruchungsbereich von $\sigma_{o,r}$ = 0,25 bis 0,35 unter Berücksichtigung der Einhaltung VHCF-spezifischer Grenzwerte zur Temperaturentwicklung von Jeannin et al. [9] und Hosoi et al. [14] eingesetzt. Für die Untersuchung des Schädigungsverhaltens im VHCF-Bereich wurde eine relative Oberspannung von $\sigma_{o,r}$ = 0,275 genutzt, woraus sich eine berechnete Temperaturerhöhung im Kern von ca. 23 K ergibt. Dadurch wird sichergestellt, dass die Kerntemperatur unter 25 % Tg für GF-EP und 35 % Tg für GF-PU liegt und damit deutlich unter dem von Backe et al. [11] definierten Grenzwert von 50 % Tg. Daher wird der Einsatz des Hochfrequenz-Resonanzprüfsystems für die Untersuchungen im VHCF-Bereich von den Autoren als geeignet bewertet.

3.3 Schädigungsanalyse

Die Schädigungsanalyse erfolgte mittels in situ 3D-Computertomographie. Der Computertomograph (Nikon XT H 160) enthält einen 1008^2-Pixel-Detektor sowie eine Röntgenröhre mit einer maximalen Spannung von 160 kV und einer maximalen Leistung von 60 W. Mit einer in situ CT-Stage (Deben Uk CT5000, F_{max} = ±5 kN) wurde eine statische in situ Belastung aufgebracht. Diese dient dem Entgegenwirken des Rissschließungs-Phänomens und verbessert dadurch die Qualität des ermittelten Schädigungsgrads. Infolge der Kraftübertragung über ein glasartiges Karbonrohr können die Röntgenstrahlen das System mit einer gleichmäßigen Dämpfung durchdringen. Dadurch wird sichergestellt, dass die ermittelten Schädigungsvolumina keiner zusätzlichen Streuung unterliegen. Gleichzeitig vergrößert sich in Folge der in situ CT-Stage der Mindestabstand zur Röntgenquelle, wodurch die Auflösung geringer wird. In diesen Untersuchungen wurde mit Einsatz der in situ CT-Stage eine Voxelgröße von 9 µm erreicht.

Die Erläuterung des Vorgehens zur Schädigungsanalyse erfolgt anhand von **Bild 3**. Zur Veranschaulichung des Schädigungsvolumens wird das Probenmaterial des 3D CT-Volumens grauwertbasiert ausgeblendet. Die grauwertbasierte Analyse ermöglicht die Separierung des Kontrastmittels, das das Schädigungsvolumen repräsentiert. Zusätzlich werden verbliebene Kontrastmittelreste auf den Oberflächen der Vorder- und Rückseite ausgeblendet, um einen Einblick in die Probe zu ermöglichen. Die Vorderansicht und die Draufsicht des Schädigungsvolumens werden zur Analyse des globalen Schädigungsgrads und – mit Hilfe einer lagenspezifischen Defektanalyse – der Schädigungsverteilung verwendet.

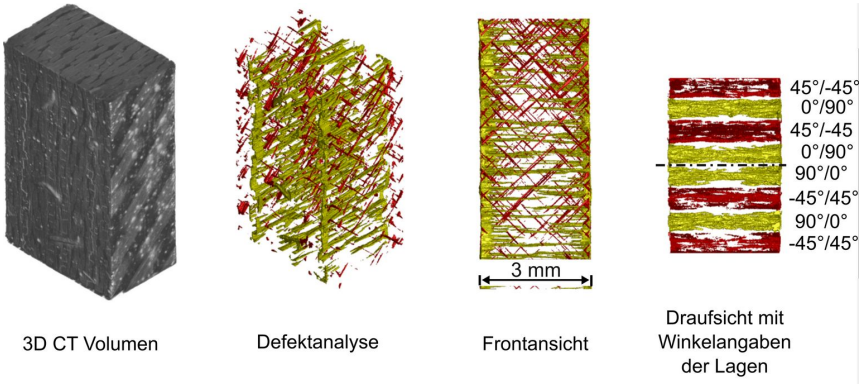


Bild 3: Vorgehen zur Schädigungsanalyse mittels des 3D CT-Volumens durch grauwertbasierte Separierung des Probenmaterials und Kontrastmittels, [6]
Figure 3: Procedure for damage analysis based on the 3D CT volume by grey value-based separation of the material components and contrast agent

4 Ergebnisse

4.1 Ermüdungsverhalten

In **Bild 4** sind die werkstoffspezifischen Wöhlerkurven abgebildet. Diese zeigen für GF-EP und -PU einen vergleichbaren Verlauf, wohingegen die Ermüdungsfestigkeit von GF-PU über dem gesamten LCF- bis VHCF-Bereich geringer ist als von GF-EP. Letzteres ist maßgeblich auf ein erhöhtes Porenvolumen und eine geringere Grenzschichtfestigkeit – als Resultat einer geringeren Schlichte-Matrix-Kompatibilität – von GF-PU zurückzuführen. Weiterführende Erläuterungen zu den Ursachen der unterschiedlichen Ermüdungsfestigkeit sind in [6] zu finden.

Die Modellierung der Wöhlerkurven bis in den VHCF-Bereich ist bis heute nicht standardisiert. In dieser Studie wird die Wöhlerkurve in Anlehnung an das Ermüdungs-Lebensdauer-Diagramm [2] auf der Grundlage der Neigung in die drei Regionen (I) LCF-, (II) HCF- und (III) VHCF-Bereich unterteilt. Diese Aufteilung führt zu einer sehr guten Übereinstimmung der regionsspezifischen Potenzfunktionen mit den Versuchsergebnissen und wird daher für eine umfassende Beschreibung der Ermüdungsfestigkeit empfohlen. Am Beispiel für GF-EP ergeben sich folgende mathematische Beschreibungen:

(1)

GF-EP $$\sigma_o = \begin{cases} 355{,}9 - 9{,}5 \cdot N_B^{\,0{,}295} & \text{I: } N_B \le 1 \cdot 10^3 \\ 543{,}9 \cdot N_B^{\,-0{,}092} & \text{II: } 5 \cdot 10^2 \le N_B \le 1 \cdot 10^7 \\ 298{,}8 \cdot N_B^{\,-0{,}057} & \text{III: } N_B \ge 8 \cdot 10^6 \end{cases}$$ (2)

(3)

Zur Veranschaulichung der unzureichenden Beschreibung durch einfache Ansätze wird eine Potenzfunktion in Form einer grau gepunkteten Linie über alle Regionen sowie über die Regionen II und III dargestellt. Die Potenzfunktion über alle Regionen führt zu einer Unterschätzung der Ermüdungsfestigkeit im LCF-Bereich und einer Überschätzung im VHCF-Bereich, was im Hinblick auf eine konservative Auslegung kritisch zu bewerten ist. Mit einer Potenzfunktion für die Beschreibung der Regionen II und III wird die Ermüdungsfestigkeit im VHCF-Bereich durchweg unterschätzt, was keine optimale Ausnutzung des Werkstoffs ermöglicht.

Das Verhältnis der Neigungskennzahl ist von GF-EP für die Regionen II und III (k_{II}/k_{III} ≈ 10,9/17,5 ≈ 1/1,6) fast identisch mit GF-PU (10,5/15,9 ≈ 1/1,5). Die Neigungskennzahl k gibt die Steigung der durch das Basquin-Gesetz beschriebenen Wöhlerkurve an. Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass es für quasi-isotrope GFK einen Übergangsbereich vom HCF- zum VHCF-Bereich gibt, der mit einer Änderung der Steigung der Wöhlerkurve von 50 bis 60 % einhergeht. Ob diese Änderung im weiteren Verlauf mit einem Übergang zur Dauerfestigkeit einhergeht, ist in der Literatur bisher nicht abschließend nachgewiesen.

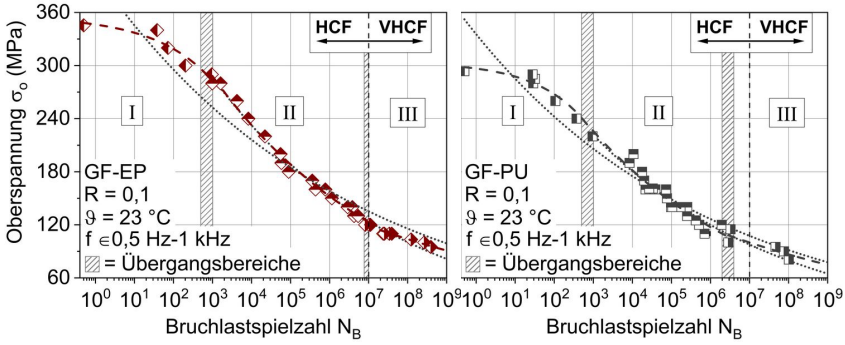


Bild 4: Wöhlerkurven von GF-EP und GF-PU vom LCF- bis VHCF-Bereich, [6]
Figure 4: S/N curves for GF-EP and GF-PU from the LCF to VHCF regime

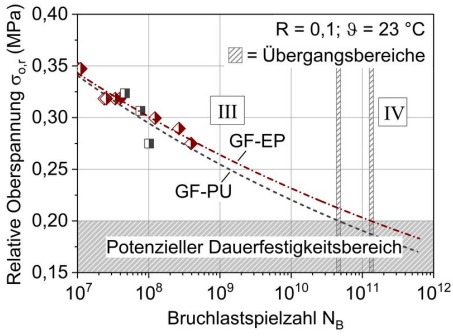


Bild 5: Darstellung des Übergangs in einen potenziellen Dauerfestigkeitsbereich als Region IV, [6]
Figure 5: Visualization of the transfer into a potential endurance limit as region IV

Nach Talreja [1] besitzen FVK eine Dauerfestigkeit, sofern ein Grenzwert für die Dehnung unterschritten wird. Diese Hypothese wird im Folgenden anhand der relativen Oberspannung bewertet. In Untersuchungen bis 10^8 Lastspielen konnte an einem vergleichbaren Werkstoff und Lagenaufbau bei einer relativen Oberspannung von 0,2 keine Schädigungsinitiierung festgestellt werden [4]. Dieser Wert wird daher als Grenzwert für die Dauerfestigkeit festgelegt. In **Bild 5** sind die Potenzfunktionen der Regionen III (Gleichung 3) auf die relative Oberspannung bezogen dargestellt und über den Grenzwert hinaus extrapoliert. Die potenzielle Dauerfestigkeit – visualisiert als Region IV – wird auf Basis dieses Vorgehens nach > 10^{11} (GF-EP) bzw. ca. $4 \cdot 10^{10}$ (GF-PU) Lastspielen erreicht.

Die Ergebnisse zeigen daher keinen Trend hinsichtlich einer praxisrelevanten Dauerfestigkeit, was neuere Erkenntnisse aus anderen Studien bestätigt [7,9,11,12]. Der Verlauf der Wöhlerkurve ist damit vergleichbar mit dem von kubisch-flächenzentrierten Metallen, wobei deren Änderung der Neigung ausgeprägter ist und eine Änderung des Versagensmechanis-

mus mit sich bringt. Eine abweichende bzw. verzögerte Schädigungsentwicklung im VHCF-Bereich wurde auch für FVK als Grund für die sich ändernde Neigung von Region II zu III vermutet und wird im Folgenden untersucht.

4.2 Schädigungsverhalten

In **Bild 6** ist der Schädigungsgrad für GF-EP und -PU nach jeweils ca. 20 % und 85 % der Lebensdauer für die HCF- und VHCF-Bereiche dargestellt. Das grundlegende Schädigungsverhalten ist vergleichbar und zu Beginn durch die Initiierung von 90°-Zwischenfaserrissen dominiert, die anschließend von Zwischenfaserrissen in ±45°-Lagen begleitet werden. Im weiteren Verlauf nimmt die Anzahl und Länge dieser Risse zu und es treten erste intralaminare Delaminationen in den 0°/90°-Lagen auf. Mit zunehmender Lastspielzahl wachsen die vorhandenen intralaminaren Delaminationen und es kommt zu ersten interlaminaren Delaminationen zwischen der 0°/90°- und ±45°-Lage. Diese Lagentrennung stellt den entscheidenden Schädigungsmechanismus dar. Die interlaminare Delamination wächst über die gesamte Messlänge und -breite, was das spätere Versagen einleitet.

Im VHCF-Bereich sind die Schädigungsmechanismen und die allgemeine Schädigungsentwicklung ähnlich wie im HCF-Bereich, allerdings bildet sich eine geringere Rissdichte aus. Dies führt zu einer Verringerung des Schädigungsvolumens um den Faktor drei. Der Hauptunterschied in der Schädigungsentwicklung im VHCF-Bereich besteht in einer verzögerten Initiierung und Ausbreitung der Delaminationen. Im HCF-Bereich treten erste Delaminationen nach ca. 10 % der Lebensdauer auf. Im VHCF-Bereich hingegen ist bei GF-PU bis zu 79 % keine Delamination zu erkennen. Bei GF-EP kann nach 89 % der Lebensdauer die Initiierung erstes Delaminationen festgestellt werden. Daher kann davon ausgegangen werden, dass auch in GF-PU im weiteren Verlauf Delaminationen initiiert werden, die – entsprechend der für FVK bekannten Schädigungsentwicklung – das Versagen einleiten.

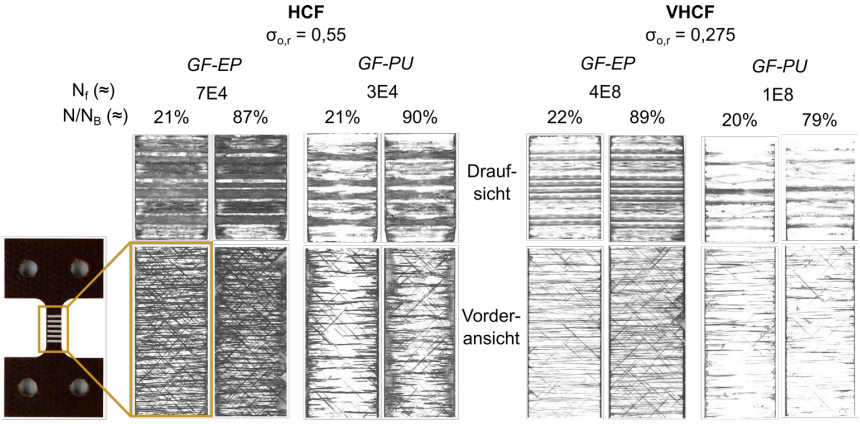


Bild 6: Vergleich der Schädigungsentwicklung von GF-EP und GF-PU im HCF- und VHCF-Bereich, vgl. [10,13]
Figure 6: Comparison of the damage evolution in GF-EP and GF-PU in the HCF and VHCF regime

Aufgrund der Ergebnisse kann davon ausgegangen werden, dass die verzögerte Initiierung und Ausbreitung der Delaminationen – als kritischer Schädigungsmechanismus – zur Reduktion der Neigung der Wöhlerkurve im VHCF-Bereich führt. In diesem Zusammenhang kann auch die höhere Ermüdungsfestigkeit von GF-EP näher erläutert werden. Im Vergleich des Schädigungsverhaltens beider Werkstoffe zeigt sich, dass GF-EP durchweg einen umfangreicheren Schädigungsgrad aufweist, der durch eine zu GF-PU erhöhte Anzahl an Zwischenfaserrissen gekennzeichnet ist, was durch die geringere Duktilität von EP im Vergleich

zu PU begründet werden kann. Der Umfang an Zwischenfaserrissen ist jedoch nicht maßgeblich für die Ermüdungsfestigkeit. Ausschlaggebend für die höhere Ermüdungsfestigkeit von GF-EP ist die geringere Bildung (Initiierung und Ausbreitung) und damit der geringere Anteil von intra- und interlaminaren Delamination.

Zur Beschreibung des Delaminationsanteils wird als Quotient aus Defektvolumenanteil und Defektdichte der Kennwert Defektverhältnis eingeführt. Die Entwicklung der Defektdichte für GF-EP und -PU ist für den HCF- und VHCF-Bereich in **Bild 7** dargestellt. Das Defektverhältnis weist zu Versuchsbeginn einen geringen Anstieg auf. Das bedeutet, dass die durchschnittliche Defektgröße zunimmt. Mit Bezug zur qualitativen Schädigungsentwicklung spiegelt dies u. a. die Initiierung und Ausbreitung der Zwischenfaserrisse wider. Im weiteren Verlauf bildet sich eine näherungsweise stationäre Phase aus, bis es nach ca. 60 % der Lebensdauer zu einem erneuten Anstieg kommt, der mittels einer Exponentialfunktion beschrieben werden kann. Der exponentielle Anstieg zu Versuchsende weist somit auf eine signifikante Zunahme der durchschnittlichen Defektgröße hin.

Da in der qualitativen Schädigungsentwicklung festgestellt wurde, dass die Anzahl und der Umfang der Zwischenfaserrisse kurz vor Versagen nicht weiter steigen, ist diese Entwicklung auf die Ausbreitung der intra- und insbesondere interlaminaren Delaminationen, einhergehend mit der Zusammenführung einzelner Risse, zurückzuführen. Anhand von **Bild 7** kann zudem der durchgehend geringere Schädigungsgrad im VHCF-Bereich visualisiert werden. Das Defektverhältnis ist sowohl für GF-EP als auch -PU im VHCF-Bereich durchgehend um ca. 40 – 80 % gegenüber dem Wert im HCF-Bereich geringer. Das Defektverhältnis dient somit der Bewertung des beanspruchungs- und lastspielzahlabhängigen Schädigungsgrads – insbesondere hinsichtlich des Delaminationsanteils – wodurch eine grenzwertspezifische Restlebensdauerabschätzung ermöglicht wird.

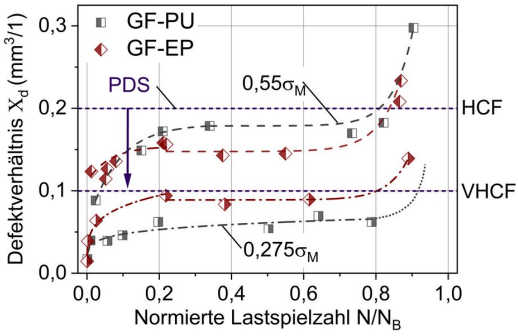


Bild 7: Entwicklung des Defektverhältnisses von GF-EP und -PU im HCF- und VHCF-Bereich, [6]
Figure 7: Development of the damage ratio of GF-EP and -PU in the HCF and VHCF regime

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

In dieser Arbeit wurde das Ermüdungs- und Schädigungsverhalten von GFK im LCF- bis VHCF-Bereich charakterisiert. Zur Gewährleistung einer Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse wurden umfangreiche Methodenentwicklungen durchgeführt. Besonderes Augenmerk wurde dabei auf die Eigenerwärmung gelegt und Verfahren zur geeigneten Frequenzanpassung sowie zur hochfrequenten Ermüdungsprüfung entwickelt. Die Bewertung des Ermüdungsverhaltens erfolgte lebensdauerorientiert anhand von Wöhlerkurven und schädigungsorientiert mittels eines sequenziellen Prüfverfahrens.

Die Verläufe der Wöhlerkurven sind für die untersuchten GFK vergleichbar. Dabei weist GF-EP eine zu GF-PU höhere Ermüdungsfestigkeit auf, obwohl der Schädigungsgrad höher ist. Dieser Widerspruch lässt sich auf den Umfang der verschiedenen Schädigungsmechanis-

men zurückführen. Trotz höherer Rissdichte findet in GF-EP eine geringere Delaminationsbildung statt, die u. a. durch den geringeren Porenanteil und die höhere Grenzschichtfestigkeit und Steifigkeit zu begründen ist. Infolge der größeren Verformung findet bei GF-PU nach Eintritt von Zwischenfaserrissen eine größere Rissöffnung statt. Diese führt zu einer höheren Spannungskonzentration an der Rissspitze und resultiert in einer beschleunigten Delaminationsbildung. Dies bewirkt eine Degradation der Ermüdungseigenschaften und damit einhergehend eine geringere Ermüdungsfestigkeit von GF-PU gegenüber -EP.

Das Ermüdungsverhalten vom LCF- bis VHCF-Bereich kann in Anlehnung an die Literatur mittels dreier Regionen und einer Kombination regionsspezifischer Potenzfunktionen sehr gut beschrieben werden. Die ermittelten Wöhlerkurven flachen im VHCF-Bereich ab und weisen verglichen zum HCF-Bereich eine Änderung der Neigung um 50 bis 60 % auf. Dabei deuten die Ergebnisse darauf hin, dass eine Dauerfestigkeit – sofern existent – für quasi-isotropes GFK voraussichtlich erst im sehr hohen Lastspielzahlbereich >1E10 auftritt. Die potenzielle Dauerfestigkeit ist daher – in Bezug auf die zu ertragenden Lastspielzahlen – für den Großteil der potenziellen Anwendungsfelder irrelevant. Die Schädigungsentwicklung ist im VHCF-Bereich grundsätzlich vergleichbar zum HCF-Bereich, findet aber weniger ausgeprägt statt. Die Delaminationsbildung ist verzögert, leitet das Versagen ein und ist daher hauptverantwortlich für die geringere Neigung der Wöhlerkurve im VHCF-Bereich.

Zukünftig sind im Sinne einer optimierten Betriebsfestigkeit und Bauteilsicherheit zusätzliche Umgebungsbedingungen – wie erhöhte und niedrige Temperaturen – zu berücksichtigen und deren Einfluss auf das Ermüdungsverhalten im VHCF-Bereich zu bewerten. Damit einhergehend sind die hier getroffenen Aussagen zur potenziellen Dauerfestigkeit durch Untersuchungen an GFK mit variierenden Lagenaufbauten zu validieren. Zur neuartigen schädigungsbasierten Modellierung des Ermüdungsverhaltens und darauf aufbauenden Restlebensdauer-abschätzungen ist die Nutzung des Defektverhältnisses geeignet, um als potenzieller Grenzwert den Eintritt der progressiven Schädigungsentwicklung – insbesondere der Delaminationsbildung – zu beschreiben.

Danksagung – Die Danksagung gilt den Kolleginnen und Kollegen sowie den studentischen Hilfskräften des Lehrstuhls für Werkstoffprüftechnik, die zur Erzielung der Ergebnisse beigetragen haben. Besonderer Dank gilt dabei Selim Mrzljak, Ramon Helwing, Lars Gerdes, Andreas Kohl, Michael Jamrozy, Patrick Striemann, Jochen Tenkamp und meinem Doktorvater Frank Walther. Ein Teil der Ergebnisse entstand im Rahmen des Forschungsprojekts „PRISCA“ (Förderkennzeichen 2198131EB4), für dessen finanzielle Unterstützung ich mich beim Bundesministerium für Wirtschaft und Energie sowie für die ausgezeichnete Kooperation bei den Unternehmen Rühl Puromer, FACC und 3A Composites sowie dem Institut für Werkstofftechnik und Kunststoffverarbeitung und dem Labor für Leichtbau und Verbundwerkstoffe und deren Leitern Gion Andrea Barandun und Michael Niedermeier bedanken möchte.

Literatur

[1] R. Talreja, C.V. Singh: Damage and failure of composite materials. Cambridge University Press, Cambridge, 2012

[2] K. Gamstedt, S. Andersen: Fatigue degradation and failure of rotating composite structures - Materials characterisation and underlying mechanisms. Risø National Laboratory, Roskilde, 2001

[3] T. Wu, W. Tao, C. Xu: A VHCF life prediction method based on surface crack density for FRP. International Journal of Fatigue 114 (2018), S. 51-56

[4] A. Hosoi, N. Sato, Y. Kusumoto, K. Fujiwara, H. Kawada: High cycle fatigue characteristics of quasi-isotropic CFRP laminates over 10^8 cycles. International Journal of Fatigue 32 (2010), S. 29-36

[5] T.J. Adam, P. Horst: Very high cycle fatigue testing and behavior of GFRP cross- and angle-ply laminates. Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles. Springer Spektrum, Wiesbaden, 2018

[6] D. Hülsbusch: Charakterisierung des temperaturabhängigen Ermüdungs- und Schädigungsverhaltens von glasfaserverstärktem Polyurethan und Epoxid im LCF- bis VHCF-Bereich. Springer Vieweg, Wiesbaden, 2021, ISBN 978-3-658-34642-3, doi.org/10.1007/978-3-658-34643-0

[7] D. Flore, K. Wegener, H. Mayer, C.C. Oetting: Investigation of the high and very high cycle fatigue behaviour of continuous fibre reinforced plastics by conventional and ultrasonic fatigue testing. Composites Science and Technology 141 (2017), S. 130-136

[8] D. Weibel, T. Beck, F. Balle: Fatigue properties and damage of CF-PPS from high to very high cycles. Proceedings of the 22nd International Conference on Composite Materials (2019)

[9] T. Jeannin, X. Gabrion, E. Ramasso, V. Placet: About the fatigue endurance of unidirectional flax-epoxy composite laminates. Composites Part B: Engineering 165 (2019), S. 690-710

[10] D. Hülsbusch, R. Helwing, S. Mrzljak, F. Walther: Damage behavior of glass fiber-reinforced polymers in the VHCF-regime investigated by intermittent in situ X-ray computed tomography. Proceedings of the 8th International Conference on Very High Cycle Fatigue (2021)

[11] D. Backe, F. Balle, D. Eifler: Fatigue testing of CFRP in the very high cycle fatigue (VHCF) regime at ultrasonic frequencies. Composites Science and Technology 106 (2015), S. 93-99

[12] D. Hülsbusch, A. Kohl, P. Striemann, M. Niedermeier, J. Strauch, F. Walther: Development of an energy-based approach for optimized frequency selection for fatigue testing on polymers - Exemplified on Polyamide 6. Polymer Testing 81 (2020), 106260

[13] D. Hülsbusch, R. Helwing, S. Mrzljak, F. Walther: Comparison of the damage evolution in glass fiber-reinforced polyurethane and epoxy in the HCF and VHCF regimes investigated by intermittent in situ X-ray computed tomography. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 942 (2020), 012036

[14] A. Hosoi, K. Takamura, N. Sato, H. Kawada: Quantitative evaluation of fatigue damage growth in CFRP laminates that changes due to applied stress level. International Journal of Fatigue 33 (2011), S. 781-787

Verbunde für Lebensmittelverpackungen – Kombination von Film und Folie – Noch up-to-date?

Multilayer laminates in food packaging – Combination of film and foil – Still up-to-date?

Günter Schubert, Speira GmbH, F&E Bonn

Kurzfassung – Auch heute werden Verbunde, wegen der Kombination günstiger Eigenschaften mehrerer Materialien, weit verbreitet für Lebensmittelverpackungen verwendet. Wenn eine kompromisslos gute und wirtschaftliche Barriere erforderlich ist, sind Verbunde mit (meist dünner) Aluminiumfolie die erste Wahl. Neben der einzigartigen Barriere zum Erhalt der Verpackungsintegrität und des Füllguts, leistet Aluminiumfolie wichtige Beiträge zur Steifigkeit und Faltbarkeit von Verbunden und sie verbessert den hot tack, die Widerstandsfähigkeit gegen das unerwünschte Öffnen der noch nicht erstarrten warmen Siegelnaht unmittelbar nach dem Siegelvorgang. Alufolie erlaubt auch die schnelle und gezielte Einbringung der Siegelwärme durch Induktion, wie bei Getränkekartons praktiziert. Der CO_2-Fußabdruck eines Verpackungssystems im gesamten Zyklus der Verpackung inkl. CO_2-Fußabdruck des Verpackungsmaterials kann durch Einsatz klassischer Verbunde durchaus günstig gestaltet werden, wenn dadurch Füllgutverluste vermieden werden. Der Beitrag des Füllguts zum CO_2-Fußabdruck ist üblicherweise viel größer als der der Verpackung.

Prüfmethoden zur Messung der mechanischen Robustheit und Resistenz von Verbundverpackungen gegenüber Füllgütern und äußeren Bedingungen, der Siegelfähigkeit und -sicherheit, dem Hot-Tack sowie der Barriere von Verbunden und fertigen Verpackungen werden an Beispielen erklärt.
Methoden zur Charakterisierung des Erhalts der Integrität von Verpackungen (und damit Vermeidung von Füllgutverlust!) werden erläutert.

Stichwörter: Verbundverpackung, Barriere, Siegelsicherheit, Hot-Tack, Robustheit. Füllguterhalt

Abstract – Nowadays packaging laminates, combining favourable properties of layers of different materials, are widely used in food packaging. When an uncompromising and economic barrier is needed, laminates, mostly with thin aluminium foil, are the first choice. Besides their unique barrier to safeguard package integrity and protect the filled good, aluminium foil contributes to stiffness and foldability of packaging laminates and improves the hot tack, the resistance of a freshly sealed not yet solidified seal seam against unintentional opening directly after the sealing step. Aluminium foil allows rapid and specific introduction of sealing heat to the sealing area being inductively heated (example aseptic cardboard packages), The CO_2-foot print of a packaging system, including the CO_2-foot print of the packaging material can be drawn up favourable, if loss or damage of the valuable filled good can be avoided. The contribution of the filled good to the CO_2-foot print is mostly exceeding the contribution of the packaging itself many times.

Test methods to measure mechanical robustness and resistance against filled goods and the environment, the sealability and sealing safety, the hot tack and the barrier performance of laminates and packages are explained through examples.
Methods to characterise the preservation of package integrity (and thereby avoiding loss or damage of filled good) are illustrated.

Keywords: Composite package, barrier, sealing safety, hot tack, robustness, preservation of filled good

1 Einleitung

Heutzutage scheint die Schlüsseleigenschaft von Verpackungen in der öffentlichen Diskussion, aufgrund der weltweiten Verteilung von Verpackungsmüll, der Klimasituation und aufgrund von Gesetzgebung die Recyclingfähigkeit allein zu sein. Man spricht in aller Regel nur über den CO_2-Fußabdruck der Verpackung und preist Verpackungsmaterialien mit niedrigerem CO_2-Fußabdruck, sogenannte Monomaterialverpackungen oder solche mit oder aus nachwachsenden Rohstoffen als Lösungen an. Nach wie vor steht für jede Verpackungen die Schutzfunktion des Füllguts im Vordergrund, die Verpackung ist ein Teil eines Systems Füllgut und Verpackung. Das Füllgut muss spezifisch sicher (auch fälschungssicher), mechanisch und vor Umweltwelteinflüssen geschützt und vor vermeidbarem Verlust an Qualität für eine Mindesthaltbarkeit mit einer auch wirtschaftlich vertretbaren Barriere geschützt werden. Füllgutverluste oder -verderb führen unweigerlich zu einer Vertiefung des CO_2-Fußabdrucks des Systems. Der Fußabdruck von Füllgütern ist in der Regel um den Faktor 10-30 höher als der der Verpackung selbst [1]. Vermeidbarer Füllgutverlust aufgrund mangelhafter, aber weniger klimaschädlicher Verpackung führt unweigerlich zu einer Verschlechterung des CO_2-Fußabdrucks des Systems.

Aluminiumfolie findet breite Nutzung in high-performance Anwendungen, in denen es auf die kompromisslose gute Barriere ankommt, für z. B. sauerstoff- oder lichtempfindliche Füllgüter, Füllgüter mit langer Mindesthaltbarkeit, wenn Füllgüter aseptisch oder heiß abgefüllt oder in der geschlossenen Verpackung pasteurisiert oder sterilisiert werden. Aluminiumfolie erleidet hierbei keinen Barriere-Schock wie Kunststoffe. Aluminiumfolie im Verbund verbessert den Hot-Tack und die Gleichmäßigkeit von Siegelungen beim Abpack- und Siegelprozess und erhöht die Verbundsteifigkeit und Faltbarkeit (dead-fold). Mit Aluminiumfolie können Streckziehverbunde mit geringer Rückstelltendenz bei der Formung hergestellt werden (meist für Pharmazeutika). Dünne walzharte Aluminiumfolie bietet eine perfekte Barriere (gefragt meist gegen Wasserdampf) und gleichzeitig eine Durchdrückbarkeit bei Arzneimittelverpackungen. Aluminiumfolie stellt auch eine funktionelle Barriere für z. B. unerwünschtes Migrat aus eingesetztem Recyclingkunststoff dar.

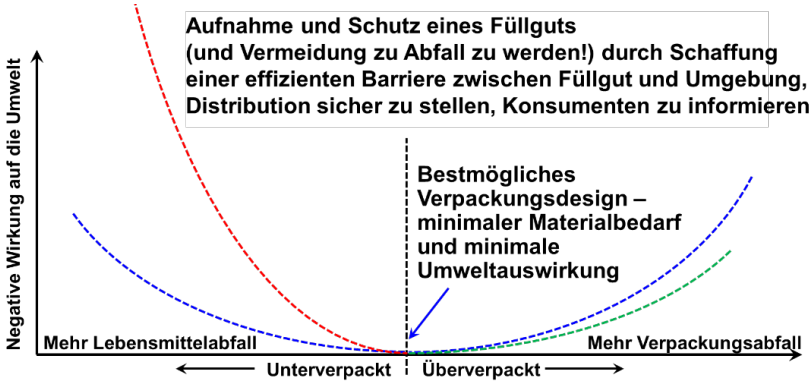


Bild 1: Minimierung der Umweltauswirkungen von Verpackungssystemen im Wechselspiel zwischen und Füllgutabfall (nach Erlov et al. [2])

Figure 1: Minimising environmental impact of packaging systems in the interplay between packaging expenditure and filled good waste (according to: Erlov et al. [2])

Verpackungen müssen in erster Linie ein Füllgut aufnehmen und schützen. Sobald man den Aufwand für die Verpackung reduziert, muss man unbedingt berücksichtigen, ob und wie sich Füllgutverluste verändern. Schon eine geringfügige Erhöhung von Füllgutverlust kann zu einer Verschlechterung der Umweltauswirkungen des Systems führen, weil Füllgüter in der Regel einen vielfach höheren CO_2-Fußabdruck mitbringen als die Verpackung selbst. Eine kleine

Erhöhung des Füllgutverlusts durch eine umweltverträglichere, aber schlechter schützende Verpackung kann so zu einer deutlich schlechteren CO_2-Bilanz des Systems führen (**Bild 1**).

2 Funktionen von Schichtverbunden

Klassische Triplex-Verbunde vereinen die Funktionen der einzelnen dünnstmöglichen Schichten des Laminats am Beispiel einer Kaffeeverpackung zu einer Gesamtfunktion besser als die jeder Einzelschicht. Der äußere mechanisch tragende Polyesterfilm (**Bild 2**) ist konterbedruckt, das Druckbild ist auf diese Weise abriebbeständig geschützt und hat keinen Kontakt mit dem Füllgut (auch nicht mit der Innenseite der Verpackung, solange diese als Rollenware aufgewickelt ist).

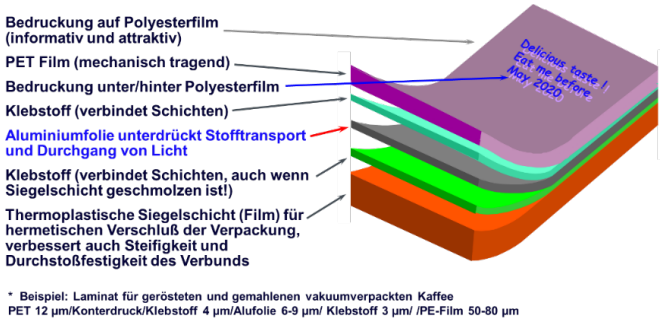


Bild 2: Schichten eines klassischen Triplex-Verbunds (drei bahnförmige Materialien + Klebfugen + Druckfarben) und ihre Funktionen
Figure 2: Layers of a classical 3-ply laminate (3 web-based material + adhesive layers + printing inks) and their functions

Der (meist) biaxial gereckte Polyesterfilm spielt eine mechanisch tragende Rolle und stellt eine funktionelle Barriere für Klebstoff- und Druckfarbenbestandteile dar. Die Klebfugen verbinden die dünne Aluminiumfolie mit den umgebenden mechanisch stützenden Filmen. Die Kaschierung hat zwei Wirkungen, ohne stützende Filme würde die dünne Folie schon bei geringer mechanischer Belastung, vor allem bei Dehnung, einreißen und die Barriere-funktion verlieren. Im kaschierten Zustand dürfen durchaus in einem gewissen Rahmen Durchbrüche in der Folie während des Abpackprozesses entstehen und bleiben in der Regel ohne oder mit geringer Auswirkung auf die Barriere der Verpackung. Diese Durchbrüche sind zwar leicht sichtbar, weil Folie lichtundurchlässig und eben nicht transparent ist, zeigen aber in aller Regel keine messbare nachteilige Wirkung auf die Barriere. Aluminiumfolie hat, als metallisches Material, keinerlei Löslichkeit und Beweglichkeit für kleine Moleküle wie Sauerstoff oder Wasserdampf oder organische Moleküle und bietet eine perfekte Barriere, solange keine Defekte auftreten. Bei Kunststoffen ist die Permeation umgekehrt proportional zur Schichtdicke des betreffenden Films (wie in **Bild 3** beispielhaft dargestellt).

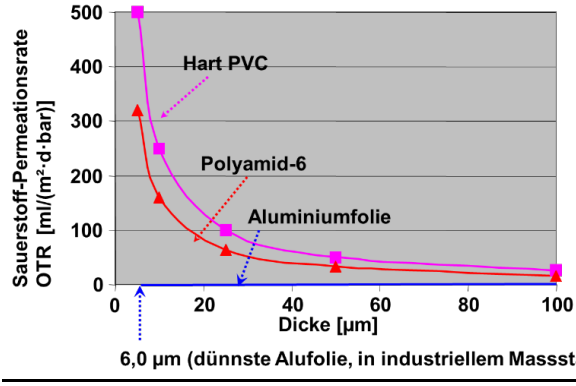


Bild 3: Zusammenhang zwischen der Permeationsrate für Sauerstoff und der Schichtdicke von Kunststofffilmen und Aluminiumfolie (beispielhaft)
Figure 3: Relation between permeation rates for oxygen and water vapour and the layer thickness of polymeric films and aluminium foil ((exemplary)

Dünne Aluminiumfolien tragen eine Population von Poren, je dünner die Folie, desto höher diese Population. In **Bild 4** wurden ein Durchbruch durch eine unkaschierte Folie und ein Durchbruch in einem kaschierten Getränkekartonverbund im Querschnitt abgebildet. Der Durchbruch im Verbund ist beidseitig vollständig mit einer Kaschierschicht aus Polyethylen und einer Innenbeschichtung aus Polyethylen verbunden und liefert in diesem gut kaschierten Zustand keinen messbaren Beitrag zum Sauerstoffeintrag in eine Verpackung (Erfassungsgrenze derzeit etwa 0,0005 ml/d · m² · bar).

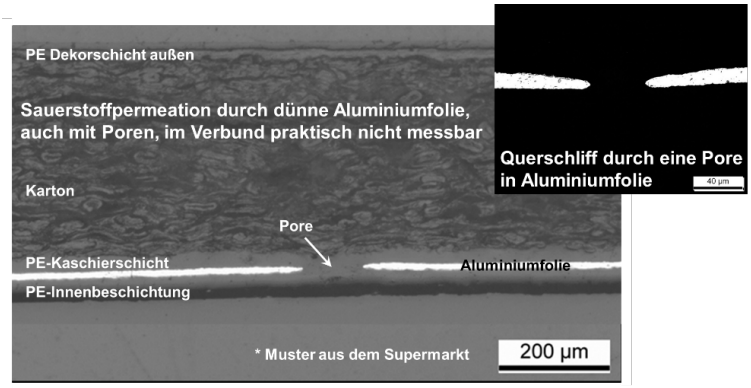


Bild 4: Querschliffe durch eine Pore in freier Aluminiumfolie (oben rechts) und kaschiert in einem Getränkekartonverbund
Figure 4: Cross section through a pore in blank aluminium foil (top, right) and laminated in a cardboard package for liquids (bottom)

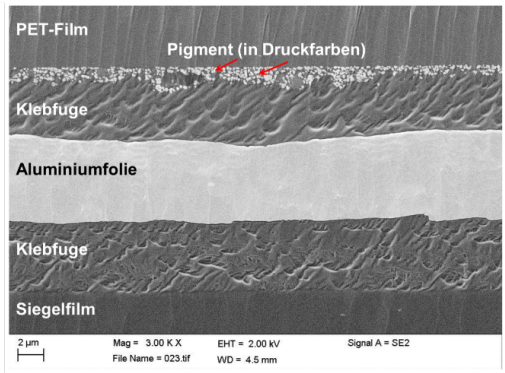


Bild 5: REM-Detailaufnahme eines Ionenstrahlschnitts durch einen typischen Triplex-Verbund mit Klebfugen vollständiger Anbindung zwischen Alufolie und Filmen

Figure 5: SEM picture in detail of an ion beam cross section through a typical 3-ply laminate with adhesive layers of complete bonding between aluminium foil and films

Bild 5 zeigt einen Ionenstrahl-Querschnitt durch einen klassischen Triplex-Verbund, zum äußeren PET-Film und zum Siegelfilme sind lediglich die anbindenden Grenzschichten abgebildet. Auch hier sind Filme und Folie vollflächig miteinander verbunden. TiO_2-Partikel, deckendes Pigment der Druckfarben, sind gut sichtbar. Beide Klebfugen zeigen Reliefs, die durch den Elektronenstrahl des Mikroskops erzeugt werden (Veränderung, Schädigung der Klebfugenmatrix).

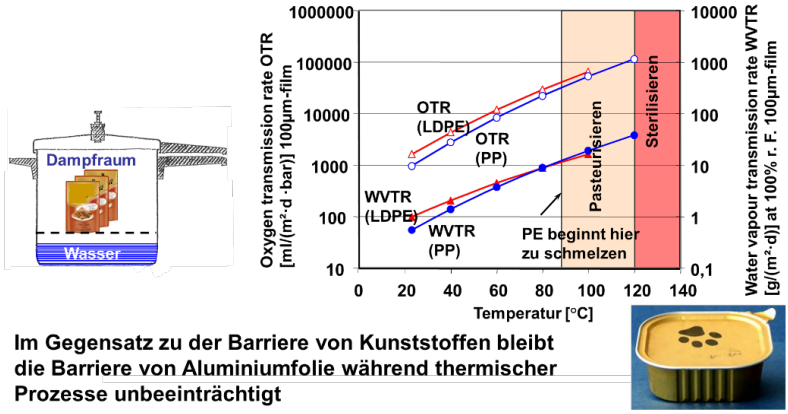


Bild 6: Sauerstoff- und Wasserdampfpermeation durch PE und PP im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und Temperatur bei Sterilisation

Figure 6: Oxygen and water vapour transmission rates through PE and PP in the temperature range between ambient and during retorting

Triplexverbunde mit Aluminiumfolie werden weitverbreitet angewendet, wenn Füllgüter in der Verpackung heiß abgefüllt, pasteurisiert oder sterilisiert werden. Die Barrierefunktion der Aluminiumfolie bleibt während der Wärmebehandlung der Verpackung unbeeinträchtigt, während die Kunststoffe eine vielfach höhere Permeabilität zeigen als bei Raumtemperatur (**Bild 6**). Sie erleiden einen regelrechten „Retortschock“, je nach Kunststoff auch durch Quellung mit

Wasserdampf, von dem sich die Verpackung nach Beendigung der Wärmebehandlung, je nach Kunststoff und Verbundaufbau, nur langsam und nicht zwingend vollständig erholt.

3 Siegelverhalten

Praktisch alle flexiblen Verpackungen werden durch einen Siegelvorgang hermetisch verschlossen. Eine auf der Innenseite der Verpackung befindliche thermoplastische Siegelschicht wird durch Wärmeintrag von außen nach innen (meist konduktiv), durch Ultraschall oder durch induktives Aufheizen einer Aluminiumfolie und Weitergabe der Wärme aufgeschmolzen, meist gegen sich selbst kontaktiert, benetzt, verbunden und abgekühlt.

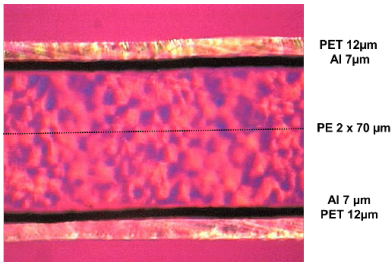


Bild 7: Mikroskopische Abbildung eines Mikrotomschnitts einer Siegelnaht im polarisierten Licht (die ursprüngliche Grenze zwischen den siegelnden Filmen ist nicht mehr erkennbar, bzw. auch nicht mehr vorhanden).
Figure 7: Microscopical picture of a microtomed section of a seal seam in polarised light (the initial inter face between the sealant can no longer be recognised, respectively does no longer exist).

Deckelsiegelungen werden meist mit einseitiger Wärmeeinbringung durchgeführt, mindestens eine Thermoplastschicht der miteinander zu versiegelnden Verpackungsteile muss hierbei aufschmelzen. **Bild 7** stellt eine ideale Siegelnaht dar, mit nicht mehr erkennbarer ursprünglicher Grenzfläche zwischen den beiden siegelnden Polyethylenfilmen. Sichtbar sind Sphärolithe, die durch Kristallisation nach dem Siegelvorgang entstanden sind. Die Qualität von Siegelnähten wird aber nicht allein optisch bewertet, sondern vor allem nach ihrem Verhalten beim Schälen. Siegelnähte können fest versiegelnd, nur unter Zerstörung des Verbunds oder mit der Schere zu öffnen sein. Siegelnähte können peelbar, aufschälbar mit möglichst definiertem Kraftaufwand, eingestellt sein. Man unterscheidet zwischen leicht peelbaren (easy peel) und mit einem Mindestschälwiderstand zu öffnenden, beispielsweise kindersicheren Verpackungen. Man unterscheidet auch hinsichtlich des Schälmechanismus, kohäsiv oder adhäsiv (**Bild 8**). Kohäsiv geöffnete Siegelnähte können z. B. auf der Siegelfläche „Fädchen“ aus gedehntem und zerrissenem Siegelpolymer hinterlassen, was der Verbraucher optisch mit Schimmelpilzbildung assoziieren und ablehnen könnte.

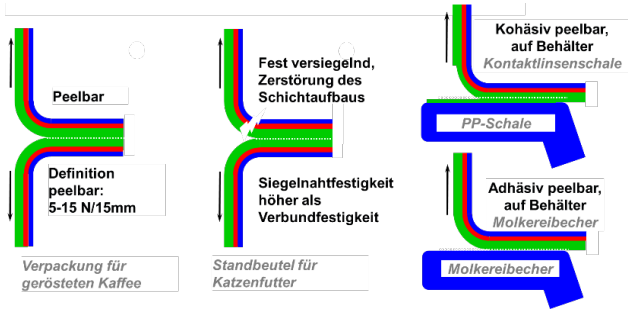
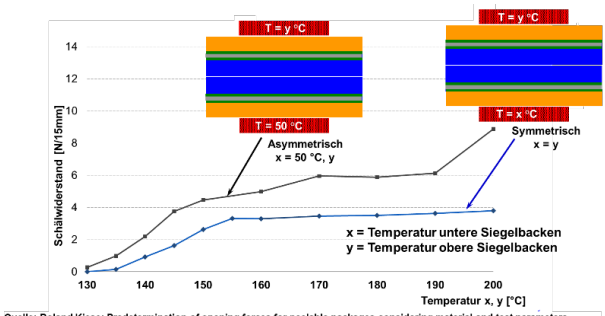


Bild 8: Resultate einer Schälprüfung peelbarer, fest versiegelnder Siegelnähte von Laminaten sowie adhäsiv und kohäsiv peelbarer Deckel auf Behältern
Figure 8: Results of a peel test of peelable, tightly sealed and adhesively and cohesively peelable lids on containers

Der Schälwiderstand wird unter anderem durch die gewählte bzw. die wahre Siegeltemperatur beeinflusst. Beim Start eines Abpackvorgangs herrscht eine zunächst voreingestellte konstante Siegelwerkzeugtemperatur, die mit jedem Siegeltakt durch Wärmeentzug aus dem Werkzeug abfällt und durch die Heizung des Siegelwerkzeugs nachgesteuert werden muss.



Quelle: Roland Kiese: Predetermination of opening forces for peelable packages considering material and test parameters, TAPPI European PLACE Conference Basel 2017

Bild 9: Beispiele sogenannter „Siegelkurven“, Schälwiderstand gg. Siegelwerkzeugtemperatur bei symmetrischer und asymmetrischer Temperatur der Siegelwerkzeuge oben und unten (nach [3]).
Figure 9: Examples of so-called sealing curves, peel resistance against temperature at symmetrical or asymmetrical heating temperature of top and bottom sealing jaws (according to [3]).

Deshalb sind (im Labor gemessene) Siegelkurven erwünscht, die über einen größeren Temperaturbereich ein Plateau des Schälwiderstands zeigen, sodass nacheinander gesiegelte Verpackungen trotz Temperaturveränderung des Werkzeugs innerhalb dieses Temperaturintervalls zu gleichem oder ähnlichem Schälwiderstand führen (Beispiel in **Bild 9**). Mit dem Schälwiderstand wird auch der Erfolg einer Kaschierung zwischen Bahnen beschrieben, bzw. kontrolliert, man ermittelt einen Schälwiderstand und spricht von Haftwert (Angabe meist in N/15mm).

4 Hot-Tack - Heißnahtklebrigkeit

Außer bei Kaltsiegelmassen (für Schokoladenriegel) werden bei jedem Siegelvorgang Thermoplastschichten aufgeschmolzen und bilden Siegelnähte aus, sobald Abkühlung und Erstarrung erfolgt sind. Die Phase des Wärmeaustrags aus einer Siegelnaht nach Beendigung des Wärmeeintrags bis zur Erlangung einer mechanischen Belastbarkeit der Siegelnaht spielt eine bedeutende Rolle, wenn frisch gesiegelte Nähte mechanisch belastet werden. Bei der Abfüllung auf vertikalen Schlauchbeutelmaschinen werden die Kopfnaht eines gefüllten Beutels und die Bodennaht des nachfolgenden zu füllenden Beutels gleichzeitig gesiegelt und voneinander getrennt. Unmittelbar nach dem Siegelvorgang fällt Füllgut auf die frisch gesiegelte Bodennaht. Die Bodennaht darf sich unter dieser Beanspruchung, abhängig von Art und Gewicht des Füllguts, nicht öffnen (**Bild 10**). Gleiches gilt für alle Nähte gefüllter Beutel, soweit diese auf eine Unterlage fallen.

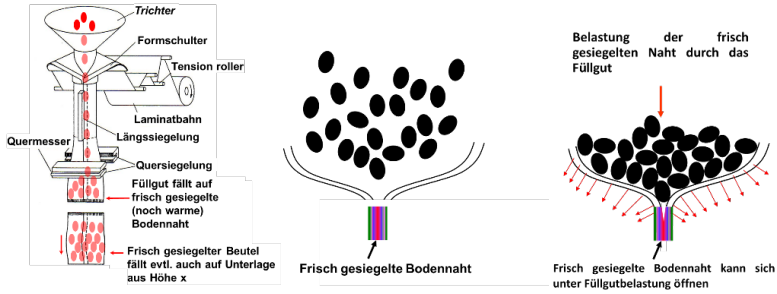


Bild 10: Prinzip einer vertikalen Schlauchbeutelabpackung (VFFS) und Beanspruchung des Hot-Tack frisch gesiegelter Nähte

Figure 10: Principle of a vertical forming, filling and sealing machine (VFFS) and stress on the hot-tack of freshly sealed seams

Zur Auswahl und zum Vergleich von Verpackungsmaterialien für vertikale Schlauchbeutelmaschinen sind Hot-Tack-Messungen etabliert. Zwei Streifen des Verpackungsmaterials werden gegeneinander gesiegelt und unmittelbar nach dem Öffnen der Siegelbacken unter Messung des Schälwiderstands aufgeschält. Aus diesen Verläufen des Schälwiderstandes über die Zeit bzw. über die Breite der Siegelung und in Stufen innerhalb eines gewählten Temperaturintervalls werden für jede Siegelbedingung Kombination von Siegeltemperatur, -druck und /oder -zeit mittlere oder maximale Werte in N/Streifenbreite als Hot-Tack-Verläufe angegeben.

Beim Verbund, dessen Hot-Tack in **Bild 11** dargestellt ist, tritt die Komplikation auf, dass nicht nur die Siegelschicht, sondern auch die Kaschierschicht „hinter“ der Alufolie beim Siegeln aufgeschmolzen wird. Auf eine detaillierte Interpretation wird an dieser Stelle deshalb verzichtet.

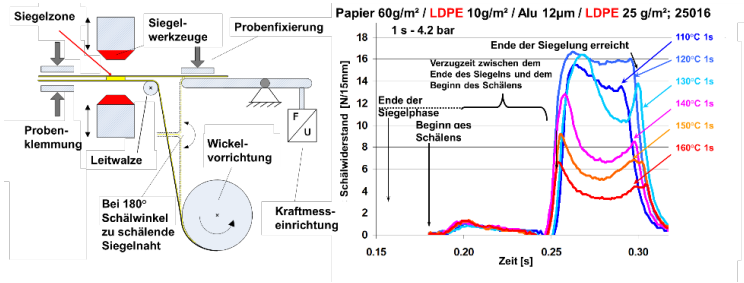


Bild 11: Schema der Hot-Tack-Messung (System Kopp) und Hot-Tack-Verläufe eines Laminats Papier/PE/Alu/PE zwischen 110 °C und 160 °C

Figure 11: Scheme of the hot tack measurement (system Kopp) and course of the hot tack of a laminate paper/PE/Alu/PE between 110 °C and 160 °C

Bild 12 zeigt maximale Hot-Tack-Werte für Laminate mit und ohne Aluminiumfolie innerhalb eines Temperaturfensters und für 2 Siegelzeiten. Die aluminiumhaltigen Verbunde zeigen höhere Hot-Tack-Maxima als die aluminiumfreien, die höheren Hot-Tack-Maxima sind bedingt durch die raschere Abkühlung der Siegelnaht durch die Aluminiumfolie nach Beendigung der Wärmezufuhr, niedrigere reale Temperatur am Schälort zum Schälzeitpunkt, damit einhergehend höhere Viskosität der Siegelpolymerschmelze und höherer Widerstand gegen das Aufschälen im gleichen Zeitintervall des Aufschälens. Siegelnähte mit Aluminiumfolie in der Nachbarschaft kühlen schneller aus als solche ohne Folie.

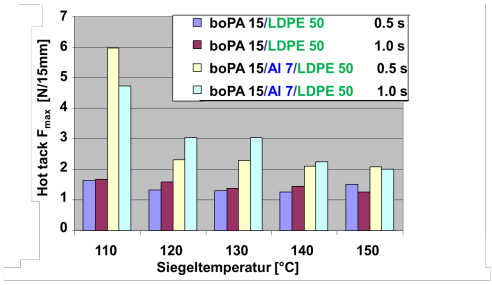


Bild 12: Hot-Tack-Maxima von aluminiumfreien und aluminiumfolienbasierten Verbunden mit identischen Siegelfilmen LDPE und verschiedenen Siegelzeiten

Figure 12: Hot tack maxima of aluminium foil free and aluminium foil based laminates using identical sealant films LDPE and different sealing time and temperature adjustments

Beim Siegeln wird immer in gewissem Umfang Siegelpolymer aus der Siegelnaht herausgequetscht. Dies führt zu einer Art Wulstbildung an den Siegelnahträndern und nicht absolut gleiche Schichtdicke des anzugreifenden Siegelmediums über die Siegelnahtbreite. Praktisch alle Siegelnähte weisen deshalb einen erhöhten Anschälwiderstand, auch bei der Hot-Tack-Messung auf.

5 Öffnungsverhalten

Von peelbaren Verpackungen wird erwartet, dass sie nicht unerwartet leicht, nicht zu schwer und am besten immer gegen den gleichen Widerstand zu öffnen sind. In der Qualitätsprüfung werden Schälwiderstände meist an Streifen des Verpackungsmaterials überprüft. Wesentlich ist hierbei die Übertragbarkeit dieser Ergebnisse auf die tatsächliche Verpackung. Unter Regie des IVV Dresden wurde das Aufschälverhalten von hunderten Probanden aus allen Stufen der Bevölkerung systematisch ermittelt und analysiert und Richtwerte für easy-opening aufgestellt (**Bild 13**).

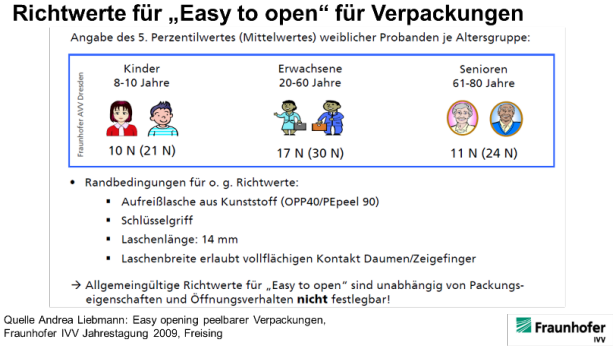


Bild 13: Richtwerte für Schälwiderstände von Easy Opening Verpackungen (Quelle Andrea Liebmann: Easy opening peelbarer Verpackungen, Fraunhofer IVV Jahrestagung 2009, Freising [4])

Figure 13: Recommended values for the peel resistance of easy opening packages (source Andrea Liebmann: Easy opening peelbarer Verpackungen, Fraunhofer IVV annual conference 2009, Freising [4])

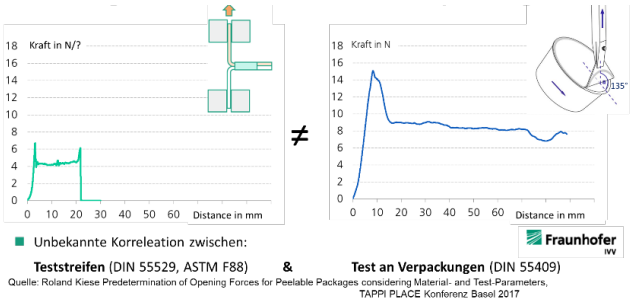


Bild 14: Korrelation von Schälwiderständen, an Streifen gemessen, mit denen realer Verpackungen, Beispiele (nach [3])

Figure 14: Correlation of peel resistance, measured at stripes and measured at real packages, examples (according to [3])

Tests an Streifen finden bei gleichbleibender Geometrie (2 x 90°), konstanter Siegelnahtbreite bzw. aufzuschälender Kantenlänge und konstanter Schälgeschwindigkeit (100 mm/min.) statt. Schältests an Deckeln auf Behältern finden unter einem Schälwinkel von 135° (ergonomisch begründet) bei 600 mm/min. statt (**Bild 14**). Die Siegelnahtbreite, die Breite der aufzuschälenden Kante, die Winkel zwischen Siegelrichtung, Maschinenlaufrichtung der Bahn und Öffnungsrichtung variieren (**Bild 15**). Die reproduzierbare Einspannung von Behältern stellt oft eine Herausforderung dar.



Effect	Test of strips	Test of real packages
Test parameters	2 x 90°, 100 mm/min	135°, 600 mm/min
Width of sealed seam	constant (15 mm)	variable
Quantity of sealed edges to be teared	constant	variable
Angle between sealed seam, machine direction and opening direction	constant (90°)	variable

Bild 15: Vergleich der Randbedingungen für Schälprüfungen an Streifen und an Behältern mit Abdeckband (nach [3])

Figure 15: Comparison of the conditions of peel testing of stripes and of containers with lidding material (according to [3])

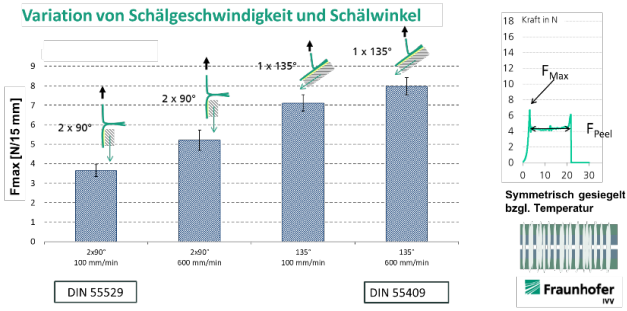
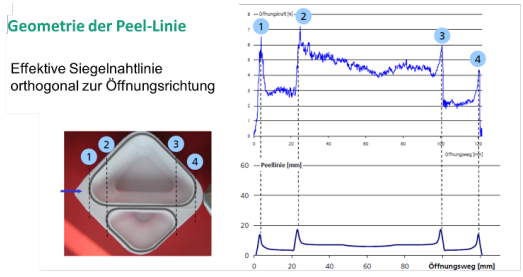


Bild 16: Maximale Schälwiderstände ein und desselben gleich gesiegelten Laminats bei verschiedenen Schälwinkeln und Schälgeschwindigkeiten, nach [3]

Figure 16: Results for maximum peel strength of one and the same laminate at different peeling angle and peeling speed (according to [3])

Die Prüfung von Schälwiderständen anhand unterschiedlicher Normen führen nicht zu einem gleichen Ergebnis (**Bild 16**).

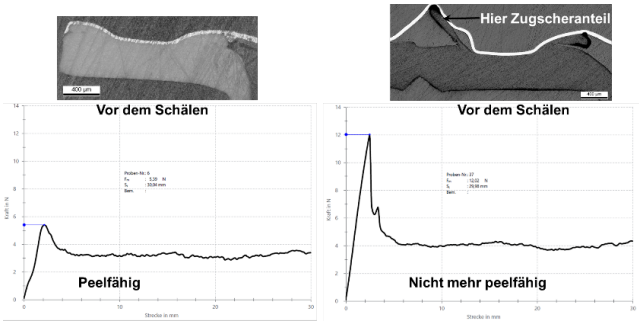


Quelle Andrea Liebmann: Easy opening peelbarer Verpackunngen, Fraunhofer IVV Jahrestagung 2009, Freising

Bild 17: Verlauf des Schälwiderstands des Deckels auf einem Mehrkammerbecher mit komplexer Siegelnahtkontur nach [4], Beispiel

Figure 17: Course of the peel resistance of a lid on a multi-cavity tray with a complex seal seam con tour (according to [4]), example

Komplexe Verpackungsformen und -siegelnähte, wie an einem Beispiel in **Bild 17** gezeigt, führen zu einem komplexen Verlaufs des Schälwiderstands, weil sich nicht nur die Schälrichtung und die aufzuschälende Breite der Siegelnaht innerhalb eines Schälvorgangs an einer Verpackung ändern, sondern auch der lokale Wärmehaushalt der Siegelnaht beim



Siegeln nicht entlang der gesamten Siegelnaht gleich ist (Werkzeugkontur, Siegeldruck).

Bild 18: Verläufe des Schälwiderstands von peelfähigen und nicht peelfähigen Deckeln auf Milchportionsverpackungen und zugehörige Schliffbilder des gesiegelten Becherrands.
Figure 18: Course of the peel resistance of peelable and non-peelable lids on milk portion containers and corresponding cross sections of the container seal seams.

Bild 18 zeigt charakteristische Verläufe des Schälwiderstands von Milchportionsverpackungen innerhalb eines Abpackloses, einmal peelfähig und einmal mit hohem Anschälwiderstand. Querschliffe durch geschlossene Siegelnähte zeigen, dass das Abdeckband unterschiedlich an den Flansch des thermogeformten Behälters angekoppelt ist. In beiden Fällen wird Siegelpolymer des Bechers aus der Siegelzone heraugequetscht, bei einem Teil der Siegelnähte entsteht eine vom Behälter getrennte angesiegelte „Wulst“, bei den anderen bleibt die Wulst mit dem Flansch fest verbunden. Die „getrennte Wulstbildung“ führt zum Hochklappen der Wulst beim Anschälen und Trennung durch Zugscherung auf einem wesentlich höheren Niveau als beim reinen Abschälen des Abdeckbands. Es handelt sich nicht um einen Mangel des Abdeckbands und dessen Lackierung, sondern des Siegelwerkzeugs und/oder der Behältergeometrie.

6 Dichtheit und Barriere

Schlauchbeutel mit einer Längsnaht (Flossennaht) wie schematisch in **Bild 19** oder wie in **Bild 20**, Seitenfaltenbeutel, tragen Lagensprünge in den Quernähten. Bei der Quersiegelung müssen Wechsel von 2 auf 4 Lagen durch Siegelwerkzeug und -bedingungen derart überbrückt werden, dass geschlossene und gegebenenfalls gleichmäßig peelbare Nähte entstehen. **Bild 20** zeigt Bereiche eines Lagensprungs nach Siegelung bei unterschiedlicher Temperatur an einem Modellverbund, einmal Kanülen bildend, genau an der Stelle des Lagensprungs, einmal geschlossen.

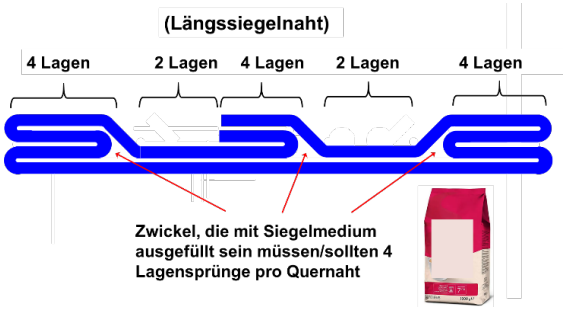


Bild 19: Schematische Darstellung der Verbundlagen im Siegelbereich einer Kopf- oder Bodennaht eines Seitenfaltenbeutels
Figure 19: Scheme of laminate layers in the sealing areas of top and bottom seal of a side-gusseted pouch

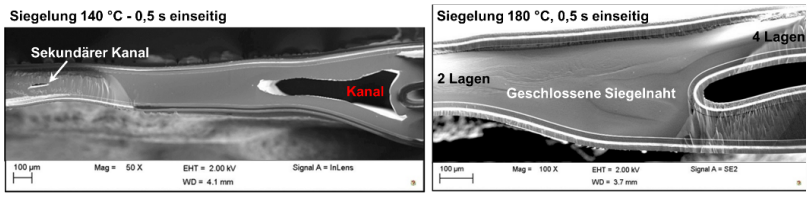


Bild 20: Querschnitte von Siegelnähten im Übergangsbereich von 2 auf 4 Lagen eines Seitenfaltenbeutels (Modellverbund)
Figure 20: Cross sections of seal seams in the transfer area from 2 to 4 layers of a side-gusseted pouch (model laminate)

Kanäle (oder Kanülen, Kapillaren) in Siegelnähten bedeuten noch keinen absoluten Verlust der Verpackungsintegrität, sondern sind tolerabel, je nach abgepacktem Füllgut und dessen Akzeptanz für z. B. Sauerstoffeintrag in die Verpackung. Für Siegelnähte von Verpackungen werden Richtwerte definiert für die Maximaldurchmesser der Poren oder Kapillaren, für Kapillaren auch der Länge (**Tabelle 1**).

Tabelle 1: Dichtheitsklassen von Siegelnähten (nach [5] Mauermann/VDMA)
Table 1: Tightness classes of seal seams (according to [5] Mauermann/VDMA)

Klasse		Richtwerte in Form der maximal zulässigen Fehlstellengröße (Durchmesser in µm) Pore oder Kapillare		
1	Rieseldicht		200 µm	
2	Staubdicht		100 µm	
3	Flüssigkeitsdicht		30 µm	
4	Insektendicht		20 µm	
		Pore	Kapillare Länge 5 mm	Kapillare Länge 10 mm
5	Wasserdampfdicht	25 µm	-	-
6	Gasdicht (sauerstoffdicht)	1 µm	8 µm	11 µm

Bild 21 zeigt einen Abschnitt eines Flachbeutels, in den farbige Penetrierflüssigkeit eingebracht wurde. Es gibt eine Zone der unteren Quernaht links, in die Penetrierflüssigkeit eingedrungen ist. Die Siegelnaht ist dennoch dicht, weil keine durchgängige Kapillare besteht.

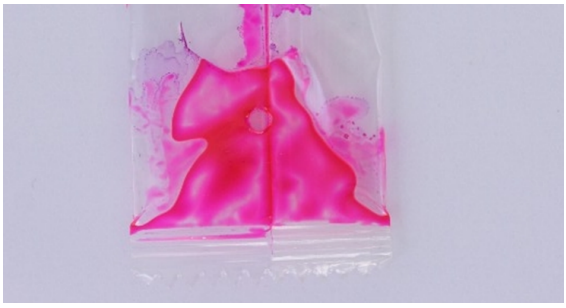


Bild 21: Schlauchbeutel mit zudosierter farbiger Penetrierflüssigkeit zur Erkennung von Kanülen in Siegelnähten
Figure 21: Tubular bag with coloured penetration liquid dosed to recognise channels in the seal seams

In **Bild 22** ist das Prinzip zur Ermittlung von Permeationsraten durch flächige Verpackungsmaterialien am Beispiel der Sauerstoffpermeation dargestellt. Es besteht ein Konzentrationsgradient zwischen dem Testgas, Luft oder Sauerstoff, zum Trägergas, sauerstofffreiem Stickstoff. Die beiden Gase sind durch das Verpackungsmaterial getrennt. Beide Gase haben einen definierten konstanten Fluss. Es stellt sich eine zu messende Gleichgewichtskonzentration des Testgases im Trägergas ein.

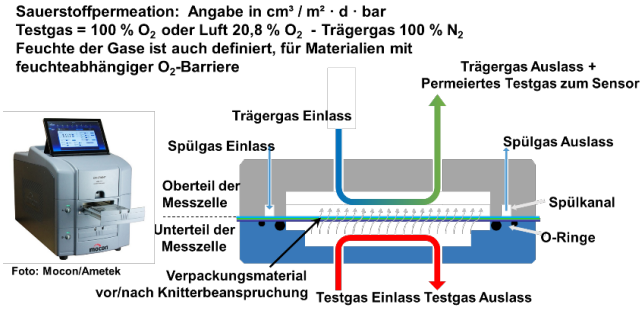


Bild 22: Schematische Darstellung einer Permeationsmesszelle für Sauerstoff für flächige Verbunde (Foto: Mocon-Ametek Neuwied)
Figure 22: Scheme of an oxygen permeation measurement cell for flat laminates (picture: Mocon-Ametek Neuwied)

In **Bild 23** ist das Prinzip zur Ermittlung der Permeationsrate für Wasserdampf durch flächige Verpackungsmaterialien dargestellt. Es besteht ein Konzentrationsgradient des Wasserdampfs zwischen dem Testgas (mit hoher relativer Feuchte) und dem Trägergas (mit niedriger relativer Feuchte oder absolut trocken). Die beiden Atmosphären sind durch das Verpackungsmaterial getrennt und es stellt sich eine zu messende Gleichgewichtspermeationsrate von Wasserdampf in das Trägergas ein.

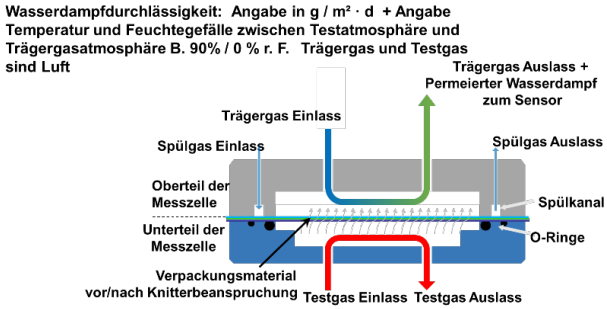


Bild 23: Schematische Darstellung einer Permeationsmesszelle für Wasserdampf für flächige Verbunde
Figure 23: Scheme of a water vapour permeation measurement cell for flat laminates

Zur Ermittlung des Sauerstoffeintrags in eine Verpackung wird diese mit einem Trägergaseinlass und einem -auslass versehen und in einer Messkammer mit Testgasatmosphäre montiert. Die beiden Atmosphären sind durch die Verpackung getrennt. Die Verpackung wird innen mit Trägergas kontinuierlich gespült und die permeierte Sauerstoffmenge im Gleichgewicht im Trägergas gemessen **(Bild 24**).

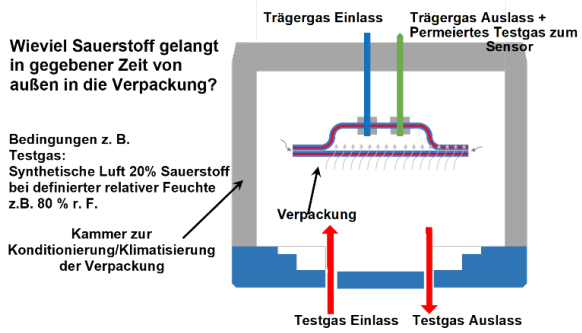
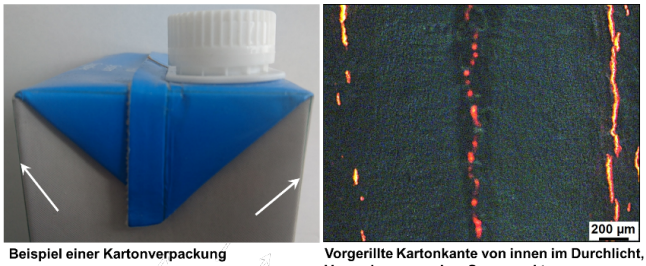


Bild 24: Schematische Darstellung einer Permeationsmesszelle für Verpackungsgebinde (die komplette Messzelle befindet sich in einer klimatisierten Kammer)
Figure 24: Scheme of a permeation measurement cell for packages (the complete cell is in a conditioned chamber)

Eine Getränkekartonverpackung sollte eigentlich wegen der Verwendung einer dünnen Aluminiumfolie überhaupt keinen messbaren Sauerstoffeintrag zeigen, jedoch gibt es (gerillte) Kanten und Ecken sowie Siegelnähte, durch die ein Eintrag von Sauerstoff zustande kommt. An Rillungen, die bei Formung der Verpackung geknickt werden, können beispielsweise Durchbrüche durch die Aluminiumfolie entstehen, die im Durchlicht leicht sichtbar werden und die einen Beitrag zum Gesamt-Sauerstoffeintrag in die Verpackung stellen können. Häufig zu beobachtende lichtdurchlässige Positionen im Verbund (wie in **Bild 25**) bedeuten noch nicht zwangsläufig eine Relevanz für den Erhalt der Barrierewirkung der Verpackung dar.



Beispiel einer Kartonverpackung

Vorgerillte Kartonkante von innen im Durchlicht, Verpackung aus dem Supermarkt

Bild 25: Betreffende Kanten einer Modellverpackung und Durchbrüche der Barriere Aluminiumfolie entlang einer um 90° geknickten Rilllinie einer Verpackung aus dem Supermarkt)
Figure 25: Concerning edges of a model package and break-throughs through the aluminium foil barrier along a creasing line bent by 90° of a package (from the supermarket)

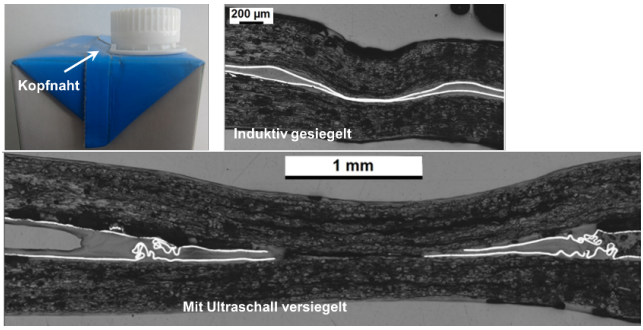


Bild 26: Betreffende Kopfsiegelnaht an einer Modellverpackung gezeigt (oben links) und Kopfsiegelnähte von unterschiedlich gesiegelten Verpackungstypen aus dem Supermarkt (oben rechts: induktiv gesiegelte Kopfsiegelnaht; unten: mit Ultraschall gesiegelte Kopfsiegelnaht).

Figure 26: Concerning top seal seam shown at a model package (top left) and top seal seams of differently sealed packaging systems from the supermarket (top right: inductively sealed top seam; bottom: ultrasonically sealed top seam).

Bei der induktiv gesiegelten Naht bleibt die Alufolie intakt, bei der ultraschallgesiegelten Kopfsiegelnaht wird die Alufolie zwar desintegriert, der Sauerstoffeintrag erhöht sich aber nur moderat, weil Permeation durch eine sehr dicke PE-Schicht mit kleinem Querschnitt stattfinden muß (langer „tortuous path“, **Bild 26**).

7 Chemische und mechanische Robustheit

Werden Füllgüter, z. B. Tiernahrung, in der verschlossenen Verpackung sterilisiert (typisch bei 121 - 135°C für 30 – 60 min) können Füllgutkomponenten während der Wärmebehandlung sehr gut migrieren, die Löslichkeit und die Beweglichkeit kleiner Moleküle in der Kunststoffmatrix sind gegenüber Raumtemperatur signifikant erhöht, migrierende Komponenten können sich an der Grenzfläche zum Aluminium anreichern oder chemisch reagieren und zur Schwächung der Haftung oder zur Enthaftung (Delamination) führen. Im Aluminium, als Barriere, besteht keine Löslichkeit für kleine Moleküle. Von außen kann Wasserdampf, der Wärmeüberträger unter Druck, durch die äußeren Kunststoffschichten, wegen der höheren Temperatur sehr leicht, permeieren und unter diesen hydrothermalen Bedingungen mit dem Aluminium reagieren und zu Änderungen des Erscheinungsbild der Bedruckung und unter Umständen zum Haftungsverlust führen (**Bild 27**).



Bild 27: Wirkungen von Füllgut und Wasserdampf auf eine Verpackung während der Wärmbehandlung (Sterilisation; schematisch)

Figure 27: Effects of filled good and water vapour on a package during heat treatment (retorting, schematic)

Zur Bewertung der Robustheit von Klebfugen werden Verbundmaterialien sterilisiert und Schälwiderstände vor und nach Sterilisation, sowie bei Raumtemperatur und erhöhter Temperatur gemessen, zur Bewertung der Haftung bei erhöhter Temperatur miteinander verglichen (**Bild 28, Bild 29**). Eine Schälprüfung kann bei 90°C in einem Wasserbad mit vertretbarem Aufwand durchgeführt werden, es ist keine Vorrichtung für eine Schälprüfung im Schnellkochtopf bekannt.

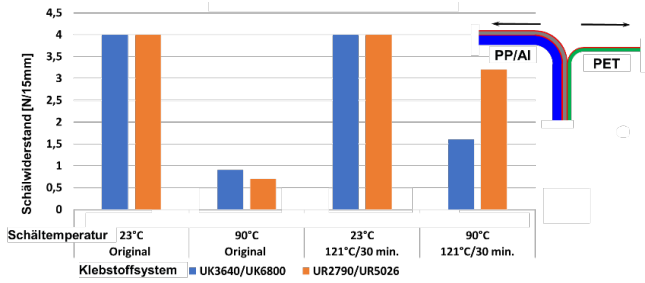


Bild 28: Schälwiderstände PET/ /Al bei 23°C und 90°C eines Verbunds PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 vor und nach Sterilisation für zwei Klebstoffsysteme (hier von Henkel, Liofol)

Figure 28: Peel resistance values PET/ /Al at 23°C and 90°C of a laminate PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 before and after retorting for different adhesive systems (here from Henkel, Liofol)

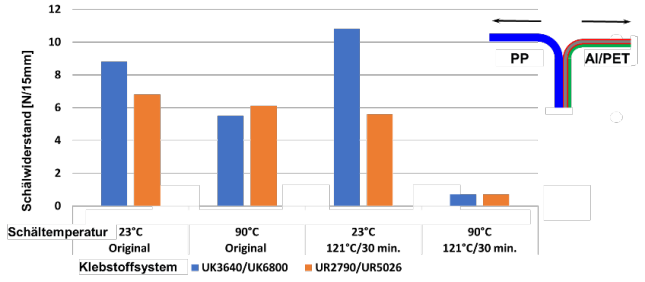


Bild 29: Schälwiderstände Al/ /PP bei 23°C und 90°C eines Verbunds PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 vor und nach Sterilisation für zwei Klebstoffsysteme (hier von Henkel Liofol)

Figure 29: Peel resistance values Al/ /PP at 23°C and 90°C of a laminate PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 before and after retorting for different adhesive systems (here from Henkel, Liofol)

Zur Bewertung der Robustheit der Haftung der Innenseite Kunststoff/Aluminium werden Flachbeutel mit anspruchvollen Füllgütern, z. B. Gewürznelken, „FNSB“ Fichtennadelschaumbad oder Triple-Sauce (Olivenöl, Senf, Ketchup 1:1:1) gefüllt, versiegelt und unter definierten Bedingungen (z. B. 10 Tage bei 23°C) gelagert. Schälwiderstände der betreffenden Schichten vor und nach Exposition werden gegenübergestellt (**Bild 30**).

Die Schälwiderstände nach Füllgutauslagerung bei 23°C (**Bild 30**) und 40 °C in **Bild 31** zeigen deutliche Unterschiede der Beständigkeit zwischen den beiden Klebsystemen auf.

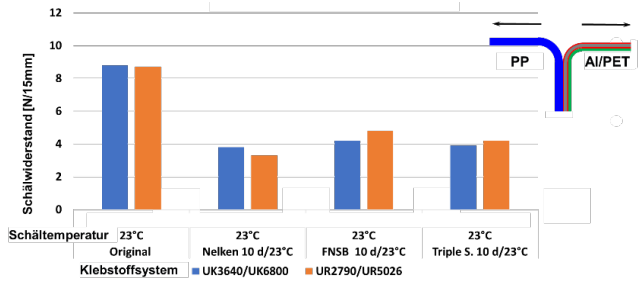


Bild 30: Schälwiderstände Al/ /PP – eines Verbunds PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 vor und nach Auslagerung mit Füllgutkontakt bei 23°C für 10d (Klebsysteme von Henkel)
Figure 30: Peel resistance values Al/ /PP – of a laminate PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 before and after exposition with filled good contact at 23°C for 10d (adhesive systems from Henkel)

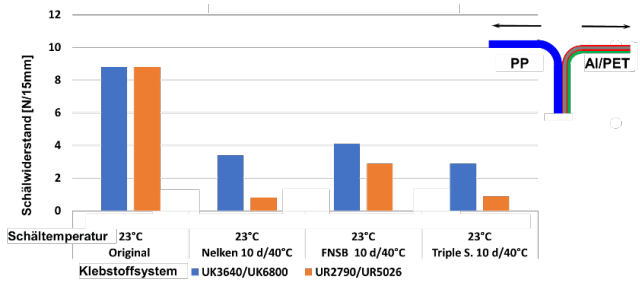


Bild 31: Schälwiderstände PET/Al/ /PP – des Verbunds PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 nach Auslagerung von Flachbeuteln mit Füllgut bei 40°C für 10d (Klebsysteme von Henkel)
Figure 31: Peel resistance values PET/Al/ /PP – of a laminate PET12/Klebstoff/Alu9/Klebstoff/PP50 after exposition of flat pouches with filled good at 40°C for 10d (adhesive systems from Henkel)

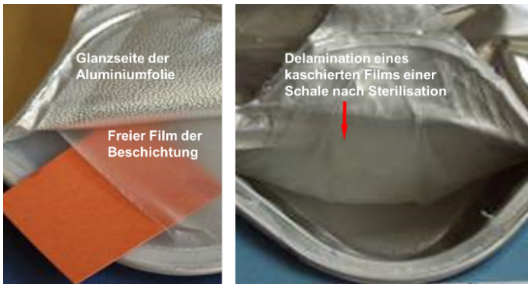


Bild 32: Füllgutinduzierte Delamination einer Beschichtung (links) und eines kaschierten Film (rechts) nach Sterilisation mit einem Füllgutsimulans
Figure 32: Delaminations of a coating (left) and a laminated film (right) after retorting with a filled good simulant

Die Robustheit von Beschichtungen oder Filmkaschierungen kann auch durch Füllgutsimulation mit fertigen Verpackungen unter Einsatz von Füllgutsimulantien und Kenntnis und Einsatz kritischer Komponenten in den wahren Füllgütern bewertet werden. **Bild 32** zeigt Schalenverpackungen mit Füllgutsimulans sterilisiert und geöffnet. Einmal delaminiert die Extrusionsbeschichtung des Deckels vom Aluminium, im rechten Bild delaminiert ein geklebter Film von der vorbehandelten Aluminiumschale.

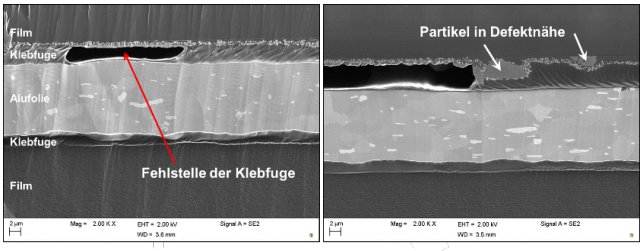


Bild 33: Ionenstrahlquerschnitt durch Fehlstellen in der Klebfuge eines Triplex-Laminats (links Blasen, rechts Blase an einem Partikel)

Figure 33: Ion beam cross section at imperfections in the adhesive layer of a 3-ply laminate (left: bubble; right: particles neighboured to a bubble)

Die Verbundqualität von Schichtverbunden ist in der Realität meist nicht so perfekt bzw. vollständig wie in der Vorstellung. In **Bild 33** sind beispielsweise Partikel (links) oder Hohlräume (rechts) in einer Klebfuge gezeigt, die zumindest lokal die Verbundhaftung beeinträchtigen. In **Bild 34** sind Abstandshalter-Partikel (links) und eine Kavität in der Klebfuge (rechts) gezeigt. Solche Störstellen sind in aller Regel kein seltener Zufall, sondern werden durch Absuchen im REM einer kleinen Kantenlänge von wenigen Millmetern eines nur einmalig erfolgten Schnitts an fast beliebiger Stelle mehrfach gefunden, die Grenzflächen zwischen Schichten tragen regelrechte Populationen solcher Störstellen, die dann auch meist mit einem Mangel des Verbundmaterials in Korrelation gebracht werden können.

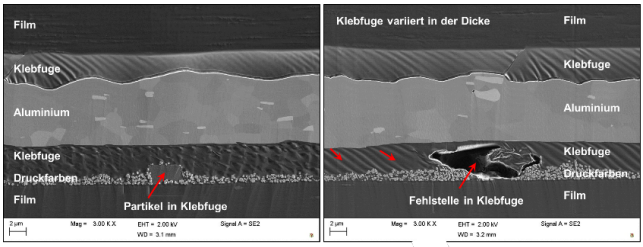


Bild 34: Ionenstrahlquerschnitt durch ein Triplex-Laminat mit einer Kavität in einer Klebfuge (deutlich sichtbar sind intermetallische Ausscheidungen in der Aluminiumlegierung, „Abstandshalter"-partikel der Druckfarbe und TiO_2-Pigmentpartikel der Druckfarbenschichten)

Figure 34: Ion beam cross section through a 3-ply laminate at a cavity in the adhesive layer (clearly visible are intermetallic particles of the aluminium alloy, „spacer" particles of the printing and TiO_2-pigment particles of the printing inks)

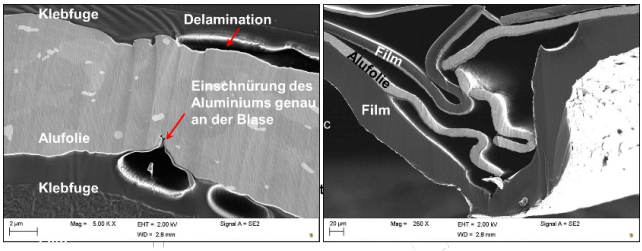
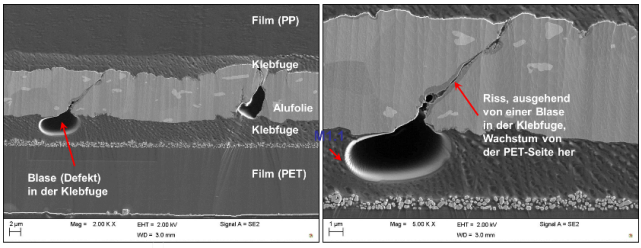


Bild 35: Ionenstrahlquerschnitt durch Positionen mit Fehlstelle in der Klebfuge eines Triplex-Laminats nach Umformung (links Einschnürung, rechts vollständige Delamination und Riss der Folie nach Umformung durch Tiefen)

Figure 35: Ion beam cross section through a position of imperfections in the adhesive layers in a 3-ply laminate after forming (left: neck-in; right: complete delamination and break in the foil after forming by deep drawing)

Für die Umformfähigkeit zu tiefender Verbundmaterialien spielt die Vollständigkeit der Klebverbindung zwischen der dünnen Alufolie und Kunststoffilmen eine entscheidende Rolle. **Bild 35** (links) zeigt eine solchen Verbund nach Umformung an einer Stelle moderater



Umformung (links) bereits Einschnürung der Aluminiumfolie, exakt an einer kleinen Blase auf einer Seite und einer größeren Delamination auf der gegenüberliegenden Seite der Folie. Im Bereich starker Umformung des Laminats (rechts) ist die Aluminiumfolie gerissen und über einen größeren Bereich delaminiert. Kunststofffilme sind überdehnt und eingeschnürt. Die Barriere ist an dieser Stelle beeinträchtigt.

Bild 36 zeigt einen durch die Aluminiumfolie hindurchlaufenden Riss, der seinen Ursprung an einer Blase auf der Außenseite zum Polyesterfilm hin hat und während des Sterilisierens der Verpackung entstanden ist. Deutlich erkennbar ist die Oxidschicht entlang des Risses, die durch Reaktion des Aluminiums an der Position der Blase mit Wasserdampf (und Sauerstoff) entstanden und sich während der Rissfortpflanzung an der Rissspitze neu gebildet hat. Eine Häufung solcher Fehlstellen aufgrund schlechter Kaschierqualität kann letztlich zum Verlust der Barrierequalität und zum Versagen der Verpackung führen.

Bild 36: Ionenstrahlquerschnitt durch eine Fehlstelle eines Triplex-Laminats nach Sterilisation mit einem verpackten Füllgut

Figure 36: Ion beam cross section through an imperfection of a 3-ply laminate after retorting with a filled good inside the package.

8 Schlussfolgerungen und Ausblick

Materialverbunde haben auch heute, wegen der Kombination günstiger Eigenschaften mehrerer Materialien, eine Berechtigung für die Verpackung und damit für den Schutz und den Erhalt von Lebensmitteln. Wenn eine kompromisslos gute und wirtschaftliche Barriere erforderlich ist, sind Verbunde mit - meist dünner - Aluminiumfolie die erste Wahl.

Prüfmethoden zur Bewertung der Haftung zwischen Schichten, der Robustheit und Widerstandsfähigkeit von Verbundverpackungen gegenüber Füllgütern, nach thermischer Behandlung und abhängig von Lagerbedingungen, der Siegelfähigkeit und -sicherheit, der Heißklebrigkeit von Siegelnähten, dem Hot-Tack, dem Öffnungsverhalten sowie der Dichtigkeit und Barriere von Verbunden und fertigen Verpackungen werden an Beispielen erklärt. Das Versagen aufgrund schlechter Verbundqualität wird anhand einiger Beispiele illustriert.

9 Danksagung

Ich bedanke mich bei allen beteiligten Kollegen in Speira F&E Bonn, insbesondere bei Johannes Aegerter, dem „Anstifter“ zu und Helfer bei diesem Vortrag, Andrea Liebmann, Marc Mauermann und Roland Kiese, Fraunhofer IVV Dresden sowie dem Team des Liofol-Technikums bei Henkel in Düsseldorf.

10 Literatur

1] Silvenius, Frans et al.: The role of Household Waste in Comparing Environmental Impacts of Packaging Alternatives, Packag. Technol. Sci. 2014; 27; 277-292

[2] Erlov L., Lofgren C., Soras A.: Packaging — A tool for the prevention of environmental impact, Packforsk report 194, Stockholm 2000

[3] Roland Kiese: Predetermination of opening forces for peelable packages considering material and test parameters, TAPPI European PLACE Conference Basel 2017

[4] Andrea Liebmann: Easy opening peelbarer Verpackungen, Fraunhofer IVV Jahrestagung 2009, Freising

[5] VDMA-Schrift 13 (u.a. Marc Mauermann) September 2006: Dichtigkeitsklassen von flexiblen Verpackungen

Was Stahlnormen leisten und was sie nicht leisten

What steel standards provide and what they do not provide

P. Sommer, Dr. Sommer Werkstofftechnik GmbH, Issum

Kurzfassung – Werkstoffnormen haben eine jahrzehntelange Tradition und werden bei der täglichen Arbeit in nahezu allen technischen und kaufmännischen Belangen herangezogen. Es wird jedoch vom Besteller vielfach übersehen, dass die Werkstoffnormen nicht geeignet sind, die spezifischen Anforderungen für ein konkretes Bauteil zu liefern. Ohne ausdrückliche Vereinbarung der zahlreich möglichen Optionen weisen die Werkstoffnormen sogar darauf hin, dass nach den Grundanforderungen geliefert werden muss. Am Beispiel der drei Stahlgruppen Einsatzstähle, Vergütungsstähle und Werkzeugstähle werden beispielhaft einige unterschiedliche Interpretationen und daraus entstandene Fehler vorgestellt.

Stichwörter: Werkstoffnormen, Anlieferzustand, Härtbarkeit, Korngröße, Reinheitsgrad

Abstract – Material standards have a decades-long tradition and are used in day-to-day work in almost all technical and commercial matters. However, it is often overseen by the customer that the material standards are not suitable for supplying the specific requirements for a particular component. Without an explicit agreement on the numerous possible options, the material standards even indicate that delivery must be made in accordance with the basic requirements. Using the example of the three steel groups case-hardening steels, quenched and tempered steels and tool steels, some different interpretations and the resulting errors are presented as follows.

Keywords: Material standards, delivery condition, hardenability, grain size, degree of cleanliness

1 Einleitung

Werkstoffnormen sind ein unverzichtbarer Bestandteil bei allen technischen und ingenieurmäßigen Aufgaben. Für Stahlwerkstoffe gibt es eine sehr umfangreiche Sammlung produktunabhängiger Basisnormen sowie Produktnormen für z. B. Rohre, Drähte, Bleche etc. In einer Bestellung wird sehr häufig ausschließlich auf eine Basisnorm, z. B. für Einsatzstähle als Referenz, verwiesen. Bei zahlreichen Diskussionen nach Schadensfalluntersuchungen war zu erkennen, dass der Besteller durch die Angabe dieser Normreferenz den Stand der Technik für seine Bestellung als gegeben voraussetzt.

Die Formulierung in den Stahlnormen „Das Verfahren zur Herstellung des Stahls und der Erzeugnisse bleibt mit den Einschränkungen nach 6.2 (Desoxidation) und 6.4 (Rückverfolgbarkeit) dem Hersteller überlassen“ wurde entweder überlesen oder in ihrer Bedeutung nicht erfasst. Dabei werden gerade in den Bestelloptionen sehr wichtige Produkteigenschaften angeführt und beschrieben, die jedoch ausdrücklich bei der Anfrage bzw. in der Bestellung angeführt werden müssen.

Unternehmen mit einem sehr großen Bedarf an Stählen formulieren die erforderlichen Anforderungen sehr viel weitgehender und sind daher weitestgehend unabhängig von den allgemeinen normativ beschriebenen Eigenschaften.

Für die drei großen Stahlgruppen Einsatzstähle (DIN EN ISO 683-3) [1], Vergütungsstähle (DIN EN ISO 683-1 und -2) [2,3] und Werkzeugstähle (DIN EN ISO 4957) [4] werden einige Beispiele beschrieben, die zu fehlerverursachenden Auswirkungen geführt haben. Es werden die jeweils aktuell gültigen Normenausgaben herangezogen.

2 Bestelloptionen

Die Bestellangaben werden in verbindliche Angaben und Optionen bzw. besondere Anforderungen unterteilt. DIN EN ISO 683-3: *„Falls der Besteller nicht ausdrücklich seinen Wunsch*

zur Berücksichtigung einer dieser Optionen äußert, wird nach den Grundanforderungen dieses Dokumentes geliefert" [1]

2.1 Anlieferzustand Einsatzstähle

Der Anlieferzustand ist insbesondere für die mechanische Bearbeitbarkeit von elementarer Bedeutung. Der Besteller muss den für seine Fertigung optimalen Wärmebehandlungszustand spezifizieren, ansonsten wird der unbehandelte Zustand +U geliefert. Für den Wärmebehandlungszustand +FP (behandelt auf Ferrit-Perlit-Gefüge) gibt es eine Fußnote. Hierin wird jetzt auch normativ beschrieben, was seit langer Zeit bekannt ist.

„Bei bestimmten Stahlsorten kann für die Erzeugnisse keine 100 % ferritisch-perlitische Struktur trotz angepasster Wärmebehandlung erreicht werden, z. B. bei der isothermen Glühung von Stäben der Stahlsorte 18CrNiMo7-6 erhält man immer eine F+P+B Struktur." [1]

In der Vergangenheit gab es immer wieder Beanstandungen nach FP-Glühungen, da bei der Zerspanung harte Zeilen zu Werkzeugbrüchen geführt haben. Dilatometrische Untersuchungen an Proben aus Stangen der Abmessung ∅ 90 mm führten zu der Erkenntnis, dass selbst unter idealen Temperatur-Zeit-Verläufen im Dilatometer auch nach 6 h Umwandlungsdauer bei 640°C keine vollständige Ferrit-Perlit-Umwandlung möglich ist (**Bild 1**). Isotherme ZTU-Schaubilder von Stahlerzeugern geben für das Ende der Ferrit-Perlit-Umwandlung eine Umwandlungsdauer von 1 ¾ h an [5].

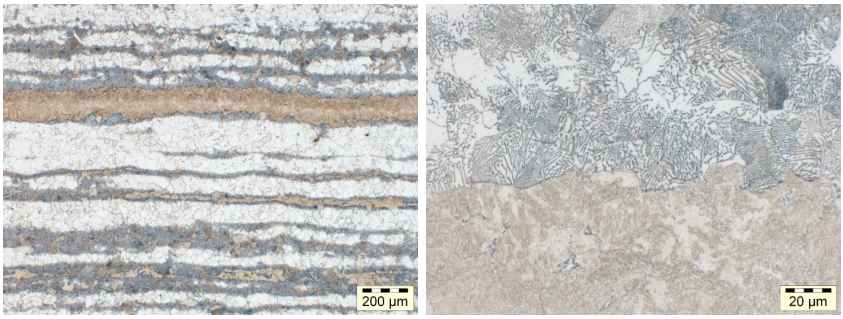


Bild 1: Mischgefüge aus Ferrit-Perlit und Bainit nach isothermer Umwandlung 900°C → 640°C 6h
Figure 1: Ferrite-pearlite and bainite after isothermal transformation 900°C → 640°C 6h

Das rasche Abkühlen von der Austenitisierungstemperatur auf die isotherme Umwandlungstemperatur ist nur bei kleineren Abmessungen möglich. Um das ungünstige Mischgefüge mit Bainitanteilen zu vermeiden, bietet sich das Vorvergüten an. Der Zustand +QT wird in der DIN EN ISO 683-3 jedoch nicht explizit angeführt und muss daher individuell vereinbart werden.

2.2 Anlieferzustand Vergütungsstähle

Im Unterschied zu den Einsatzstählen gibt es bei den Vergütungsstählen die Bestelloption +QT (vergütet). Dieser Zustand ist zusammen mit den anderen möglichen Wärmebehandlungszuständen in Tabelle 1 der ISO 683-2 beschrieben. Während die überwiegende Anzahl der Besteller beim Begriff „vergütet" ein Härten und Anlassen erwartet, macht die DIN EN ISO 683-2 im „Kapitel 1 Anwendungsbereich" folgende Anmerkung:

„ANMERKUNG 2 Aus Gründen der Vereinfachung wird im Folgenden der Term „vergütet", soweit nicht anders erwähnt, auch für den ausgetemperten Zustand verwendet." [3]

Diese Definition gab es bereits in der Vorgängernorm DIN EN 10083-1:1996. In der Revision DIN EN 10083-1:2008 wurde diese Anmerkung entfernt und taucht jetzt wieder in der aktuellen Normung auf, ohne im Änderungsindex erwähnt zu werden.

Man hätte erwarten dürfen, dass diese Anmerkung in der **Tabelle 1** auftaucht, in der die Wärmebehandlungszustände definiert sind. Ein eigenes Kürzel für diesen Wärmebehandlungszustand wäre allerdings eine noch bessere Lösung.

Dass die Kenntnis der beiden unterschiedlichen Vergütungsverfahren praktische Relevanz hat, zeigt das nachfolgende Beispiel (**Bild 2**). Aus Stangen der Abmessung ∅ 22 mm des Vergütungsstahls 25CrMoS4 von zwei unterschiedlichen Lieferwerken wurden Drehteile gefertigt. In der Bestellung wurde der Wärmebehandlungszustand „vergütet auf 790 – 910 MPa“ festgelegt. Eine der beiden Lieferungen ließ sich deutlich schlechter zerspanen, obwohl die Analysen und Zugfestigkeiten sehr ähnlich waren. Die Gefügeuntersuchung machte den Unterschied deutlich. Die schlecht zerspanbare Lieferung war isothermisch in der Bainitstufe umgewandelt, während die gut zerspanbare Lieferung konventionell flüssigkeitsvergütet war. Die Carbidausbildung beider Wärmebehandlungszustände unterschied sich stark.

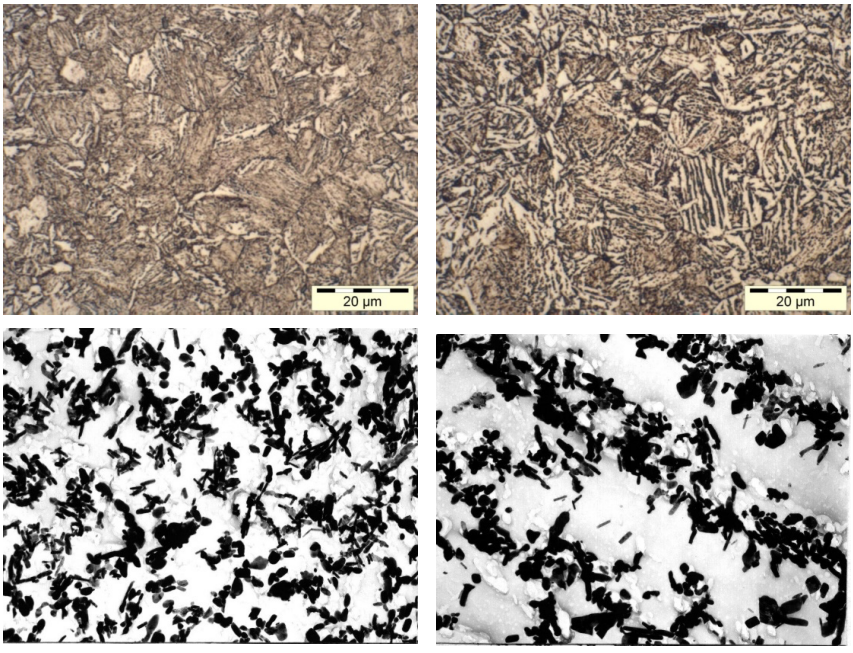


Bild 2: Unterschiedliche Vergütungszustände führen zu unterschiedlichen Carbidausbildungen (links konventionell flüssigkeitsvergütet, rechts isothermisch in der Bainitstufe umgewandelt)
Figure 2: Different quenching and tempering conditions lead to different carbide formations (left: conventionally liquid quenched and tempered, right: isothermally transformed to bainite)

In der aktuellen DIN EN ISO 683-2 sind die borlegierten Stähle ebenfalls enthalten und werden nicht mehr in einer eigenen Norm geführt. Die härtbarkeitssteigernde Wirkung des Legierungselements Bor ist nur dann gegeben, wenn das Bor im Gitter gelöst ist. Zur Vermeidung von stabilen und nicht mehr auflösbaren Borverbindungen ist ein geringer Titanzusatz zur Bildung von Titancarbonitriden erforderlich.

Dieser Zusammenhang ist allgemein bekannt und die meisten Stahlerzeuger erschmelzen die borlegierten Stähle auch mit Titanzusätzen von 200 bis 400 ppm. In der Norm werden hierzu jedoch keine Angaben gemacht und in den vorgegebenen Schmelzenanalysen wird das Element Titan nicht aufgeführt.

2.3 Anlieferzustand Werkzeugstähle

Als der gebräuchliche Anlieferzustand der Werkzeugstähle wird in der DIN EN ISO 4957 der Zustand +A (weichgeglüht) angegeben. Weitere Wärmebehandlungszustände sind möglich und in Tabelle 1 der Norm aufgelistet. Dieser Wärmebehandlungszustand ermöglicht eine wirtschaftliche Zerspanung. Für die zu erreichende Härte nach einem vorgegebenen Härtungs- und Anlassversuch sind Mindestwerte in **Tabelle 6** dieser Norm hinterlegt.

Für Warmarbeitsstähle ist insbesondere die Zähigkeit aufgrund der Temperaturwechselbelastung eine besonders wichtige Eigenschaft. Die Stahlerzeuger haben zur Verbesserung der Zähigkeitseigenschaften über viele Jahre enorme Anstrengungen und Entwicklungen durchgeführt, wie dies in der nachfolgenden Grafik eindrucksvoll zu erkennen ist (**Bild 3**). Angaben zu Zähigkeitseigenschaften oder gar Mindestwerte sind in der Werkzeugstahlnorm jedoch nicht enthalten.

Der Besteller muss daher über besondere Fachkenntnisse verfügen, um diese Zusammenhänge bewerten zu können und ggf. Mindestwerte festzulegen. Eine ausschließliche Bestellreferenz zur DIN EN ISO 4957 ohne weitergehende Vereinbarungen birgt das Risiko nicht ausreichender Zähigkeiten.

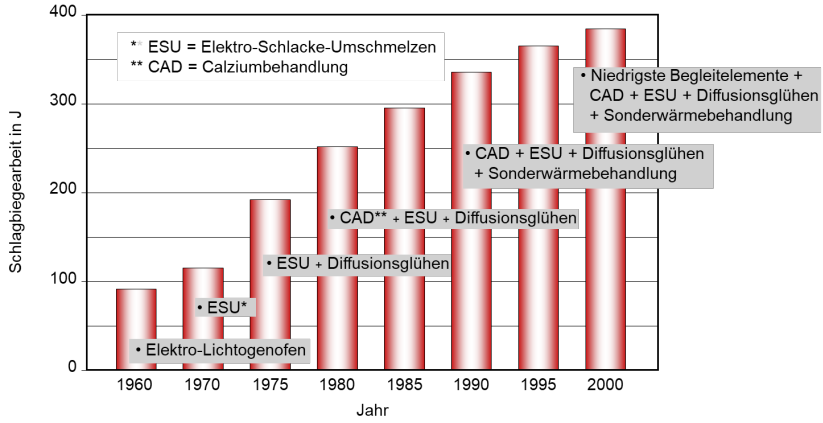


Bild 3: Entwicklung der Schlagzähigkeit durch Optimierung der Stahlerzeugung und Wärmebehandlung; Ergebnisse des Warmarbeitsstahls X37CrMoV5-1, 1.2343, vergütet auf 44 HRC [6]

Figure 3: Development of impact strength through optimization of steelmaking and heat treatment. Results of the hot work tool steel X37CrMoV5-1, 1.2343, quenched and tempered to 44 HRC [6]

2.4 Härtbarkeit

Für Einsatz- und Vergütungsstähle sind in den Normen Angaben zur Härtbarkeit vorhanden, während diese Werkstoffeigenschaft in der Werkzeugstahlnorm nicht beschrieben wird. Die

gesamte Streubreite der Härtbarkeit +H kann durch Angabe +HH oder +HL eingegrenzt werden. Die Bestimmung der Härtbarkeit kann entweder nach DIN EN ISO 642 experimentell erfolgen oder rechnerisch aus der Analyse über Regressionsformeln. Im Stahl-Eisen-Prüfblatt 1680 sind für zahlreiche Stahlgruppen Berechnungsformeln hinterlegt.

Die Norm weist aber darauf hin, dass das Berechnungsverfahren dem Hersteller überlassen bleibt und nicht an die Regressionsformeln aus SEP 1680 gebunden ist. Nach entsprechender Vereinbarung muss der Hersteller jedoch ausreichende Angaben zur Berechnung machen, damit die Angaben bestätigt werden können.

Diese Normenforderung erweist sich in der Praxis als problematisch, insbesondere wenn Stahllieferungen über einen Händler erfolgen und Stähle weltweit von unterschiedlichen Stahlwerken eingekauft werden. Da für jeden Stirnabstand unterschiedliche Regressionsformeln entwickelt wurden, erfordert eine Nachberechnung die vollständige Offenlegung aller multipler Regressionsgleichungen. Sofern kein komfortables Auswerteprogramm (z. B. in Excel) zur Verfügung gestellt wird, muss der Kunde die Regressionsformeln selbst lösen.

Dass unterschiedliche Berechnungsverfahren einer identischen Analyse zu unterschiedlichen Ergebnissen führen, zeigt das Beispiel in **Bild 4**. Im Schiedsfall ist eine experimentelle Bestimmung nach DIN EN ISO 642 vorgesehen.

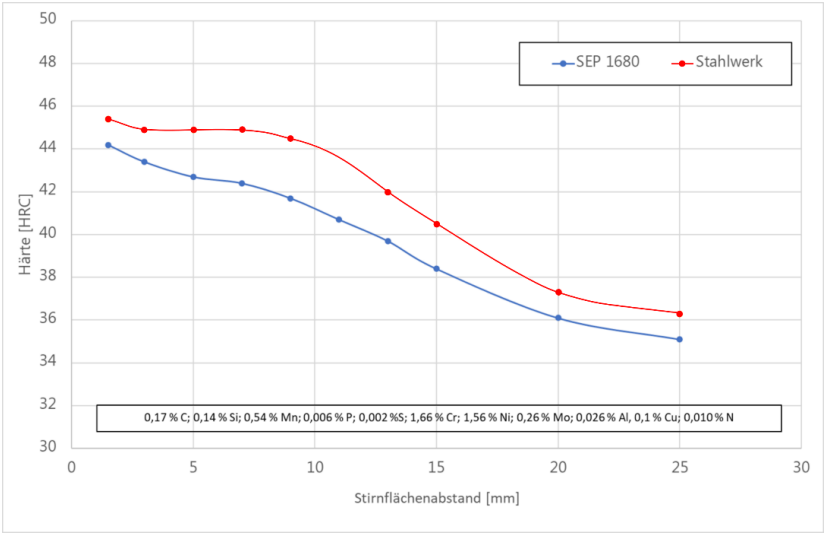


Bild 4: Vergleich der Härtbarkeitsberechnungen nach SEP 1680 und einer Stahlwerk-Berechnungsformel
Figure 4: Comparison of hardenability calculations according to SEP 1680 and of a steel mill calculation formula

2.5 Wärmebehandlung von Werkzeugstählen

Die Gebrauchseigenschaften der Werkzeugstähle sind in besonderer Weise von einer sachgerechten Wärmebehandlung abhängig. Die höherlegierten Kaltarbeitsstähle, Warmarbeitsstähle und Schnellarbeitsstähle werden heute überwiegend in Vakuumöfen gehärtet und angelassen. Alle Härte-Anlasstemperatur-Kurven der DIN EN ISO 4957 basieren auch in der aktuellen Ausgabe des Jahres 2018 jedoch noch auf Salzbadbehandlungen. Hierauf weist die

Norm zwar hin, jedoch müsste es möglich sein, nach über 40 Jahren Vakuumhärtung verbindliche Eigenschaften auch nach einer Vakuumhärtung zu beschreiben.

Angaben zu einer möglichen Sekundärhärtung, die für nachfolgende thermische und thermochemische Behandlungen wie Beschichten, Erodieren oder Nitrieren bessere Voraussetzungen ermöglicht, sind nicht vorhanden.

2.6 Mikroskopischer Reinheitsgrad

Den meisten Stahlanwendern sind die Reinheitsgrad-Grenzwerte nach DIN 50602 bestens bekannt und in zahlreichen Einkaufsvorschriften verbindlich festgelegt. Diese Norm ist seit 1998 zurückgezogen und wurde durch die DIN EN 10247 ersetzt. Die letztgenannte Norm hat sich in der praktischen Anwendung jedoch nicht durchsetzen können, weshalb auch heute noch sehr häufig Reinheitsgradanforderungen nach der zurückgezogenen DIN 50602 zur Anwendung kommen.

In der DIN EN 10084:2008 [7] war einmalig ein Grenzwert für das Bestimmungsverfahren der DIN EN 10247 festgelegt. In den aktuellen Normen der Einsatz- und Vergütungsstähle sind keine Bestimmungsverfahren und Grenzwerte mehr verbindlich festgelegt. Es wird zwar angeführt, dass Edelstähle einen bestimmten Reinheitsgrad aufweisen müssen, der Nachweis und die Grenzwerte müssen jedoch gesondert vereinbart werden. Als Nachweisverfahren ist die ISO 4967 angeführt, aber auch jede andere Norm kann zur Anwendung kommen.

Für Werkzeugstähle werden in der DIN EN ISO 4957 gar keine Aussagen zum Reinheitsgrad gemacht.

2.7 Makroskopischer Reinheitsgrad

Während der mikroskopische Reinheitsgrad in der Fehlerstatistik schadhafter Bauteile relativ selten auftaucht, sind makroskopische Einschlüsse sehr viel häufiger als Fehlerursache anzutreffen. Die DIN EN ISO-Normen für Einsatzstähle, Vergütungsstähle und Nitrierstähle führen hierzu aus, dass für eine gewünschte Überprüfung makroskopischer Einschlüsse ein Nachweisverfahren sowie die Grenzwerte vereinbart werden müssen.

2.8 Korngröße

Alle bisher in diesem Bericht beschriebenen Eigenschaften wie Anlieferzustand, Härtbarkeit und mikroskopischer Reinheitsgrad können direkt am gelieferten Produkt durch genormte Prüfverfahren bestimmt und damit überprüft werden. Die Bewertung der Korngröße nimmt dagegen eine Sonderstellung ein. Für den Anwender ist primär die Korngröße- und Korngrößenverteilung nach der abschließenden Wärmebehandlung von Bedeutung. Für diesen Behandlungszustand sind aus der Sicht der Normung nur begrenzte Aussagen möglich, da die Wärmebehandlungsparameter sehr vielfältig sein können.

Für Einsatzstähle ist das Korngrößenwachstum bzw. die Vermeidung des Korngrößenwachstums von besonderer Bedeutung, da hohe Aufkohlungstemperaturen und lange -zeiten für große Einsatzhärtungstiefen erforderlich sind. In der DIN EN ISO 683-3 wird angeführt, dass die Austenitkorngröße 5 oder feiner sein muss. Zum Nachweis reiche die Angabe eines Mindestanteils an Aluminium, und bei min. 0,018 % werde die Feinkörnigkeit normalerweise erreicht.

Diese Aussage zielt ab auf die feinkornstabilisierende Wirkung der Aluminiumnitride. Das dazu ebenfalls erforderliche Element Stickstoff wird in der Norm nicht angeführt. Zudem ist der Aluminiumgehalt gesondert zu vereinbaren, da er nicht in der Sollanalyse spezifiziert ist. Untersuchungen von Klenke et al. [8] geben einen optimalen Bereich für die feinkornstabilisierende Wirkung des Aluminium- und Stickstoffgehalts an (**Bild 5**).

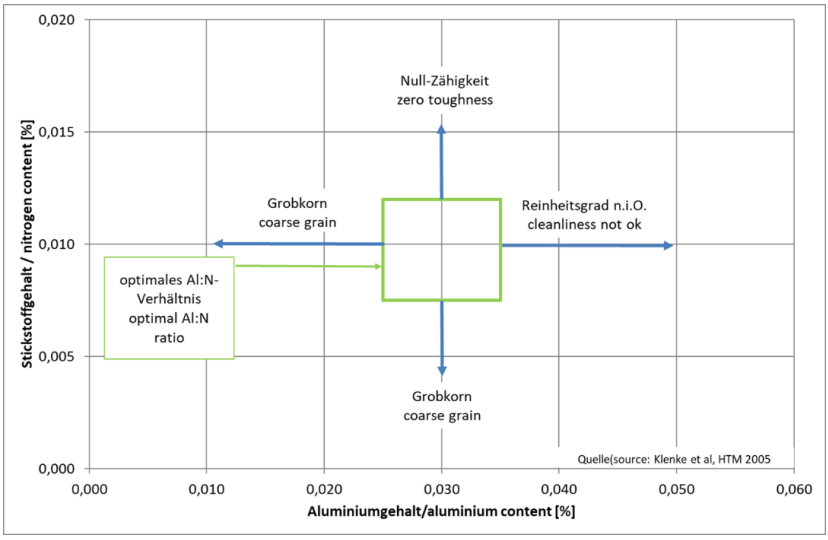


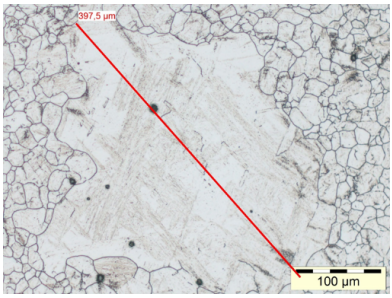
Bild 5: Festlegung der optimalen Gehalte an Aluminium und Stickstoff [8]
Figure 5: Determination of the optimum contents of aluminum and nitrogen [8]

Die Normangabe, dass zur Feinkörnigkeit normalerweise ein Mindestgehalt von 0,018 % Aluminium ausreichend sei, muss allerdings nochmals kritisch erläutert werden. Diese Aussage trifft nur dann zu, wenn die Aluminiumnitride eine Partikelgröße von 30 – 50 nm aufweisen und eine gleichmäßige Partikelverteilung vorliegt. Eine Überprüfung dieser Voraussetzung ist mit vertretbaren metallographischen Untersuchungsmethoden aufgrund der geringen Partikelgröße nicht möglich.

Bei mehreren Schadensfalluntersuchungen war festzustellen, dass diese Voraussetzung im Anlieferzustand nicht gegeben war. Obwohl die Gehalte der beiden feinkornstabilisierenden Elemente innerhalb des optimalen Bereichs lagen, kam es zur Grobkornbildung.

Eine Ritzelwelle aus dem Werkstoff 18CrNiMo7-6 wurde bei 940°C 140 h aufgekohlt, um die Einsatzhärtungstiefe von 5,6 mm zu erreichen. Dabei entstand Grobkorn bis zu einer Korngrößenklasse von G = 0, was zu interkristallinen Rissbildungen beim Flankenschleifen führte.

An Rückstellmustern des Lieferzustands wurde eine Blindhärtung bei 940°C 140 h durchgeführt, was die lokale Grobkornbildung bestätigte (**Bild 6**). Die gleiche Blindhärtung wurde durchgeführt, nachdem zunächst eine Glühung bei 1150°C und eine Anlassbehandlung bei 680°C erfolgte. Bei der Hochtemperaturglühung wurde die Auflösung der Aluminiumnitride erzielt und bei der Anlasstemperatur von 680°C wieder ausgeschieden. Die Partikelverteilung wurde zwar nicht elektronenoptisch untersucht, jedoch war das Ergebnis der Blindhärtung ein eindeutiger Hinweis auf eine optimale Größe und Verteilung der Aluminiumnitride (**Bild 7**).



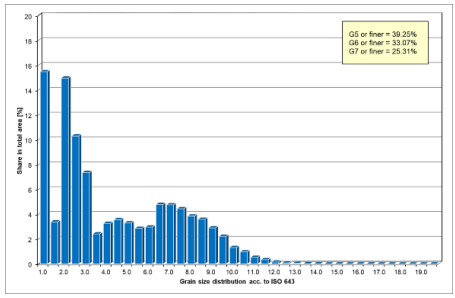
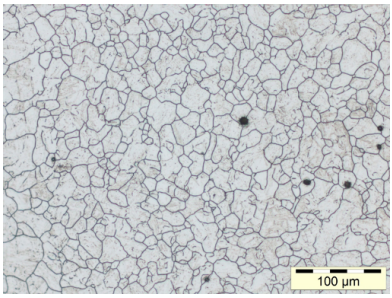


Bild 6: Lokale Grobkornbildung nach einer Blindhärtung 940°C 140 h → Öl
Figure 6: Local coarse grain formation after blank hardening 940°C 140 h → oil



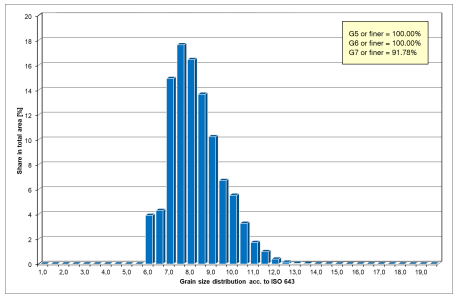
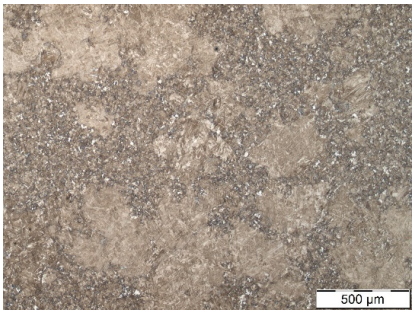


Bild 7: Korngrößenverteilung nach einer zuvor durchgeführten Lösungsbehandlung 1150°C 2h → Öl + 680°C 2h → Luft + 940°C 140 h → Öl + 180°C 1 h → Luft
Figure 7: Grain size distribution after a previously performed solution treatment 1150°C 2h → oil + 680°C 2h → air + 940°C 140 h → oil + 180°C 1 h → air

Ein nahezu identisches Ergebnis wurde auch an Kleinteilen aus dem Einsatzstahl 16MnCr5 festgestellt. Ein seit vielen Jahren konstanter Prozessablauf in einer Vakuumaufkohlungsanlage bei 960°C 160 min führte in mehreren Fällen zu einer lokalen Grobkornbildung, obwohl in jedem Einzelfall das Aluminium/Stickstoff-Verhältnis im optimalen Konzentrationsbereich lag. Auch hier führte die zuvor beschriebene Lösungs- und Anlassbehandlung zu einer Korngrößenkennzahl von G = 9 und eine lokale Grobkornbildung trat nicht mehr auf (**Bild 8**).



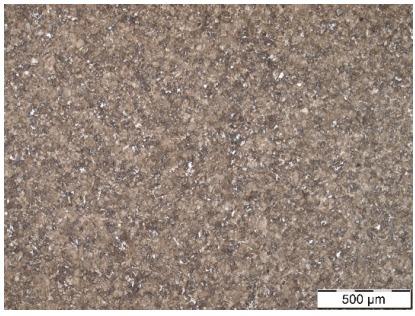


Bild 8: Korngrößenverteilung vor und nach einer durchgeführten Lösungsbehandlung 1150°C 2h → Öl + 680°C 2h → Luft + 960°C 160 min → Öl + 180°C 1 h → Luft
Figure 8: Grain size distribution before and after a performed solution treatment 1150°C 2h → oil + 680°C 2h → air + 960°C 160 min → oil + 180°C 1 h → air

Für Vergütungsstähle wird in der DIN EN ISO 683-2 [9] im *„Kap. B.2 Feinkornstahl“* eine abweichende Bestimmung der Korngröße beschrieben. Zwar kann auch zwischen der Angabe des Aluminiumgehalts und einer metallographischen Untersuchung entschieden werden, jedoch legt die Norm keinen Mindestwert für Aluminium fest. Zwischen dem Besteller und Hersteller muss der Aluminiumanteil vereinbart werden.

Weiterhin wird ausgeführt, dass in Schiedsfällen zur Herstellung eines einheitlichen Ausgangszustandes eine Vorbehandlung bei 1150°C für 30 min → Luft durchzuführen sei. Dies entspricht der zuvor dargestellten Lösungsbehandlung. Der Gefügezustand an der Probe für den Schiedsfall liefert aber nur dann eine Aussage für die restliche Lieferung, wenn dieses Material ebenfalls so vorbehandelt wird wie die Schiedsprobe. Eine Lösungsbehandlung des gesamten Lieferloses ist aber aus mehreren Gründen, wie Kosten, Zunderbildung, Verzug etc. sehr unwahrscheinlich. Insofern sollte der Besteller dieser Vorbehandlung nicht zustimmen.

In der vor wenigen Monaten verabschiedeten DIN EN ISO 683-5 (Nitrierstähle) wird im Anhang B.3 ein Gesamtanteil von 0,007 % Aluminium zur Erzielung einer Feinkörnigkeit festgelegt. Untersuchungsergebnisse oder Referenzen, die zu dieser Festlegung geführt haben, konnten auf Nachfrage nicht benannt werden.

3 Schlussfolgerungen und Ausblick

Internationale Werkstoffnormen sind unbestritten unverzichtbar in der Definition und Kommunikation zwischen Besteller und Hersteller. Der Besteller muss allerdings realisieren, dass die Grundgüte nicht den Stand der Technik widerspiegelt. Zahlreiche Bestelloptionen sind zwar möglich, müssen aber individuell vereinbart werden. Eine zielgerichtete Information des Herstellers bzw. des Händlers könnte Fehler und Schäden vermeiden helfen [10].

Im Hinblick auf das Verhalten der Stähle bei abschließenden Wärmebehandlungen sind die dazu erforderlichen Angaben in den Normen nicht ausreichend vorhanden. Zudem sind viele Eigenschaftsverbesserungen stahlwerksspezifisch erarbeitet worden, die nicht in die Werkstoffnormen aufgenommen wurden.

4 Literatur

[1] DIN EN ISO 683-3:2022-06: Für eine Wärmebehandlung bestimmte Stähle, legierte Stähle und Automatenstähle - Teil 3: Einsatzstähle

[2] DIN EN ISO 683-1:2018-09: Für eine Wärmebehandlung bestimmte Stähle, legierte Stähle und Automatenstähle - Teil 1: Unlegierte Vergütungsstähle

[3] DIN EN ISO 683-2: 2018-09: Für eine Wärmebehandlung bestimmte Stähle, legierte Stähle und Automatenstähle - Teil 2: Legierte Vergütungsstähle

[4] DIN EN ISO 4957:2018-11: Werkzeugstähle

[5] Katalog Baustähle, Stahlwerke Südwestfalen

[6] C. Ernst, Edelstahlwerk Witten 2004: Seminar Werkzeugstähle der Dr. Sommer Werkstofftechnik

[7] DIN EN 10084:2008-06: Einsatzstähle

[8] K. Klenke, R. Kohlmann: Einsatzstähle in ihrer Feinkornbeständigkeit, heute und morgen HTM Z. Werkst. Wärmebeh. Fertigung 60 (2005), S. 260-270.

[9] DIN EN ISO 683-5:2021-08: Für eine Wärmebehandlung bestimmte Stähle, legierte Stähle und Automatenstähle - Teil 5: Nitrierstähle

[10] P. Sommer: Fehler vor, während und nach der Wärmebehandlung, Springer Verlag, 2022

Hohlprobentechnik zur Werkstoffcharakterisierung im Ermüdungsversuch unter Druckwasserstoffeinfluss

Tubular specimen technique for material characterization in fatigue tests under the influence of pressurized hydrogen

F. Ebling, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
A. Reichenbacher, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
H. Oesterlin, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
K. Wackermann, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM

Kurzfassung – Die Werkstoffcharakterisierung unter Wasserstoff ist ein Schlüsselfaktor für eine sichere und zuverlässige Wasserstoffwirtschaft. Üblicherweise werden dafür Wasserstoffautoklaven verwendet. Diese sind kostenintensiv in der Anschaffung und im Betrieb. Um die nationalen und internationalen Prüfkapazitäten kurzfristig und kostengünstig erweitern zu können, bietet sich die Hohlprobentechnik an. Dafür werden Rundproben mittig mit einer Bohrung entlang der Längsachse versehen, welche mit Druckwasserstoff befüllt wird. In diesem Beitrag wird ein Prüfsystem für Wöhlerversuche und exemplarisch Versuchsergebnisse von Versuchen mit und ohne Wasserstoff vorgestellt. Weiterhin wird der Einfluss des Langloches und des Innendrucks auf das elastisch-plastische Verformungsverhalten der Proben und deren Effekt auf die Versuchsergebnisse aufbauend auf der Finite-Elemente-Simulation dargestellt.

Stichwörter: Wasserstoffversprödung, Hohlprobentechnik, Ermüdungsversuche

Abstract – Materials characterization under hydrogen is a key factor for a safe and reliable hydrogen economy. Hydrogen autoclaves are usually used for this, which are expensive to purchase and operate. In order to expand the national and international testing capacities in the short term and at low cost, the tubular specimen technique is suitable. For this purpose, round specimens are provided with a hole in the middle along the longitudinal axis, which is filled with pressurized hydrogen gas. In this work, a test system for low cycle fatigue tests and exemplary test results from tests with and without hydrogen are presented. Furthermore, the influence of the hole and the internal pressure on the elastic-plastic deformation behavior of the specimens and their effect on the test results based on finite element simulation are shown.

Keywords: Hydrogen embrittlement, tubular specimen technique, low cycle fatigue

1 Einleitung

In den letzten Jahren ist durch die nationale Wasserstoffstrategie [1] und auch internationalen Bemühungen wie dem europäischen „Green Deal“ [2] zum Erreichen einer klimaneutralen Wirtschaft die Nachfrage an Wasserstofftechnologien stark gewachsen. Dabei kommen immer mehr Komponenten und Bauteile in direkten Kontakt mit Wasserstoff. Jedoch ist bereits seit etwa einem Jahrhundert bekannt, dass Wasserstoff als kleinstes Atom in das Metallgitter eindiffundieren und die mechanischen Eigenschaften von Metallen verschlechtern kann [3]. Um die zahlreichen Werkstoffe, die bereits in verschiedensten Bauteilen im Einsatz sind und zukünftig eingesetzt werden, für den Einsatz unter Wasserstoffatmosphäre zu charakterisieren werden zukünftig große Prüfkapazitäten für mechanische Versuche unter Wasserstoffeinfluss benötigt. Oftmals werden dafür Versuche an mit Wasserstoff vorbeladenen Proben durchgeführt, was eine vergleichsweise günstige und einfache Möglichkeit ist, um Wasserstoffeffekte zu untersuchen, jedoch meist nicht dem Anwendungsfall in gasförmigen Wasserstoff widerspiegelt. Um realitätsnahe Versuche unter Wasserstoffatmosphäre durchzuführen, werden Wasserstoffautoklaven verwendet, die mit teilweise über 1000 bar Wasserstoffdruck befüllt werden können. Die dafür benötigte Prüf- und Sicherheitstechnik ist teuer und aufwendig. Eine Kostenschätzung der NASA von 1994 besagt, dass die Kosten für die Materialprüfung unter Wasserstoffatmosphäre für Zugversuche etwa um den Faktor 15 und für Ermüdungsversuche um den Faktor 55 höher liegt als an Luft [4].

In diesem Beitrag wird die Hohlprobentechnik als alternative Prüftechnik vorgestellt, die durch die gasförmige Wasserstoffbeladung während des Versuchs, ebenso wie die Autoklaven-technik, eine anwendungsnahe Materialprüfung ermöglicht. Jedoch kann der Bedarf an Sicherheitstechnik aufgrund des geringen Wasserstoffvolumens in der Hohlprobe stark reduziert werden. Das ermöglicht die Kosten zu senken und Kapazitäten stark zu steigern.

2 Versuchsaufbau, Probenvorbereitung und Material

Für die Versuche werden konventionelle Ermüdungsproben, **Bild 1 (a)**, und Hohlproben für Versuche unter Wasserstoffeinfluss, **Bild 1 (b)**, verwendet. Dafür wird zunächst durch Bohren ein axiales Langloch in einen zylindrischen Rohling eingebracht. Um die Oberflächenqualität der Bohrung zu verbessern, werden einige Proben zusätzlich gehont. In einem nachfolgenden Schritt wird aus dem dann vorliegenden Zylinder durch Drehen die Außenkontur herausgearbeitet.

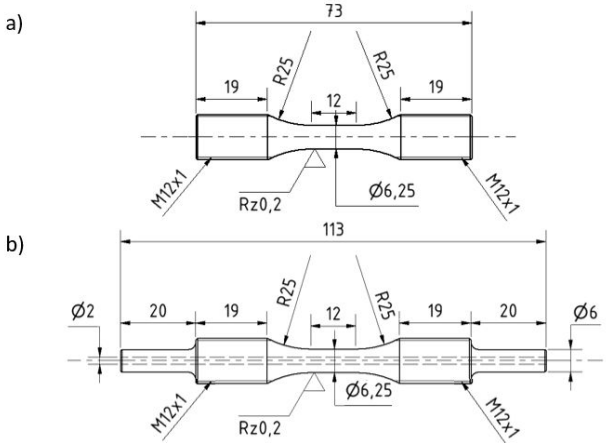


Bild 1: Probengeometrie der konventionellen Ermüdungsprobe (a) und der Ermüdungsprobe mit Bohrung (Hohlprobe) und Wasserstoffanschlüssen (b).

Figure 1: Specimen geometries of the conventional fatigue specimen (a) and the fatigue specimen with deep hole drilling (tubular specimen) and hydrogen connections (b).

Für einen Ermüdungsversuch mit Wasserstoffinnendruck wird die Hohlprobe an eine mobile Wasserstoffversorgung angeschlossen, siehe **Bild 2 (Links)**. Diese besteht aus zwei Verschlussventilen, einem Manometer und den Einspannungen, die später an der Prüfmaschine verschraubt werden. Durch diese Lösung kann die Probe inklusive Wasserstoffversorgung und Einspannung bewegt werden und so außerhalb des Gebäudes an der Gasstation mit rund 1,5 Liter Wasserstoff bei 100 bar Druck befüllt werden. Anschließend wird der Aufbau in die Prüfmaschine eingebaut **Bild 2 (Mitte)**. Die Probeneinspannung besteht aus Tellern, in welche die Probe verschraubt und mit einer Kontermutter fixiert wird. Dieser Teil wird mit 5 Schrauben am Außenrand der Teller an der Prüfmaschine befestigt **Bild 2 (Rechts)**. In Versuchen wurde kein Wasserstoffverlust gemessen, so dass eine kontinuierliche Wasserstoffversorgung zum Beispiel aus einer Gasflasche nicht nötig ist.

Für die Versuche wird im Selective-Laser-Manufacturing (SLM) hergestelltes IN718, mit der standardisierten Wärmebehandlung AMS 5663 bestehend aus einem Lösungsglühen bei 980°C für 2 Stunden und einer Ausscheidungshärtung von 8 Stunden bei 720 und anschließend 8 Stunden bei 620°C, verwendet.

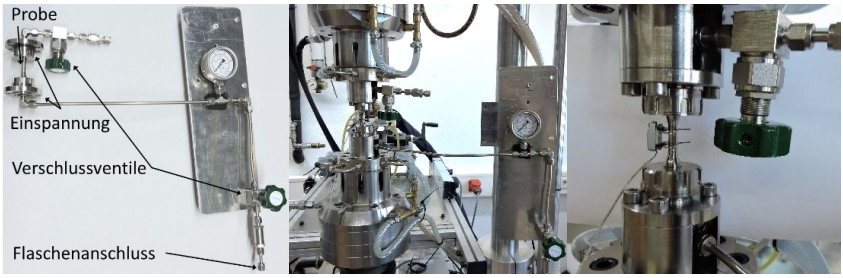


Bild 2: Prüfsystem: (Links) Probe mit Einspannung und Wasserstoffversorgung, (Mitte) Probe eingebaut in der Prüfmaschine, (Rechts) Nahaufnahme von Probe mit Einspannung.

Figure 2: Test system: (Left) Specimen with hydrogen supply and fixture, (Middle) Specimen fixed into test system, (Right) Close-up of the specimen and fixture.

3 Ergebnisse

Um den Einfluss der Probengeometrie auf die Versuchsergebnisse zu ermitteln, werden Simulationen mit der Finite-Elemente-Methode (FEM) durchgeführt. Mithilfe der Simulationen wird das Verformungsverhalten der Hohlprobe untersucht und mit Ergebnissen für die Vollprobe verglichen. Zur Modellierung der Probe wird ein achsensymmetrisches Modell erstellt. Die eine Seite wird fest eingespannt, auf der anderen Seite wird die Belastung in Form einer Verschiebung aufgebracht. Die Verschiebung wird dabei so eingestellt, dass sich eine Dehnamplitude von 0,6 % bei einem Dehnungsverhältnis von $R_\varepsilon = -1$ ergibt. Die Vernetzung erfolgt mit CAX4 Elementen. Im feinvernetzten Messbereich beträgt die maximale Elementgröße 0,1 mm.

In **Bild 3** ist der Verlauf der plastischen Dehnung in axialer Richtung (*y*-Richtung) an der Innen- und Außenseite der Probe dargestellt. Für die Innenseite ist bei der Hohlprobe die Dehnung entlang der Bohrung und für die Vollprobe entlang der Rotationsachse aufgetragen. Die Probenmitte liegt bei $y=0$. Der parallele Messbereich ist durch die vertikalen gestrichelten schwarzen Linien gekennzeichnet. An der Innenseite treten plastische Verformungen nur im Radius und in der Probenmitte auf. Die maximale plastische Dehnung liegt in einem Abstand von ca. 5 mm zur Probenmitte. Ein Vergleich zwischen der Hohl- und Vollprobe zeigt keinen deutlichen Unterschied zwischen den Verläufen der beiden Probentypen. Auch an der Außenseite zeigt sich kein deutlicher Unterschied zwischen den Kurvenverläufen für die Hohl- und Vollprobe. An der Außenseite tritt die maximale plastische Dehnung in einem Bereich um die Probenmitte auf.

Für die Hohlprobe bedeutet die Dehnungskonzentration auf der Innenseite nahe den Radien am Rand der Messlänge die wahrscheinlichste Position für die Rissinitiierung, da hier die größte Beanspruchung vorliegt und durch die Bohrung eine freie Oberfläche vorliegt. Bei der Vollprobe liegt die maximale Beanspruchung ebenfalls im Innern der Probe vor. Hier steht jedoch keine freie Oberfläche zur Verfügung, sodass es ohne einen zusätzlichen Defekt zu keiner Rissinitiierung kommen kann. Auf der Außenseite liegt die maximale plastische Dehnung in der Probenmitte. Für die Vollprobe liegt der wahrscheinlichste Ort für die Rissinitiierung auf der Außenseite.

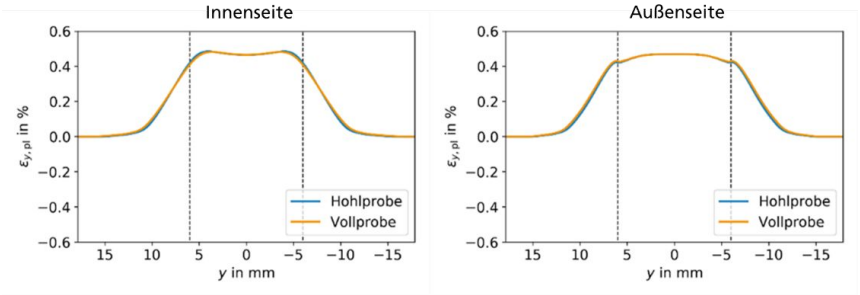


Bild 3: Verlauf der plastischen Dehnung in axialer Richtung (y-Richtung) an der Innenseite (links) und der Außenseite (rechts) der Voll- und Hohlprobe für eine Dehnamplitude von ε_A **= 0,6 %** im 200. Belastungszyklus.

Figure 3: Course of the plastic strain in the axial direction (y-direction) on the inside (left) and the outside (right) of the solid and hollow specimen for a strain amplitude of ε_A **= 0.6 %** in the 200th load cycle.

Zusätzlich zum plastischen Verformungsverhalten wurde der Einfluss des Innendrucks im statischen Lastfall untersucht, siehe **Bild 4**. Bei einem Innendruck von 100 bar entstehen dabei tangentiale Zugspannungen und radiale Druckspannung von etwa 10 MPa an der Innenseite der Hohlprobe im Messbereich. An der Außenseite der Probe sind die Spannungen vernachlässigbar klein.

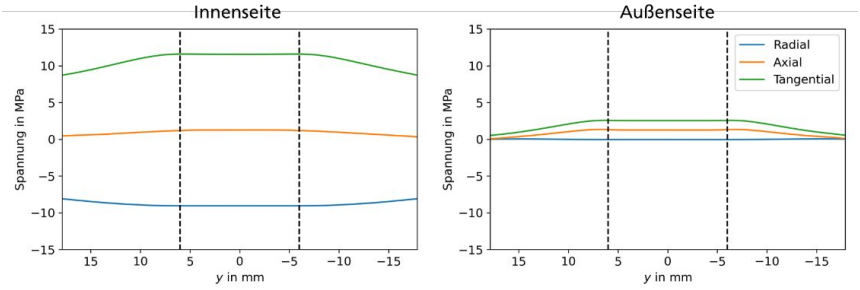


Bild 4: Verlauf der Spannung in axialer Richtung (y-Richtung) an der Innenseite (links) und der Außenseite (rechts) der Hohlprobe unter statischer Belastung durch 100 bar Innendruck.

Figure 4: Course of the stress in axial direction (y-direction) on the inside (left) and the outside (right) of the tubular specimen under static load from 100 bar internal pressure.

Da die Oberflächenrauheit von Ermüdungsproben einen wesentlichen Einfluss auf die Anrisslebensdauer haben, wurde diese ebenfalls untersucht. Dafür wurde die Rauheit an der Probenoberfläche und in der unbehandelten Bohrung sowie in der Bohrung nach einem zusätzlichen Schritt durch Honen gemessen. Die Rauheitswerte und Bilder der Oberflächen sind in **Bild 5** zu sehen. Die Außenoberfläche und die gehonte Bohrung weisen ein Kreuzschliffmuster auf, während die nur gebohrte Probe leichte Rillen in Umfangsrichtung aufweisen. Die zusätzlich gehonte Bohrung zeigt eine höhere Oberflächenrauheit als die nur gebohrte Bohrung mit Rz-Werten von 3,21 und 1,32. Daher wurde für weitere Experimente nur gebohrt, ohne zusätzlich zu honen. Die Oberflächenrauheit, die an der Probenaußenfläche erreicht wurde, konnte in der Bohrung nicht erreicht werden.

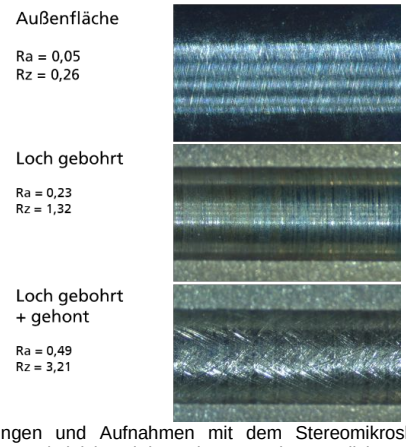


Bild 5: Rauheitsmessungen und Aufnahmen mit dem Stereomikroskop der Außenoberfläche (oben), der Bohrung (mittig) und der Bohrung nach zusätzlichem Honen (unten).

Figure 5: Roughness measurements and images taken by stereo microscopy of the outer surface (above), the bore (middle) and the bore after additional honing (below).

Die dehnungskontrollierten Ermüdungsversuche am additiv gefertigten Werkstoff IN718, siehe **Bild 6**, zeigen, dass Hohlproben ohne Innendruck und Vollproben eine vergleichbare Lebensdauer bei den Dehnamplituden ε_A = 0,55 %, 1 %, und 1,5 % erzielen. Die Versuche mit 100 bar Wasserstoffinnendruck zeigen, dass die Lebensdauern der Proben in Abhängigkeit der Dehnamplitude deutlich durch Wasserstoff reduziert werden. Bei den größeren Amplituden (1 % und 1,5 %) mit hohem plastischem Anteil in den Zyklen, findet eine starke Schädigung durch den Wasserstoff statt. Bei geringem plastischem Anteil ist keine Schädigung durch Wasserstoff sichtbar.

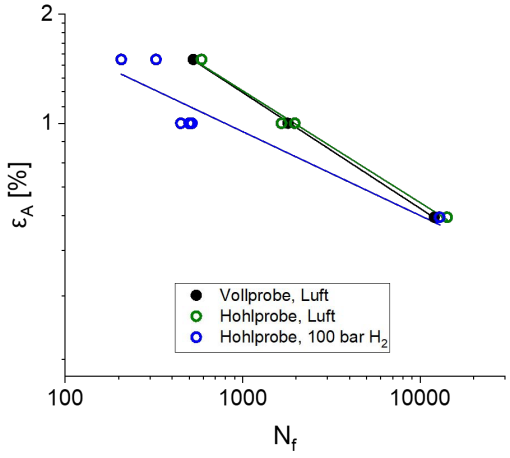


Bild 6: Dehnungskontrollierte Ermüdungsversuche bei den Dehnamplituden 0,55 %, 1 %, und 1,5 % and Vollproben, Hohlproben und Hohlproben mit 100 bar Wasserstoffinnendruck.

Figure 6: Strain-controlled fatigue tests at strain amplitudes of 0.55 %, 1 %, and 1.5 % on conventional specimens, tubular specimens and tubular specimens with 100 bar internal hydrogen pressure.

Die Bruchflächen der an Luft ohne Innendruck getesteten Hohlproben zeigen, dass bei diesen der Riss tendenziell von außen wie bei der Vollprobe initiiert, vgl. Bild 7. Bei den Versuchen mit den Dehnamplituden ε_A = 1 % und 1,5 % mit Wasserstoffinnendruck initiierte der Riss bei Wasserstoffschädigung immer von der Bohrung. In den Versuchen mit Wasserstoffinnendruck und kleiner Amplitude ε_A = 0,55 % (ohne Wasserstoffschädigung) initiierte der Riss auch von der Außenseite.

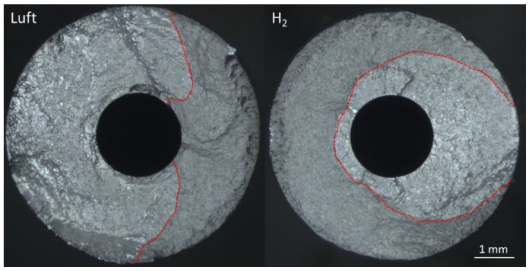


Bild 7: Bruchflächen von Ermüdungsproben ohne Wasserstoff (links) und mit 100 bar Wasserstoffinnendruck (rechts).

Figure 7: Fracture surfaces of fatigue specimen without hydrogen (left) and with 100 bar internal hydrogen pressure (right).

4 Diskussion

Die Hohlprobentechnik hat sich als eine einfache Technik erwiesen, um den Einfluss von Wasserstoff auf die Ermüdungslebensdauer zu untersuchen. Die Simulation mit finiten Elementen hat gezeigt, dass das elastisch-plastische Verformungsverhalten durch die Bohrung nur unwesentlich beeinflusst wird und daher die Hohlproben keine andere Ermüdungslebensdauer bei gleicher Beanspruchung aufweisen sollten als Vollproben. Dies zeigen auch die Ermüdungsversuche.

Durch die erhöhte Dehnung am Rand des Messbereichs an der freien Innenoberfläche haben die Hohlproben theoretisch eine höhere Wahrscheinlichkeit am Rand des Messbereichs zu versagen. Das hat sich bei den Experimenten nicht bestätigt. Die maximale Dehnung auf der Innenseite der Hohlproben ist nur marginal größer als die Dehnung auf den Außenseiten der Messlänge von Voll- und Hohlproben. Es wird vermutet, dass der Einfluss statistisch verteilter Materialfehler auf die Lebensdauer größer ist als die leicht unterschiedliche Spannung im Material.

Durch die Beaufschlagung mit Innendruck entstehen zusätzliche Spannungen in tangentialer und radialer Richtung an der Oberfläche der Bohrung. Auf der Außenfläche der Probe sind diese vernachlässigbar klein. Bei Werkstoffen mit hoher Festigkeit, wie dem untersuchten IN718, haben auch die geringen Spannungen an der Oberfläche der Bohrung keine starken Auswirkungen. Zumindest in den vorliegenden Versuchsergebnisse scheinen diese keinen messbaren Effekt auf die Lebensdauer zu haben.

Obwohl durch das Bohren des Langlochs nicht die gleiche Oberflächenrauheit wie bei einer konventionellen Probe erzielt wird, haben die Experimente gezeigt, dass die Bohrung und die rauere Oberfläche darin sich nicht negativ auf die Lebensdauer auswirken. Außerdem hat sich gezeigt, dass die Hohlprobentechnik genutzt werden kann, um die Effekte von Wasserstoff auf die Ermüdungslebensdauer zu untersuchen, da die Lebensdauer von IN718 mit 100 bar Wasserstoffinnendruck stark reduziert wurde. Nur bei kleiner Amplitude mit geringer plastischer Verformung war kein Wasserstoffeffekt sichtbar. In diesem Fall konnte der Riss,

auch trotz Wasserstoff, von der Außenseite der Probe initiieren. Vermutlich ist die Wasserstoff-aufnahme bei kleiner Amplitude zu gering für eine Wasserstoffschädigung, so dass die Probe durch die normale Ermüdungsbelastung versagt. Das deckt sich z. B. mit den Ergebnissen, dass bei Versuchen mit in-situ Wasserstoffbeladung mit zunehmender Bruchlastspielzahl die Schädigung durch den Wasserstoff abnimmt [5].

5 Zusammenfassung

Es wurde ein Aufbau vorgestellt, der es ermöglicht, mit Innendruck beaufschlagte Hohlproben im Ermüdungsversuch zu testen. Dabei kann aufgrund des geringen Wasserstoffbedarfs auf teure und anfällige Explosionsschutzmaßnahmen verzichtet werden, was den Aufbau sehr kostengünstig gegenüber Autoklaven macht. Dennoch sei geraten, für jedes Labor und jeden Aufbau eine eigene Sicherheitsbetrachtung durchzuführen, wie es die Explosionsschutzrichtlinie der EU vorschreibt.

In FEM-Simulationen wurde der Einfluss der Bohrung und des Innendrucks auf das elastisch-plastische Verformungsverhalten und auf die Spannungsverteilung auf der Bohrungsoberfläche untersucht. Das globale elastisch-plastische Verformungsverhalten ist gleich, so dass die Hohlprobentechnik grundsätzlich geeignet erscheint, die Ermüdungslebensdauer zu messen.

Proben aus IN718 zeigen für Voll- und Hohlproben gleiche Lebensdauern in Versuchen an Luft. Weiterhin kann ein Einfluss von Druckwasserstoff auf die Lebensdauer der Hohlproben festgestellt werden.

6 Referenzen

[1] Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi), 2020, “Die Nationale Wasserstoffstrategie,” Bundesministerium für Wirtschaft und Energ., p. 30.

[2] European Commission, 2019, “The European Green Deal,” Eur. Comm., **53**(9), p. 24.

[3] Johnson, W. H., 1875, “II. On Some Remarkable Changes Produced in Iron and Steel by the Action of Hydrogen and Acids,” Proc. R. Soc. London, **23**(156–163), pp. 168–179.

[4] Vesely, E. J., Bhat, B. N., McPherson, W. B., and Grethlein, C. E., 1994, “Reproducibility and Repeatability of Tensile and Low-Cycle Fatigue Properties in Propulsion Grade Hydrogen,” Proc. 5th Intl. Conf. Eff. Hydrog. Behav. Mater., (The Minerals, Metals & Materials Society, Moran, WY, USA), pp. 363–374.

[5] Schoenborn, S., Melz, T., Baumgartner, J., and Bleicher, C., 2021, “Influence of Compressed Hydrogen on the Fatigue Behavior of a Ferritic Stainless Steel,” Procedia Struct. Integr., **33**(C), pp. 757–764.

Wasserstoffversprödung eines kaltumgeformten austenitischen TRIP-Stahls

Hydrogen embrittlement of a cold worked austenitic TRIP-steel

C. Hempel, M. Mandel, L. Krüger, Institut für Werkstofftechnik, TU Bergakademie Freiberg
C. Quitzke, C. Schröder, M. Wendler, O. Volkova, Institut für Eisen- und Stahltechnologie, TU Bergakademie Freiberg

Kurzfassung – Das Ziel dieser Studie war, das Verhalten der Wasserstoffversprödung eines hochlegierten TRIP Stahls (X3CrMnNiMoN17-8-4) in Abhängigkeit vom Kaltumformgrad (32 %, 39 % und 49 %) zu untersuchen. Die Wasserstoffbeladung erfolgte elektrochemisch für zwei Wochen bei Raumtemperatur unter konstantem Stromfluss von 10 mA cm^{-2}. Die anschließenden Zugversuche zeigten für alle Materialzustände eine Versprödung infolge des Eindringens von Wasserstoff. Bei höheren Umformgraden war dieser Effekt stärker ausgeprägt. Die fraktografischen Analysen der Bruchflächen zeigten charakteristische Merkmale der Wasserstoffversprödung in sämtlichen Deformationszuständen. Außerdem konnte eine Zunahme des Sprödbruchanteils im Vergleich zum duktilen Wabenbruch infolge eines steigenden Martensitgehaltes beobachtet werden.

Stichwörter: austenitischer rostfreier Stahl, Fraktographie, TRIP, Wasserstoffversprödung

Abstract – The aim of this study was to investigate the hydrogen embrittlement behaviour of a high alloy TRIP steel (X3CrMnNiMoN17-8-4) depending on the degree of cold deformation (32 %, 41 % and 49 %). The hydrogen charging took place electrochemically for two weeks at room temperature under a current flow of 10 mA cm^{-2}. The subsequent tensile tests showed embrittlement for all material states as a result of the permeation of hydrogen. This effect was more apparent for higher degrees of pre-deformation. The fractographic analyses of the fractured surfaces revealed characteristics of the hydrogen embrittlement in all states of deformation. In addition, an increase of brittle fracture compared to ductile fracture was observed as a result of increasing martensite fraction.

Keywords: austenitic stainless steel, fractography, TRIP, hydrogen embrittlement

1 Einleitung

Wasserstoff wird ein bedeutender Stellenwert in der zukünftigen Energieversorgung zugeschrieben, z. B. im Bereich der Brennstoffzellenfahrzeuge [1] oder in Energiespeichersystemen [2]. Dies ist einer der Gründe, weshalb die Untersuchung des Einflusses von Wasserstoff auf die Materialeigenschaften im Fokus aktueller Forschungen steht. Es ist bekannt, dass absorbierte Wasserstoffatome in Metallen wechselwirken [3] und zur Verschlechterung mechanischer Eigenschaften wie Festigkeit [4], Bruchzähigkeit [5] oder Ermüdungsresistenz [6] führen.

Diese mechanischen Eigenschaften konnten durch den Fortschritt in der Legierungsentwicklung von Stählen in den letzten Jahrzehnten enorm verbessert werden. Ein bekannter Vertreter der Klasse hochfester Stähle sind sogenannte TRIP-Stähle (engl. *Transformation Induced Plasticity*). In diesen Stählen wandelt metastabiler Austenit während der Umformung in Martensit um [7].

In Bezug auf die Anfälligkeit gegenüber Wasserstoffversprödung überlagern sich im kaltumgeformten TRIP-Stahl zwei Effekte: a) der Anstieg der Versetzungsdichte und b) die Phasenumwandlung. Beide wirken sich unterschiedlich auf die Diffusionseigenschaften des Wasserstoffs aus, wodurch eine genaue Prüfung unvermeidlich ist. Ein Anstieg der Versetzungsdichte führt in der Regel zu einer langsameren Wasserstoffdiffusion [8]. Für den Fall der verformungsinduzierten martensitischen Phasenumwandlung ist eine erhöhte Diffusionsgeschwindigkeit infolge der schnelleren Diffusion in Martensit [9] im Vergleich zum Austenit [10] erwartbar.

Das Ziel dieses Beitrags ist es, den Einfluss der Kaltumformung auf die Wasserstoffversprödung im austenitischen TRIP-Stahl X3CrMnNiMoN17-8-4 zu untersuchen. Zu diesem Zweck wurden Zugversuche an unbeladenen und mit Wasserstoff beladenen Proben durchgeführt. Zusätzlich wurden die Bruchflächen mithilfe rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen analysiert.

2 Material und Methode

2.1 Werkstoff und Proben

Tabelle 1 zeigt die durch Funkenemissionsspektrometrie und Trägergas-Schmelzextraktion bestimmte chemische Zusammensetzung. Eine umfangreiche Beschreibung des Herstellungsprozesses kann der Arbeit von Quitzke et al. [11] entnommen werden.

Tabelle 1 Massenanteile der Legierungselemente des untersuchten Stahls X3CrMnNiMoN17-8-4 in %
Table 1 Mass fraction of alloying elements of the investigated steel X3CrMnNiMoN17-8-4 in %

C	Cr	Mn	Ni	Mo	Si	N	Fe	Spuren
0.03	17.4	7.48	3.63	0.56	0.19	0.19	Bal.	S, P, Al, Nb, Ti, Sn < 0.01 Co, Cu, W < 0.03 V < 0.06

Vor dem Hintergrund der Verkürzung der Experimentaldauer und der Nachahmung der Kaltumformung wurden aus dem ursprünglichen 4 mm Warmband dünnere Bleche gewalzt. Die Walzparameter der Bleche nach dem letzten Lösungsglühen sind in **Tabelle 2** zusammengefasst. Die Berechnung des angegebenen Stauchungsgrades erfolgte nach Gl. (1). Der ferromagnetische Phasenanteil und somit der Anteil an verformungsinduziertem α'-Martensit wurde mithilfe der magnetischen Sättigungsanalyse bestimmt und ist den entsprechenden Zuständen in **Tabelle 2** zugeordnet.

$$\varphi = \left| \ln \frac{h_1}{h_0} \right| \tag{1}$$

Tabelle 2 Parameter der kaltgewalzten Proben aus X3CrMnNiMoN17-8-4 mit dazugehörigem α'-Martensitanteil
Table 2 Parameter of the cold rolled samples of X3CrMnNiMoN17-8-4 with corresponding α'-martensite fraction

Dicke vor dem Kaltwalzen [µm]	Dicke nach dem Kaltwalzen [µm]	Anzahl Stiche	Stauchungsgrad φ	α'-Martensitanteil [Vol.%]
400	400	-	0	0
400	292	1	0,32	12,6
450	305	2	0,39	22,1
570	350	3	0,49	31,0

2.2 Wasserstoffbeladung

Die Wasserstoffbeladung der Bleche erfolgte in Anlehnung an die Doppelzelle nach Devanathan und Stachurski [12]. Eine schematische Darstellung mit den wichtigsten Experimentalparametern ist in **Bild 1** zu sehen. Im Gegensatz zur herkömmlichen Permeationsmessung wurde beidseitig für eine Zeitspanne von 2 Wochen beladen.

Aus den beladenen Proben wurden jeweils drei Zugproben erodiert, die in einem Zug-Druck-Modul von *Kammrath & Weiss* bei einer Geschwindigkeit von 10 µm s^{-1} geprüft wurden. Die Bestimmung der Dehnung erfolgte berührungslos unter Verwendung eines Video-Extensometers (*microDAC, Chemnitzer Werkzeugmaschinen*) mithilfe digitaler Bildkorrelation. Aufgrund der Fertigungszeit zwischen Beladung und Prüfung wurden die Zugversuche nach ei-

ner festgelegten Zeitspanne von 2 Wochen im Anschluss an das Ende der Beladung durchgeführt.

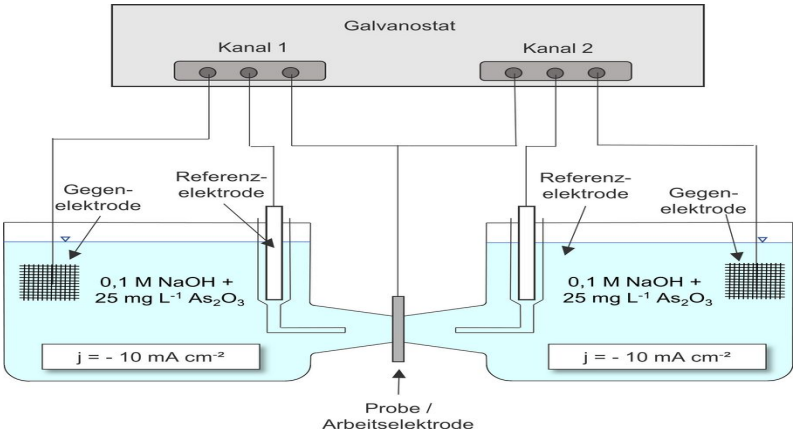


Bild 1: Schematische Darstellung der Wasserstoffbeladung in der elektrochemischen Doppelzelle
Figure 1: Schematic view of the hydrogen charging in the electrochemical double-cell

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Zugversuche

Bild 2 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Materialzustände mit verschiedenem Kaltumformgrad respektive α'-Martensitanteil. Im direkten Vergleich sind jeweils die unbeladenen und die wasserstoffbeladenen Zustände dargestellt. Für die unbeladenen Proben zeigt sich mit zunehmendem Stauchungsgrad aufgrund der Kaltverfestigung erwartungsgemäß eine Zunahme von Dehngrenze und Festigkeit sowie eine verringerte Duktilität.

Die durchgeführte Wasserstoffbeladung führt in allen Proben zu einer Versprödung. Im unverformten Ausgangszustand äußert sich dieser Effekt vor allem durch die Abnahme der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung. Die wasserstoffbeladenen Zugproben mit der geringsten Vordeformation φ = 0,32 brechen nahezu im Bereich der Dehngrenze und weisen keine deutliche Plastizität auf. Für die beiden Zustände höherer Vorverformung (φ = 0,39 und φ = 0,49) ist der versprödende Effekt stärker ausgeprägt. Die gezeigten Proben brechen bereits im elastischen Bereich.

Um eine genaue Aussage über die Ursache für die unterschiedlich stark ausgeprägte Versprödung treffen zu können, müssen die beiden parallel ablaufenden Prozesse bei der Kaltumformung analysiert werden. Zum einen erhöht sich die Versetzungsdichte in den austenitischen Bereichen des Stahls infolge der Umformung. Versetzungen wirken grundsätzlich als Wasserstofffallen, wobei sie aufgrund ihrer Bindungsenergie (< 30 kJ mol^{-1} [13]) als reversible Fallen eingestuft werden [14]. Infolge der Wasserstoffbindung wird die Wasserstoffdiffusion gehemmt. Aus diesem Grund zeigt reines Eisen nach einer Verformung einen abnehmenden Wasserstoffdiffusionskoeffizienten [15]. Für das untersuchte Material kann jedoch ein konträres Verhalten beobachtet werden. Es ist bekannt, dass die Wasserstoffdiffusion im krz-Gitter des Martensits signifikant schneller als im kfz-Gitter des Austenits ist. Hintergrund dieses Sachverhaltes ist, dass die Wasserstoffatome bevorzugt entlang der größeren Zwischengitterplätze diffundieren (krz – Tetraederlücken, kfz – Oktaederlücken) [16]. Der geringere Abstand zwischen den jeweiligen Lücken führt zu einer geringeren Aktivierungsenergie für einen Diffusionssprung und somit zu einer höheren Diffusionsgeschwindigkeit.

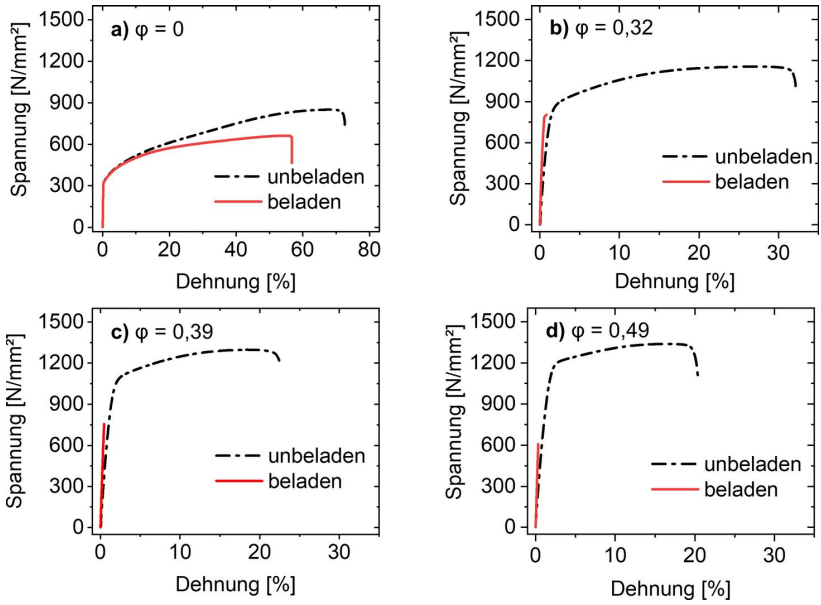


Bild 2: Ergebnisse der Zugversuche der unbeladenen und mit Wasserstoff beladenen Materialproben nach unterschiedlicher Vorverformung a) φ = 0; b) φ = 0,32; c) φ = 0,39; d) φ = 0,49

Figure 2: Results of tensile tests of uncharged and hydrogen charged material samples with different pre-deformation: a) φ = 0; b) φ = 0,32; c) φ = 0,39; d) φ = 0,49

3.2 Fraktografie

Ein Vergleich der Bruchflächen der wasserstoffbeladenen und geprüften Zugproben mit unterschiedlicher Vorverformung ist in den **Bildern 2 b – e** dargestellt. Zusätzlich zeigt **Bild 2 a** die Bruchfläche einer unbeladenen Probe ohne Vorverformung. Die unbeladenen Zugproben weisen über die gesamte Fläche einen Wabenbruch auf, der typisch für duktile TRIP-Stähle ist. Für die wasserstoffbeladenen Zustände ändert sich dieses Verhalten. Diese weisen neben Wabenbruchanteilen ebenfalls Bereiche des Sprödbruchs auf. Der Anteil bzw. die Breite des Sprödbruchs nehmen mit höherer Vorverformung zu. Diese Beobachtung lässt sich ebenfalls auf die erhöhte Diffusionsgeschwindigkeit der Wasserstoffatome im α'-Martensit im Vergleich zum Austenit zurückführen. Es kann davon ausgegangen werden, dass die damit verbundene höhere Eindringtiefe des Wasserstoffs zu einem größeren versprödeten Bereich innerhalb des Werkstoffs führt.

In den **Bildern 2 f und g** sind Detailaufnahmen versprödeter Bereiche dargestellt, die typische Ursachen der Wasserstoffversprödung aufzeigen. Die geweiteten Bereiche an den Austenitkorngrenzen werden auf den Versagensmechanismus der wasserstoffverstärkten Dekohäsion (engl. *Hydrogen Enhanced Decohesion*, Abk.: HEDE) [17, 18] zurückgeführt. Dieser Theorie folgend wird die interatomare Bindungsfestigkeit infolge der Wasserstoffeinwirkung gesenkt, wodurch eine Rissinitiierung bzw. Rissausbreitung begünstigt werden. Auf den Sprödbruchflächen sind außerdem vereinzelt feine plastische Ausziehungen, auch bekannt als Krähenfüße, zu erkennen. Als theoretische Ursache für dieses Schadensbild hat sich die wasserstoffinduzierte Entfestigung (engl. *Hydrogen Enhanced Localized Plasticity*, Abk.: HELP) [19] etabliert. Dieser Mechanismus basiert auf einer Erhöhung der Versetzungsbeweglichkeit durch Wasserstoff. Durch die bevorzugte Ansammlung von Wasserstoff

um die Spannungsfelder der Versetzungen werden deren Wechselwirkungen untereinander reduziert.

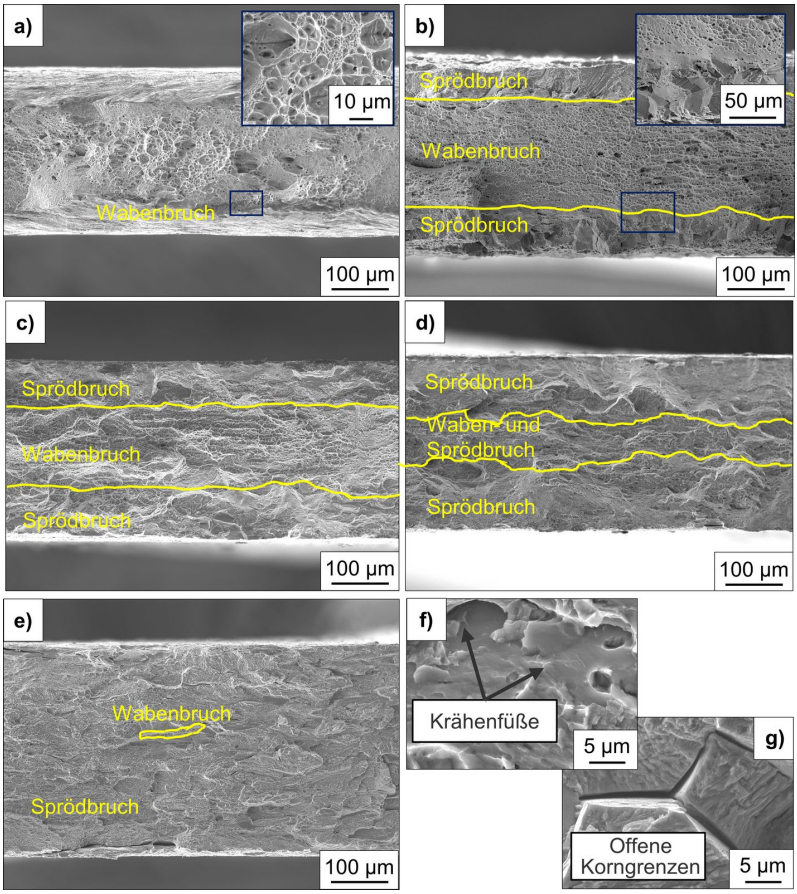


Bild 2: REM-Übersichtsaufnahmen der Bruchflächen verschiedener Materialzustände: a) φ = 0 + unbeladen; b) φ = 0 + beladen; c) φ = 0,32 + beladen; d) φ = 0,39 + beladen; e) φ = 0,49 + beladen; und Detailaufnahmen versprödeter Bereiche f) plastische Ausziehungen; g) klaffende Korngrenzen

Figure 2: SEM overview micrographs of the fracture surfaces of different material conditions: a) φ = 0 + uncharged; b) φ = 0 + charged; c) φ = 0,32 + charged; d) φ = 0,39 + charged; e) φ = 0,49 + charged; and detailed micrographs of embrittled areas f) ductile hairlines (“crow’s feet“); g) gaping grain boundaries

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Das Wasserstoffversprödungsverhalten des hochlegierten TRIP Stahls X3CrMnNiMo17-8-4 wurde erfolgreich geprüft. Mithilfe des elektrochemisch eingebrachten Wasserstoffs zeigte sich eine steigende Empfindlichkeit gegenüber der Versprödung infolge steigender Vordeformation. Dieser Effekt wurde direkt in den der Beladung anschließenden Zugversuche deutlich und bestätigte sich indirekt durch die rasterelektronenmikroskopischen Analysen der Bruchflächen. Durch die auftretende verformungsinduzierte Phasenumwandlung des

metastabilen Austenits zu α'-Martensit wird die effektive Diffusionsgeschwindigkeit des Wasserstoffs durch den Werkstoff erhöht, sodass dessen versprödende Wirkung stärker ausgeprägt ist.

Danksagung – Die Ergebnisse sind im Rahmen des Transferprojektes T5 im Sonderforschungsbereich 799 entstanden. Das Projekt wird gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG, FKZ: 54473466). Die Autoren danken außerdem Prof. Jens Freudenberger (IFW Dresden) für die Unterstützung beim Kaltwalzen sowie Dr. Robert Lehnert und Dr. Anja Weidner für die Hilfe bei den mechanischen Tests.

[1] J. Meurig Thomas, P. P. Edwards, P. J. Dobson, G. P. Owen: Decarbonising energy: The developing international activity in hydrogen technologies and fuel cells. Journal of energy chemistry 51 (2020), S. 405–415

[2] F. Zhang, P. Zhao, M. Niu, J. Maddy: The survey of key technologies in hydrogen energy storage. International Journal of Hydrogen Energy 41 (2016), S. 14535–14552

[3] M. Louthan, G. Caskey, J. Donovan, D. Rawl: Hydrogen embrittlement of metals. Materials Science and Engineering 10 (1972), S. 357–368

[4] S. Kumar Dwivedi, M. Vishwakarma: Hydrogen embrittlement in different materials: A review. International Journal of Hydrogen Energy 43 (2018), S. 21603–21616

[5] R. Wang: Effects of hydrogen on the fracture toughness of a X70 pipeline steel. Corrosion Science 51 (2009), S. 2803–2810

[6] A. Pradhan, M. Vishwakarma, S. Kumar Dwivedi: A review: The impact of hydrogen embrittlement on the fatigue strength of high strength steel. Materials Today: Proceedings 26 (2020), S. 3015–3019

[7] V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr, R. Busch: The enhancement of ductility in high-strength steels. ASM Trans Quart 60 (1967), S. 252–259

[8] M. Kurkela, G. S. Frankel, R. M. Latanision, S. Suresh, R. O. Ritchie: Influence of plastic deformation on hydrogen transport in 2 Cr-1Mo steel. Scripta Metallurgica 16 (1982), S. 455–459

[9] G. Hinds, J. Zhao, A. Turnbull: Hydrogen diffusion in super 13% chromium martensitic stainless steel. Corrosion 61 (2005)

[10] S. Ningshen, M. Uhlemann, F. Schneider, H. S. Khatak: Diffusion behaviour of hydrogen in nitrogen containing austenitic alloys. Corrosion Science 43 (2001), S. 2255–2264

[11] C. Quitzke, C. Schröder, C. Ullrich, M. Mandel, L. Krüger, O. Volkova, M. Wendler: Evaluation of strain-induced martensite formation and mechanical properties in N-alloyed austenitic stainless steels by in situ tensile tests. Materials Science and Engineering: A 808 (2021), S. 140930

[12] M. A. V. Devanathan, Z. Stachurski: The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences 270 (1962), S. 90–102

[13] W. Y. Choo, J. Young Lee: Thermal analysis of trapped hydrogen in pure iron. Metallurgical Transactions A 13 (1982), S. 135–140

[14] A. H. M. Krom, A. Bakker: Hydrogen trapping models in steel. Metallurgical and Materials Transactions B 31 (2000), S. 1475–1482

[15] A. J. Kumnick, H. H. Johnson: Hydrogen transport through annealed and deformed armco iron. Metallurgical and Materials Transactions B 5 (1974), S. 1199–1206

[16] F. G. Wei, K. Tsuzaki: Hydrogen trapping phenomena in martensitic steels. In: R. P. Gangloff, B. P. Somerday (Hrsg.) Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies, Elsevier, 2012, S. 493–525

[17] R. A. Oriani: A mechanistic theory of hydrogen embrittlement of steels. Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie 76 (1972), S. 848–857

[18] A. R. Troiano: The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals. trans. ASM 52 (1960), S. 54–80

[19] T. Tabata, H. K. Birnbaum: Direct observations of the effect of hydrogen on the behavior of dislocations in iron. Scripta Metallurgica 17 (1983), S. 947–950

Rissfortschrittsuntersuchungen an gefügten Nickelbasiswerkstoffen bei hoher Temperatur

Investigation of fatigue crack growth in joined nickel-base materials at high temperature

A.Bhadeliya[1], T. Jokisch[2], B. Rehmer[1], J. Olbricht[1], B. Fedelich[1], B. Skrotzki[1]
[1]Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, (BAM), Berlin
[2]Siemens Energy Global GmbH & Co. KG, Berlin

Kurzfassung – In nickelbasierten Superlegierungen, die für Gasturbinenschaufeln verwendet werden, sind bei hohen Betriebstemperaturen und -belastungen Kriechschäden, Ermüdung, Korrosion und Oxidation zu beobachten. Die betroffenen Turbinenschaufeln müssen ersetzt oder repariert werden, um Effizienzverluste und ein eventuelles Bauteilversagen zu vermeiden. In letzter Zeit wurden additive Fertigungs- und Lötverfahren für die Reparatur und das Fügen von Nickelbasiswerkstoffen entwickelt, um die Einschränkungen der traditionellen Reparaturverfahren zu überwinden. Für eine auslegungsrelevante Bewertung des Risswachstumsverhaltens in den Fügezonen, die durch diese neuen Technologien erzeugt werden, sind Rissfortschrittsuntersuchungen erforderlich. Entsprechende Untersuchungen an gefügten Proben werden in diesem Beitrag vorgestellt. Die Rissfortschrittsversuche werden an gefügten SEN-Proben (Single Edge Notch) bei einem Spannungsverhältnis von 0,1 und einer Temperatur von 950 °C durchgeführt. Das Risswachstum wird mit der DCPD-Methode (Direct Current Potential Drop) überwacht, und die gemessenen Potenzialsignale werden anhand der optisch vermessenen Risslänge und einer Finite-Elemente-Analyse kalibriert. Der Spannungsintensitätsfaktor (SIF) für die gefügte SEN-Geometrie wird mit Hilfe von Finite-Elemente-Analysen berechnet. Auf diese Weise können Rissfortschrittskurven aus den experimentellen Daten abgeleitet werden.

Stichwörter: Rissfortschritt, SEN-Probe, gefügte Nickelbasislegierungen, Lötverbindung

Abstract – Creep damage, fatigue, corrosion, and oxidation are observed in nickel-based superalloys used for gas turbine blades at high operating temperatures and loads. The affected turbine blades must be replaced or repaired to avoid the loss of efficiency and eventual component failure. Recently, additive manufacturing and brazing techniques for repairing or joining nickel-based materials have been developed to overcome the limitations of traditional repair techniques. For a design-relevant evaluation of the crack growth behavior in the fusion zones created by these new technologies, fatigue crack growth investigations are required. Respective investigations on joined test pieces are presented in this contribution. The fatigue crack growth tests are performed on joined SEN specimens (Single Edge Notch) at a stress ratio of 0.1 and a temperature of 950 °C. The crack growth is monitored using the DCPD (Direct Current Potential Drop) method and measured potential signals are calibrated using the optically measured crack length and finite element analysis. The stress intensity factor (SIF) for the joined SEN geometry is calculated using finite element analysis. In this way, crack propagation curves can be derived from the experimental data.

Keywords: Fatigue crack growth, SENT test piece, joined nickel-based superalloys, brazed joint

1 Einleitung

Die Betriebstemperaturen moderner Industriegasturbinen wurden im Bestreben nach höherer Effizienz, Leistung und Kostensenkung erhöht. Nickelbasierte Superlegierungen werden daher in großem Umfang für Gasturbinenkomponenten verwendet, da sie einer Kombination aus hohen Temperaturen und hohen Belastungen widerstehen können [1] [2]. Nickelbasislegierungen sind eine Klasse von Werkstoffen mit einer bemerkenswerten Kombination aus hoher Temperatur- und Ermüdungsfestigkeit, Kriechfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit [3]. Dennoch können an Gasturbinenkomponenten nach langer Betriebsdauer Kriechschäden, Ermüdung, Oxidation, (Heiß-) Korrosion, Erosion und Fremdkörperschäden auftreten. Diese Schadensmechanismen können überlagert auftreten und zu Rissen, Verschleiß und Degradation der Werkstoffe führen [1].

Der komplette Austausch dieser Schaufeln ist mit sehr hohen Kosten verbunden. Die Reparatur ist daher im Allgemeinen eine kostengünstigere Option als der Austausch [4]. Nach Lage und Art des Schadens an den Turbinenschaufeln wurden viele herkömmliche Reparaturverfahren angewandt, z. B. Plasmaspritzen, heißisostatisches Pressen (HIP) und Plasmatransferlichtbogenschweißen sowie Wolfram-Inertgasschweißen (WIG). Diese Technologien haben jedoch bei hochfesten und ausscheidungsgehärteten Nickelbasislegierungen schwerwiegende Einschränkungen, wie z. B. einen hohen Wärmeeintrag in den Grundwerkstoff mit resultierenden Mikrostrukturänderungen und der Bildung von Heißrissen in der Fusionszone. Neue Reparatur- oder Fügeverfahren wurden in den letzten Jahren entwickelt, um diese Beschränkungen zu mildern. Insbesondere wurden additive Fertigungs- und Lötverfahren erfolgreich zur Reparatur oder Verbindung von Nickelbasiswerkstoffen eingesetzt [2] [4]. Grundsätzlich stellen aber auch bei fortschrittlichen Fügeverfahren die Fügezonen typische Schwachstellen dar, in denen die Anrissbildung und Rissausbreitung erleichtert sein kann und die Anzahl der Lastzyklen bis zum Bruch entsprechend reduziert. Aus diesem Grund ist eine umfassende Untersuchung des Rissfortschrittsverhaltens in diesen durch neue Reparaturtechnologien entstandenen Bereichen erforderlich, um die Restlebensdauer reparierter Turbinenschaufeln mit hoher Sicherheit vorherzusagen.

1.1 Fügetechnik

Additive Fertigungs- und Lötverfahren werden zum Fügen von Nickelbasislegierungen verwendet, um Proben für Rissfortschrittsversuche herzustellen. Bei der additiven Fertigung als Fügeverfahren schmilzt der Laserstrahl eine dünne Oberfläche des Grundmaterials auf und der pulverförmige Zusatzwerkstoff wird gleichzeitig dem Schmelzbad zugeführt. So werden der geschmolzene Zusatzwerkstoff und der Grundwerkstoff metallurgisch verbunden. Ein dreidimensionales Bauteil kann durch schichtweises Auftragen erreicht werden [4]. Beim Lötprozess werden gleichartige oder ungleichartige Metalle unter Verwendung eines Zusatzwerkstoffs miteinander verbunden, dessen Liquidus-Temperatur niedriger ist als die Solidus-Temperatur des Grundwerkstoffs [5]. Der Zusatzwerkstoff ist in der Regel eine Pulvermischung, die aus zwei Komponenten besteht: dem Grundwerkstoff und schmelzpunktsenkenden Elementen wie Bor (B), um die Lottemperatur zu senken und ein gutes Fließverhalten zu ermöglichen [6].

2 Experimentelle Durchführung

2.1 verwendete Probengeometrie

Für die hier vorgestellten Rissfortschrittsversuche wurden Proben mit einer Single Edge Notch (SEN) -Geometrie verwendet (**Bild 1**). Hierzu wurden je zwei vorgefertigte Probenhälften aus einer Nickelbasislegierung durch Löten miteinander verbunden. Die Lotnaht befand sich in der Mitte der Messlänge der Probe und war quer zur Belastungsrichtung angeordnet. Die Breite betrug 0,5 mm. Die Proben wurden wärmebehandelt und anschließend mechanisch bearbeitet. Der Messquerschnitt betrug 11,0 mm x 4,5 mm. Ein Seitenkerb als Riss-Startpunkt (0,5 mm Kerblänge) wurde durch EDM (Electric Discharge Machining) genau in der Mitte des Lotwerkstoffs eingebracht, was die Anrissbildung auf den Lotwerkstoff konzentrierte.

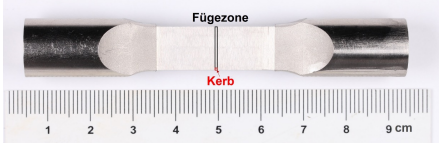


Bild 1: Gefügte Probengeometrie für die Rissfortschrittsversuch

Figure 1: Joined specimen geometry for the fatigue crack growth test

2.2 Versuchsaufbau und -verfahren

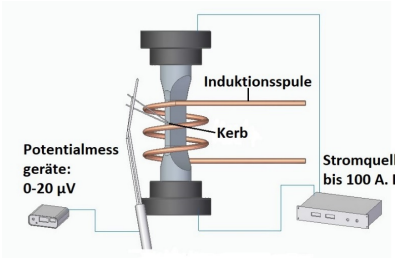


Bild 2: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus

Figure 2: Schematic representation of the experimental set-up

Der Rissfortschrittsversuch wird zur Charakterisierung des Widerstands eines Materials gegen stabile Rissausbreitung unter zyklischer Belastung durchgeführt. Bei diesem Versuch wird eine rissbehaftete Probe einer zyklischen Belastung ausgesetzt und das Risswachstum in Abhängigkeit von der Anzahl der Belastungszyklen erfasst [7]. **Bild 2** zeigt die schematische Darstellung des Versuchsaufbaus. Die Probenerwärmung erfolgt induktiv. Das Risswachstum wird mit der DCPD-Methode (Direct Current Potential Drop) überwacht. Dafür wird ein konstanter Gleichstrom durch den Probekörper geleitet und der elektrische Spannungsabfall in der Umgebung des Risses wird kontinuierlich erfasst. Dafür werden Potentialmessdrähte auf der Probe auf jeder Kerbseite durch Punktschweißen angebracht [7]. Die aufgezeichneten Potentialsignale werden nach dem Versuch mit den auf der Bruchfläche vermessenen Risslänge korreliert. Um ausreichend Punkte für die Korrelation zwischen Potentialsignal und Risslänge zu erhalten, werden in der Regel durch periodisch aufgebrachte schnelle Lastwechsel mit geringerer Amplitude sogenannte „beachmarks“ auf der Bruchfläche erzeugt. Bei den durch Löten gefügten Proben waren diese trotz variierender Parameter bei der Beachmarkerzeugung auf der stark zerklüfteten Bruchfläche nicht sicher erkennbar. Aus diesem Grund war es erforderlich, die Potentialsignale mit Hilfe einer Finite-Elemente-Analyse (FEA) und der sichtbaren Endrisslänge zu kalibrieren. Die Versuche wurden auf einer servohydraulischen 100 kN Prüfmaschine durchgeführt, die in **Bild 3** dargestellt ist. Die Probentemperatur wurde mit einem Thermoelement Typ S, dass in der Mitte der Messlänge angeschweißt war, gemessen und geregelt. Die Versuche wurden kraftgeregelt mit einem Spannungsverhältnis R = 0,1 bei einer Temperatur von 950 °C durchgeführt.

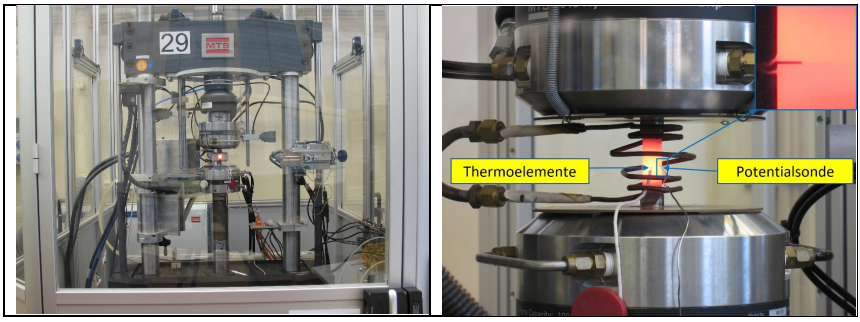


Bild 3: Servohydraulische Prüfmaschine und Versuchsaufbau für Rissfortschrittsversuch

Figure 3: Servo-hydraulic testing machine and experimental set-up for crack propagation test

2.3 Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren mittels Finite-Elemente-Methode

Das Ermüdungsrisswachstum eines Werkstoffs wird in der Regel durch die beobachtete Risswachtumsrate da/dN (‘a’ die Risslänge und ‘N’ Anzahl der Belastungszyklen), dargestellt als

Funktion des Spannungsintensitätsfaktorbereichs (ΔK), ausgedrückt. Der Spannungsintensitätsfaktor (K oder SIF) beschreibt die Spannungsverteilung an der Rissspitze. Er wird als ein Bruchparameter verwendet, der durch die Theorie der linearen elastischen Bruchmechanik (LEFM) definiert wird.

$$K = \sigma\sqrt{\pi a} \cdot Y \quad \textbf{(1)}$$

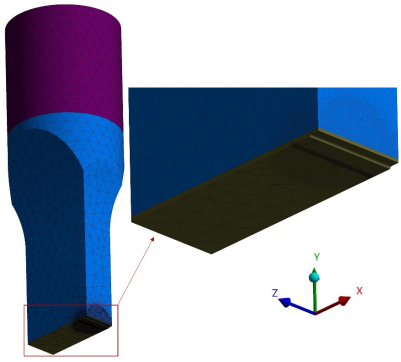


Bild 3: Gefügtes Probenmodell mit verwendetem Netz in ANSYS Mechanical

Figure 4: Joined specimen model with mesh used in ANSYS Mechanical

Hierbei ist 'σ' die angelegte Spannung, 'a' die Risslänge und 'Y' ein dimensionsloser Faktor, der von der Riss- und Probengeometrie sowie den Randbedingungen während des Versuchs abhängt. Daher wurden die SIFs für verschiedene Risslängen über die gesamte Rissebene des Probekörpers mit Hilfe der Finite-Elemente-Analyse (FEA) bestimmt und der dimensionslose Faktor für die Auswertung der Versuchsergebnisse ermittelt (***Gleichung 2***). **Bild 4** stellt das vernetzte gefügte Probenmodell dar, das in der Software ANSYS Mechanical verwendet wurde. Die symmetrischen Randbedingungen wurden zur Verkürzung der Rechenzeit zusammen mit Kraft- und Verschiebungsrandbedingungen verwendet, um die feste Einspannung im Versuchsaufbau zu berücksichtigen. Die SIF-Simulationsergebnisse für die gelötete SEN-Probe und ihr Vergleich mit der homogenen Probe sind in **Bild 5** dargestellt.

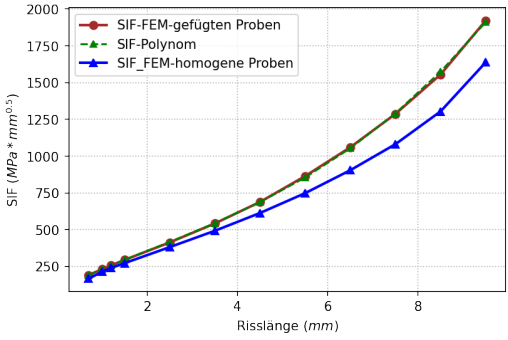


Bild 4: SIF vs. Risslänge in gefügten und homogene proben

Figure 5: SIF vs. Crack length in joined and homogeneous specimen

$$K_{I_{SEN\ gelötet}} = \sigma\sqrt{\pi a}\left[1.40407\left(\frac{a}{w}\right)^3 + 0.70666\left(\frac{a}{w}\right)^2 + 0.998135\left(\frac{a}{w}\right) + 1.204895\right] \quad \textbf{(2)}$$

Hierbei ist 'σ' die Spannung, 'a' die Risslänge und 'w' die Probenbreite.

3 Ergebnisse und Diskussion

Beispielhaft für die bruchmechanische Bewertung des Rissfortschrittsverhaltens gefügter Nickelbasislegierungen wird das Ergebnis eines Versuchs mit einer gelöteten Probe bei 950 °C und einem Spannungsverhältnis von 0,1 dargestellt (**Bild 6 (a)**). In der Risswachstumskurve ist das Paris-Regime dargestellt, in dem die Risswachstumsrate da/dN linear vom Spannungsintensitätsfaktor ΔK abhängig ist.

Bild 6 (b) zeigt die zugehörige Bruchfläche. Der Bereich der stabilen zyklischen Rissausbreitung ist als dunkle Bruchfläche mit einer parabolischen Rissfront sichtbar. Die Bruchfläche zeigt das ungleichmäßige Risswachstum über die Probendicke. Der Riss wächst im Inneren der Probe (Probenmitte) schneller als an den Probenrändern. Dies wird als Risstunnelbildung bezeichnet und ist auf das Vorliegen einer hohen Spannungstriaxialität im Mittelteil der Probe zurückzuführen [8]. In

Bild 6 (c) ist eine Seitenansicht auf den gefügten Bereich zu sehen. Ausgehend vom Kerb am unteren Bildrand breitet sich der Riss hauptsächlich im Lotmaterial aus, ohne in die Grenzfläche zwischen dem Grundwerkstoff und dem Lotmaterial auszuweichen.

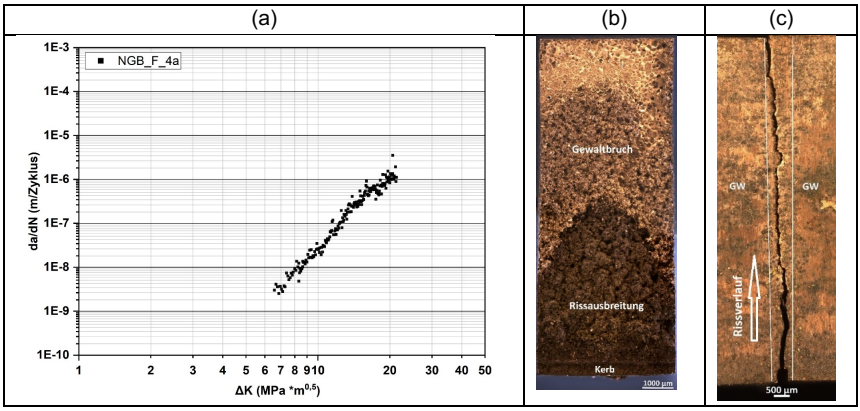


Bild 6: (a) Rissfortschrittskurve einer gelöteten Probe bei 950 °C und einem Spannungsverhältnis R=0,1 (b) Probenbruchfläche und (c) Rissverlauf

Figure 6: (a) Crack propagation curve of a brazed specimen at 950 °C and a stress ratio R=0.1 (b) Specimen fracture surface and (c) Crack progression

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Versuchstechnik für die Ermittlung des zyklischen Risswachstumsverhaltens gefügter Proben aus Nickelbasislegierungen bei hohen Temperaturen wurde beispielhaft für eine gelötete Probe vorgestellt. Die Ermittlung des Risswachstums mittels Korrelation von Elektropotentialsignal und Position von in die Bruchfläche eingebrachten Beachmarks war bei diesen Werkstoffen nicht möglich. Aus diesem Grund war es erforderlich, die Potenzialsignale mit

Hilfe der Finite-Elemente-Analyse (FEA) und der sichtbaren Endrisslänge zu kalibrieren. Diese Versuchstechnik wird im Rahmen zukünftiger Arbeiten auf weitere Fügeverfahren von Nickelbasislegierungen angewendet und durch zusätzliche online-Monitoringmethoden weiterentwickelt.

Danksagung – Diese Forschungsarbeit ist Teil eines Projekts, das im Rahmen des Werner-von-Siemens Centre for Industry and Science durchgeführt wird. Es wird gefördert von der Investitionsbank Berlin (ProFIT) und kofinanziert vom Europäischen Fonds für regionale Entwicklung (EFRE).

Literatur

[1] A.M. Kolagar et al., "Failure analysis of gas turbine first stage blade made of nickel-based superalloy," *Case Studies in Engineering Failure Analysis,* Bd. 8, pp. 61-68, April 2017, ISSN 2213-2903, https://doi.org/10.1016/j.csefa.2017.04.002.

[2] Henderson et al., „Nickel-Based Superalloy Welding Practices for Industrial Gas Turbine Applications," *Science and Technology of Welding and Joining 9,* pp. 13-21, 2004, doi 10.1179/136217104225017099.

[3] R. A. Stevens, P.E.J. Flewitt, „Intermediate regenerative heat treatments for extending the creep life of the superalloy IN-738," *Materials Science and Engineering,* Bd. 50, Nr. 2, pp. 271-284, 1981, ISSN 0025-5416, doi https://doi.org/10.1016/0025-5416(81)90186-5.

[4] Guijun Bi, Andres Gasser „Restoration of Nickel-Base Turbine Blade Knife-Edges with Controlled Laser Aided Additive Manufacturing," *Physics Procedia,* Bd. 12, pp. 402-409, 2011, ISSN 1875-3892 doi https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.051

[5] AL-Nafeay, Ruaa & AL-Roubaiy, Ahmed & Omidvar, H. „Overview of joining and repairing techniques of Ni-based superalloy for industrial Gas Turbine Applications,", Materials Science and Engineering. 1094, 2021, doi 10.1088/1757-899X/1094/1/012141

[6] L.S.K Heikinheimo et al., „Joint characterisation for repair brazing of superalloys," *International Brazing and Soldering (IBSC), Weld World* 49, pp. 5-12, 2005, doi https://doi.org/10.1007/BF03263404

[7] „ASTM E647: Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates," *West Conshohocken: ASTM International ,* 2015.

[8] Weiming Lan et al., „Investigation of crack tunneling in ductile materials," Engineering Fracture Mechanics, Bd. 77, Nr. 14, pp. 2800-28112, 2010, doi https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2010.06.010.

Schadensanalyse an Fahrradkomponenten: Fraktographie, Ursachen, Prävention

Failure Analysis on Bicycle Components: Fractography, Causes, Prevention

D. Bettge, C. Klinger
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

Kurzfassung – Komponenten von Fahrrädern werden vorwiegend dynamisch beansprucht. Da es sich um konstruktiven Leichtbau handelt, werden Bauteile nicht dauerfest ausgelegt. Die im Betrieb auftretenden Schäden sind daher überwiegend Schwingbrüche, die nach einer Periode unbemerkten Risswachstums oft ohne Vorwarnung auftreten. Im Falle von sicherheitsrelevanten Komponenten kann dies zu Personenschäden führen. Ursachen für die Rissinitiierung sind beispielsweise konstruktive Kerben an ungünstigen Stellen, aber auch die Werkstoffwahl und die Fertigungsqualität spielen eine Rolle. In den meisten Fällen wurde jedoch die konstruktive Lebensdauer überschritten. Im Sinne der Vermeidung von Schäden und Unfällen sollten für sicherheitsrelevante Komponenten Lebensdauern besser abgeschätzt werden. Von der Laufleistung abhängige Sichtprüfungen werden empfohlen.

Stichwörter: Schadensanalyse, Fraktographie, Fahrräder, Schadensprävention

Abstract – Bicycle components are mainly subject to vibration. Since this is lightweight construction, components are not designed to be fatigue durable. Damage occurring during operation is therefore predominantly fatigue cracking, which often occurs without warning after a period of unnoticed crack growth. In the case of safety-relevant components, this can lead to significant personal injury. Causes for crack initiation are, for example, constructive notches in unfavorable places, but the choice of material and manufacturing quality also play a role. In most cases, however, the design service life was exceeded. To avoid damage and accidents, lifespans should be better estimated for safety-relevant components. Mileage dependent visual inspections are recommended.

Keywords: Failure Analysis, Fractography, Bicycle, Failure Prevention

1 Einleitung

Komponenten von Fahrrädern werden im Betrieb vorwiegend dynamisch beansprucht. Typische Werkstoffe sind Stahl, Aluminiumlegierungen, Messing, CFK und thermoplastische Kunststoffe. Da es sich, unabhängig von der Preiskategorie, um konstruktiven Leichtbau handelt, werden einige Bauteile betriebsfest mehr oder weniger weit unterhalb der Dauerfestigkeit ausgelegt. Die im normalen Betrieb auftretenden Schäden, die über den normalen Verschleiß hinausgehen, sind daher überwiegend Schwingbrüche [1]. Schwingbrüche treten nach einer Periode unbemerkten Risswachstums oft ohne Vorwarnung und ohne makroskopische Verformung auf. Im Falle von strukturellen Komponenten wie Rahmen, Gabeln, Lenkern, Sattelstützen, Kurbelarmen oder Pedalen kann dies zu Personenschäden führen.

Der ADFC (Allgemeiner Deutscher Fahrrad Club) hat über gut 5 Jahre (Ende 2010 bis Anfang 2016) insgesamt 901 Schadensmeldungen von Privatpersonen entgegengenommen und klassifiziert [2]. Diese Daten wurden auf Anfrage zur Verfügung gestellt [3]. Im Rahmen einer studentischen Arbeit wurden diese Daten ausgewertet [4]. Viele Beschreibungen waren sehr knapp und teils unklar, aber für 857 Fälle konnte eine teilweise Zuordnung vorgenommen werden, was die Art der Komponenten betrifft und welche Schäden eingetreten sind, **Bild 1**.

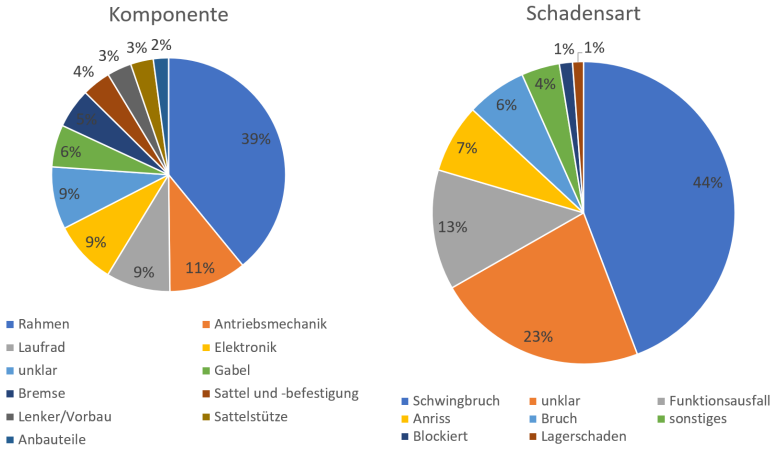


Bild 1: Beim ADFC gemeldete Schäden: Art der Komponenten und Art der Schäden (n=857)
Figure 1: Types of investigated components and found fracture mechanisms (n=857)

2 Experimentelles

Über einen langjährigen Zeitraum wurden gebrochene Fahrrad-Komponenten aus dem Alltag und aus Gerichtsverfahren untersucht und dabei die Versagensarten bestimmt.

2.1 Herkunft der an der BAM untersuchten Prüfstücke

Die untersuchten und hier gezeigten gebrochene Komponenten aus dem Alltagsbetrieb stammen von Nutzerinnen und Nutzern, die mit dem Fahrrad regelmäßig zur Arbeit fahren und/oder Radsport betreiben.

Hinzu kommen Erfahrungen aus der Bearbeitung von gerichtlichen Sachverständigen-Gutachten. Hierbei geht es meist um Vorgänge, bei denen aufgrund gebrochener Komponenten Unfälle passiert sind, die wegen ärztlicher Behandlungskosten und Verdienstausfällen zu teils erheblichen Schadenssummen führen. Die Folgekosten sind idR deutlich höher als die Schäden am Fahrrad. Hier wurden vollständige Schadensanalysen durchgeführt, um die Schadensursachen zu finden. Diese Untersuchungen können nicht im Detail veröffentlicht werden, gehen aber in die eigene Statistik ein.

2.2 Methoden

Das Hauptaugenmerk der vorgestellten Untersuchungen lag auf der makroskopischen und mikroskopischen fraktographischen Analyse zur Bestimmung von Bruchmechanismen. Hierfür wurden die Bauteile und ihre Bruchflächen makrofotographisch (Olympus E-5 und E-M1III mit Makroobjektiven) mit dem Stereomikroskop (Olympus SZX-12) und im Rasterelektronenmikroskop (REM Tescan Vega 3) untersucht.

3 Ergebnisse

Im Folgenden sind Art der Komponenten und die ermittelten Versagensarten der von den Autoren untersuchten Fälle zusammengestellt (**Bild 2**). Auch hier zeigt sich, dass die überwiegende Mehrheit der Komponenten durch Schwingbruch versagte. Insgesamt ist in mehr als 75 % der Fälle ein Versagen durch Bruch aufgetreten, davon sind wiederum ca. 75 % Schwingbrüche.

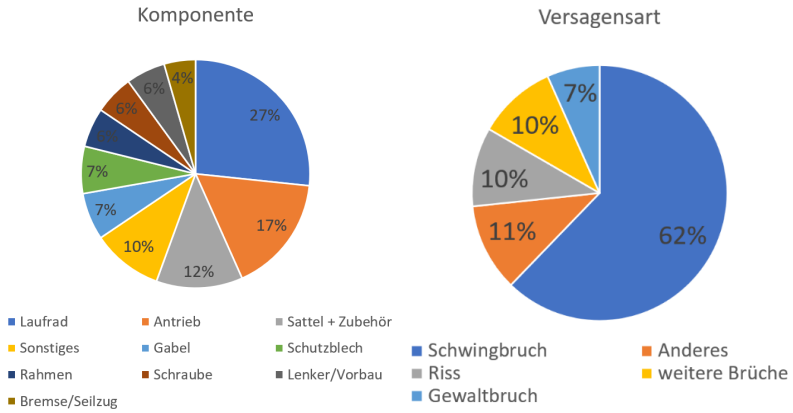


Bild 2: Art der untersuchten Komponenten und Anteile der Versagensarten (n = 90)
Figure 2: Types of investigated components and failure mechanisms (n = 90)

Im Folgenden werden zwei ausgewählte Beispiele für das Versagen durch Schwingbruch gezeigt. Diese und weitere Fälle sind in der fraktographischen online-Datenbank einsehbar [5]. **Bild 3** zeigt eine Sattelstütze aus Aluminium, deren Oberteil im Klemmbereich zur Sattelaufnahme gebrochen ist. Zwei Schwingrisse sind an der konstruktiv bedingt geriffelten Klemmfläche des Kopfteils gestartet, s. gelbe Punkte und rosa Flächen in **Bild 4** [6]. Der Gewaltbruchanteil ist groß, blaue Flächen in **Bild 4**.



Bild 3: Sattelstütze eines Fahrrads und abgebrochener Kopfteil
Figure 3: Bicycle seat post and broken upper part

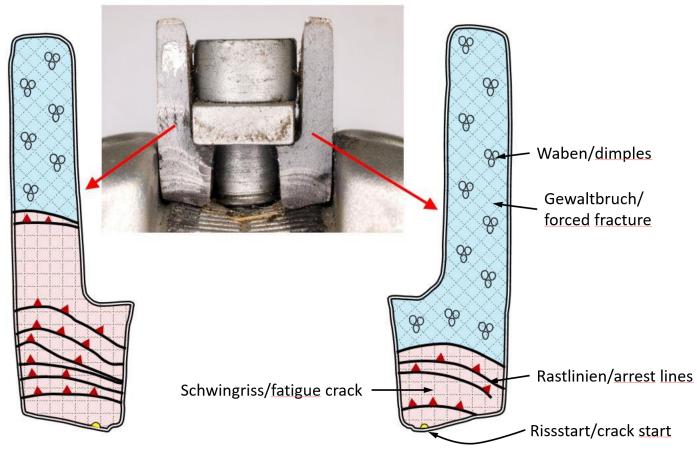


Bild 4: Analyse der beiden Bruchflächen und Visualisierung der Ergebnisse (FractoGraphics [6])
Figure 4: Analysis of both fracture surfaces and visualization of results using FractoGraphics [6]

Bild 5 zeigt eine Gabel aus Aluminium, deren Schaft nach 18 Jahren Alltagsbetrieb oberhalb der Gabelkrone in der konischen Klebverbindung gebrochen ist. Die Bruchflächen, rechts in **Bild 5**, zeigen makroskopisch deutliche Rastlinien und eine geringe duktile Restgewaltbruchfläche. Im REM wurden Schwingstreifen, Waben und ein Mischbereich gefunden, **Bild 6**, der auf einen schnellen Rissfortschritt in dieser Zone hindeutet. In **Bild 7** sind die Ergebnisse der makro- und mikro-fraktographischen Analyse skizziert.

Die inhomogene Spannungsverteilung durch den E-Modul-Unterschied zwischen Aluminium und Kleber hat zu Adhäsionsversagen geführt. Deshalb ist ein Schwingriss von vielen Rissstartstellen auf der äußeren Oberfläche in Fahrtrichtung hinten gestartet.

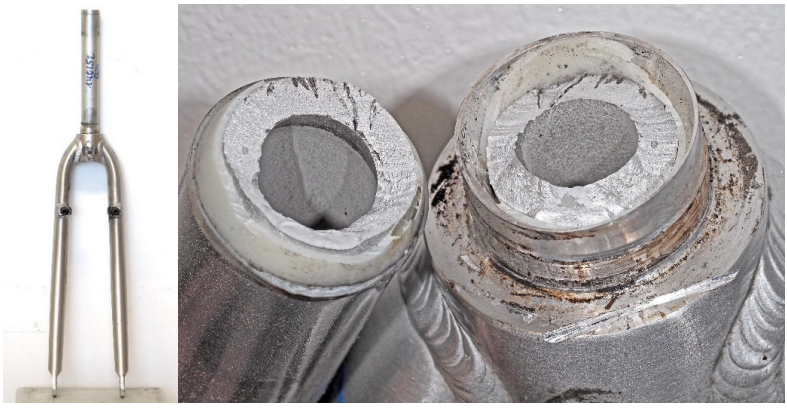


Bild 5: Fahrradgabel mit über der Krone gebrochenem, eingeklebtem Schaft (links) und die beiden Bruchflächen (rechts)
Figure 5: Bicycle fork, broken above crown (left) and both fracture surfaces (right)

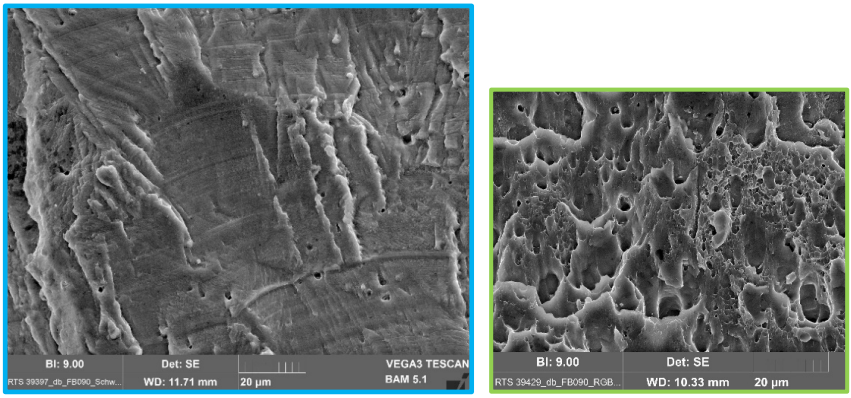


Bild 6: a) Schwingstreifen (links) und b) gescherte Wabenstruktur (rechts); REM SE
Figure 6: a) Fatigue striations (left) and b) sheared dimples (right); SEM, secondary electrons

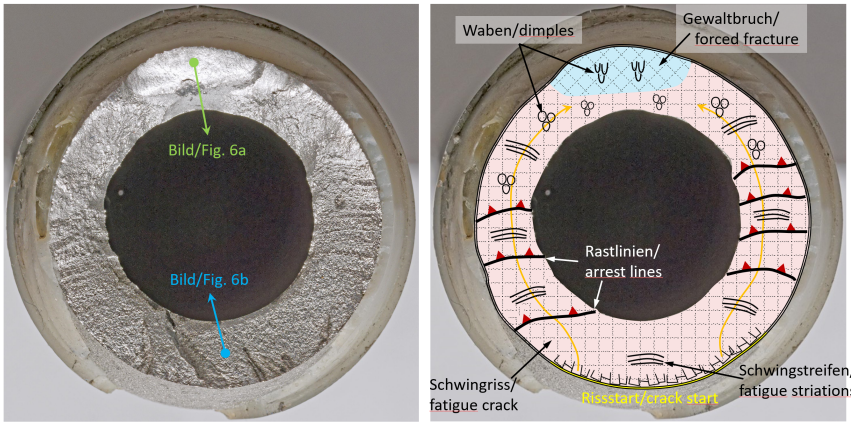


Bild 7: Analyse Bruchmerkmale und Darstellung der Ergebnisse mittels FractoGraphics [6].
Figure 7: Analysis of crack features and visualization of results using FractoGraphics [6]

4 Diskussion und Ausblick

Die an der BAM untersuchten Fahrrad-Komponenten haben überwiegend durch Bruch versagt, davon wiederum die meisten durch Schwingbruch, nämlich ca. 2/3 aller Fälle. Es muss berücksichtigt werden, dass diese Anteile nicht repräsentativ sind für das Versagen von Fahrrad-Komponenten im Allgemeinen – die Nutzer haben vermutlich ein defektes Bauteil nur dann eingereicht, wenn der Schaden über den erwartbaren Verschleiß hinausging oder zu einer gefährlichen Situation geführt hat. Gerichtsverfahren werden in der Regel erst dann geführt, wenn ein Unfall mit erheblichen Folgekosten eingetreten ist oder der Sachschaden groß ist. Trotzdem ist die Dominanz von Schwingbrüchen eindrücklich.

Die statistische Analyse der vorliegenden Fälle hat gezeigt, **Bild 1** und **Bild 2**, dass an Fahrrädern praktisch alle Komponenten durch Brüche aufgrund langsam wachsender Risse versagen können, seien es Schwingrisse, Spannungsrisskorrosion oder Kombinationen davon. Weil vor dem Versagen meist keine plastische Verformung auftritt, bleiben solche Schäden häufig unbemerkt, bis der Bruch eintritt. Dies führte bei Bauteilen wie Rahmen, Gabeln, Lenkern und Antriebsketten zu kritischen Situationen, in denen Unfälle passieren können.

Betriebsfest ausgelegte Bauteile entwickeln nach einer gewissen Betriebsdauer Schwingrisse, deren Ausbreitung schließlich zum Bruch führt. Einflussfaktoren für die frühzeitige Initiierung von Schwingrissen können z. B. konstruktive Kerben an ungünstigen Stellen sein, aber auch die Werkstoffwahl und Fertigungsqualität spielen eine Rolle. In den meisten untersuchten Fällen wurde jedoch schlicht die konstruktive Lebensdauer überschritten, ohne dass Abweichungen vom konstruktiven Sollzustand vorlagen.

Die Untersuchung der Lebensdauer und der Betriebslasten von Fahrrädern und ihren Komponenten ist Gegenstand der Forschung und Technik [8,9]. Im täglichen Betrieb genutzte Fahrräder können innerhalb weniger Jahre Laufleistungen von mehr als 50.000 km erreichen. Dies bedeutet beispielsweise für Tretkurbelarme bei einer angenommenen mittleren Ganglänge von 5 m ca. 10^7 Lastspiele. Bei anderen Komponenten liegen Lastkollektive vor, die sich aus Antriebskräften und Überrollung von Straßen-Unebenheiten zusammensetzen [7,8,9].

Die bei der Konstruktion vom Hersteller zu Grunde gelegte Lastspielzahl oder geplante Lebensdauer wird selten mitgeteilt. Eine wiederkehrende Prüfung sicherheitsrelevanter Bauteile findet im Fahrradbereich gewöhnlich nicht statt und ist auch nicht vorgeschrieben. Im Sinne der Vermeidung von Schäden und Unfällen könnte daher darauf hingewirkt werden, für sicherheitsrelevante Komponenten Lebensdauern besser zu kommunizieren und von der Laufleistung abhängige Sichtprüfungen zu empfehlen, wie bereits von anderen Autoren vorgeschlagen [7].

Danksagung – Die Autoren danken den Studentinnen und Studenten, die an der Durchführung von fraktographischen Analysen mitgewirkt haben, insbesondere Jonas Roth, ehemals Hochschule für Technik und Wirtschaft Berlin, der zu diesem Thema seine Bachelorarbeit verfasst hat [4].

Literatur

[1] E. Groß: Wie lange leben Fahrräder? Materials Testing 48 (2004) 458-466

[2] Fachausschuss Technik des ADFC. http://www.fa-technik.adfc.de, abgerufen 30.06.2020

[3] ADFC: Sammlung von Schadensmeldungen 2010 bis 2016, auf Anfrage erhalten, 2019

[4] J. Roth: Verteilung unterschiedlicher Versagensmechanismen von Fahrradkomponenten. Bachelorarbeit, HTW/BAM, 2020

[5] Fraktographische online-Datenbank der AG Fraktographie, https://www.fraktographie.bam.de

[6] D. Bettge, Q.-H. Le, J. Roth: FractoGraphics – Entwicklung einer fraktographischen Symbolik. online-Tagungsband DGM Metallographietagung 2021; Download des Symbolsatzes unter www.fraktographie.bam.de

[7] H. Brackemann, M. Hofmann: Die Untersuchung der Betriebsfestigkeit von Fahrrädern durch die Stiftung Warentest. Materials Testing 49 (2007) 33-36

[8] M. Blümel, V. Senner: Aktuelle Betriebslastenermittlung an Sportfahrrädern. Materials Testing 52 (2010) 142-147

[9] C. Hölzel, F. Hoechtl, V. Senner: Operational Loads on Sport Bicycles for Possible Misuse. Engineering Procedia 13 (2011) 75-80

Bewertung des Porositätseinflusses auf lokale mechanische Eigenschaften von Aluminiumgussbauteilen mittels digitaler Datenfusion

Evaluation of porosity influence on local mechanical properties of cast aluminum components using digital data fusion.

J. Lienhard, R. Backes, F. Andrieux, T. Herrmann, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik

Kurzfassung – In dieser Arbeit wurde eine Methode entwickelt, um Informationen über Defektverteilungen aus CT-Analysen von Gussbauteilen (AlSiMg, EN-AC- 43000) auf ein Finite-Elemente-Modell (FE) zu übertragen. Da die Daten einer CT–Analyse sehr groß sind, war eine Datenreduktion erforderlich. Dies erfolgte durch die am Fraunhofer IWM entwickelte Software MaterialDataFusion MDF, bei dem die Porenverteilung vereinfacht wird. Die Porenverteilungen wurden untersucht und auf die FE-Modelle gemappt. Daneben wurde ein Deformations- und Versagensmodell für den Aluminiumguss mit Einfluss des Defektanteils kalibriert. Damit und mit der elementweise ermittelten Verteilung der Porosität wurden Zugversuche mit Proben simuliert, die aus realen Gussbauteilen entnommen wurden. Für die exakte Probenentnahme diente MDF der genauen Zuordnung der Porosität im Prüfbereich. Die simulierten Kraft-Verschiebungskurven sowie die ermittelte Porosität wurden mit der realen Verteilung der Poren und den Experimenten verglichen.

Stichwörter: Porositätsmapping, Datenfusion, Gussdefekte, FE

Abstract – In this work, a method was developed to transfer information about defect distributions from CT analyzes of cast components (AlSiMg (EN-AC-43000) to a simulation model. Since the data of a CT analysis is very large, a data reduction was necessary. This was carried out using with MaterialDatatFusion MDF software developed at the Fraunhofer IWM, in which the pore distribution is simplified. The pore distributions were examined and mapped to the finite element simulation model. In addition, a deformation and failure model for aluminum cast alloy was calibrated, with the effect of the defect fraction. With that model and the distribution of porosity tests were simulated, for which the samples were taken from real cast components. For the sample extraction, MDF was used for the exact assignment of the porosity in the test area. The simulated force-displacement curves and the determined porosity were compared with the real distribution of the pores and the experimental results

Keywords: Porosity mapping, data fusion, casting defects, FE

1 Einleitung

Mit Aluminiumguss sind komplexe Geometrien leicht zu realisieren, und er eignet sich gut als Leichtbauwerkstoff. Bei der Auslegung solcher Bauteile ist die Tragfähigkeitsberechnung mittels FE-Simulationen ein effektives Mittel. Dazu sind jedoch genaue Kenntnisse über das Deformations- sowie Versagensverhalten des Gusswerkstoffes notwendig. Das Materialverhalten von Aluminiumguss wird stark von Defektverteilungen beeinflusst. So spielen volumetrische Defekte wie Lunker und Gasblasen, aber auch zweidimensionale Defekte wie Oxidhäute und Kaltfließflächen eine wichtige Rolle. Volumetrische Defekte können in Gießsimulationen sowie CT–Analysen prognostiziert bzw. detektiert werden.
Im Projekt Material Digital BW [1] wurden Aluminiumgussbauteile aus AlSiMg (EN- AC43000) entwickelt und hergestellt. Am Beispiel dieser Gussbauteile wurde in dieser Arbeit die Porosität in Computertomografie-Messungen (CT) erfasst und mit lokalen Werkstoffeigenschaften verknüpft [2]. Dabei diente die Fraunhofer-IWM-Software MaterialDataFusion (MDF) u. a. dazu, kleine Proben für die mechanische Bewertung zu positionieren. Die exakte Registrierung der CT-Daten mit der realen Bauteilgeometrie und den Probenentnahmepositionen **(**Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden., oben) ermöglichte eine Bestimmung des Porenanteils im Prüfvolumen ohne zusätzliche Scans der Proben. Sind Defektverteilungen bekannt, so kann ihr Einfluss in Materialmodellen für Simulationen berücksichtigt werden.

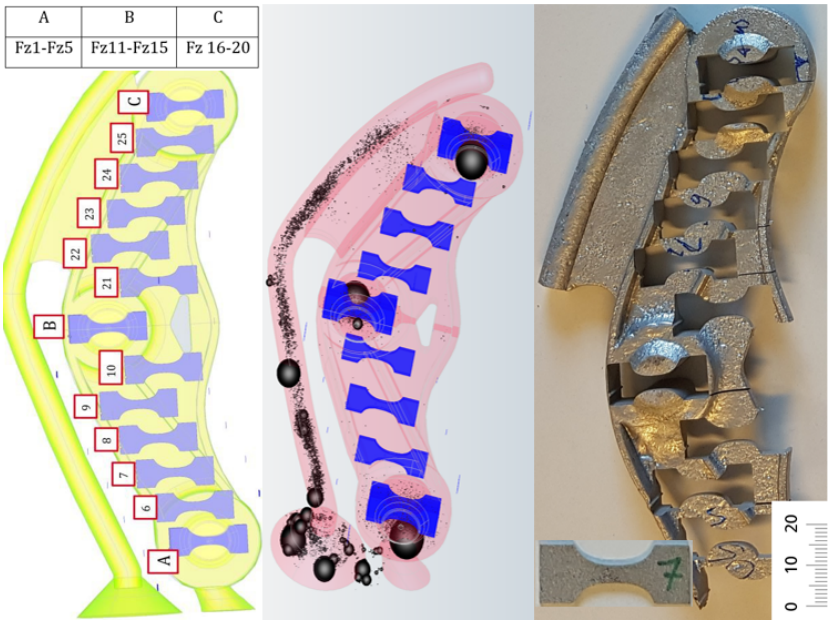


Bild 1: Links - Probennummerierung und Positionierung; Mitte Idealisierte Defektfelder mit Probenpositionierung; Rechts – Probenentnahme.
Figure 1: Top - sample numbering and positioning; Center Idealized defect fields with sample positioning; Below – sampling.

Dafür ist jedoch eine genaue Lage der Defekte sowie deren Einfluss notwendig. In MDF steht die Bauteilgeometrie mit den CT-Daten der Defektverteilungen zur Verfügung. Durch die räumliche Registrierung von Defektfeldern und Proben können Zusammenhänge von Porosität und Steifigkeits- und Festigkeitskennwerten hergestellt werden. Zusammen mit Informationen aus der Herstellung, wie zum Beispiel der Gießsimulation, lassen sich durch die Datenfusion Zusammenhänge ableiten, die eine zuverlässige Prognose der mechanischen Eigenschaften für unterschiedliche Prozessparameter erlaubt.
Defekte sind in MDF idealisiert als Kugeln mit skalaren Kenngrößen zur Beschreibung von Poreneigenschaften gespeichert (Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden., Mitte). Das Speichern der Poren in vereinfachter Form spart sehr viel Speicherplatz gegenüber den sehr speicherintensiven CT- Scans. Die in MDF positionierten Proben aus zwei Bauteilen (**Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**, unten) wurden mittels Drahterosion entnommen. In dieser Arbeit steht der Zusammenhang von Defekten, deren mechanischen Auswirkungen und die Prognose mit der Finite-Elemente-Methode im Mittelpunkt.

2 Methoden

2.1 Porenbeschreibung

Dem Bundesverband der Deutschen Gießerei-Industrie (BDG)-Richtlinien zufolge können der im CT ermittelten Porosität unterschiedliche Merkmale zugewiesen werden. Dazu gehören das Porenvolumen V_p, der Porendurchmesser ϕ_p, der Äquivalenzdurchmesser ϕ_{aq}, die Sphärizität ψ und die Kompaktheit C.
Der Porendurchmesser ϕ_p einer Pore beschreibt den Durchmesser einer Kugel, welche die Pore in ihrer maximalen Ausdehnung umschließt. Der Äquivalenzdurchmesser ϕ_{aq} hingegen

beschreibt den Durchmesser einer Kugel, welche ein zur Pore äquivalentes Volumen aufweist. Die Sphärizität ψ, welche auch Zerklüftung genannt wird, beschreibt das Verhältnis zwischen der Oberfläche einer idealen Kugel mit dem Volumen V_p und der realen Oberfläche A_p der detektierten Pore (Gl. (1)). Dabei beschreibt eine Sphärizität von ψ = 1 eine Pore in Form von einer idealen Kugel. Mit abnehmender Sphärizität wird die Pore zunehmend zerklüftet. Dies wird durch **Bild 2** verdeutlicht. Es ist zu erkennen, dass mit abnehmender Sphärizität die Form der Pore von einer idealen Kugel in Richtung eines schwammartigen Gefüges strebt. Ein weiteres Merkmal zur Beschreibung von Poren ist die Kompaktheit C. Sie beschreibt das Verhältnis des detektierten realen Porenvolumens V_{real} zu dem idealen Porenvolumen V_{ideal} (Gl. (2)). Das reale Porenvolumen entspricht dem gemessenen Porenvolumen V_p. Das ideale Porenvolumen beschreibt das Volumen der porenumschließenden Kugel mit dem Radius ϕ_p. Ähnlich wie bei der Sphärizität weicht mit abnehmender Kompaktheit die Pore von einer idealen Kugel zunehmend ab [3, 4]. Sowohl die Sphärizität als auch die Kompaktheit hängen stark von der Diskretisierung der CT-Aufnahme ab. Damit einhergehende Ungenauigkeiten müssen bei der Interpretation der Messung beachtet werden [3].

$$V_{p\,1,2}(f_1, f_2) = \sum V_{s,i} \frac{V_{CT,i}}{V_{Kugel,\ i}} \psi_i \, K_{1,2} \qquad (3)$$

$$f_1 = \frac{V_{p_1}}{V_{El}} \qquad (4)$$

$$f_2 = \frac{V_{p_2}}{V_{El}} \qquad (5)$$

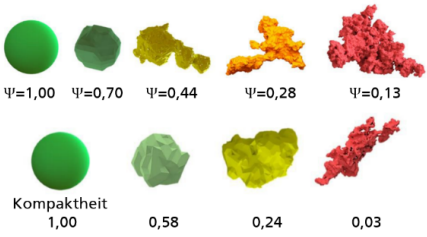


Bild 2: Pore mit abnehmender Sphärizität ψ (oben) sowie Pore mit abnehmender Kompaktheit C (unten).

Figure 2: Pore with decreasing sphericity ψ (top) and pore with decreasing compactness C (bottom).

2.2 Materialmodell

In den durchgeführten Simulationen wird zur Beschreibung des Materialverhaltens von Aluminium unter Belastung sowie zur Beschreibung des Einflusses der Porosität ein Deformations- und phänomenologisches Schädigungsmodell verwendet, welches Einflüsse von Mikrodefekten berücksichtigt. Das Modell besteht aus dem Modell des Aluminium-Matrixmaterials mit Einfluss des Defektanteils. Das Modell der Aluminiummatrix ist ein von Mises-Modell kombiniert mit einer dehnungsbasierten Schädigungsvariable mit Einfluss der Spannungsmehrachsigkeit nach [6]. Das Modell beschreibt porositätsinduzierte Steifigkeitsabnahmen und Entfestigungen.

2.3 Material Data Fusion

Material Data Fusion (MDF) ist eine Software, welche orts- und zeitaufgelöste Informationen von Bauteilen zu einem digitalen Zwilling fusioniert [1]. In diesem digitalen Zwilling können Informationen aus der Prozesssensorik sowie experimentelle und Simulationsdaten von zerstörungsfreien und zerstörender Werkstoffanalyse gespeichert und fusioniert werden. Die räumliche Fusion von Daten wird durch ein grafisches User-Interface (GUI) unterstützt. So können Positionen von einzelnen Proben, Bauteilen, Poren, Defekten, Netzen usw. dargestellt und somit überprüft werden. Zugrunde liegende Informationsnetze bestehen aus Punkten mit einer X-, Y- und Z-Position, einer ID sowie der gemessenen oder berechneten Feldgröße an dieser Stelle.

2.4 Poren Mapping

In **Bild 3** ist beispielhaft ein Element dargestellt, welches Schnittmengen mit drei unterschiedlichen Poren besitzt. Ziel ist es, die Porosität für jedes Element zu bestimmen. Dazu wird das Schnittvolumen Vs jeder Pore mit dem Element berechnet. Aufgrund von verschiedenen Poreneigenschaften (z. B. Sphärizität) soll die Schnittmenge jeder einzelnen Pore mit dem Element separat behandelt werden können, sodass im späteren Verlauf ein Einfluss

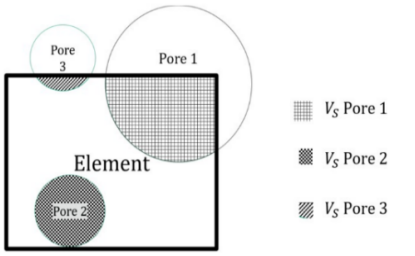


Bild 3: Beispielhafte Darstellung der Schnittmengen Vs zwischen einem Element und drei unterschiedlichen Poren.

Figure 3: Exemplary representation of the intersections Vs between an element and three different pores.

von Poreneigenschaften berücksichtigt werden kann. Die Platzierung der unterschiedlichen Proben im Bauteil erfolgt über das MDF Tool. Nach der Platzierung der Proben werden die Elemente als Oberflächenobjekte aus den Knoten der FE-Netze erstellt. Anschließend werden diese Oberflächenobjekte durch Voxel gefüllt, wodurch sie ein Volumen und ein Netz erhalten. Anschließend wird die Schnittmenge zwischen den Voxeln und einer Kugel, welche eine Pore repräsentiert, gebildet. Durch Kollisionserkennung mittels Hüllkörpern, auch Primitive genannt, können mögliche Kollisionen sehr recheneffizient und somit schnell durchgeführt werden. Dafür wird im ersten Schritt den Körpern eine umschließende Hülle zugewiesen, welche einer möglichst simplen Geometrie entspricht. Die Kollisionserkennung wird nun nicht an den eigentlichen Körpern, sondern an deren zugewiesenen Primitiven durchgeführt. Auf diese Weise bleibt lediglich das gemeinsame Schnittvolumen zwischen Element und Pore erhalten. Dabei werden zwei Klassen bzw. Populationen an Poren definiert. Als Unterscheidungskriterium wird hier die Größe herangezogen. Das Volumen V_p von Poren, der Population 1 bzw. 2 in einem Element wird unter der Annahme nach Gl. (3) berechnet. Für jede Kugel wird ein Maß für das Verhältnis von Matrixmaterial zu Hohlvolumen erstellt. Dafür wird das Verhältnis des in der CT-Analyse ermittelten Volumens V_{CT} zum berechneten idealen Kugelvolumen V_{Kugel} gebildet. Anschließend wird mit der Sphärizität ψ sowie einem Ausgleichsfaktor $K_{1,2}$ multipliziert. Bei der Berechnung der Porosität $f1$ und $f2$ (Gl. (4) und (5)) sowie der daraus erfolgenden Gesamtporosität f ist zu berücksichtigen, dass aufgrund der vereinfachten Annahme der Poren als Kugel, beschrieben lediglich durch deren Hüllkugeln, Überschneidungen auftreten können. Diese Überschneidungen können bei ungünstiger Lage zu berechneter Porosität von $f > 1$ kommen. Aus diesem Grund ist eine Grenze von $f1 + f2 = f < 1$ vorgesehen. Dabei werden $f1$ und $f2$ mittels eines Faktors reduziert, bis diese Bedingung erfüllt ist. In **Bild 4** ist die Verteilung der kleinen Poren mit der Porosität f_1 an der Flachzugprobe Fz01 des Bauteils AL57 zur besseren Darstellung lediglich für den feinvernetzten Bereich dargestellt.

3 Ergebnisse

In **Bild 4** (oben) ist die Verteilung der kleinen Poren mit der Porosität f_1 in FE an der Flachzugprobe Fz01 des Bauteils AL57 zur besseren Darstellung lediglich für den fein vernetzten Bereich dargestellt. Im fein vernetzten Bereich sind lediglich die Elemente abgebildet, welche eine Porosität $f_1 > 0$ haben. In **Bild 4** (unten) rechts sind alle Poren in Grün, welche eine Kollision mit der Probe aufweisen, dargestellt. Wenn eine große Pore mit der Probe kollidiert, schneidet sie diese jedoch nicht direkt. Es ist zu erkennen, wie einige kleinere Poren die dem MDF-Tool in blau und die Poren sind in schwarz zu sehen. Des Weiteren ist die Netzstruktur für den nicht fein vernetzten Bereich als Orientierung des FE-Netzes dargestellt. In Rot ist die Umrandung der FE-Elemente, welche eine Porosität besitzen, gekennzeichnet. Flachzugprobe im Prüfbereich schneiden. Ein optischer Vergleich zwischen Porosität im FE-Netz und Poren im MDF- Tool ist in **Bild 4** (unten, rechts) dargestellt. Dabei ist die Probe aus.
Um bewerten zu können, inwieweit der Einfluss der berechneten Porosität die Versagensvorhersage der Proben verbessert, ist eine Auswertung der Spannungs-Dehnungskurven der Flachzugproben, bzw. Kraft-Verschiebungskurven erforderlich. Als vereinfachte Annahme wurde immer die Zugfestigkeit als Identifikation der Bruchinitiierung der Probe mittels Marker

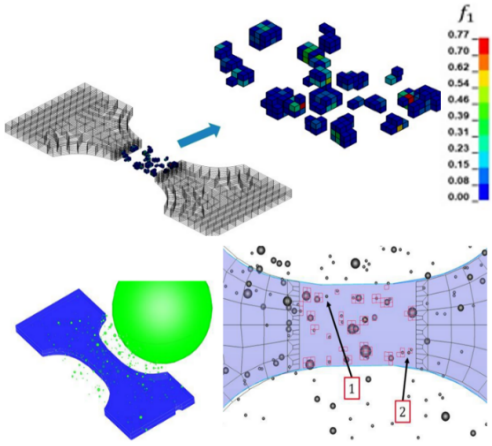


Bild 4: Oben - Darstellung der Poren mit kleinem Durchmesser; unten – Porenmappingvergleich des FE-Netzes dem MDF-Tool.

Figure 4: Top - Representation of the small diameter pores; below – Pore mapping comparison of the FE mesh and MDF tool.

gekennzeichnet. An Positionen A, B und C wurden jeweils fünf Proben über der Dicke entnommen und getestet.

Werden die Spannungs-Dehnungskurven der Flachzugversuche an Position A im Bauteil AL57 in **Bild 5** (links) betrachtet, so ist eine gute Übereinstimmung in den erreichten Spannungsniveaus sowie den Zugfestigkeiten zu erkennen. Werden die im MDF-Tool hinterlegten Poreninformationen in **Bild 5** (rechts) analysiert, so wird deutlich, wie ausschließlich Poren mit kleinen Radien Schnittmengen mit der Probe besitzen.

An den Proben der Position B im Bauteil AL59 wird wiederholt deutlich, wie insbesondere bei großvolumigen Poren die Vereinfachung als Kugel unzureichend ist. **In Bild 6** (links) sind die Spannungs-Dehnungskurven der Experimente und Simulationen dokumentiert. Auf der rechten Seite (**Bild 6**) sind die Poren und die Probe im MDF-Tool mit Kollision mit der Probe Fz12 sowie ein Bild der geprüften Probe abgebildet. An den Spannungs-Dehnungskurven ist zu erkennen, wie die Simulationen die Experimente hinsichtlich des erreichten Spannungsniveaus sowie der Bruchinitiierung überschätzen.

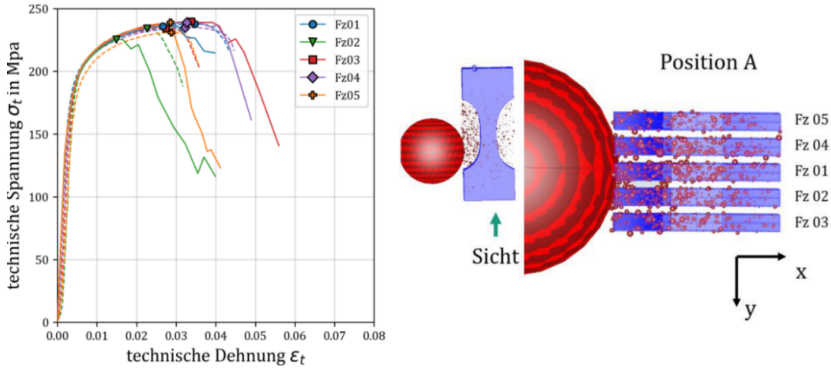


Bild 5 Links -- Spannungs-Dehnung Kurven der Experimente (gestrichelt) sowie der Simulationen Linie) der Flachzugproben des Bauteils AL57 an Position A; rechts -- Poren in Rot, Proben in Blau der Flachzugproben an Position A im MDF-Tool.

Figure 5 Left -- tress-strain curves of the experiments (dashed) and the simulation Lines (line) of the flat specimens of component AL57 at position A, right -- pores in red, specimens in blue of the flat specimens at position A in the MDF tool.

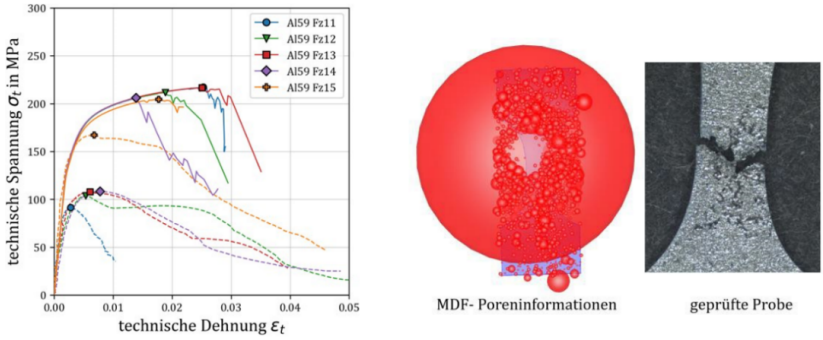


Bild 6 Links -- Spannungs-Dehnungskurven der simulativen und experimentellen Flachzugversuche an der Bauteilposition B, rechts: MDF-Poren mit Kollision zwischen der Probe Fz11, rechts - Bild des Bruchs der Probe

Figure 6 Left -- stress-strain curves of the simulative and experimental flat tensile tests at component position B, right: MDF pores with collision between sample Fz11, right - picture of the fracture of the sample.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Ziel der Arbeit war eine möglichst einfache Übertragung der Defekte aus der CT-Messungen an Bauteilen auf die FE-Berechnung. Mit der Datenfusionssoftware MDF des Fraunhofer IWM wurde eine Methode erarbeitet, die für künftige Bewertungen von defektbehafteten Bauteilen mit FE-Analyse nun zur Verfügung steht. Abweichungen im Vergleich von Experiment und Simulation haben vor allem zwei Gründe: Der eine ist die Idealisierung der Poren als Kugeln. Hierdurch wird ein schnelles Mapping erreicht, die geometrische Abstraktion, vor allem bei großen Poren und Defekten, wirkt sich jedoch stark auf die lokalen Eigenschaften aus und führt zu Ungenauigkeiten. Der andere Grund ist in der mangelnden (möglichen) Präzision der Probenentnahme zu finden. Kleinste Abweichungen der Probenlage im Defektfeld führen zu falschem Mapping. Aktuelle Projekte der Werkstoffdigitalisierung am Fraunhofer IWM beschäftigen sich u. a. mit dem Thema der nachgelagerten räumlichen Datenkorrektur.

Literatur

[1] C. Schweizer *et al.,* „MaterialDigital: DIGITALISIERUNG: CHANCE FÜR NACHHALTIGKEIT UND ENERGIEWENDE“, 2021. [Online]. Verfügbar unter: https://www.materialdigital-bw.de/

[2] Robin Backes, „Material Data Fusion für die Versagensmodellierung von Aluminiumgussbauteilen in der Crashsimulation unter Berücksichtigung von Defektverteilungen: Masterarbeit der Hochschule Offenburg mit dem Fraunhofer IWM. Betreuung Thomas Seifert, Florence Andrieux“, 2020.

[3] BDG – Richtlinie, „Porositätsanalyse und -beurteilung mittels industrieller Röntgen-Computertomographie (CT)“, 2018. [Online]. Verfügbar unter: https://www.guss.de/fileadmin/user_upload/richtlinien/bdg-richtli- nie_p_380.pdf.

[4] LSTC, „LS-DYNA KEYWORD USER'S MANUAL VOLUME I: LS-DYNA R11, 2018

[5] Volume Graphics GmbH, „VGSTUDIO MAX Referenzhandbuch“, 2019.

[6] D.-Z. Sun, „Modellierung der Einflüsse von Mikrodefekten auf das Versagensverhalten von Al-Druckgusskomponenten mit stochastischem Aspekt für die Crashsimulation“, *FAT-Schriftenreihe 338*, 2020.

Nutzerunabhängiges Tool zur Analyse von Zugversuchsdaten für zukünftige Datenbanksysteme

User Independent Tool for Analysis of Data from Tensile Testing for Future Database Systems

N. Babaei, J. Wang, E. Kisseler, M. Ackermann, S. Wesselmecking, U. Krupp, IEHK - Institut für Eisenhüttenkunde RWTH Aachen University

Kurzfassung – Die fortschreitende Automatisierung der Datenströme in Wissenschaft und Wirtschaft zeigt die Nachteile der nutzerabhängigen Auswertung auf. Bei dieser werden gleiche Ergebnisse, wenn auch nur in bestimmten Grenzen, von verschiedenen Personen unterschiedlich ausgewertet. Dies führt zu einer Fehleinschätzung der zugrunde liegenden Material- und Prozessparameter sowie zu mangelhafter Vergleichbarkeit. Zur Automatisierung solcher Vorgänge wurde ein modulares Datenbankmanagementsystem, genannt idCarl, aufgebaut. Dies ermöglicht auf einfache Art und Weise ein Modul als Analyse-Pipeline zwischen Versuchsmaschinen und Datenbank einzusetzen. Im Rahmen dieser Studie wurde ein Modul zur automatisierten Auswertung des weit verbreiteten Zugversuchs entwickelt. Das Analysemodul zur Auswertung der Zugversuche beruht auf den Vorgaben der DIN EN ISO 6892, welche erweitert und mit einer umfassenderen Fehlerabschätzung verknüpft wurden. Das Tool ist auf jede klassische Ordnerstruktur anwendbar und, ebenso wie idCarl, zukünftig frei verfügbar. So kann das Datenbankmanagementsystem um diverse Module erweitert werden, was die Erzeugung nutzerunabhängiger Daten ermöglicht und diese automatisch über Schnittstellen der Datenbank zuführt. Das Modul erkennt den Elastizitäts-Modul sowie die darauf basierenden Kennwerte automatisiert und nutzerunabhängig. Bei Anpassung des Moduls kann dieses automatisch auf alle bereits analysierten Daten angewendet werden, was eine durchgehende Vergleichbarkeit, auch älterer Daten, gewährleistet. Dadurch können nachgeschaltete Module, wie beispielsweise maschinelles Lernen, Daten zukünftig nutzen, um Daten-getriebene Vorhersagen zu treffen.

Stichwörter: Machine Learning, Zugversuch, nutzerunabhängige Analyse, Datenbankmanagementsystem

Abstract – The progressive automatization of data streams in science and economy shows the disadvantages of user dependent analyses, in which the same results are analyzed differently by different persons, even though only to a certain degree. This leads to a false estimation of underlying material and process parameters as well as to missing comparability. In order to automatize those processes, a modular database management system, called idCarl, has been developed. This allows including a module as analysis-pipeline between experimental machine and database in a simple way. To provide an example, a module is applied to the common procedure of tensile testing. The module for analyzing tensile tests is based on the specifications of DIN EN ISO 6892. These have been connected with enhanced error estimation. Both, the tool and idCarl can be applied to any conventional file system and will be freely accessible in the future. In this way, the database management system can be expanded with diverse modules, enabling the generation of user independent data, which are fed automatically into the database. The module recognizes the elastic modulus as well as other parameters based on that in an automatic and user independent way. When adapting the module it can be applied to all data that have been analyzed before, which guarantees continuous comparability also concerning older data. Thus, additional modules like a machine learning algorithm can use the data in the future and make data-driven predictions.

Keywords: Machine learning, tensile testing, user independent analysis, database management systems

1 Einleitung

Durch Etablierung und Integration computergestützter Auswertungen wurde der Produktionssektor, insbesondere die Werkstoffprüfung grundlegend verändert. Die Integration des Computers und diverser Software-Anwendungen in der Industrie und Wissenschaft führten zu einer markanten Erhöhung der Arbeitsproduktivität je Erwerbstätigen in Deutschland seit dem Jahr 1991. Beachtlich ist die Stagnation der Arbeitsproduktivität in den letzten 15 Jahren [1].

Weitere Automatisierung der Prozesse und Auswertungen ist eine Möglichkeit, die Effizienz und Produktivität zu erhöhen. Die Automatisierung und Anwendung des maschinellen Lernens und Verknüpfung diverser Werkstoffeigenschaften kann zur Steigerung der Produktivität im Bereich Werkstofftechnik beitragen. In diesem Fall ist eine Verknüpfung der Eigenschaften aus verschiedenen Versuchen sehr aufwendig. Ein einfaches Beispiel dafür ist die aufwendige Korrelation zwischen der Festigkeit und Härte für ständig neu entwickelte Werkstoffe. Empirische Formeln basierend auf solchen vereinfachenden Korrelationen beinhalten meistens keine Aussage über den Verarbeitungsprozess des Werkstoffes. Durch Weiterentwicklung und Industrialisierung der Stähle mit twinning induced plasticity (TWIP-Stahl) und transformation induced plasticity (TRIP-Stahl) und diverse Kombinationen der Verformungsmechanismen wird deutlich [2], dass eine werkstoffspezifische Analyse notwendig ist. Die Verknüpfung der Eigenschaften kann durch die etablierten Datenbankmanagementsysteme erfolgen. Eine der Möglichkeiten ist die nicht-relationale Datenbank oder NoSQL-Datenbank. Im Gegensatz zu SQL-Datenbanken verzichten die NoSQL-Datenbank auf die traditionellen tabellarischen Beziehungen für die Datenspeicherung und den Datenabruf [3] und bieten den Nutzern somit mehr Flexibilität bei der Erstellung von Datensätzen und der nutzerdefinierten Korrelation zwischen Datensätzen sowie vereinfachte, schnellere Datenabfragen. Zusätzlich kann eine Datenbank für neue Korrelationen mittels Machine Learning untersucht werden. In diesem Fall stellt die Datenbank das Konzept des digitalen Schattens dar, da sie die relevanten Materialkennwerte beinhaltet [4]. Die Voraussetzung zum Erfolg dieses Konzeptes ist eine vollautomatische, nutzerunabhängige und zuverlässige Auswertung der Daten diverser Prüfmethoden der Werkstofftechnik [5]. Aus diesem Grund wird im Institut für Eisenhüttenkunde der RWTH Aachen University ein Datenbankmanagementsystem mit integrierten vollautomatischen Auswertemethoden aufgebaut (idCarl). Der modulare Aufbau der Analyseprogramme ermöglicht eine künftige Weiterentwicklung und Anpassung der Algorithmen und verknüpften Analyseprogramme. Der Zugversuch als etablierte und typische Prüfung der Werkstoffeigenschaften ist ein wichtiger Baustein dieses Konzeptes. Nach DIN EN ISO 6892 [6] wird eine computergestützte Auswertungen der Zugversuche empfohlen. Die Komplexität besteht hauptsächlich in der Bestimmung des E-Moduls und dessen Messunsicherheit aus dem Zugversuch. Die angewendeten Algorithmen sollten in der Lage sein, eine vollautomatische Auswertung der Versuche durchzuführen, die für alle Zugversuche zuverlässig funktioniert.

2 Bestimmung der Messunsicherheit des E-Moduls

Die Bestimmung des E-Moduls beim Zugversuch ist von großer Bedeutung. Zur Ermittlung des E-Moduls sind auf der einen Seite Abweichungen zwischen den dynamischen und statischen Methoden zu erkennen [7]. Auf der anderen Seite wird der E-Modul bei der Ermittlung der Kennwerte aus dem Zugversuch wie Dehngrenze, Gleichmaßdehnung und Bruchdehnung benötigt [6, 8]. Zur Bestimmung des E-Moduls aus dem Zugversuch wurden diverse Methoden entwickelt und untersucht [9]. Die Tendenz der Entwicklung besteht in der Automatisierung und Erhöhung der Zuverlässigkeit der Analysemethoden. Die Schwierigkeit bei der Ermittlung des E-Moduls bei Verbundwerkstoffen hat zur Entwicklung der Tangentenmethode (NPL) geführt [10, 11], die sich später bei einer zuverlässigen Analyse auch bei anderen Werkstoffen durchgesetzt hat. Andere Algorithmen wurden ebenfalls zur Reduzierung des Rechenaufwands [12] ergänzt.

Die Bestimmung des E-Moduls aus dem Zugversuch ist mit ausreichender Genauigkeit nur möglich, wenn die Daten mit einer entsprechend genauen Prüfeinrichtung wie doppelseitigen hochauflösenden Extensometern der Klasse 0,5 nach ISO 9513 [13] erhoben werden [6]. Die Messunsicherheit von Parametern, die mit dem Zugversuch bestimmt werden, ist in DIN EN ISO 6892-1 [6], Anhang K und für den E-Modul in Kapitel G.7, erläutert. Bei der Messunsicherheit des E-Moduls handelt es sich um eine kombinierte Unsicherheit, da sie von den Messunsicherheiten der Eingangsparameter abhängt. Wenn die Messunsicherheiten der Eingangsgrößen x_1, x_2, … , x_n untereinander nicht korrelieren, lässt sich die kombinierte Unsicherheit einer Ausgangsgröße y folgendermaßen bestimmen [14]:

$$u_y = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \left(c_i u_{x_i}\right)^2} \quad [15] \tag{1}$$

Hierbei ist u_{xi} die Standard-Unsicherheit der Eingangsgröße und c_i der Sensitivitätskoeffizient von x_i, welcher anhand der partiellen Ableitung der Funktion für die Ausgangsgröße y nach x_i bestimmt wird. Das Ergebnis u_y ist die Standard-Unsicherheit von y, welche einem Konfidenzintervall von 68,27 % entspricht. Hieraus kann die erweiterte Unsicherheit U berechnet werden. Multiplikation mit dem Faktor k = 2 ergibt unter Annahme einer Normalverteilung die erweiterte Unsicherheit mit einem Konfidenzintervall von 95,45 %. Für die kombinierte Messunsicherheit des E-Moduls u_E ergibt sich folgende Formel:

$$u_E = \sqrt{\left(\frac{L_0}{S_0}\right)^2 u_m^2 + \left(\frac{m}{S_0}\right)^2 u_{L_0}^2 + \left(-\frac{mL_0}{s_0^2}\right)^2 u_{S_0}^2} \quad [6] \tag{2}$$

Mit L_0: Anfangsmesslänge, S_0: Anfangsquerschnitt, m: Steigung der Kraft-Längenänderungs-Kurve.

Während sich die Messunsicherheiten von Anfangsmesslänge und Anfangsquerschnitt aus dem Kalibrierschein der Prüfmaschine ableiten lassen, sind für die Messunsicherheit der Steigung der Kraft-Längenänderungs-Kurve weitergehende Überlegungen notwendig. Typischerweise wird hierzu die empirische Standardabweichung der Steigung herangezogen, so zum Beispiel in DIN EN ISO 6892-1, G.7.3, [6] und nach Gabauer [15]. Dies ist generell in der Praxis üblich, obwohl die empirische Standardabweichung S_m nur die Güte der Anpassung beschreibt, nicht jedoch die tatsächliche Messunsicherheit der Steigung u_m [16]. In Anlehnung an Matus [17] illustriert **Bild 1** die sich ergebende Fragestellung. In der Praxis weisen die Eingangsdaten Messunsicherheiten in x- und y-Richtung auf und liegen nicht genau auf einer Geraden (a). Hierbei sind u_m und $S_m > 0$, aber u_m kann größer oder kleiner als S_m sein. Die Betrachtung zweier Extremfälle verdeutlicht, dass der Wert von S_m nicht für u_m eingesetzt werden sollte. Wenn alle Messpunkte auf einer Geraden liegen, ist die Standardabweichung der Steigung $S_m = 0$, aber aufgrund der Messunsicherheit der Eingangsgrößen ist die Messunsicherheit der Steigung $u_m > 0$ (b). Wenn umgekehrt die Eingangsparameter keine Messunsicherheit aufweisen, ist $u_m = 0$, wobei $S_m > 0$ ist, sofern die Datenpunkte nicht genau auf einer Geraden liegen [17].

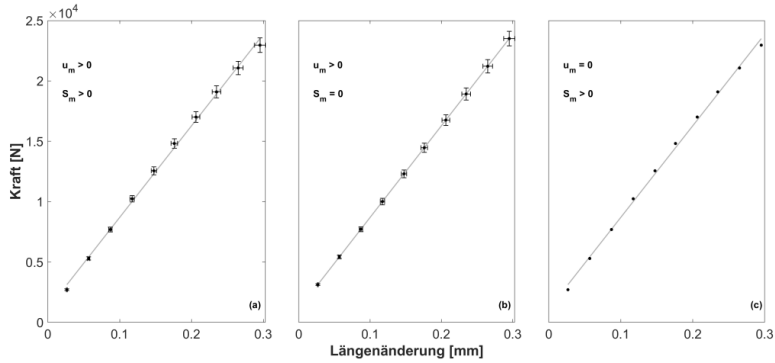


Bild 1: Vergleich von Messunsicherheit und Standardabweichung der Steigung der Kraft-Längenänderungs-Kurve. Praxisbeispiel mit Messunsicherheiten der Eingangsgrößen und ohne exakte Übereinstimmung der Datenpunkte mit der Regressionsgeraden (a). Theoretische Beispiele mit genauer Übereinstimmung der Datenpunkte mit der Geraden (b) und ohne Messunsicherheit (c). Die Standard-Messunsicherheiten der Datenpunkte sind zur Illustration überhöht dargestellt.

Figure 1: Comparison of uncertainty and standard deviation of the slope of the force-elongation-curve. Practical example with uncertainties of the input parameters and without exact fit of data points and regression line (a). Theoretical examples with exact fit of data points with the line

(b) and without uncertainty (c). The standard uncertainties of the data points are exaggerated for the purpose of illustration.

Zur Berechnung der Messunsicherheit der Steigung muss sowohl die Unsicherheit in der Längenänderung als auch in der Kraft berücksichtigt werden. Matus [17] stellt für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, der ebenfalls aus einer Geradensteigung bestimmt wird, ein Verfahren vor, um hierbei die Messunsicherheit sowohl in x- als auch in y-Richtung zu berücksichtigen. Dieses folgt dem „Guide to the expression of uncertainty in measurement" (GUM) [14]. Aus den Eingangsdaten wird zunächst eine Ausgleichsgerade bestimmt. Meist wird als Ausgleichsgerade eine Regressionsgerade verwendet, welche die Summe der quadrierten Abweichung in y-Richtung minimiert. Die Unsicherheit der Steigung ist dann:

$$u_m = \sqrt{\sum_{i=1}^{n}\left(c_{x_i}u_{x_i}\right)^2 + \sum_{i=1}^{n}\left(c_{y_i}u_{y_i}\right)^2} \quad [17] \tag{3}$$

Mit n: Anzahl der Datenpunkte

Sensitivitätskoeffizienten $c_{xi} = \frac{(y_i-\bar{y})-2m(x_i-\bar{x})}{S_{xx}}$ und $c_{yi} = \frac{(x_i-\bar{x})}{S_{xx}}$ (4)

Durchschnittswerte $\bar{x} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i$ und $\bar{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i$ (5)

Steigung $m = \frac{S_{xy}}{S_{xx}}$ (6)

Summen $S_{xy} = \sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})(y_i-\bar{y})$ und $S_{xx} = \sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})^2$ [17] (7)

3 Vorgehen im Analysetool

Das programmierte Tool zur Bestimmung von Kennwerten aus dem Zugversuch liest im ersten Schritt die zu analysierenden Daten in ASCII-Format ein. Hierbei können eine oder mehrere Text-Dateien mit den Ergebnissen aus der Prüfmaschine ausgewählt werden, die anschließend automatisch ausgewertet werden. Es werden alle relevanten Kenngrößen wie Spannung, Dehnung, Zugfestigkeit, E-Modul, Dehngrenze und Gleichmaßdehnung aus den eingelesenen Daten berechnet und ihre Messunsicherheit bestimmt. Die Bestimmung des E-Moduls erfordert zwei Schritte. Im ersten Schritt wird die obere Grenze des proportionalen Bereichs bestimmt. Hierzu wird beginnend mit dem ersten Datenpaar von Längenänderung (x-Wert) und Kraft (y-Wert) mittels linearer Regression das Minimum der Varianz der Steigung ermittelt. Die Steigung wird berechnet als:

$$m = \frac{n\sum_{i=1}^{n} x_i y_i - \sum_{i=1}^{n} x_i \sum_{i=1}^{n} y_i}{n\sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2} \quad [15] \tag{8}$$

Anschließend werden die empirische Kovarianz sowie die Standard-Abweichung der x- und y-Werte S_x und S_y berechnet, um daraus den Korrelationskoeffizienten r zu ermitteln. Daraus kann schließlich die Standardabweichung der Steigung bestimmt werden:

$$S_m = \sqrt{\frac{(1-r^2)S_y^2}{(n-2)S_x^2}} \quad [15] \tag{9}$$

Hieraus wird die relative Standardabweichung bestimmt, welche es zu minimieren gilt:

$$S_{m(rel)} = \frac{S_m}{m} \rightarrow min \quad [15] \tag{10}$$

Bei dem Datenpaar, bei welchem dieses Minimum erreicht ist, liegt die obere Grenze des proportionalen Bereichs. Im zweiten Schritt wird die so ermittelte obere Grenze als Startpunkt gewählt, um nun rückwärts nach demselben Schema die untere Grenze des proportionalen Bereichs zu bestimmen. Auch diese ist erreicht, wenn die Varianz der Steigung minimal geworden ist [15]. Für den ermittelten Bereich zwischen unterer und oberer Grenze werden Formel 6 oder 8 angewendet und ergeben die Steigung, mit der das E-Modul berechnet werden

kann. Anschließend wird nach Formel 3 und 10 die Unsicherheit der Steigung und nach Formel 2 die Unsicherheit des E-Moduls berechnet. So können die Werte nach Gabauer [15] und Matus [17] ermittelt und verglichen werden.

4 Ergebnisse und Diskussion

Das Tool speichert die ermittelten Kennwerte aus dem Zugversuch einschließlich Messunsicherheit für jeden eingelesenen Datensatz. Für das beschriebene Vorgehen zur Ermittlung des E-Moduls wird die Steigung der Kraft-Längenänderungs-Kurve automatisch bestimmt. Auf diese Weise werden die Ungenauigkeiten und die Nutzerabhängigkeit, welche bei einer händischen Ermittlung der Steigung stets einen Einfluss haben, durch ein nutzerunabhängiges Verfahren ersetzt, welches verlässlich funktioniert und für jeden Datensatz reproduzierbare Ergebnisse liefert. Darüber hinaus erstellt das Tool verschiedene Diagramme, beispielsweise ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit Berücksichtigung der Messunsicherheit (**Bild 2**).

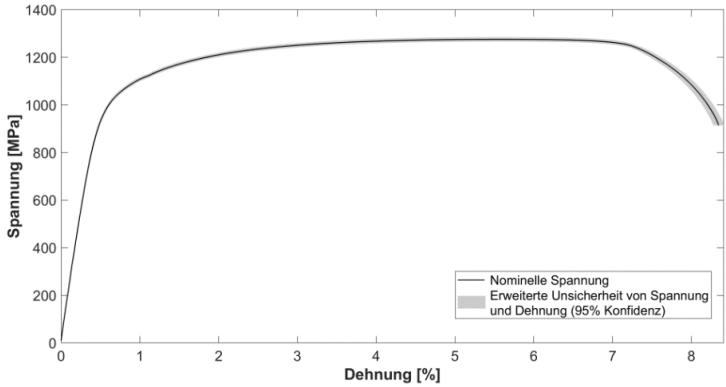


Bild 2: Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit Messunsicherheit für CP1180-Stahl bei Raumtemperatur, A_{80} Probe in Längsrichtung, Dehnrate von 0,0001 1/s

Figure 2: Stress-strain-diagram with uncertainty for CP1180-steel at room temperature, A_{80} longitudinal sample, strain rate of 0.0001 1/s

Um den Einfluss der Messunsicherheit in diesem Bereich für die Ermittlung des E-Moduls zu untersuchen, stellt **Tabelle 1** beispielhaft das berechnete E-Modul aus zwei Zugversuchen dar. Zum Vergleich ist die Messunsicherheit zum einen nach der hier vorgestellten Methode nach Matus [17] mit Nutzung der tatsächlichen Messunsicherheit der Steigung u_m und zum anderen nach der häufig verwendeten Nutzung der empirischen Standardabweichung S_m für die Unsicherheit der Steigung dargestellt. Es ist erkennbar, dass je nach Datensatz die Messunsicherheit des E-Moduls nach der einen oder der anderen Methode größer ist. Die Größenordnung ist durchaus vergleichbar, sodass die Standardabweichung als Näherungswert für die Unsicherheit der Steigung genutzt werden könnte. Wie bereits dargelegt, ist jedoch die Nutzung der tatsächlichen Unsicherheit der Steigung u_m zu bevorzugen, um die Messunsicherheit des E-Moduls genauer zu bestimmen, zumal dies bei einer automatisierten Auswertung keinen Mehraufwand bedeutet.

Tabelle 1 Vergleich der Messunsicherheit des E-Moduls in Abhängigkeit der Berechnungsmethode
Table 1 Comparison of uncertainty in E-modulus depending on the calculation method

Probe	Empirische Standardabweichung der Steigung S_m [N/mm]	Messunsicherheit der Steigung u_m [N/mm]	E-Modul [GPa]	Erweiterte Messunsicherheit (95 % Konfidenz)	
				U_E bestimmt mit S_m	U_E bestimmt mit u_m
1	130.79	252.27	210.90	± 1.63	± 2.01
2	134.24	88.20	206.47	± 1.61	± 1.51

5 Schlussfolgerung und Ausblick

Das vorgestellte Tool für die automatisierte Auswertung des Zugversuchs zeigt, dass die computergestützte Analyse von Versuchsdaten eine vielversprechende Methode in der Werkstoffprüfung ist. Zudem wird es möglich, weitergehende Fragestellungen wie die hier dargestellte Untersuchung der Unsicherheit des E-Moduls zu behandeln. Da Datensätze aus verschiedenen Versuchen gleichzeitig eingelesen werden können, ist es möglich, zu verschiedenen Fragestellungen einen schnellen Überblick zu erhalten. Die nutzerunabhängige Analyse der Werkstoffeigenschaften ist eine Voraussetzung für die künftige Anwendung maschinellen Lernens im Bereich Werkstofftechnik.

Literatur

[1] Produktivität je Erwerbstätigen in Deutschland bis 2021, https://de.statista.com/statistik/daten/studie/974210/umfrage/produktivitaet-je-erwerbstaetigen-in-deutschland/#:~:text=Die%20Statistik%20zeigt%20den%20Index,rund%201%2C08%20Prozentpunkte%20an. [24. Juli 2022].

[2] M. Linderov, C. Segel, A. Weidner, H. Biermann, and A. Vinogradov: Deformation mechanisms in austenitic TRIP/TWIP steels at room and elevated temperature investigated by acoustic emission and scanning electron microscopy. Mater. Sci. Eng. A 597 (2014), S. 183–193.

[3] N. Leavitt: Will NoSQL Databases Live Up to Their Promise? Computer 43 (2010), S. 12–14.

[4] T. Bergs, S. Gierlings, T. Auerbach, A. Klink, D. Schraknepper, and T. Augspurger: The Concept of Digital Twin and Digital Shadow in Manufacturing. Procedia CIRP 101 (2021), S. 81–84.

[5] P. Giannozzi, O. Baseggio, P. Bonfà, D. Brunato, R. Car, I. Carnimeo, C. Cavazzoni, S. de Gironcoli, P. Delugas, F. Ferrari Ruffino, A. Ferretti, N. Marzari, I. Timrov, A. Urru, and S. Baroni: Quantum ESPRESSO toward the exascale. The Journal of Chemical Physics 152 (2020), p. 154105.

[6] Deutsches Institut für Normung e.V., Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO 6892-1:2019), 6892-1, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2020.

[7] J. D. Lord and R. M. Morrell: Comparison of static and dynamic methods for measuring stiffness of high modulus steels and metal composites. Canadian Metallurgical Quarterly 53 (2014), S. 292–299.

[8] J. D. Lord, M. S. Loveday, M. Rides, and I. McEnteggart: Digital tensile software evaluation. TENSTAND WP2 Report (2004).

[9] J. D. Lord and R. M. Morrell: Elastic modulus measurement—obtaining reliable data from the tensile test. Metrologia 47 (2010), S41-S49.

[10] Roebuck B, Lord JD, Cooper PM, McCartney LN: Data Acquisition and Analysis of Tensile Properties for Metal Matrix Composites (1994).

[11] B. Roebuck: Uniaxial testing of particulate MMC. Materials & Design (1980-2015) 15 (1994), S. 15–25.

[12] M. Scibetta and J. Schuurmans: Development and Qualification of an Algorithm for the Determination of the Initial Linear Portion of a Force Versus Displacement Record. J. Test. Eval. 32 (2004), p. 12618.

[13] Deutsches Institut für Normung e.V., Metallische Werkstoffe — Kalibrierung von Längenänderungs-Messeinrichtungen für die Prüfung mit einachsiger Beanspruchung (ISO 9513:2012 + Cor. 1:2013) 17.040.30, DIN EN ISO 9513, Beuth, Berlin, 2013.

[14] JCGM: Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement: GUM 1995 with minor corrections, 2008.

[15] W. Gabauer: The Determination of Uncertainties in Tensile Testing: Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials. Code of Practice No. 07. Standards Measurement & Testing Project No. SMT4-CT97-2165, 2000.

[16] F. Adunka: Messunsicherheiten, Theorie und Praxis, Vulkan-Verlag, Essen, 2000, (2. Auflage).

[17] M. Matus: Koeffizienten und Ausgleichsrechnung: Die Messunsicherheit nach GUM. Technisches Messen 72 (2005), S. 584–591.

Von der Labor-Prüfdatenspeicherung zum unternehmensweiten Werkstoff-Wissens-Management

Moving on from Laboratory Test Data Storage to a Corporate Materials Knowledge Management

C. Schaak, Matplus GmbH, Wuppertal
B. Koch, Matplus GmbH, Wuppertal
U. Diekmann, Matplus GmbH, Wuppertal

Kurzfassung – Obwohl die Werkstoffprüfung in der industriellen Entwicklung und Qualitätssicherung einen zentralen Stellenwert hat, ist die Verwaltung der entstehenden Daten oft dezentral, ohne Vernetzung zu anderen Unternehmensbereichen und in der Auswertung individualisiert. Die Daten werden so nicht in den vollen Unternehmenskontext gesetzt; Beziehungen zu Herstellprozessen und Lieferzeugnissen sowie Rohdaten gehen verloren oder werden nur unvollständig ausgewertet. Erstellte Berichte enthalten meist nur Auszüge von Datentabellen, die zudem nicht weiter digital verwertbar sind. Mit Hilfe des modernen Werkstoff-Wissens-Management-Systems Matplus EDA® können nicht nur sämtliche Werkstoffdaten des Unternehmens unabhängig von ihrer Quelle zentral verwaltet, sondern auch standardisiert ausgewertet und analysiert werden. Neben Entwicklung und Qualitätssicherung können so auch konsistente Modelle für die CAD/CAE-Umgebung erstellt werden. Erstellte Berichte werden unmittelbar im System generiert und erhalten sämtliche Bezüge zu den Rohdaten, so dass die Nachvollziehbarkeit jederzeit gewährleistet ist. Damit entsteht eine nachhaltige Unternehmens-Wissensbasis zur Sicherung und Erweiterung von Werkstoffkompetenz.

Stichwörter: Werkstoffdatenbank, Prüfungsauswertung, Wissensmanagement, Prüfdokumentation

Abstract – Despite the key role of materials testing for development processes and quality assurance, often a decentralized data storage without connection to other company sectors and individualized analyzing is dominating industrial reality. By this, data is not evaluated in the full context of the company; connections to processing and material certificates are lost or not fully taken into account. If reports are made, they often do contain only excerpts of tables not further usable in a digital environment. Utilizing the modern Materials Knowledge Management System Matplus EDA®, not only all company material data can be maintained in a central location, but consistently analyzed and made available to other corporate functions, like the CAD/CAE engineering. Reports can be generated directly in the system and contain links to all raw data, so full traceability is ensured at all times. As a result, a sustainable corporate knowledge base is established, ensuring safeguarding and enhancing of material competence.

Keywords: Materials database, test evaluation, knowledge management, testing report

1 Einleitung

Die Bedeutung der Werkstoffcharakterisierung insgesamt steigt: immer leistungsfähigere CAD/CAE- und Simulationstools verlangen nach immer spezifischeren und zuverlässigeren Materialdaten mit immer detaillierterer Berücksichtigung der Prozesshistorie. Der „digitale Zwilling“ ist das übergeordnete Ziel der heutigen Aktivitäten der ganzheitlichen Produktentwicklung. Der Werkstoffprüfung zur Beschreibung und Überprüfung zentraler Eigenschaften von Konstruktions- und Funktionsmaterialien kommt hierbei, neben Konstruktion, Werkstoff-, Prozess- und Fertigungssimulation, eine zentrale Bedeutung zu. Auch wenn die Einführung der elektronischen Datenerfassung im Werkstoffprüfungsbereich seit über 30 Jahren Stand der Technik ist führen inkonsistente Datenmodelle, dezentrale Ablagen und Medienbrüche jedoch oftmals zu Problemen bei der Umsetzung einer „volldigitalen“ Prozesskette. Vielfach werden nur lokal Berichte und Zeugnisse über Office-Tools erzeugt und „digital“ abgelegt. Die Berichte sind dazu oft im Projektkontext erstellt und können nicht mit anderen Aktivitäten im Unternehmen verknüpft werden. Teuer ermittelte Rohdaten gehen meist vollständig verloren oder fristen ihr Dasein in lokalen, unvernetzten Datensilos.

Das Ziel der Digitalisierung ist aber nicht nur die die digitale Ablage von Berichten und Zeugnissen mit dem einzigen Vorteil der Volltextsuche gegenüber der Papierform, sondern der kontinuierliche Aufbau und die Nutzung einer Wissensbasis. Damit wird „Materials Analytics“ möglich: Erarbeiten von Erkenntnissen und Wissen aus auftrags- und projektübergreifenden Informationen, z.B. durch Zusammenführung von Daten aus der Werkstoffprüfung mit Daten aus den Prozessketten der Herstellung von Bauteilen, Werkstoffen und Proben. Die so entstehende Wissensbasis lässt eine umfassende, personenunabhängige Kernkompetenz eines werkstoffverarbeitenden Unternehmens entstehen, die nachhaltig Wertschöpfung durch Innovation sichert und ausbaut.

In **Bild 1** ist der Aufbau einer solchen Kernkompetenz in Form einer „Wissenspyramide“ dargestellt. Ermittelte Daten sind das unverzichtbare Fundament – sie müssen für alle Verarbeiter möglichst vollständig und umfassend zur Verfügung stehen. Echte Informationen entstehen daraus aber nur durch Analyse und Verknüpfung, z. B. von Material- und Prozessdaten. Diese Informationen müssen verdichtet und als Bericht für die unternehmensweite Entscheidungsfindung verarbeitet werden – im Idealfall können aber alle Daten aus den Berichten auch ohne Medienbrüche „bis zur Quelle“ jederzeit zurückverfolgt und weiterverarbeitet werden. Je solider diese Bausteine sind, desto zuverlässiger werden Innovationen aus tiefem Verständnis der Vorgänge in und um das eigene Produkt entstehen.

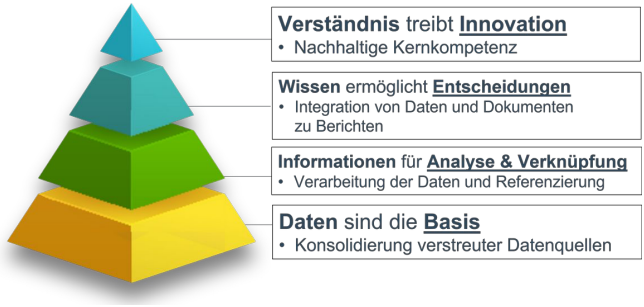


Bild 1: Wissenspyramide – von „Datenflut“ zur Kernkompetenz Materialwissen [1]
Figure 1: Knowledge Pyramid – from “Data Lakes” to Corporate Material Wisdom [1]

Der folgende Beitrag zeigt, wo eine Softwareunterstützung in Form einer integrativen Werkstoffprüfungsumgebung und Modellierungsplattform am Beispiel von Matplus EDA® den Prozess des Verständnisgewinns für Werkstoffe unterstützen kann. EDA® kann als webbasierte Anwendung sowohl im Intranet als auch in der Cloud genutzt werden.

2 Werkstoffdaten: speichern, finden, analysieren

2.1 Import und Ablage aus verschiedenen Quellen

Digitalisierte Prüfmaschinen erfassen weit mehr Daten als die zeugnisrelevanten Kennwerte. Neben den unterschiedlichen Metadaten/Kopfdaten einer Prüfung werden eine Vielzahl von zeitabhängigen Datenfeldern über unterschiedliche Kanäle aufgezeichnet, z. B. Kraft, Zeit, Weg, Temperatur, Spannung und Dehnung. Im Kontext der zunehmend wichtigen Verwendung von optischen Extensometern oder DIC (Digital Image Correlation) ist eine Zusammenführung dieser Signale mit den Signalen der Prüfmaschine erforderlich. Zudem entstehen oftmals auch simulierte Materialdaten über Programme wie ThermoCalc® oder JMatPro®, welche mit Versuchsdaten zusammengeführt und anhand dieser verifiziert werden können – oder diese sinnvoll ergänzen. In **Bild 2** ist der grundsätzliche Workflow eines solchen Vorgehens dargestellt. Die aggregierten Daten können mittels EDA® bearbeitet und analysiert werden und entweder, wie hier dargestellt, zu Datenmodellen für eine CAD/CAE-

Umgebung zusammengefasst oder aber durch Entwickler-Teams auf vielfältige Weise ausgewertet werden.

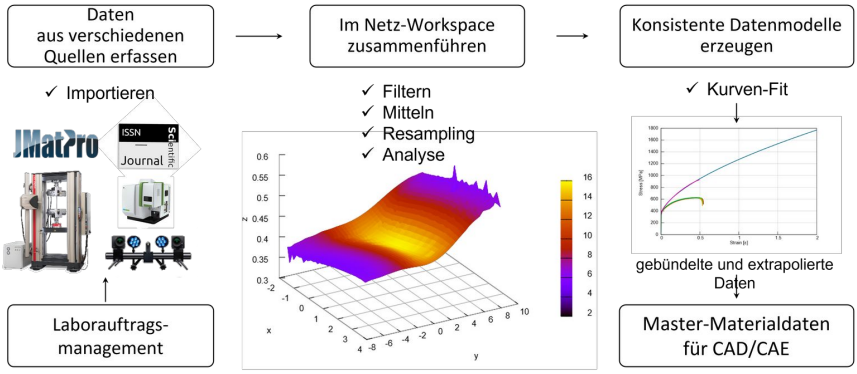


Bild 2: Schematischer Workflow zur Integration verschiedenartiger Werkstoffdaten, Analyse und Modellbildung im EDA®-System [2, 3]
Figure 2: Schematic workflow for importing materials data of different types, analysis, and modeling in the EDA® system [2, 3]

Es ist eine gute Praxis, die erzeugten Daten nachhaltig in archivierungsfähigen Formaten zu speichern, anstatt prüfmaschinenspezifische Binärformate zu verwenden. JSON (Javascript Object Notation) ist eine universelle Technologie, die für Daten aus der Werkstoffprüfung besonders geeignet ist. Auch anspruchsvolle parametrische Datenfelder mit hoch aufgelösten, zeitabhängigen Daten können effizient als strukturierte Textdokumente menschen- und maschinenlesbar gespeichert werden.

In EDA® stehen eine Vielzahl von Importfiltern zur Verfügung, welche Daten aus unterschiedlichen Formaten, z. B. auch SEP1240, in die interne JSON-Repräsentation überführen. Diese Importer können flexibel erweitert und angepasst werden, um die Prüfmaschinen unterschiedlicher Labore und Hersteller sowie Fremdformate zu unterstützen. Das JSON-Schema ist frei anpassbar, so dass auch Sonderprüfungen mit speziellen Kanälen integriert werden können.

Die Speicherung der Daten erfolgt in der NoSQL-Datenbank MongoDB, die sich durch eine sehr gute Skalierbarkeit auszeichnet, so dass auch große Datenmengen im Multi-GB Bereich effizient verarbeitet werden können. Im Fall umfangreicher Werkstoffqualifikationsprojekte können darüber hinaus jeweils separate Datenbanken definiert werden.

Prüfungsergebnisse erhalten im System mehrere unterschiedliche Tags/Bezeichner, so dass eine Darstellung und Auswertung sowohl auftragsbezogen als auch übergreifend möglich ist. Dazu können über frei definierbare Eingabemasken die Aufträge, Prüfserien und Einzelprüfungen definiert werden. Darüber hinaus können derartige Metadaten sowie die Prüfdaten selbst auch automatisiert über eine REST-Schnittstelle aus externen Systemen übertragen werden.

2.2 Auswerten und Bearbeiten

Die erfassten Daten werden im Webbrowser je nach Wunsch als Tabellen, 2D oder 3D Graphiken visualisiert. Die Achsen der graphischen Ausgabe sind frei definier- und skalierbar. Aus dem Webbrowser sind diese Daten auch unmittelbar als ASCII oder Excel-Datei wieder zu exportieren.

Für die unterschiedlichen Prüfungen stehen spezifische Apps zur Verfügung oder können vom Benutzer neu definiert werden; das System EDA® gestattet ausdrücklich auch die eigene Programmierung und Integration von Python-basierten Erweiterungen seitens des Kunden. Diese Apps können z. B. Kennwerte entweder automatisch aus Rohdaten ableiten oder diesen Prozess zumindest unterstützen. Der Vorteil der systemintegrierten Apps liegt in der Unabhängigkeit von den Algorithmen der Hersteller – die Auswertung von Kennwerten aus Rohdaten unterschiedlicher Prüfmaschinen verläuft dann in einer gemeinsamen Plattform nach einheitlichen Richtlinien. Die Auswertung im System verändert weder die ermittelten Kennwerte aus der Maschine noch die Daten selbst – es entstehen zusätzliche Informationen, die für Vergleiche genutzt werden können.

In **Bild 3** ist die automatisierte Auswertung eines Zugversuchs dargestellt. Das System EDA® erkennt automatisch die elastische Gerade und konstruiert die entsprechende 0,2 %-Gerade zur Ermittlung der Streckgrenze; liegt wie im gezeigten Fall eine obere und untere Streckgrenze mit Lüdersdehnung vor, wird auch dies vom System zuverlässig erkannt und beide Kennwerte entsprechend ermittelt. Analog werden Zugfestigkeit und Bruchdehnung ermittelt; zudem erfolgt eine automatische Fließkurvenbestimmung in wahrer Spannung und Dehnung (hierfür wird im System ein weiteres Diagramm erzeugt; hier nicht dargestellt).

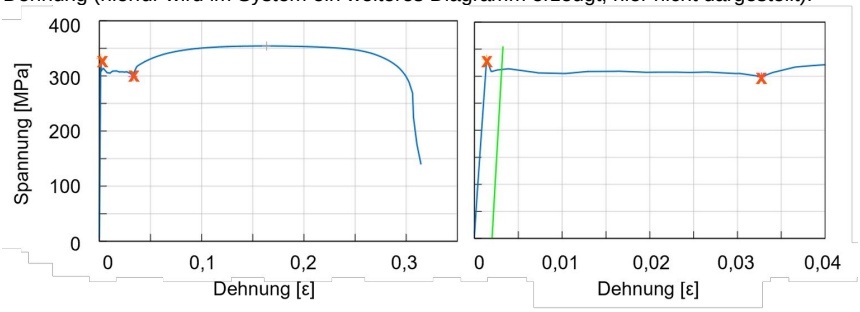


Bild 3: Beispiel einer automatisierten Auswertung von Zugversuchskennwerten: a) Rohdaten mit ermittelter oberer und unterer Streckgrenze sowie Zugfestigkeit; b) Vergrößerung des Lüdersdehnungsbereichs mit vom System erzeugter 0,2 %-Gerade

Figure 3: Example of an automated evaluation of tensile properties: a) raw data with detected upper and lower yield as well as tensile strength; b) enlarges Lüders strain area with 0,2 % straight generated by the system

Eine komplexere Auswertung der CMOD-Kurve eines Bruchmechanikversuches nach ASTM E399 / EN13674-1 ist auszugsweise in **Bild 4** dargestellt. Für die Ermittlung der notwendigen Kenngrößen zur Zähigkeitsbestimmung (z. B. K_{IC}-Wert) werden in diesem speziellen Fall vom System diverse Fallunterscheidungen anhand des Verlaufs der Kurve mit ebenfalls automatisch ermittelten „pop-ins“ vorgenommen, die vom Benutzer aber auch im Bewertungsprozess manuell geändert werden können. Die Gültigkeitsüberprüfung anhand der in der Norm genannten Kriterien wird transparent gemacht; eventuelle Nichterfüllungen können unmittelbar anhand eines „Mouse-Overs“ angezeigt werden. Zudem erfolgt eine Abfrage für benutzergesteuerte Eingaben, die nicht aus den Maschinendaten ermittelt werden können.

Weitere systemintegrierte Funktionen zur Auswertung sind beispielsweise das Mitteln von beliebigen Kurvenscharen mit variabler Parametrierung und das Resampling von hoch aufgelösten Kurvendaten. Eine Besonderheit hierbei ist die Möglichkeit des „peak resampling“: auch bei einer geringen Anzahl von angestrebten Stützstellen werden Spitzen vom System zuverlässig erkannt und so z.B. obere und untere Streckgrenze nicht unzulässig geglättet.

Eine übergreifende, nicht nur im Auftragskontext stehende Auswertung von Versuchsergebnissen ist standardmäßig möglich. Die systemintegrierte „Materials Analytics“ fasst dazu die gewünschten Werte aus den Einzelversuchen in Analysetabellen zusammen – dies können

attributive Kennwerte, aber auch beliebige skalare Werte aus den Kurven sein. Beispielsweise kann das System automatisiert auch ungewöhnliche Daten, wie Prüfzeit bis Rm oder Spannung bei 5 % Dehnung, aus einer Vielzahl (> 100.000) von Kurven automatisch extrahieren. Diese Analysetabellen können statistisch und graphisch ausgewertet werden.

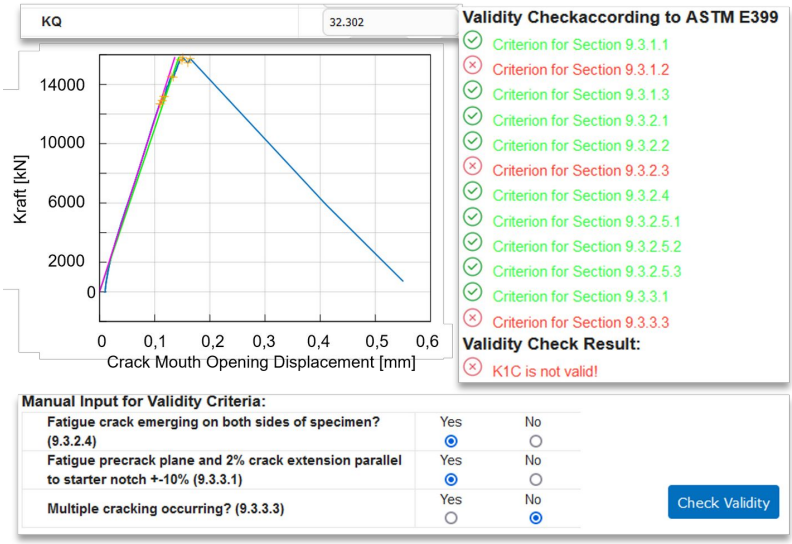


Bild 4: Automatisierte Auswertung einer CMOD-Kurve eines Bruchmechanikversuchs nach ASTM E399 inklusive Gültigkeitsprüfungen
Figure 4: Automated evaluation of a CMOD curve including validity checks

2.3 Modellbildung

Werkstoffmodelle unter Verwendung konstitutiver Gleichungen werden vielfach in der FEM-Simulation verwendet. Diese mathematischen Modelle erlauben eine Inter- und Extrapolation von Daten. Modelle für die Beschreibung der Plastizität von Werkstoffen als Funktion von Temperatur und Dehnrate werden beispielsweise für die Umformsimulation und die Verzugssimulation bei Wärmebehandlungen benötigt. In der Praxis wird eine ganze Reihe unterschiedlicher Modelle/Gleichungen verwendet [4], die teilweise eine rein empirische oder physikalische Grundlage haben, z.B. Johnson-Cook oder Zerilli-Armstrong.

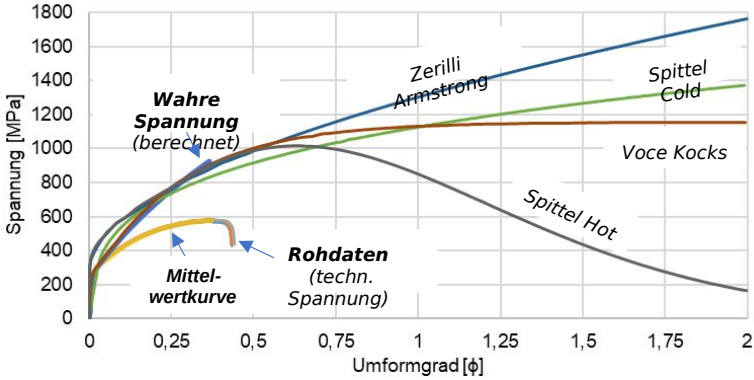


Bild 5: Anwendung von Curve Fitting und Modellbildung mit Extrapolation nach verschiedenen Algorithmen auf einen Versuchsdatensatz
Figure 5: Application of curve fitting and extrapolation models of different kinds on a test data set

Das System EDA® unterstützt die Modellbildung durch Bereitstellung einer Sammlung werkstofftechnisch relevanter Modellbeschreibungen mit Literatur und Gleichungen in der internen Dokumentation mit der Möglichkeit zur Modifikation und Erweiterung durch den Anwender. Die in EDA® vorhandenen SciPy Bibliotheken bieten Algorithmen zur Kurvenanpassung der Modelle an experimentelle Daten [5] (z. B. für Minimierer wie Nelder-Mead, BFGS). Zusätzliche kann der Anwender die gefitteten Modelle mittels Parametrisierung und Visualisierung leicht anpassen.

Bild 5 zeigt beispielhaft die Extrapolation unter Verwendung verschiedener Modelle für einen Satz Zugversuche bei Raumtemperatur – in der weiteren Analyse können diese Modelle durch Anpassen der Parametrierung noch optimiert werden.

3 Integriertes Berichtswesen

Alle ermittelten Auswertungen, Datentabellen und Bilddateien können in vom System erzeugte Berichte integriert werden. Hierfür steht die komplette LaTEX-Bibliothek zur Verfügung, so dass professionelle, druckreife Dokumente entstehen. Der Hauptvorteil ist jedoch, dass alle enthaltenen Datensätze aus dem Bericht heraus ansprechbar sind – wird der Bericht über das System zugänglich gemacht, was über ein fein granular anpassbares Berechtigungssystem einfach möglich ist, können alle Datensätze und Auswertungen zur Datenquelle mit einem Klick zurückverfolgt werden, sofern die Berechtigung des Lesers dies gestattet. Berichte werden so zu einem echten Wissensspeicher; Daten aus Berichten können schnell für weiterführende Auswertungen verwendet werden.

Für die Verwaltung von Bestandsdokumenten stehen umfangreiche Literaturdatenbank-Funktionen zur Verfügung, wie z. B. die Volltext-Suchbarkeit von indizierten pdf-Dateien. Ein bestehendes Berichtswesen kann so nahtlos in die EDA®-Umgebung integriert werden.

4 Schlussfolgerungen

Das System Matplus EDA® ermöglicht die Integration der Informationen aus der Werkstoffprüfung in eine übergreifende Wissensbasis und verknüpft diese mit Werkstoff- und Prozessdaten. Wertvolles Kern-Know-How wird so unternehmensweit mit vertikaler und horizontaler Integration über Projekt- und Abteilungsgrenzen hinweg verfügbar. Daten- und Wissensinseln werden aufgelöst und die einheitliche Verwendung von konsistenten, verifizierten

Modellen ermöglicht. Neben der Vereinfachung von Abläufen gewährleistet das System eine einheitliche Datenstruktur in allzeit lesbaren Formaten ohne proprietäre Binärobjekte und somit eine bestmögliche Nachhaltigkeit.

Literatur

[1] F. Lehner: Wissensmanagement: Grundlagen, Methoden und technische Unterstützung, Hanser Verlag, München, 2021 (7. Auflage)

[2] U. Diekmann, A. Miron, und A. Trasca: Hybrid Modeling of Materials Properties for Improved CAE-Simulations. Mater. Sci. Forum, Bd. 854 (2016), S. 163-166

[3] U. Diekmann, P. Becker, A. Miron: Modellgestütztes Wissensmanagement für metallische Strukturwerkstoffe. In: Dialog Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, Hrsg: DGM e.V. 1/2018, S.186.

[4] R. Liang and A. S. Khan: A critical review of experimental results and constitutive models for BCC and FCC metals over a wide range of strain rates and temperatures, Int. J. Plast., vol. 15, no. 9, pp. 963–980, 1999.

[5] F. J. Blanco-Silva: Learning SciPy for numerical and scientific computing. Packt publishing Birmingham, 2013.

Werkzeuge zum Umgang mit Erfahrungswissen in der Werkstoffprüfung

Tools for handling experiences in materials testing

G. Ott, S. Hausmann, M. Schmauder
TU Dresden, CIMTT Zentrum für Produktionstechnik und Organisation

Kurzfassung – Bisher realisierte Wissensmanagementsysteme fokussieren zumeist den Umgang mit explizitem Wissen. Mindestens ebenso relevant ist der Umgang mit Erfahrungswissen, insb. impliziten Wissensanteilen. Solche Wissensanteile zeichnen sich durch besondere Herausforderungen beim Explizieren sowie bei der Verteilung im Unternehmen aus. Hierfür ist für werkstoffprüfende Bereiche eine partizipativ ausgerichtete Methodik erarbeitet und erprobt worden. Diese unterstützt die Identifikation von relevantem Erfahrungswissen der Beschäftigten und seine Beurteilung hinsichtlich Bedeutsamkeit und Notwendigkeit für die Dokumentation und den Austausch. Darauf aufbauend werden angepasste Konzepte für die kontinuierliche Erfassung von Erfahrungswissen, für seine effektive Bereitstellung und Verarbeitung sowie eine zielführende Wissensweitergabe zwischen den Beschäftigten entwickelt. Eine systematische und konsequente Bearbeitung dieser Felder sichert kontinuierlichen Wissenstransfer zwischen den Beschäftigten und schafft eine für alle Beschäftigten zugängliche Wissensbasis. Mit der Möglichkeit des Rückgriffs auf das Erfahrungswissen aus zurückliegenden Aufträgen vereinfacht sich die Bearbeitung neuer oder gelegentlich ausgeführter Werkstoffprüfungen, wächst die Effizienz und verbessert sich die Qualität der Auftragsbearbeitung.

Stichwörter: Erfahrungswissen, Werkstoffprüfung, Wissensmanagement, digitale Assistenzsysteme

Abstract – Knowledge management systems implemented to date have mostly focused on dealing with explicit knowledge. At least equally relevant is the handling of experiences, especially tacit knowledge. Such knowledge components are characterized by special challenges in explaining and distributing them within the company. For this purpose, a participative methodology was developed and tested for material testing areas. This supports the identification of relevant experiences of the employees and its evaluation with regard to significance and necessity for documentation and exchange. Based on this, adapted approaches are developed for the continuous capturing of experiences, for its effective provision and processing, and for the purposeful dissemination of knowledge between employees. Systematic and persistent processing of these fields ensures continuous knowledge transfer between employees and creates a knowledge base that is available to all employees. The opportunity to revert to experience gained from past orders facilitates the execution of new or occasional material tests, increases efficiency and improves the quality of order execution.

Keywords: experiences, materials testing, knowledge management, digital assistance systems

1 Einleitung

Bisher realisierte Wissensmanagementsysteme fokussieren zumeist den Umgang mit explizitem Wissen. Das mindestens ebenso relevante implizite Wissen spielt bisher in der Umsetzung kaum eine Rolle, was wesentlich mit den Problemen bei seiner Handhabung zurückzuführen sein dürfte. Aktuell wird die Bedeutung von implizitem Wissen unter dem Stichwort Erfahrungswissen im Kontext von Industrie 4.0/Arbeit 4.0 wieder besonders hervorgehoben.
Die Erfassung von Erfahrungswissen und seine digitale Bereitstellung für die Werkstoffprüfung ist einer der Entwicklungsaspekte im Projekt DiWan (Digitaler Wandel in der Werkstoffprüfung, gefördert vom BMBF), die in einem digitalen Assistenzsystem münden sollen. Für die Entwicklungsarbeiten haben die Autoren folgendes projektspezifische Begriffsverständnis von Erfahrungswissen in Anlehnung an Plath (2002) [4] zugrunde gelegt. *Erfahrungswissen in der Werkstoffprüfung wird verstanden als noch nicht dokumentiertes Faktenwissen im Ergebnis realisierter Werkstoffprüfungsaufträge sowie bei der Durchführung entstandenes implizites Wissen. Das Erfahrungswissen umfasst also sowohl praktisches als auch theoretisches Wissen bzw. Wissen zu Fakten (deklaratives Wissen) und zu Vorgehensweisen und Zusammenhängen (prozedurales Wissen).*

Die Analysen in den Pilotunternehmen von DiWan zeigen, dass es sich bei Werkstoffprüfungsprozessen um komplexe und sehr vielfältige Tätigkeiten handelt. Einerseits reguliert eine extrem große Anzahl an Normen die Prüfprozesse, andererseits fordern die Prüfung verschiedenster Materialien sowie eine Vielzahl eingesetzter Geräte und Methoden die effektive Nutzung von Erfahrungswissen. Ob die Werkstoffprüfung in Forschungs- und Entwicklungsprozessen zu Materialien und Verfahren, in der Serienproduktion oder in der Überwachung von Produkten und Anlagen im Betrieb erfolgt, bestimmt die konkreten Anforderungen und Tätigkeitsspielräume bei den Arbeitsaufgaben der Werkstoffprüfer:innen. Je unbekannter die Eingangsgrößen sind, umso mehr Entscheidungen bei der Arbeitsplanung und Verfahrensauswahl sind erforderlich. Besonders bei nichtstandardisierten Prozessen im Bereich der Forschung sind umfangreiche Fähigkeiten und Fertigkeiten sowie Erfahrungswissen bei Werkstoffprüfer:innen gefragt, um geeignete Vorgehensweisen für die Prüfung effizient zu entwickeln.

2 Identifikation von Erfahrungswissen

2.1 Beschreibung der Vorgehensweise

Digitalen Assistenzsystemen wird in aktuellen Publikationen eine maßgebliche Rolle bei der Erfassung und kontextbezogenen Bereitstellung von Erfahrungswissen zugewiesen. Für die konkrete Auslegung der Eigenschaften und Funktion eines solchen Assistenzsystems ist die Kenntnis des zu handhabenden Erfahrungswissens von immenser Bedeutung. Daher wurden eine an die Aufgabenspezifik angepasste Vorgehensweise zur Identifikation und kontinuierlichen Erfassung sowie Konzepte für die effektive Bereitstellung und Wissensweitergabe von Erfahrungswissen entwickelt. Folgende Schritte wurden umgesetzt (siehe **Tabelle 1**):

Tabelle 1 Systematische Vorgehensweise zur Erhebung des Erfahrungswissens im Projekt DiWan
Table 2 Systematic procedure for identifying experiences in the DiWan project

verwendete Methode	Beschreibung von Vorgehen und Inhalt
(1) **Experten-Interviews**	• Ist-Stand und Ziele des Wissenstransfers auf der organisationalen Ebene sowie informationstechnologische Voraussetzungen
(2) **Workshop I** „Erfahrungswissen im Auftragsdurchlauf" der Werkstoffprüfung	• Sensibilisierung der Beschäftigten für die Problematik „Erfahrungswissen" • Herstellung eines einheitlichen Verständnisses zu Begriffen • erste Identifikation des relevanten Erfahrungswissens sowie der Prozessschritte, bei denen besonders viel Erfahrungswissen zum Einsatz kommt • Erfassung bereits gegebener Wissensbeschaffungswege
(3) **Tagebuchmethode**	• arbeitsbegleitende Dokumentation von benötigtem bzw. von erworbenen Erfahrungswissen durch die Beschäftigten
(4) **Workshop II** „Auswertung und Spezifizierung Tagebuchmethode"	• Auswertung des per Tagebuchmethode erfassten Erfahrungswissens • Setzung von Prioritäten hinsichtlich der Fortsetzung der Erfassung • Ermittlung von Rahmenbedingungen für die dauerhafte Wissenserfassung und -verteilung
(5) **Workshop III** „Konkretisierung Use Cases Erfahrungswissen"	• Entwurf von konkreten Umsetzungslösungen • Diskussion von Lösungen zur digital unterstützten Dokumentation • Besprechung effektiver Formen von systematischem persönlichen Wissensaustausch

Die Experten-Interviews wurden mit den Projektverantwortlichen aus den Pilotbereichen durchgeführt. Bei allen weiteren Schritten nahmen zahlreiche Beschäftigte der Pilotbereiche teil. Im Folgenden werden einige Schwerpunkte des Vorgehens detaillierter dargestellt. Bei der Entwicklung der Vorgehensweise orientierten die Autoren auf ein hohes Maß an Partizipation der Beschäftigten im Erfassungs- und Gestaltungsprozess, was für einen erfolgreichen

Einsatz der Lösungen von immenser Bedeutung ist. Das schloss einen konsequenten Bezug auf den Auftragsbearbeitungsprozess ein (siehe **Bild 1**), der letztendlich in Umsetzungslösungen, insb. der digitalen Unterstützung, die einem „geschäftsprozessorientierten Wissensmanagement“ [1] entsprechen, mündete.

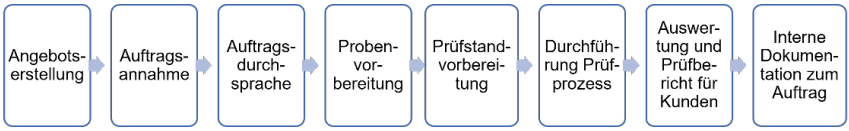


Bild 1 Identifizierter und zugrunde gelegter Meta-Auftragsdurchlauf
Figure 1 Job run of the materials testing

Kernstück des Vorgehens ist die systematische Erfassung von Erfahrungswissen nach der Tagebuchmethode [2], [3]. Aufgabe der Beschäftigten war zunächst die auftragsbezogene Aufzeichnung (möglichst in Echtzeit) der Inanspruchnahme und Entstehung von Erfahrungswissen über einen Zeitraum von ca. vier Wochen. Im nächsten Schritt legten die Beschäftigten gemeinsam fachliche Schwerpunkte fest, um möglichst schnell eine kritische Masse an relevantem Erfahrungswissen zu identifizieren und die Weiterverarbeitung dieses Erfahrungswissens zu thematisieren. Für die effektive Handhabung der Wissens-Erfassung wurden zunächst PDF-Formulare, im weiteren Verlauf eine einfache browser- bzw. excelbasierte Formularerfassung angewandt. Es bestätigte sich eine vermutete Differenzierung der Aussagen in Problem und mögliche Lösung, was bei der Ausgestaltung der digitalen Dokumentation und im Format des persönlichen Wissensaustauschs konsequent weitergeführt wird.

2.2 Ausgewählte Ergebnisse zur Identifikation von Erfahrungswissen

Die Gruppendiskussionen in den jeweiligen Pilotbereichen der Projektunternehmen zeigten vier Prozessschritte des Auftragsdurchlaufs auf, in denen Erfahrungswissen besonders relevant ist. Das sind, laut Angabe der Workshopteilnehmenden, die „Angebotserstellung“, die „Auftragsdurchsprache“, die „Proben- und Prüfstandvorbereitung“ und die „Durchführung des Prüfprozesses“ (siehe **Bild 2**).
Im ersten Durchlauf mit der Tagebuchmethode wurden 97 Formulare in zwei Pilotbereichen ausgefüllt. Hierbei bestätigte sich, dass insbesondere die Prüfstandvorbereitung und die Durchführung des Prüfprozesses viel Erfahrungswissen benötigen. Weiterhin wurde bei der Tagebucherfassung der Auswertung und Erstellung von Prüfberichten viel Erfahrungswissen zugesprochen. Laut der Tagebucheinträge des zweiten Pilotbereichs handelt es sich beim Erfahrungswissen in der Probenvorbereitung z. B. um Parameter und Techniken zur Präparation von Werkstoffen, die Verwendung von Normen sowie spezifischem Wissen zum elektrolytischen Ätzen. Das bei der Werkstoffprüfung komplexes Erfahrungswissen zu Prüfverfahren wichtig ist, bestätigt z. B. ein konkreter Tagebucheintrag, der die Wirbelstromprüfung und damit zusammenhängende Bewertungskriterien bei der Prüfung von Wälzlagerringen nennt. Weiterhin spielt bei der Durchführung von Prüfungen Erfahrungswissen zu Werkstoffeigenschaften und zur Programmierung der Prüfmaschine eine wichtige Rolle. Bei der Auswertung der Ergebnisse der Prüfprozesse wird Erfahrungswissen zu unterschiedlichen Auswertungsmethoden, eingesetzten Arbeitsmitteln und relevanten Bewertungskriterien sowie die Anfertigung des Prüfberichts als notwendig benannt.
Bei den Wegen, um an Erfahrungswissen zu gelangen, spielte bei der Ist-Erfassung der persönliche Austausch mit Kollegen bei der täglichen Arbeit die wichtigste Rolle. Des Weiteren ist die digitale Suche intern in Dokumenten oder extern über die Suche im Internet, ein Weg, um an Erfahrungswissen zu gelangen.

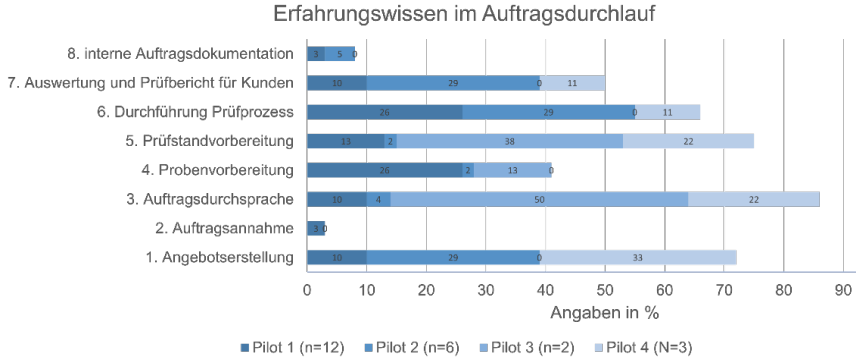


Bild 2 Erfahrungswissen im Auftragsdurchlauf der Werkstoffprüfung
Figure 2 Tacit knowledge in the process of materials testing

Die Aufzeichnungen aus dem persönlichem Laborbuch sind vor allem bei der Proben- und Prüfstandvorbereitung relevant. Auch werden in Papierdokumenten, z. B. Prüfaufträgen, Protokollen oder Beförderungspapieren wesentliche Informationen gesucht. **Bild 3** zeigt die Anzahl der Nennungen zu verschiedenen Wegen der Wissensbeschaffung im zweiten Pilotbereich. Einerseits wird die Differenzierung der genutzten Wissensbeschaffungswege bei den einzelnen Arbeitsschritten sichtbar, andererseits zeigt sich die aktuell hohe Bedeutung des persönlichen Austausches.

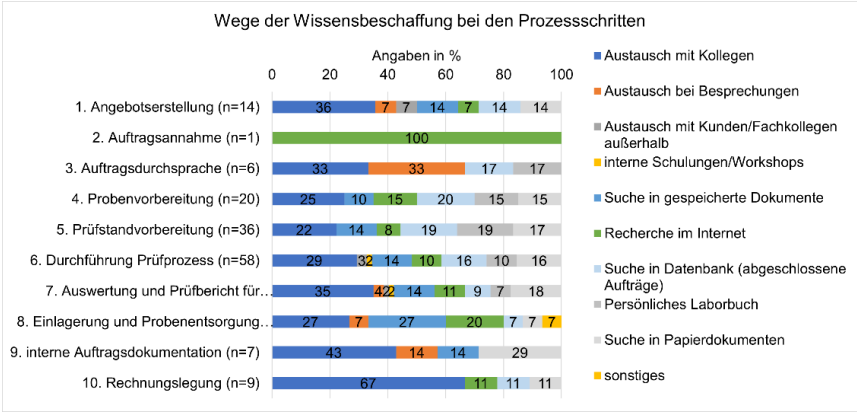


Bild 3 Wege der Wissensbeschaffung, ermittelt mit der Tagebuchmethode im Pilotbereich 2
Figure 3 Ways to acquire knowledge, determined with the diary method in pilot area 2

Die Diskussion mit den Beschäftigten in den Pilotbereichen deckte auf, bei welchen Prozessschritten der persönliche Austausch das Mittel der Wahl ist und bei welchen Prozessschritten der persönliche Austausch mangels alternativer digitaler Unterstützung stattfindet. Daraus wurden differenzierte Überlegungen zur weiteren Bearbeitung abgeleitet. Für die weitere Erfassung von Erfahrungswissen wählte bspw. der zweite Pilotbereich die Bewertung von Fehlern in Gefügen und Schweißnähten aus. Dieser Prozess zur Beurteilung von Wärmebehandlungsfehlern ist sehr aufwändig. Die Fehlerbewertung beruht auf Bildbeurtei-

lungen durch die Werkstoffprüfer:innen und ist relativ schwierig zu explizieren. Neue Prüftechnik im Pilotbereich erlaubt zukünftig, die Prüfbilder direkt in digitaler Form abzulegen und mit entsprechenden Kommentaren, z. B. zu möglichen Fehlerursachen und Prüfklassen, zu versehen. Zusätzliche Schlagworte charakterisieren das konkrete Schweißverfahren bzw. die Geometrie. Derzeitiges Ziel ist die Erstellung eines internen Fehlerkataloges.

3 Lösungsansatz zum Umgang mit Erfahrungswissen

Bei der Konzeptentwicklung stellt sich die Frage, ob eher digital unterstütztes oder auf persönlichen Austausch ausgerichtetes Wissensmanagement realisiert wird, wobei sich nach Meinung der Autoren beide Ausprägungen ergänzen sollten.
Grundsätzlich bedarf es einerseits einer Priorisierung einzelner Wissensbestände (z. B. nach den Kriterien Aktualität, Dynamik, Relevanz, Dokumentierbarkeit), um zu entscheiden, welches Wissen einer Explizierung und Dokumentation, d. h. einer Speicherung zugeführt wird. Damit kann gesichert werden, dass nur solches Wissen expliziert und gespeichert wird, das eine Wiederverwendung/Nutzung erfährt. Andererseits ist zu klären, in welchem Maße eine Explizierung konkreter Wissensbestände möglich ist. Falls es sich um schwer explizierbares Wissen handelt, bedarf es eines konkreten Austauschformates, für das eher narrative Methoden wie Story Telling oder sogar Demonstrationen sinnvoll sind. Letztendlich ist auch die Qualitätssicherung bei der Dokumentation des explizierten Wissens zu klären, wofür sich ebenfalls der persönliche Austausch besser eignet. **Bild 4** zeigt zusammengefasst die für DiWan relevanten Konzepte für den digital unterstützten und persönlichen Erfahrungsaustausch. Bezogen auf den genannten zweiten Pilotbereich werden zwei Entwicklungskonzepte weiterverfolgt. Der angesprochene Fehlerkatalog sowie perspektivisch weitere Sammlungen von Faktenwissen aus der Auftragsdurchführung werden mittels digital unterstützter Tools erstellt.

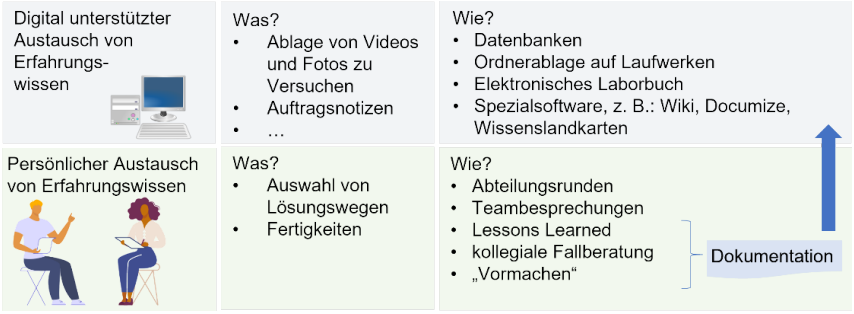


Bild 4 Lösungsansätze für den Umgang mit Erfahrungswissen
Figure 4 Approaches to dealing with experiences

Dazu ist zunächst OpenSource-Software vorgesehen, wie Software für Wikis, selbst programmierte im Browser bearbeitbare Datenbanklösungen oder integrierte Dokumentenumgebungen (z. B. Documize), um einen risikoarmen Lern- und Erprobungsprozess zu ermöglichen.
Als Anwendungsfälle für persönlichen Wissensaustausch wurde der Wissenstransfer bei Personalwechsel infolge Ausscheidens bzw. bei der Einarbeitung identifiziert. Hierzu ist ebenfalls eine systematische Vorgehensweise zwingend erforderlich (**Bild 5**).
Die Aufbereitung von Auftragserfahrungen soll in Form von Lessons Learned im Rahmen von Teambesprechungen erfolgen. Hierbei werden die Erfahrungen zunächst anhand von Leitfragen im Team präsentiert und anhand von Nachfragen der Teammitglieder präzisiert. Letztendlich wird dieses Erfahrungswissen strukturiert nach Problem und Lösungen in einer Dokumentenumgebung eingepflegt.

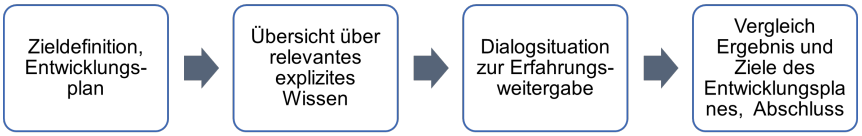


Bild 5 Systematische Vorgehensweise zur Weitergabe von Erfahrungswissen
Figure 5 Methodical approach to the transfer of experiential knowledge

4 Zusammenfassung

Erfahrungswissen anzuwenden oder neu zu generieren sowie für die Arbeit an Prüfprozessen einzusetzen gehört unbewusst zum Arbeitsalltag der Beschäftigten in den Pilotbereichen der Werkstoffprüfung. Eine Auseinandersetzung und Sensibilisierung zum Thema fand während der beschriebenen Vorgehensweise statt und sorgte für den ein oder anderen „Aha“-Moment bei den Teilnehmenden. Gerade das Bewusstmachen von Wissensinhalten bei den einzelnen Prozessschritten im Prüfprozess und die Vielfalt des angewendeten Wissens schaffte einen Überblick und mehr Transparenz zur Arbeit in der Werkstoffprüfung. Der immer noch häufigste Weg für die Beschäftigten, an Erfahrungswissen zu gelangen, ist der Austausch mit Kollegen. Um digitale Unterstützungsmöglichkeiten zur effizienteren Weitergabe von Erfahrungswissen in den Unternehmen zu etablieren, ist es daher wichtig, die Waage zwischen personalisiertem und technisch unterstütztem Austausch zu halten. Auch in Zukunft wird die Kommunikation zwischen Kollegen mit der Möglichkeit zur direkten Nachfrage bei der Weitergabe von Erfahrungswissen eine wichtige Rolle spielen. Digital kann der Kommunikationsprozess i. d. S. unterstützt werden, dass entsprechende Inhalte in einem Assistenzsystem strukturiert und leicht auffindbar vorliegen und die Weitergabe von Erfahrungswissen qualitativ befördern. Über digitalisierte Lessons Learned können Problemstellungen von ähnlichen Aufträgen aufgerufen und Erfahrungswissen, z. B. als Fehlerbilder von Schweißnähten, Parametern zu Ätzlösungen oder Einstellungen an Prüfmaschinen schneller und sortierter wiedergegeben werden. Gerade visuelles Erfahrungswissen kann über digitale Foto- und Videotechnik leichter abgelegt und als Gedankenstütze im Wiedergabeprozess des Erfahrungswissens verwendet werden. Größte Herausforderung für die Pilotbereiche der Projektunternehmen ist es, dies zeigen die Diskussionen in den Workshops, sich die Zeit während der Prüftätigkeit zu nehmen, um Erfahrungswissen entsprechend zu explizieren und zu dokumentieren. Hier ist eine Investition der Unternehmen von Zeit und Ressourcen unumgänglich, um im Gegenzug Effizienz bei zukünftigen Aufträgen, Personalwechseln oder der Suche nach Erfahrungswissen zu erreichen.

Literatur

[1] M. Gebert: Geschäftsprozessorientiertes Wissensmanagement: Geschäftsprozessorientiertes Wissensmanagement in der öffentlichen Verwaltung und dessen Weiterentwicklung.- https://www.researchgate.net/publication/332513772_Geschaftsprozessorientiertes_Wissensmanagement (Preprint), 2019

[2] J. Hemmecke: Repertory Grids als Methode zum Explizieren impliziten Wissens in Organisationen: Ein Beitrag zur Methodenentwicklung im Wissensmanagement, Diss., Universität Wien, 2012

[3] A. Jandova: Zusammenhänge zwischen Arbeitssicherheit und psychischer Fehlbeanspruchung – Synergien aus der habituellen und täglichen sowie einmaligen Erfassungsebene, Diss., TU Dresden, 2009

[4] H.-E. Plath: Erfahrungswissen und Handlungskompetenz - Konsequenzen für die berufliche Weiterbildung. IAB-Kompendium Arbeitsmarkt- und Berufsforschung. Beiträge zur Arbeitsmarkt-Berufsforschung:517–529, 2002

[5] M. Zimmermann, J. Bretschneider, S. Hausmann, G. Ott; Digitaler Wandel in der Werkstoffprüfung – Wie verändert sich die Tätigkeit des Werkstoffprüfers? In: Werkstoffprüfung 2020 (2020)

[6] G. Ott, S. Hausmann, M. Schmauder: Identifikation von Erfahrungswissen aus der Werkstoffprüfung für die Überführung in ein digitales Assistenzsystem In: GfA, Sankt Augustin (Hrsg.): Frühjahrskongress 2022, Magdeburg, Technologie und Bildung in hybriden Arbeitswelten

Zugversuchsdaten FAIR integriert: Von einer normenkonformen Ontologie bis zu interoperablen Daten im Triple Store

FAIR integration of tensile test data: From a standard-compliant ontology to interoperable data in a triple store

Markus Schilling, Niklas Marschall, Bernd Bayerlein, Yue Chen, Jürgen Olbricht, Birgit Skrotzki, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin,
Philipp von Hartrott, Pedro D. Portella, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM, Freiburg,
Jörg Waitelonis, Leibniz-Institut für Informationsinfrastruktur (FIZ), Karlsruhe,
Henk Birkholz, Jannis Grundmann, IWT - Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien, Bremen.

Kurzfassung – Das hochaktuelle Thema der Integration und Wiederverwendung von Wissen und Daten aus Herstellung, Bearbeitung und Charakterisierung von Materialien ('Digitalisierung von Materialien') wird in den Projekten Innovationsplattform MaterialDigital (PMD, materialdigital.de) und Materials-open-Lab (Mat-o-Lab, matolab.org) adressiert. In diesem Beitrag werden die Weiterentwicklungen in diesen Projekten hinsichtlich der Speicherung von Zugversuchsdaten gemäß einer normenkonformen (DIN EN ISO 6892-1:2019-11) ontologischen Repräsentation vorgestellt. Das umfasst den Weg von der Entwicklung einer Ontologie nach Norm, der Konvertierung von Daten aus Standardtests in das interoperable RDF-Format bis hin zur Verknüpfung von Ontologie und Daten. Letztendlich können die entsprechenden Daten in einem Triple Store abgelegt und abgefragt werden.

Stichwörter: Ontologie, Semantisches Web, Wissensrepräsentation, Digitalisierung, Zugversuch

Abstract – The highly topical subject of the integration and further use of knowledge and data obtained from the production, processing and characterization of materials ('digitization of materials') is addressed in the projects Innovation Platform MaterialDigital (PMD, materialdigital.de) and Materials-open-Lab (Mat-o- Lab, matolab.org). In this contribution, the further developments in these projects regarding the storage of tensile test data in accordance with a standard-compliant (DIN EN ISO 6892-1:2019-11) ontological representation are shown. This includes the path from the development of an ontology according to the standard and the conversion of data from standard tests into the interoperable RDF format to the linking of ontology and data. Finally, corresponding data can be stored in and queried from a triple store.

Keywords: Ontology, Semantic Web, Knowledge Representation, Digitalization, Tensile Test

1 Einleitung

Mit der Digitalisierung von Materialien und Prozessen ist ein Paradigmenwechsel in der Materialentwicklung, -gestaltung und -optimierung verbunden, welcher gleichermaßen vielseitige Möglichkeiten eröffnet und eine große Herausforderung darstellt. Insbesondere sind bei den Digitalisierungsbestrebungen die Qualitätssicherung von Prozessen und Ausgabedaten sowie die Interoperabilität zwischen Anwendungen nach FAIR-Prinzipien (Findability, Accessibility, Interoperability, Reusability) sicherzustellen [1]. Dies umfasst die Speicherung, Verarbeitung und Abfrage von Daten in möglichst standardisierter Form, wobei entsprechend auch Normungs- und Standardisierungsgremien beteiligt werden müssen. Um der Herausforderung gerecht zu werden, Materialdaten für alle Beteiligten konsistent zu kontextualisieren, müssen alle notwendigen Informationen zum Zustand des Materials inklusive produktions- und anwendungsbedingter Veränderungen über eine einheitliche, maschinenlesbare Beschreibung verfügbar gemacht werden. Hierfür sollen Ontologien genutzt werden, da sie maschinenverständliche und -interpretierbare Wissensrepräsentationen durch semantische Konzeptualisierungen ermöglichen, die für das Datenmanagement und die Digitalisierung im Bereich der Materialwissenschaften benötigt werden. Eine Ontologie ist dabei eine formal geordnete und explizit beschriebene

Darstellung einer Menge von Begriffen (‚Konzepten') aus einem bestimmten Gegenstandsbereich (‚Domäne') und der unter diesen bestehenden Beziehungen. Die verwendeten Begriffe werden auf Grundlage eines Konsenses in der betrachteten Domäne gewählt (geteiltes, einheitliches Vokabular) und zur erleichterten menschlichen Lesbarkeit stets definiert. Somit entsteht bei der Erstellung einer Ontologie eine baumartige Struktur, welche ein umfangreiches Netzwerk von Informationen mit logischen Relationen repräsentiert. Die explizite und grundlagenhafte Beschreibung der Konzepte und Relationen erlaubt die Anwendung einer einfachen Logik und somit eine verbesserte Maschinenverständlichkeit. Auf diese Weise kann auf einfacher Logik basierend (Logik erster Ordnung) sowohl Allgemeinwissen als auch auf spezielle Themengebiete und Vorgänge bezogenes Wissen formal einheitlich zwischen digitalen Diensten und Prozessen ausgetauscht werden. Ontologien dienen damit der Integration und Harmonisierung von Wissen und Konzepten im Bereich des Datenmanagements. Weiterhin enthalten Ontologien aufgrund der expliziten Logik Regeln zu Inferenz und Integrität, welche inhaltliche Schlussfolgerungen sowie eine Gewährleistung ihrer Gültigkeit ermöglichen. Die Durchführung formaler, technischer Konsistenzprüfungen einer Ontologie ist entsprechend obligatorisch.

Im Hinblick auf dieses aktuell immer größer werdende Thema der Integration und Wiederverwendung von Wissen und Daten aus Herstellung, Bearbeitung und Charakterisierung von Materialien werden in diesem Beitrag die Bemühungen innerhalb der Verbundprojekte *Plattform MaterialDigital* (PMD, https://materialdigital.de) und *Materials-open-Laboratory* (Mat-o-Lab, https://matolab.org) zur Speicherung von Zugversuchsdaten gemäß einer normkonformen ontologischen Repräsentation vorgestellt. In diesen Projekten werden standardisierte Beschreibungen für die zentralen Charakterisierungs-Verfahren der Werkstoffprüfung entwickelt und an konkreten Anwendungsbeispielen getestet. Das umfasst den Weg von der Entwicklung einer Ontologie nach Norm, der Konvertierung von Daten aus Standardtests in das interoperable RDF-Format bis hin zur Verbindung von Ontologie und Daten. Letztendlich können die entsprechenden Daten in einem Triple Store abgelegt und abgefragt werden.

Die übliche Standardisierung von mechanischen Prüfverfahren im Bereich der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik dient als solide Grundlage für die Ontologieentwicklung. Daher wurde der Zugversuch von Metallen bei Raumtemperatur nach DIN EN ISO Norm 6892-1:2019-11 [2] als einer der ersten Anwendungsfälle ausgewählt. Die Betrachtung und Beschreibung des Zugversuchs beinhaltet sowohl dessen ontologische Darstellung als auch eine exemplarische Datengenerierung. Die semantische Verbindung von Ontologie und Daten führt zu Interoperabilität und einer verbesserten Abfragefähigkeit.

2 Ontologie-Entwicklung

Zur Verfolgung der Ziele im Bereich der Digitalisierung in der Materialforschung werden Ontologien entwickelt. Zur Ontologie-Entwicklung werden typische Informations- und Wissensquellen wie bspw. Normen, wissenschaftliche Literatur, Handbücher sowie Wissen von Domänenexpert:innen verwendet. Normen sind bei der Definition und Beschreibung von Parametern und Entitäten für die Ontologie sehr hilfreich, da sie zumeist insbesondere standardisierte Definitionen der verwendeten Terminologie und Symbole beinhalten. Weiterhin werden die für die Ontologieerstellung zu berücksichtigenden Beziehungen zwischen Entitäten, deren genaue Verwendung und wie sie interagieren im Textkörper der Norm beschrieben.

Ausgehend von diesen Wissensquellen beginnt der Prozess der Ontologie-Entwicklung im Bereich einer speziellen Domäne („Pfad zur Ontologie"). Dieser beinhaltet die Schritte (1) Sammeln von Informationen und Identifizieren zu inkludierender Parameter, (2) Strukturieren und Finden von Kategorien (und Subkategorien), (3) Visualisierung des zu beschreibenden Prozesses zur Verifizierung, (4) Erstellung eines Thesaurus und

(5) Umwandlung dessen in die maschinenverständliche Web-Ontologie-Sprache (Web Ontology Language, OWL).

Die Ermittlung und Auflistung prozessrelevanter Parameter kann mithilfe von klassischen Tabellentools erfolgen und sollte eine Kategorisierung wie beispielsweise in nominale Parameter und Messungen beinhalten. Zum Hinzufügen der korrekten Syntax und Semantik können Symbole und Einheiten gemäß Standard definiert und Verweise auf entsprechende Glossare inklusive der Definitionen hinterlegt werden. Für die anschließende Erstellung und Festlegung einer Taxonomie ist die Verwendung einer Visualisierung empfehlenswert. Hierfür bietet sich u. a. das auf Basis des öffentlich verfügbaren Grafiktools Draw.io (https://www.diagrams.net) im Rahmen des Mat-o-Lab-Projektes speziell entwickelte Tool ‚Ontopanel' an (https://github.com/BAMresearch/Ontopanel-frontend). Daraufhin erfolgt die bindende Formalisierung in einem Thesaurus, in dem die Definitionen und Relationen von Entitäten, Konzepten und ihren Beziehungen in natürlicher Sprache explizit angegeben werden.

Basierend auf dem Thesaurus werden schließlich alle diese Überlegungen in eine Ontologie überführt. Dafür kann u.a. das Software-Tool ‚Protégé' der Stanford University (https://protege.stanford.edu) eingesetzt werden, welches die Konstruktion einer taxonomischen Ordnung von Konzepten und Regeln in einer hierarchischen, baumartigen Visualisierung erlaubt. Weiterhin kann ggf. mithilfe von Inferenz neues Wissen abgeleitet werden, d.h. es entstehen neue Verbindungen verschiedener Konzepte durch die Anwendung von Logiken erster Ordnung. Mit einer Ontologie verknüpft können Daten in homogenisierter Form erstellt, abgelegt und wieder abgefragt werden.

3 Die Welt der Ontologien

Im Zusammenhang mit der digitalen Transformation zur Erleichterung und Effizienzsteigerung von Materialentwicklung bzw. Materialdesign, welche momentan in der Forschungslandschaft der Materialwissenschaften und Werkstofftechnologie angestrebt wird, steht insbesondere die Wieder- oder Neuverwendung und -bewertung von Daten zu Materialien und Prozessen in verschiedenen Kontexten im Mittelpunkt. Dazu ist eine Interoperabilität von Daten notwendig, um diese in unterschiedlichen Anwendungsgebieten und Tools verwenden zu können. Aufgrund dessen ist zur Beachtung der FAIR-Prinzipien für das Datenmanagement neben einer möglichst standardisierten Datenstrukturierung eine Erstellung von Bezügen und Relationen von semantischen Konzepten zwischen verschiedenen Ontologien zielführend.

Entsprechend sind modularisier- und erweiterbare Ontologien entscheidende Werkzeuge zur Umsetzung der FAIR-Prinzipien. Sie ermöglichen es, Rohdaten, verarbeitete Daten und Kontextdaten semantisch zu strukturieren und zu annotieren, indem sie ein gemeinsam genutztes, konsistentes und verständliches Vokabular verwenden, das auf grundlegenden Begriffen basiert [3, 4, 5]. Dabei gibt es verschiedene Typen und Ebenen von Ontologien, welche in drei Hauptkategorien und ggf. Unterkategorien unterteilt werden können (**Bild 1**): (1) Ontologien der obersten (top-level) Ebene beschreiben allgemeine Begriffe, die in vielen Domänen üblich sind. Ein Beispiel für eine standardisierte top-level Ontologie ist die Basic Formal Ontology (BFO). (2) Ontologien auf mittlerer Ebene (mid-level oder Kernontologien) stellen abstraktere Konzepte auf einer Zwischenebene dar, die es ermöglichen, die komplexen und ausdrucksstarken Domänenontologien miteinander zu verbinden. Beispiele hierfür sind die Kernontologie (Core Ontology) der Plattform MaterialDigital (PMD) oder die Materials Science and Engineering Ontology (MSEO). (3) Domänen- oder domänenspezifische Ontologien werden basierend auf explizitem Expertenwissen entwickelt und stellen Konzepte dar, die zu bestimmten Domänen gehören, z. B. bestimmte Prozesse oder Forschungs- / Prüfmethoden. Somit wird dieses Wissen allgemeinverständlich und nachhaltig aufbereitet. Mithilfe einer Verknüpfung der erstellten Domänen- und übergeordneter Ontologien können auf der Grundlage gemeinsam verwendeten Vokabulars

Daten aus verschiedenen Quellen (vereinfacht) gefunden, geteilt, wiederverwendet und analysiert werden. Weitere Beispiele für bekannte Ontologien hoher und mittlerer Ebenen, welche in den Ontologiebetrachtungen im Rahmen der Projekte PMD und Mat-o-Lab vorwiegend verwendet werden, sind in **Bild 1** dargestellt.

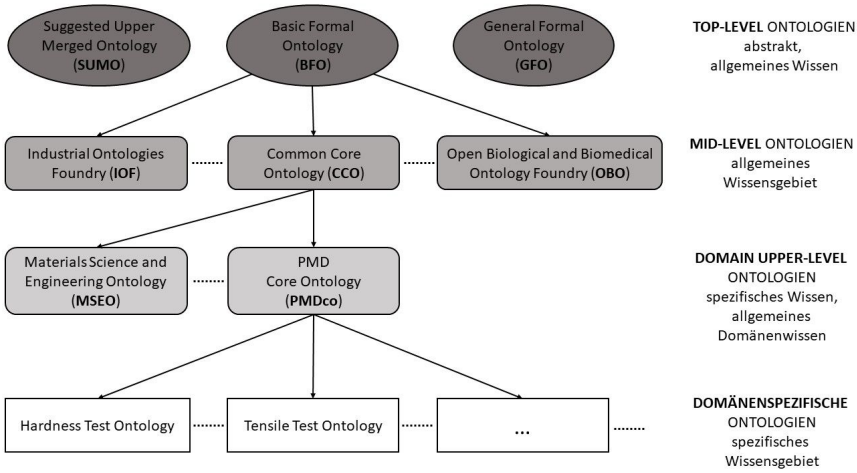


Bild 1: Darstellung verschiedener Ontologie-Ebenen mit Hierarchie relevanter Ontologien (Auswahl). Eine höhere Position in der Darstellung ist gleichbedeutend mit einer höheren Abstraktionsebene.

Figure 1: Representation of ontology levels with hierarchical depiction of relevant ontologies (selection). A higher position in the representation indicates a higher level of abstraction.

4 Datenstrukturierung in der Pipeline

Um Daten interoperabel, maschinenverständlich und somit vielfältig nutzbar zur Verfügung zu stellen, müssen diese zumeist nach ihrer Erzeugung in entsprechende Datenformate transformiert und in zugänglichen Datenbanken abgelegt werden. Zu diesem Zweck eignet sich der Aufbau einer Pipeline, welche aus der Aneinanderreihung verschiedener Werkzeuge zur Datenbehandlung besteht (**Bild** 2).

Allgemein betrachtet (Datenebene) lautet das Ziel, aus beliebig generierten Daten strukturierte, allgemeingültig formatierte und durchsuchbare Daten zur dann folgenden weiteren Verwendung, wie beispielsweise zur Auswertung (ggf. in verschiedenem Kontext), Simulation oder Publikation, zu erstellen. Die generierten Daten sind üblicherweise aus verschiedenen Quellen wie unterschiedlichen Materialcharakterisierungsmethoden durch Menschen (z. B. eingetragene Einzelwerte) oder Maschinen (z. B. geloggte Testreihen) entstanden und liegen zumeist in unterschiedlichen Datenformaten vor. Diese müssen vereinheitlicht und auf eine allgemeinverständliche Semantik bezogen werden. Insbesondere bei derartigen Schritten ist eine Ontologie unerlässlich.
Auf technischer Ebene wird dieses Ziel in den Projekten PMD und Mat-o-Lab durch die Anwendung einzelner Tools (sog. Microservices) erreicht. Bei der Datengenerierung beginnend werden – beispielsweise nach Durchführung eines mechanischen Tests an einem bestimmten Material, wie dem Zugversuch an Metallen – zunächst alle zu einem Datensatz gehörenden Informationen zusammengetragen und aus ggf. mehreren Datenquellen beliebiger Formate (üblicherweise csv, xlsx, pdf) entsteht eine native, noch

ungeordnete JSON Datei. JSON (JavaScript Object Notation, https://github.com/json-schema-org/json-schema-spec) ist ein textbasiertes, sprachunabhängiges Datenaustauschformat. Es wurde vom ECMAScript-Programmiersprachenstandard abgeleitet und definiert einen kleinen Satz von Formatierungsregeln für die portable Darstellung von strukturierten Daten. Dabei ist es insbesondere menschen- und maschinenlesbar.

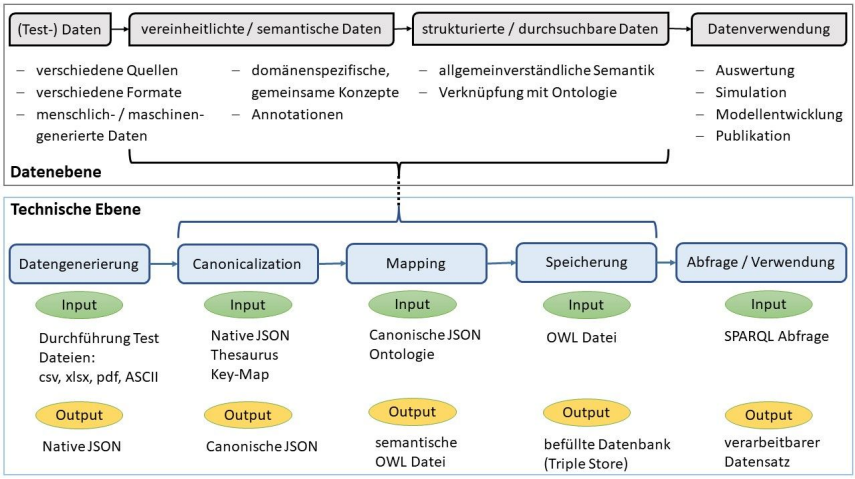


Bild 2: PMD Pipeline zur Transformation von Materialdaten beliebiger Datenformate in interoperable Daten in einer semantischen und annotierten Datenbank.

Figure 2: PMD Pipeline for the transformation of materials data in arbitrary data formats to interoperable data in a semantic and annotated database.

Zur Ordnung von Begriffen und Vereinheitlichung der Inhalte in der JSON Datei wird diese in einem nächsten Schritt mithilfe eines allgemeingültigen Thesaurus, aus welchem eine Key-Map gebildet wurde, in eine sog. canonische JSON konvertiert (Canonicalization). Die Key-Map hilft dabei zum Zwecke der Vereinheitlichung dabei in einer vorliegenden Datei verwendete Begriffe durch allgemeingültige Begriffe zu ersetzen und ist entsprechend speziell auf diese Datei bezogen. Im Anschluss können die Inhalte der canonischen JSON Datei mit den semantischen Konzepten verbunden werden, die in einer Ontologie hinterlegt sind. Dieser als Mapping bezeichnete Vorgang verbindet Datenwerte mit ihrer allgemeingültigen, einheitlichen und ggf. standardisierten Bezeichnung, der ein eindeutiger Identifikator zugeordnet ist. Auf diesem Wege entsteht eine Datei im OWL (Web Ontology Language) Format, welche in einer speziellen Datenbank (Triple Store) abgelegt wird und eine eindeutige Adressierung eines jeden enthaltenen Konzeptes und der damit verbundenen Datenwerte ermöglicht. Folglich können diese Daten gefunden und strukturiert mithilfe der Abfragesprache SPARQL (SPARQL Protocol And RDF Query Language) ausgelesen und weiterverwendet werden.

Ein wesentlicher Vorteil des Aufbaus einer solchen Pipeline in Form von Microservices (einzelnen Werkzeugen) stellt die Möglichkeit dar, diese ab einem bestimmten beliebigen Punkt oder nur bestimme Microservices zu nutzen. Werden beispielsweise Daten aus Materialtests ggf. durch Verwendung eines elektronischen Laborbuches bereits in strukturierter und vereinheitlichter Form generiert, liegt möglicherweise eine canonische JSON vor und es muss nur noch ein Ontologie-Mapping erfolgen. Weiterhin könnte auch nur der Triple Store zur Veröffentlichung von semantisch strukturierten Daten verwendet werden, die bereits mithilfe anderer Methoden erzeugt wurden.

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Digitalisierung bzw. digitale Transformation im Bereich der Materialwissenschaft und Werkstofftechnik hat in der letzten Zeit einen sehr hohen Stellenwert eingenommen, da effektive Materialentwicklung sowie effizientes, neuartiges Materialdesign ohne semantische Technologien, computergestützte Simulationen und künstliche Intelligenz nicht mehr möglich ist. Die Komplexität der Inhalte sowohl aus den Bereichen der Materialwissenschaft, Werkstofftechnik, Prozesstechnik, etc. (Domänenwissen) als auch der erforderlichen Fähigkeiten in den Bereichen Programmierung und semantische Technologien erfordert eine enge Zusammenarbeit zwischen Materialwissenschaftler:innen und -techniker:innen sowie IT-Expert:innen. Dies lässt sich bereits an der Betrachtung der beteiligten Expertengruppen bei der dargestellten Entwicklung einer Tool-Pipeline zur Erstellung strukturierter und semantischer Daten (**Bild** 2) nachvollziehen.

In Zukunft werden beispielsweise elektronische Laborbücher im Bereich der Forschung und Entwicklung oder Parameteroptimierungen von Produktionsprozessen und -anlagen unter Verwendung von semantischen Technologien eine immer größere Rolle spielen.

Anderen Initiativen ähnlich sind es auch die Ziele der Projekte PMD und Mat-o-Lab ihre Inhalte zu vergrößern, semantische Verknüpfungen zu verfeinern und bekanntes Wissen genauer abzubilden. Unter anderem werden dabei weitere Anwendungsontologien, beispielweise zu weiteren klassischen Prüfmethoden, entwickelt und stetig neue Partner mit eigenen Datenschätzen und Datenformaten integriert.

Danksagung – Die Autoren danken dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) für die finanzielle Unterstützung durch das Projekt „Innovationsplattform MaterialDigital (PMD)“ [Förderkennzeichen 13XP5094E]. Weiterhin wird die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Projekts „Materials-open-Lab (Mat-o-Lab)“ der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) und dem Fraunhofer-Verbund Werkstoffe und Bauteile (MATERIALS) dankend anerkannt. Für wertvolle Diskussionen zur Strukturierung von Daten, insbesondere im Bereich mechanischer Prüfverfahren (hier Zugversuch an Metallen) bedanken sich die Autoren bei den Mitarbeitenden des Ad-hoc-Arbeitskreises Digitalisierung des DIN-Normungsausschusses „NA 062-01-42 AA“.

Literatur

[1] M. Wilkinson, M. Dumontier, I. Aalbersberg, J. Jsbrand, G. Appleton, M. Axton, A. Baak, N. Blomberg, J-W. Boiten, L. B. da Silva Santos, P. E. Bourne, J. Bouwman, A. J. Brookes, T. Clark, M. Crosas, I. Dillo, O. Dumon, S. Edmunds, C. T. Evelo, R. Finkers, A. Gonzalez-Beltran, A. J. G. Gray, P. Groth, C. Goble, J. S. Grethe, J. Heringa, P. A. C. ’t Hoen, R. Hooft, T. Kuhn, R. Kok: The FAIR Guiding Principles for scientific data management and stewardship. Sci. Data 3, 1 (2016)

[2] DIN EN ISO 6892-1:2019-11 Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO 6892-1:2019); Deutsche Fassung EN ISO 6892-1:2019. DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, Deutschland (2019)

[3] B. Bayerlein, T. Hanke, T. Muth, J. Riedel, M. Schilling, C. Schweizer, B. Skrotzki, A. Todor, B. Moreno Torres, J.F. Unger, C. Völker, J. Olbricht: A Perspective on Digital Knowledge Representation in Materials Science and Engineering. Advanced Engineering Materials 2101176 (2022).

[4] R. Arp, B. Smith, A. Spear: Building Ontologies with Basic Formal Ontology, The MIT Press, 2015.

[5] C. Partridge, A. Mitchell, A. Cook, J. Sullivan, and M. West: A Survey of Top-Level Ontologies - to inform the ontological choices for a Foundation Data Model. University of Cambridge (2020), https://doi.org/10.17863/CAM.58311.

Einfluss von Prozessparametern auf die chemische Zusammensetzung von AlSi10Mg-Bauteilen beim pulverbettbasierten Elektronen-Strahlschmelzen

Influence of process parameters on the chemical composition of AlSi10Mg components during powder bed-based electron beam melting

N. Kretzer, R. Ortmann, T. Grimm, J. T. Sehrt – Lehrstuhl für Hybrid Additive Manufacturing, Ruhr-Universität Bochum

Kurzfassung – Das pulverbettbasierte Elektronen-Strahlschmelzen ist ein additives Fertigungsverfahren zur direkten Herstellung metallischer Bauteile unter Vakuumbedingungen. Zur Ergänzung der Designfreiheiten der additiven Fertigung im Leichtbau rücken derzeit bei der Erweiterung der verfügbaren Werkstoffe Legierungen mit hoher spezifischer Festigkeit sowie hoher elektrischer und thermischer Leitfähigkeit in den Fokus von Forschung und Entwicklung. Die Überwachung der geforderten beziehungsweise die prozessinhärente Veränderung der chemischen Zusammensetzung additiv gefertigter Bauteile stellt jedoch eine bisher wenig beachtete Maßnahme in der Qualitätssicherung dar. Dieser Beitrag untersucht mithilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung von additiv hergestellten Bauteilen aus AlSi10Mg, ausgelöst durch den Schmelzvorgang im Hochvakuum. Der Einfluss der Schmelzbedingungen auf die resultierende elementare Zusammensetzung wird herausgearbeitet und ein Vergleich mit der chemischen Zusammensetzung des Ausgangsmaterials vorgenommen. Die Ergebnisse zeigen eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung insbesondere für Legierungsbestandteile mit einem hohen Dampfdruck.

Stichwörter: Pulverbettbasiertes Elektronen-Strahlschmelzen, Röntgenfluoreszenzanalyse, chemische Zusammensetzung, PBF-EB/M, RFA

Abstract – Electron beam powder bed fusion is an additive manufacturing process for directly producing metallic components in vacuum conditions. To complement the design freedom of additive manufacturing in lightweight construction, alloys with high specific strength and high electrical and thermal conductivity are currently moving into the focus of research and development as the available materials are expanded. However, the monitoring of the required chemical composition of additively manufactured components, or the process-inherent change in the chemical composition of additively manufactured components, represents a measure in quality assurance that has received little attention to date. This paper uses X-ray fluorescence analysis to investigate changes in the chemical composition of additively manufactured parts made of AlSi10Mg, triggered by the melting process in a high vacuum. The influence of the melting conditions on the resulting elemental composition is elaborated and a comparison with the chemical composition of the powder feedstock material is carried out. The results show a change in the chemical composition, especially for alloy components with high vapor pressure.

Keywords: Electron beam powder bed fusion, Powder bed-based electron beam melting, X-ray fluorescence analysis, chemical composition, PBF-EB/M, XRF

1 Einleitung und Stand der Technik

Aluminiumlegierungen werden aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften in der modernen Industrie in großem Umfang eingesetzt, besonders in der Automobil-, Luft- und Raumfahrt Raumfahrtbranche [1]. Dabei werden regulär drei Hauptkategorien unterschieden: wärmebehandelbare, nicht wärmebehandelbare und Guss-Legierungen [2, 3]. Aluminiumlegierungen zeichnen sich besonders durch ihre spezifische Festigkeit sowie Korrosionsbeständigkeit aus [4]. Gleichzeitig enthalten Aluminiumlegierungen Elemente, die bei thermischer Verarbeitung verdampfen können. Die Verflüchtigung von Legierungselementen tritt besonders bei Fertigungsprozessen mit hohen Verarbeitungstemperaturen und geringem Druck auf. Der Verlust von Bestandteilen wie Magnesium mindert beispielsweise die Ausscheidungshärtung von Aluminiumlegierungen und senkt damit einhergehend die Streckgrenze, Härte, Umformbarkeit sowie Korrosionsbeständigkeit und steigert die Rissanfälligkeit [5, 6]. Die Verflüchtigung von

Legierungselementen wurde beim Laserschweißen [6–8] sowie bei additiven Fertigungsverfahren, die einen Laserstrahl einsetzen [3, 9], untersucht, da bei diesen Verfahren durch die Verwendung einer fokussierten Energiequelle hohe Verarbeitungstemperaturen erzielt werden. Erhöhte Verarbeitungstemperaturen führen dabei zu einer Verdampfung von Legierungsbestandteilen mit einem hohen Dampfdruck [5, 6]. Bei der Verarbeitung von Aluminiumlegierungen [10] und Edelstählen [11] mit dem PBF-EB/M-Verfahren wurden ebenfalls bereits Verdampfungseffekte und eine Beeinflussung der Legierungszusammensetzung beobachtet. Der Elementverlust verändert die chemische Zusammensetzung der Legierung und beeinträchtigt unter anderem die mechanischen Eigenschaften hergestellter Bauteile [5]. Dabei steuert die intrinsische Verdampfung von Legierungsbestandteilen an der Schmelzbadoberfläche die gesamte Verdampfung im Prozess [3]. Der Entstehungsmechanismus umfasst den Transport von verdampfenden Elementen aus der Masse an die Oberfläche des Schmelzbads, die Verdampfung an der Flüssig-Dampf-Grenzfläche sowie den Transport der verdampften Elemente in die umgebende Gasphase [3, 7, 9].

Das pulverbettbasierte Elektronen-Strahlschmelzen (PowderBedFusion-ElectronBeam/Metal (PBF-EB/M) [12]) unterscheidet sich von den verbreiteten laserbasierten additiven Fertigungsverfahren im Wesentlichen durch die eingesetzte Energiequelle [13]. Durch den Einsatz des Elektronenstrahls ergeben sich, neben der Unabhängigkeit von optischen Werkstoffeigenschaften wie der Absorption spezifischer Wellenlängenbereiche [14], besondere Anforderungen an den Aufbau der Fertigungsanlage und den Fertigungsprozess. Elektronen werden durch das Erhitzen einer Kathode emittiert und durch ein elektrisches Feld in Richtung des Pulverbetts beschleunigt. Um die Kollision von beschleunigten Elektronen mit Gas- oder Luftmolekülen zu reduzieren und die Kathode vor Korrosion zu schützen, ist eine Vakuumumgebung erforderlich [15, 16]. Im Hinblick auf die Elementverflüchtigung während des Bauprozesses ist die für den Betrieb des Elektronenstrahls erforderliche Hochvakuumumgebung ebenfalls relevant. Der Phasenübergang von Materialien ist maßgeblich von externen Parametern wie Druck und Temperatur abhängig. Liegt ein geringer Umgebungsdruck vor, reduziert sich nach der Clausius-Clapeyron-Regel ebenfalls die Temperatur, die für die Phasenübergänge notwendig ist [15, 17]. Dieser Beitrag befasst sich daher mit der Überwachung der chemischen Zusammensetzung von AlSi10Mg entlang des PBF-EB/M-Fertigungsprozesses in Abhängigkeit der Prozessbedingungen.

2 Methodik

2.1 PBF-EB/M - Prozess

Für die Herstellung der Probekörper (10 x 10 x 10 mm³) aus AlSi10Mg wird die PBF-EB/M-Anlage Freemelt ONE (Freemelt AB) verwendet. Zur Erzeugung des Elektronenstrahls wird eine laserbeheizte Lanthanhexaborid (LaB6)-Kathode und eine Beschleunigungsspannung von 60 kV verwendet. Die Temperatur der Bauplattform aus AlSi10Mg (Ø 100 mm), die in jeder Schicht um 100 µm abgesenkt wird, beträgt zu Prozessbeginn 400 °C. Die Prozesstemperatur wird während des Fertigungsprozesses über ein kalibriertes Durchschnittsstrom-Wärmemodell in Anlehnung an Sames [18] bei 400 °C stabilisiert. Das Vorwärmen erfolgt für 20 Sekunden mit einem linear ansteigenden Strahlstrom von 1 mA bis 8,3 mA mit einer Scangeschwindigkeit von 5 m/s, einem Spurabstand von 1 mm und einem defokussierten Strahldurchmesser von nominal 2,5 mm. Zur Fertigung der Probekörper werden Strahlleistungen von nominal 3,33 mA (200 W) und 5 mA (300 W) und ein fokussierter Strahldurchmesser von nominal 250 µm verwendet. Für die Belichtungsstrategie wurde eine Flächenbelichtung mit schichtweise um 90° alternierenden Scanvektoren und einem Spurabstand von 100 µm gewählt (**Bild 1**). Über die Berechnung der Volumenenergiedichte (VED) [19] wird der lokale Energieeintrag in das Material in Abhängigkeit der Strahlleistung $P\,[W]$, der Scangeschwindigkeit $v_s\,[mm/s]$, dem Spurabstand $\Delta y_s\,[mm]$ sowie der Schichtstärke $D_s\,[mm]$ quantifiziert:

$$E_V = \frac{P}{v_s \cdot \Delta y_s \cdot D_s} \tag{1}$$

Bei der Fertigung der Probekörper werden Volumenenergiedichten von 6 J/mm^3 bis 52 J/mm^3 verwendet.

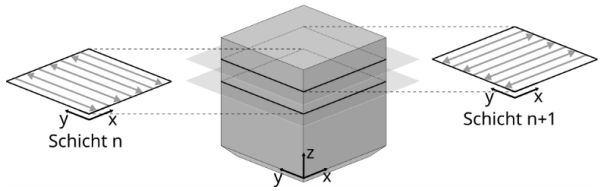


Bild 1: Angewendete Belichtungsstrategie für die Herstellung der Probenkörper
Figure 1: Exposure strategy used to produce the specimens

2.2 Charakterisierung

Für die Charakterisierung des Ausgangsmaterials wird die Partikelmorphologie mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) (Gemini 2, Carl Zeiss AG) analysiert. Die Partikelgrößenverteilung (Camsizer X2, Microtrac) wird mit einem Dispergierdruck von 200 kPa bestimmt. Die Probekörper werden in einem Schleif- und Polierprozess (Saphir 250 A2-ECO, ATM Qness GmbH) für die Dichte- und Härteprüfung vorbereitet. Die relative Dichte wird durch Binarisierung von Mikroskopaufnahmen (VHX-6000, Keyence) anhand von Restporosität ermittelt. Die Härte wird mit HV1 (ZHV30, ZwickRoell) bestimmt. Zur Feststellung der chemischen Zusammensetzung des Ausgangspulvers sowie der Volumenproben wird die energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) (Vanta C-Serie, Olympus) angewendet. Das Ausgangsmaterial und die Festkörperproben werden in einer Küvette durch eine Dünnfilm-Folie gemessen. Ein Silizium-Driftkammer-Detektor detektiert die Photonen in der Röntgenfluoreszenzstrahlung der Probe. Es entsteht ein Impulshöhenspektrum, das die Photonenanzahl zu einer bestimmten Energie wiedergibt. Die Auswertungsmethode ist datenbankbasiert [20] und greift auf Massenwerte der Elemente zurück.

3 Ausgangsmaterial AlSi10Mg

Für die Studie wird gasverdüstes AlSi10Mg-Pulver (IMR GmbH) verwendet. Die chemische Zusammensetzung des Materials wurde durch Anwendung der RFA festgestellt (**Tabelle 1**).

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung des Ausgangsmaterials AlSi10Mg
Table 1: Chemical composition of initial powder AlSi10Mg

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Pb	Ti
%	88,9	10,7	0,12	<0,01	<0,01	0,15	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
+-3σ	0,15	0,12	<0,01	<0,01	<0,01	0,56	<0,01	<0,01	<0,01	0,02

Die Messungen der Partikelgrößenverteilung erfolgt durch das Prinzip der dynamischen Bildanalyse. Der Pulverwerkstoff weist eine gauß-ähnliche Partikelgrößenverteilung (D10 (63,9 µm), D50 (88,2 µm) und D90 (136,9 µm)) auf (**Bild 2 A**).

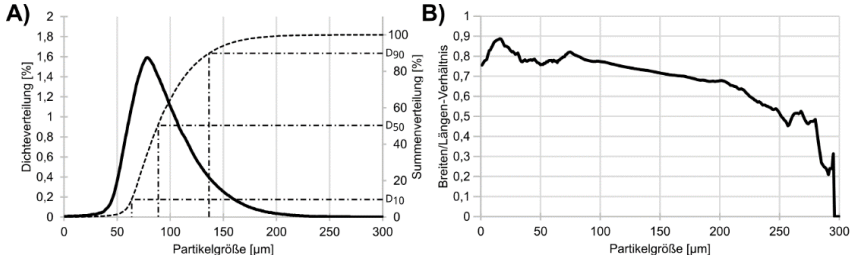


Bild 2: Messwerte für A) die Partikelgrößenverteilung und B) das Breiten/Längen-Verhältnis der AlSi10Mg-Pulverpartikel in Abhängigkeit der Partikelgröße

Figure 2: Measured values for A) the particle size distribution and B) the width/length ratio of the AlSi10Mg powder

Die Analyse des Breiten/Längen-Verhältnisses (**Bild 2 B**) zeigt, dass vorwiegend Partikel mit geringer Partikelgröße über ein ausgeglichenes Breiten/Längen-Verhältnis verfügen, jedoch mit Werten für das Breiten/Längen-Verhältnis von < 0,9 ebenfalls keine hohe Sphärizität aufweisen. Mit steigender Partikelgröße ist zudem eine Reduktion des Breiten/Längen-Verhältnisses zu beobachten. Dies zeigt sich ebenfalls bei der vergrößerten Betrachtung des Pulverwerkstoffs im REM zur Analyse der Partikelmorphologie (**Bild 3 A, B**). Neben ausgeprägten Satelliten sind längliche Partikel mit einer im Vergleich erhöhten Partikelgröße erkennbar (**Bild 3 A, B**). Eine Detailaufnahme eines länglichen Partikels ist in **Bild 3 B** dargestellt.

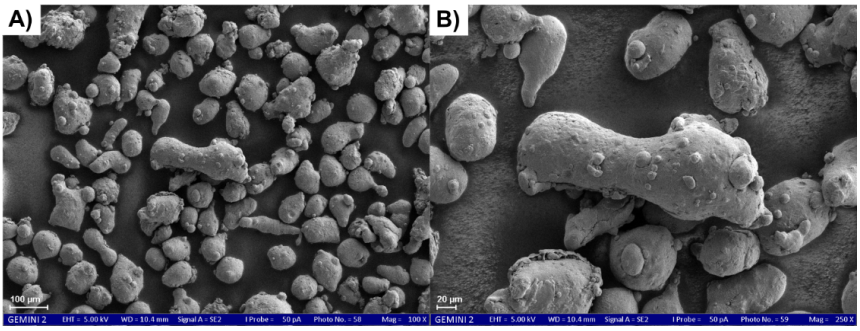


Bild 3: A) Partikelmorphologie des AlSi10Mg-Pulvers (100-fache Vergrößerung), B) Detailaufnahme eines länglichen Partikels (250-fache Vergrößerung)

Figure 3: A) Particle morphology of the AlSi10Mg powder (100x magnification), B) Detailed image of an elongated particle (250x magnification)

4 Versuchsergebnisse

Die Veränderung der Aluminium-Konzentration der Probekörper im Vergleich zum Ausgangsmaterial ist in **Bild 4 A** in Abhängigkeit zu der eingesetzten VED dargestellt. Dem gegenübergestellt ist die Konzentrationsänderung von Silizium (**Bild 4 B)**. Bei diesem Element handelt es sich um den Bestandteil der Legierung mit dem höchsten Anteil nach der Aluminiumbasis (vgl. **Tabelle 1**). Aufgrund der Probenpräparation (Küvette mit Folie) ist es mit dem eingesetzten Messinstrument nicht möglich, leichte Elementbestandteile in geringer Konzentration zu bestimmen. Daher ist über die Veränderung der Magnesiumkonzentration mit der eingesetzten Messmethode keine Aussage möglich.

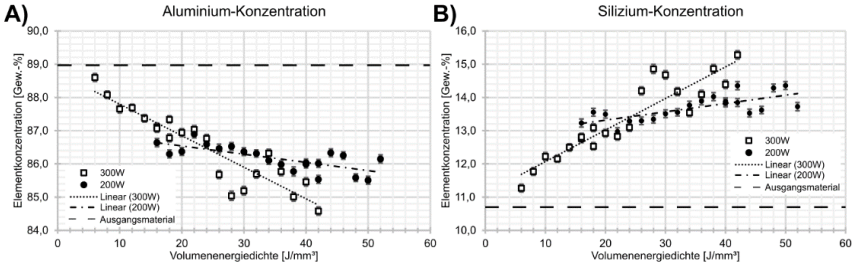


Bild 4: Veränderung der Elementarkonzentration von A) Aluminium und B) Silizium über die Volumenenergiedichte, gemessen an der Deckfläche der Probe

Figure 4: Change in elemental concentration of A) Aluminium and B) Silicon plotted against volume energy density, measured on the top surface of the sample

Der Eisenanteil beträgt bei allen Proben konstant etwa 0,1 Gew.-%. Weitere gemessene Spurenelemente werden weiterführend nicht betrachtet, da die Konzentrationen für eine Beurteilung zu gering sind. **Bild 4** zeigt die Korrelation zwischen der Abnahme der Aluminium-Konzentration und der Zunahme der VED. Der Trend bestätigt sich durch die äquivalente Zunahme der Silizium-Konzentration bei gleicher Zunahme der VED. Es ist ebenfalls zu erkennen, dass die Reduzierung des Aluminiumgehalts im Vergleich zur Ausgangskonzentration bei einer Leistung von 300 W stärker ausfällt als bei Probekörpern, die mit 200 W hergestellt wurden.

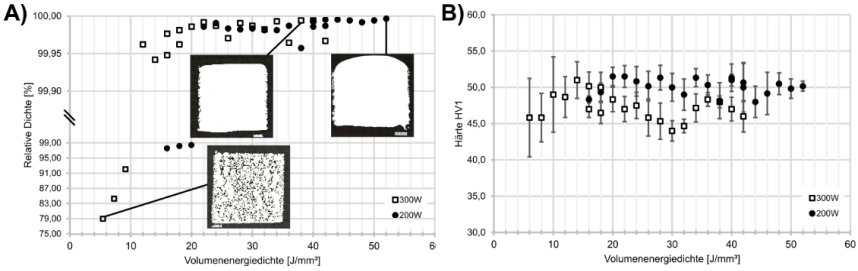


Bild 5: A) Relative Dichte und B) Härte in Abhängigkeit von der Volumenenergiedichte
Figure 5: A) Relative density and B) Hardness as a function of the volume energy density

Die relative Dichte der Festkörperproben ist in **Bild 5 A)** in Abhängigkeit von der VED dargestellt. Das Parameterfenster zeigt einen signifikanten Anstieg der relativen Dichte mit zunehmendem Energieeintrag. Nach VDI 3405 sind für additiv gefertigte Bauteile eine relative Dichte von mindestens 99 % gefordert [21]. Dieses Kriterium erfüllen die Proben ab einer VED von 12 J/mm^3 und bilden ein Plateau bei einer relativen Dichte von über 99,9 % aus. Die Ergebnisse der Härtemessung sind in **Bild 5 B)** dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass die Proben, die mit 300 W Leistung hergestellt wurden, im Mittel bei identischer VED eine geringere Härte aufweisen als die Proben, die mit einer Strahlleistung von 200 W gefertigt wurden.

5 Diskussion und Zusammenfassung

Über die RFA-Analyse wird eine normierte Messung der relativen Zusammensetzung aufgenommen. Durch die verdampfte Menge an Aluminium ändert sich die relative Zusammensetzung des gemessenen Probenmaterials. Die Vakuumumgebung beeinflusst die Temperatur, die notwendig ist, um den Siedepunkt der Legierungsbestandteile zu erreichen. Die Ergebnisse weisen auf eine Korrelation zwischen der Aluminiumverflüchtigung und der VED hin. Dies bedeutet, dass der Aluminiumgehalt sich bei einer höheren VED stärker reduziert. Dabei ist zwischen der VED von 200 W und der VED von 300 W zu unterscheiden. Die Energiedichte ist zwar gleich, bei 300 W wird diese hingegen in kürzerer Zeit in das Material eingebracht, wodurch höhere Verarbeitungstemperaturen und eine erhöhte Verflüchtigung von Aluminium erzielt werden (**Bild 4**). Dies zeigt sich ebenfalls bei der Analyse der ermittelten relativen Dichte der Probekörper. **Bild 5 A)** zeigt exemplarisch anhand von drei Proben repräsentative Querschliffe für einen zu geringen, einen ausreichenden und einen zu hohen Energieeintrag. Es ist zu erkennen, dass zu wenig Energie mit der großflächigen Ausbildung von Poren einhergeht, die auf nicht verschmolzenes Pulver zurückzuführend sind [15]. Ein zu hoher Energieeintrag hingegen führt zu einer ausgeprägten Welligkeit an der Oberfläche der Probe [15].

6 Ausblick

Die durchgeführte Versuchsreihe zeigt erste Ergebnisse zu der Veränderung elementarer Bestandteile im PBF-EB/M-Prozess und zeigt die Notwendigkeit der Überwachung der Legierungszusammensetzung beim PBF-EB/M-Verfahren auf. Um die Zusammenhänge besser zu verstehen, bedarf es weiterführender Studien, die beispielsweise den Einfluss der Verflüchti-

gung auf die Mikrostruktur, die Elementverteilung im Gefüge und die mechanischen Eigenschaften detailliert untersuchen. Es ist weiterhin notwendig, die Veränderung der chemischen Zusammensetzung an weiteren Stellen der Probe zu messen, um eine Aussage über eine mögliche Richtungsabhängigkeit der Elementverflüchtigung treffen zu können.

Literatur

[1] F. Ostermann, Anwendungstechnologie Aluminium, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.

[2] E. Louvis, P. Fox, and C. J. Sutcliffe, “Selective laser melting of aluminium components,” Journal of Materials Processing Technology, vol. 211, no. 2, pp. 275–284, 2011, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.09.019.

[3] E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane, and K. W. Dalgarno, “A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties,” Progress in Materials Science, vol. 74, pp. 401–477, 2015, doi: 10.1016/j.pmatsci.2015.03.002.

[4] K. Omar Cooke, Aluminium Alloys and Composites: IntechOpen, 2020.

[5] M. M. Collur, A. Paul, and T. Debroy, “Mechanism of alloying element vaporization during laser welding,” MTB, vol. 18, no. 4, pp. 733–740, 1987, doi: 10.1007/BF02672891.

[6] H. Zhao and T. Debroy, “Weld metal composition change during conduction mode laser welding of aluminum alloy 5182,” Metall and Materi Trans B, vol. 32, no. 1, pp. 163–172, 2001, doi: 10.1007/s11663-001-0018-6.

[7] S. Huber, J. Glasschroeder, and M. F. Zaeh, “Analysis of the Metal Vapour during Laser Beam Welding,” Physics Procedia, vol. 12, pp. 712–719, 2011, doi: 10.1016/j.phpro.2011.03.089.

[8] R. Indhu, S. Divya, M. Tak, and S. Soundarapandian, “Microstructure development in Pulsed Laser Welding of Dual Phase Steel to Aluminium Alloy,” Procedia Manufacturing, vol. 26, pp. 495–502, 2018, doi: 10.1016/j.promfg.2018.07.058.

[9] M. Miyagi, H. Wang, R. Yoshida, Y. Kawahito, H. Kawakami, and T. Shoubu, “Effect of alloy element on weld pool dynamics in laser welding of aluminum alloys,” (in eng), Scientific reports, vol. 8, no. 1, p. 12944, 2018, doi: 10.1038/s41598-018-31350-4.

[10] D. Wang, Z. Liu, and W. Liu, “Experimental Measurement of Vacuum Evaporation of Aluminum in Ti-Al, V-Al, Ti6Al4V Alloys by Electron Beam,” Metals, vol. 11, no. 11, p. 1688, 2021, doi: 10.3390/met11111688.

[11] Y. Zhong et al., “Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications,” Journal of Nuclear Materials, vol. 486, pp. 234–245, 2017, doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.12.042.

[12] DIN EN ISO/ASTM 52900:2022-03, Additive Fertigung_- Grundlagen_- Terminologie (ISO/ASTM 52900:2021); Deutsche Fassung EN_ISO/ASTM 52900:2021, Berlin.

[13] C. Körner, “Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting — a review,” International Materials Reviews, vol. 61, no. 5, pp. 361–377, 2016, doi: 10.1080/09506608.2016.1176289.

[14] M. S. Kenevisi and F. Lin, “Dissolution of Al 2 Cu Precipitate in Al2024 Additively Manu-factured by Electron Beam Melting,” Adv Eng Mater, vol. 23, no. 9, p. 2100323, 2021, doi: 10.1002/adem.202100323.

[15] Z. Fu and C. Körner, “Actual state-of-the-art of electron beam powder bed fusion,” European Journal of Materials, vol. 2, no. 1, pp. 54–117, 2022, doi: 10.1080/26889277.2022.2040342.

[16] M. Galati and L. Iuliano, “A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations,” Additive Manufacturing, vol. 19, pp. 1–20, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2017.11.001.

[17] M. Schulze and P. Seidel, Verdampfungsgleichgewicht und Dampfdruck. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2018.

[18] W. J. Sames, “ADDITIVE MANUFACTURING OF INCONEL 718 USING ELECTRON BEAM MELTING: PROCESSING, POST-PROCESSING, & MECHANICAL PROPERTIES,” Disserta-tion, Texas A&M University, 2015.

[19] D. Gu and Y. Shen, “Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods,” Materials & Design, vol. 30, no. 8, pp. 2903–2910, 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2009.01.013.

[20] DIN EN 10027-2:2015-07, Bezeichnungssysteme für Stähle_- Teil_2: Nummernsystem; Deutsche Fassung EN_10027-2:2015, Berlin.

[21] Additive Fertigungsverfahren Strahlschmelzen metallischer Bauteile Qualifizierung, Qualitätssicherung und Nachbearbeitung, VDI 3405 Blatt 2, Verein Deutscher Ingenieure, Aug. 2013.

Elementparameter zur Oberflächencharakterisierung additiv gefertigter Metall-Komponenten

Feature Parameters for Metal Additive Surface Texture Characterization

T. Buchenau, H. Brüning, M. Amkreutz
Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung IFAM, Bremen

Kurzfassung – Additive Fertigungstechnologien (AM) bieten Potenzial für die Entwicklung funktional integrierter Leichtbaukonstruktionen, biomimetischer Strukturen und Materialeinsparungen. Typischerweise sind die Oberflächen im Ur-Zustand (d. h., ohne Nachbearbeitung) durch Pulverpartikelagglomerationen und andere typische Merkmale gekennzeichnet, was zu einer hohen initialen Oberflächenrauheit führt, die einen negativen Einfluss auf die Dauerfestigkeit von Bauteilen hat. Um alle Vorteile der Technologie nutzen zu können, müssen die kritischen Oberflächenmerkmale für die Rissentstehung bei Ermüdungsbeanspruchung identifiziert werden, insbesondere für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt.

Ein erster Schritt zur Verwirklichung dieses Ziels ist die Charakterisierung der Oberflächentextur auf Grundlage der Quantifizierung von Oberflächenmerkmalen mittels Elementparametern.

Ausgewählte Elementparameter werden für drei verschiedene Oberflächenzustände von Aluminiumlegierungsproben aus dem Selektiven Laserstrahlschmelzverfahren (LPBF) ausgewertet und verglichen.

Stichwörter: Additive Fertigung – Selektives Laserstrahlschmelzen - Oberflächentextur - Parameter der Oberflächeneigenschaften

Abstract – Additive manufacturing (AM) technologies show potential for the development of functionally integrated lightweight designs, biomimetic structures and material savings. Typically, as-built surfaces are characterized by powder particle agglomerations and re-entrant features, leading to a high initial surface roughness, which is associated with poor fatigue performance. In order to make use of the full range of advantages with special focus on aerospace applications, critical features for crack initiation when subjected to fatigue loading need to be identified and mitigated.

A first step toward achieving this goal is the surface texture characterization based on the quantification of surface features by means of surface feature parameters.

Selected areal feature parameters are evaluated and compared for three different as-built surface conditions of aluminium alloy samples from laser powder bed fusion (LPBF).

Keywords: Additive Manufacturing – Laser Powder Bed Fusion LPBF – Surface Texture – Surface Features Parameters

1 Einleitung

Die Oberflächen additiv gefertigter (AM) Metallteile aus pulverbasierten Verfahren weisen in der Regel Pulverpartikelagglomerationen und andere typische Merkmale auf, die zu einer hohen Oberflächenrauheit führen und sie deutlich von Oberflächen aus subtraktiven Fertigungsverfahren unterscheiden. Eine angepasste Charakterisierung ist notwendig, um die Qualität der AM-Teile hinsichtlich Beschichtbarkeit, mechanischer Eigenschaften oder Korrosionsbeständigkeit für den Einsatz in der Luft- und Raumfahrt, im Automobilbau, in der Medizin und in anderen industriellen Anwendungen zu beurteilen.

Die Charakterisierung von Oberflächen für AM Bauteile stellt nach wie vor eine Herausforderung dar. In industriellen Qualitätssicherungsprozessen sind noch immer Profilparameter wie Ra (mittlere Rautiefe), Rz (mittlere Maximalhöhe über 5 Einzelmesstrecken) und Rt (maximale Profilhöhe) etabliert, inzwischen gewinnen dort aber auch die entsprechenden flächenhaft ausgewerteten Äquivalente Sa (flächenhafte mittlere Rautiefe, äquivalent zu Ra)

und Sz (maximale Profilhöhe innerhalb der ausgewerteten Fläche, äquivalent zu Rt) zur Bewertung der Oberflächengüte an Bedeutung. Da bei der Ermittlung dieser Parameter aber ausschließlich Höhendifferenzen betrachtet werden, können sehr unterschiedliche Oberflächentexturen identische Kennzahlen aufweisen [1]. Elementparameter bieten hier Potenzial um individuelle Texturformen zu beschreiben und so zum Beispiel mögliche Rissstellen zu identifizieren oder Kontaktflächen zu bestimmen. So kann u. a. auch untersucht werden, inwiefern sich die Form einer Senke (oder anderer Oberflächenelemente) z. B. auf die Rissentstehung und –ausbreitung auswirkt.

In dieser Arbeit werden am Beispiel von drei AlSi7Mg0.6 Oberflächen aus dem Selektiven Laserstrahlschmelzverfahren (*laser powder bed fusion* = LPBF) einige Möglichkeiten und Herausforderungen der neuartigen Charakterisierung mit Elementparametern herausgearbeitet.

2 Experimentelle Details

2.1 Untersuchte Proben

Es wurden drei im LPBF-Verfahren hergestellte Proben aus der Legierung AlSi7Mg0.6 mit unterschiedlichen Oberflächenqualitäten und -merkmalen ausgewählt, nämlich AsB - smooth, AsB - medium und AsB - rough. Die Herstellungsbedingungen auf dem Trumpf TruePrint 1000 LPBF-System sind in **Tabelle 1** aufgeführt. Die Herstellungsparameter unterscheiden sich nur in der Kontur-Scan-Geschwindigkeit, die Druckparameter der Probenkerne sind identisch. Alle untersuchten Proben weisen eine Dichte von mehr als 99 % auf.

Tabelle 1 Prozess Parameter auf der Trumpf TruePrint 1000 Anlage
Table 1 Manufacturing parameters on Trumpf TruePrint 1000

Bulk	Layer thickness [µm]	30
	Hatch distance [mm]	0.12
	Laser power [W]	166
	Pre-sinter [-]	No
	Scan speed [mm/s]	1000
Contour (smooth/ medium/ rough)	Layer thickness [µm]	30
	Hatch distance [mm]	0.12
	Laser power [W]	195
	Pre-sinter [-]	Yes
	Scan speed [mm/s]	300 / 900 / 1200

Die Geometrie der Ermüdungsproben wurde in Anlehnung an ASTM 466-15 mit den folgenden theoretischen geometrischen Spezifikationen entwickelt: Flachprobe mit Gesamthöhe 80 mm, kleinste Querschnittsbreite 6 mm und Dicke 3 mm. **Bild 1** zeigt eine Ermüdungsprobe nach der mechanischen Prüfung mit Angabe der Baurichtung.

Die makroskopische und mikroskopische Sichtprüfung der Proben bestätigt, dass diese tatsächlich Unterschiede in der Oberflächenqualität aufweisen. Unterschiede in Größe und Menge der Partikelagglomerationen sowie Welligkeit sind qualitativ in **Bild 2** zu erkennen.

Für Proben der hier vorgestellten Oberflächenzustände wurden bereits Zugversuche und Dauerschwingversuche (axiale Belastung mit R = 0.1) zur mechanischen Charakterisierung durchgeführt. Ein Teil dieser Ergebnisse wurde in [2] veröffentlicht.

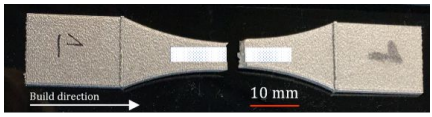


Bild 1: Ermüdungsprobe nach mechanischer Prüfung mit Markierung der gemessenen Fläche
Figure 1: Fatigue specimen after mechanical testing with measured area marking

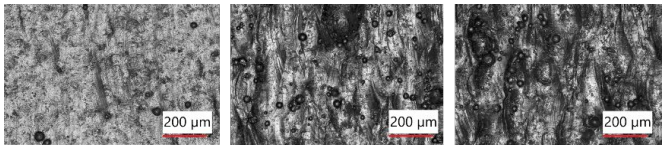


Bild 2: Mikroskopische Aufnahme der untersuchten Oberflächenzustände mit Partikelagglomerationen unterschiedlicher Große und Dichte, v.l.n.r: AsB – smooth, AsB – medium, AsB – rough
Figure 2: Microscopic images of evaluated surface conditions, showing particle agglomerations of different size and quantity: AsB – smooth (left), AsB – medium (middle) and AsB – rough (right)

2.2 Oberflächenmessung

Für die Messung der Oberflächen wurde das Streifenlichtprojektionssystem Keyence VR3200 mit einer lateralen Auflösung von 3,7 µm verwendet. Die Messunsicherheit wird vom Hersteller mit 1 µm auf die Höhenmessung angegeben. Der Messbereich (s. **Bild 1**) ist etwa 3 mm x 20 mm groß und wurde auf den Proben durch vier aufgedruckte Punkte markiert.

2.3 Ausgewählte Parameter zur Oberflächencharakterisierung

Zur Bestimmung von Elementparametern ist zunächst die Segmentierung der betrachteten Oberfläche und anschließendes Zusammenführen kleinerer Elemente durch Wolfbeschneidung notwendig. Dabei werden Täler und Hügel voneinander getrennt und Elemente, die den Prunenschwellwert (i.d.R. angegeben in %Sz) unterschreiten, mit dem nächstgelegenen größeren Element kombiniert, wie veranschaulicht in **Bild 3**. In der ISO 25178 [3] ist für einige Elementparameter der Standard-Schwellwert mit 5 % angegeben. Für detaillierte Informationen wird auf [3-6] verwiesen.

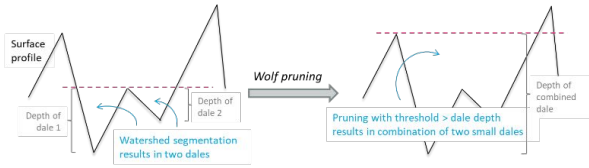


Bild 3: Kombination kleiner Täler durch Wolfbeschneidung
Figure 3: Combination of small dales by Wolf pruning

Es werden in dieser Arbeit Charakteristika von Senken betrachtet, da in Folgearbeiten vor allem der Zusammenhang mit der Dauerfestigkeit thematisiert wird. Die folgenden Elementparameter wurden ausgewählt:

- Svd → Senkendichte in 1/mm²
- Sdd → Mittlere Senkentiefe in µm
- Sded → Mittlerer Senkendurchmesser in mm

2.4 Auswertung der Oberflächendaten

Zur Datenauswertung wurde die Software MountainsMap V9.2 genutzt.

Folgende Filter wurden angewandt: S-Filter = 8 µm, L-Filter = 0.25 mm. Weitere Details zur Datenauswertung werden auf Anfrage gerne von den Autoren zur Verfügung gestellt.

Zusätzlich zu den beschriebenen Elementparametern wurden als weithin bekannte Referenzwerte Sa (arithmetischer Höhenmittelwert) und Sz (maximale Profilhöhe) ausgewertet.

Die Elementparameter wurden jeweils mit den Schwellwerten 5 % Sz und 10 % Sz ausgewertet.

3 Ergebnisse

Tabelle 2 und **Bild 4** zeigen Auswertungsergebnisse gewählter Elementparameter für die drei Proben AsB-smooth, AsB-medium und AsB-rough. Es werden jeweils Werte für die Prunen-schwellwerte 5 % Sz und 10 % Sz gegenübergestellt. Der Fokus liegt hierbei auf Parametern, die Senkeneigenschaften beschreiben, da in zukünftigen Arbeiten die Dauerfestigkeit thematisiert wird, die in Zusammenhang mit Oberflächensenken steht.

Tabelle 2 gibt einen Überblick über die ausgewählten Elementparameter Svd (Senkendichte), Sdd (Mittlere Senkentiefe) und Sded (mittlerer Senkendurchmesser). Als Referenzwerte werden auch die häufig verwendeten Parameter Sa (mittlere Rauhtiefe) und Sz (Maximale Profilhöhendifferenz) angegeben. Rauere Oberflächen weisen i. d. R. höhere Sa- und Sz-Werte auf. Die Sortierung der Proben in **Bild 4** und **Tabelle 2** startet von der am wenigstens rauen Oberfläche AsB-smooth.

Die numerischen Werte der einzelnen Prunenschwellwerte für alle betrachteten Oberflächen sind in **Bild 4** (*oben links*) veranschaulicht, um deren Variabilität zu verdeutlichen, die durch die Unterschiede in den Sz-Werten zustande kommt. Die Werte werden jeweils größer für rauere Oberflächen.

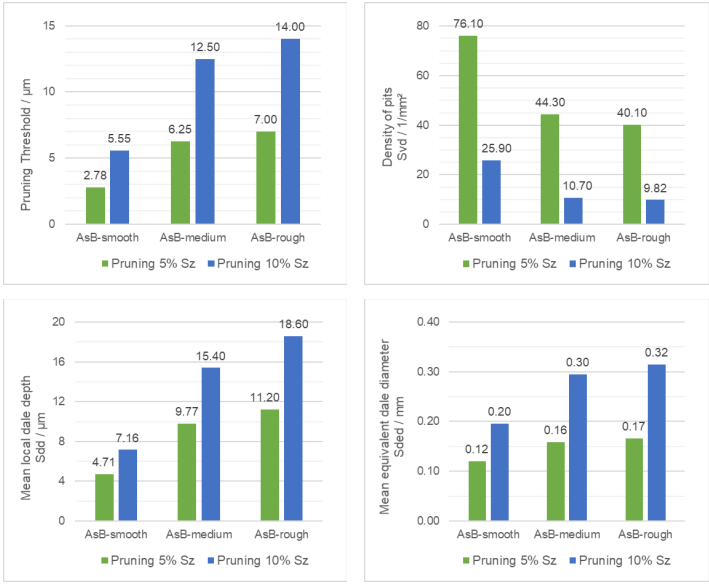


Bild 4: Variation des Prunenschwellwertes (*oben links*), der Senkendichte (Svd, *oben rechts*), der Senkentiefe (Sdd, *unten links*) und des Senkendurchmessers (Sded, *unten rechts*) für drei Oberflächenzustände

Figure 4: Variation of pit density (Svd, *top left*), pruning threshold (*top right*), dale depth (Sdd, *bottom left*) and dale diameter (Sded, *bottom right*) for three surface conditions

Die Senkendichte (Svd, **Bild 4** *oben rechts*) sinkt unter den betrachteten Bedingungen für rauere Oberflächen für beide Prunenschwellwerte (5 % und 10 % Sz), wobei der größere Schwellwert zu kleineren Zahlenwerten führt. Die mittlere Senkentiefe (Sdd, *unten links*) hingegen wird größer für rauere Oberflächen und ist jeweils größer für den größeren Schwellwert. Der mittlere Senkendurchmesser (Sded, *unten rechts*) unterscheidet sich für AsB-medium und AsB-rough bei gleichem Schwellwertprozentsatz kaum und fällt im Vergleich etwas geringer aus für AsB-smooth.

Tabelle 2 Ausgewählte Elementparameter für drei Oberflächenzustände
Table 2 Selected Feature Parameters for three surface conditions

Parameter	**AsB-smooth**		**AsB-medium**		**AsB-rough**	
Sz / µm	55.50		125.00		140.00	
Sa / µm	2.74		4.54		5.49	
Pruning	5% Sz	10% Sz	5% Sz	10% Sz	5% Sz	10% Sz
Pruning / µm	2.78	5.55	6.25	12.50	7.00	14.00
Svd / 1/mm²	76.10	25.90	44.30	10.70	40.10	9.82
Sdd / µm	4.71	7.16	9.77	15.40	11.20	18.60
Sded / mm	0.12	0.20	0.16	0.30	0.17	0.32

4 Diskussion

Die Datenauswertung zeigt, dass vor allem die Oberfläche mit der geringsten Rauheit sich in den betrachteten Elementparametern deutlich von den anderen beiden unterscheidet. Die vergleichsweise große Senkendichte Svd der *AsB-smooth* - Oberfläche kann auf den ersten Blick überraschen, weshalb hier eine genauere Betrachtung nötig ist. Denn werden auch Sdd und Sded, die mittleren Dimensionen der Senken, mitberücksichtigt, wird ersichtlich, dass diese große Anzahl im Vergleich deutlich kleinere Elemente beziffert als bei den raueren Oberflächen.

Bei Letzteren werden solche Elemente, die im Vergleich zur Gesamthöhe Sz klein sind, durch die Anwendung des Schwellwertes zusammengefasst, wodurch sich insgesamt die Senkenanzahl verringert (siehe auch [6], S. 183f.). Bei der Betrachtung von **Bild 2** sind auf der AsB-smooth – Oberfläche beispielsweise deutlich weniger anhaftende Pulverpartikel zu sehen als bei AsB-medium und AsB-rough.

Außerdem zeigt sich im Vergleich der Ergebnisse mit 5 % Sz und 10 % Sz Schwellwert sehr eindeutig dessen großer Einfluss: Die Senkendichte ist um mehr als 2/3 reduziert.

Die Maximalhöhe Sz ist ein Extremwert (der Abstand zwischen tiefstem und höchstem Punkt auf der Oberfläche), der bereits durch einen Ausreißer (z.B. Messartefakt oder für AM: große Pulveranhaftung) stark variiert. Es ist fraglich, wie sinnvoll die Abhängigkeit des Prunenschwellwerts von diesem Wert ist, da der Prozess dazu dienen soll, charakteristische Elemente herauszustellen und eine Über- und Untersegmentierung zu vermeiden. Die Angabe des Schwellwertes ist bei der Verwendung von Elementparametern immer notwendig. Weiterführende Informationen sind in [4] und [5] zu finden.

Der Unterschied zwischen AsB-medium und AsB-rough fällt eher gering aus, mit etwa 10 % für Svd bei 5 % Sz Prunenschwellwert. Für weitere Auswertungen wäre es zum einen interessant, mehrere Proben dieser Oberflächenzustände zu betrachten, um die Eignung der Prunenschwellwerte zu überprüfen. In [2] wurden beispielweise Durchschnittswerte von 7 AsB-medium Proben gebildet und der Sz fiel mit knapp 80 µm deutlich geringer aus (Achtung: Hier wurde die ausgewertete Fläche in 5 Einzelbereiche unterteilt, sodass der Effekt von Ausreißern reduziert wurde). Zum anderen sollten weitere ISO 25178

Elementparameter, die Form und Größe beschreiben, einbezogen werden. Auch die Entwicklung AM-spezifischer Elementparameter würde hier interessante Möglichkeiten bieten.

Insbesondere bei der Ermittlung von Senkeneigenschaften sollte beachtet werden, dass optische Messsysteme, die die Probe ausschließlich in der Draufsicht erfassen, u. U. durch Abschattungen oder Hinterschneidungen keine vollständigen Informationen liefern. µCT-Aufnahmen können eine Alternative sein, allerdings ist die Methode deutlich zeitintensiver und komplexer als beispielsweise Streifenlichtprojektion oder Konfokalmikroskopie [7].

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Elementparameter bieten die Möglichkeit einer Oberflächencharakterisierung unabhängig von Profilmittellinien oder Materialanteilen. Senken und Hügel werden durch Segmentierung und Wolfbeschneidung (Setzen des Prunenschwellwerts) voneinander getrennt, sodass ihre diversen Eigenschaften als Elementparameter bestimmt werden können, und nicht mehr der Abstand von Punkten zur Mittellinie. Außerdem ergibt sich die Möglichkeit, den Einfluss der Form einer Senke (oder anderer Oberflächenelemente) z.B. auf die Rissentstehung und -ausbreitung zu untersuchen.

Die Auswahl eines passenden Schwellwertes kann eine Herausforderung darstellen und dessen Angabe ist zwingend erforderlich um Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten. Außerdem ist es sinnvoll, mehrere Elementeigenschaften bzw. -parameter im Zusammenhang zu betrachten, um z. B. eine große Senkendichte (Svd) entsprechend einzuordnen.

In Zukunft kann insbesondere für die Bewertung von AM-Oberflächen die Definition und Auswertung von prozessspezifischen Topographieelementen, wie z.B. Größe und Dichte anhaftender Pulverpartikel, partikelfreier Oberflächenanteil, Breite von Laserspuren usw., interessant werden. Hier können Elemente in Zusammenhang mit der Oberflächenfunktion gebracht und beispielweise mit mechanischer Performance, Korrosion oder Adhäsionseigenschaften korreliert werden.

Die elementbasierte Auswertung von Hügeln, Senken und zukünftig definierten Elementen, bringt auch neue Anforderungen an die genutzten Messsysteme bezüglich der Darstellung dieser charakteristischen Elemente mit sich [8]. Beispiele hierfür sind die Abbildung von Kugel(-segmenten) bei der Laserkonfokal-Messung [7] oder der Erkennung einzelner Senken bei der Fokusvariationsmessung [9]. Auch Abschattungseffekte und Hinterschneidungen spielen hier eine Rolle.

Zu den in dieser Arbeit betrachteten Proben wurden bereits Dauerschwingversuche durchgeführt [2] und Auswertungen in Zusammenhang mit Elementparametern sind in Vorbereitung.

Danksagung – Dank an den Deutschen Akademischen Austauschdienst DAAD. Diese Arbeit wurde im Rahmen eines Forschungsstipendiums für Doktorand*innen unterstützt.

Literatur

[1] B. Sauer, W. Steinhilper: Konstruktionselemente des Maschinenbaus. Springer Berlin Heidelberg 2016.
[2] T. Buchenau, M. Amkreutz, H. Brüning: Surface texture and high cycle fatigue of as-built metal additive AlSi7Mg0.6. Journal of Additive Manufacturing Technologies(2021).
[3] ISO 25178-2:2022-02-04: Geometric Product Specifications (GPS) - Surface texture: areal - Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters, 2022.
[4] F. Blateyron (2013). The Areal Feature Parameters. In: Leach, R. (Hrsg) Characterisation of Areal Surface Texture. Springer, Berlin, Heidelberg.
[5] S. Lou, L. Pagani, W. Zeng, X. Jiang, P.J. Scott: Watershed segmentation of topographical features on freeform surfaces and its application to additively manufactured surfaces, Precision Engineering 63 (2020),S. 177-186.

[6] X. Jiang, N. Senin, P.J. Scott, F. Blateyron: Feature-based characterisation of surface topography and its application. CIRP Annals 70/2 (2021), S. 681-702.
[7] A. Thompson: Surface texture measurement of metal additively manufactured parts by X-ray computed tomography, University of Nottingham, 2019, S. 104.
[8] N. Senin, L. Blunt (2013). Characterisation of Individual Areal Features. In: Leach, R. (eds) Characterisation of Areal Surface Texture. Springer, Berlin, Heidelberg.
[9] N. Senin, A. Thompson, R. Leach (2017). Characterisation of the topography of metal additive surface features with different measurement technologies. Measurement Science and Technology, 28(9), 095003.

Mechanische Prüfung und Modellierung von LPBF prozessierten TPMS Gitterstrukturen inklusive DIC-Auswertung

Testing and modeling of LPBF processed TPMS lattices including DIC

F. Günther[1, 2, *], M. Wagner[2], S. Schettler[2], S. Pilz[3], A. Gebert[3], M. Zimmermann[1, 2]

[1] Technische Universität Dresden Institut für Werkstoffwissenschaft, Dresden
[2] Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS, Dresden
[3] Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung IWF, Dresden
[*] fabian.guenther@iws.fraunhofer.de

Kurzfassung – Additiv gefertigte (AM) Gitterstrukturen auf Basis dreifach periodischer Minimalflächen (TPMS) werden aktuell wegen ihrer Eigenschaften in zahlreichen Industrieanwendungen genutzt. Trotz des Potentials stellt sich bei den immer komplexeren Designs zunehmend die Frage der Strukturintegrität. Die klassischen Methoden der Werkstoffprüfung sind zur Bemessung von Gittern begrenzt geeignet, so dass innovative Prüfverfahren zu entwickeln sind. Die digitale Bildkorrelation (DIC) gilt als vielversprechender Ansatz, da sie sich in besonderem Maße eignet, die lokalen Deformationsvorgänge an Gittern in situ zu erfassen. In dieser Studie wird die DIC daher eingesetzt, um das Versagen mittels selektivem Laserschmelzen (LPBF) prozessierter TPMS Gitter unter uniaxialer Kompression zu analysieren. Dabei richtet sich der Fokus insbesondere auf die lokal aufgelöste Rekonstruktion des Verformungs- und Schädigungsprozesses. Die Validität der Messergebnisse wird untersucht, indem die Versuche durch die Finite Elemente Methode (FEM) numerisch nachgebildet und mit den Experimenten verglichen werden.

Stichwörter: digitale Bildkorrelation (DIC), dreifach periodische Minimalflächen (TPMS), selektives Laserschmelzen (LPBF), Finite Elemente Methode (FEM), Fertigungsfehler

Abstract – Additively manufactured (AM) lattice structures based on triply periodic minimal surfaces (TPMS) are used in numerous industrial applications due to their excellent properties nowadays. Despite the huge potential, the increasingly complex designs raise the question of structural integrity. The classical experimental methods are of limited suitability for the design of lattice structures, so that innovative techniques have to be developed. Digital image correlation (DIC) is considered a promising approach, since it is particularly well suited to experimentally capture the local deformation processes on lattices. In this study, DIC is therefore used to analyze the failure of TPMS lattices processed by selective laser melting (LPBF) under uniaxial compression. In particular, the focus is on the local reconstruction of the deformation and damage process. The validity of the experimental results is investigated by comparing them with finite element method (FEM) simulations.

Keywords: digital image correlation (DIC), triply periodic minimal surfaces (TPMS), selective laser melting (LPBF), finite element method (FEM), manufacturing defects

1 Einleitung

Additiv gefertigte (AM) Gitterstrukturen erwecken ein steigendes Interesse in Zukunftsbranchen wie dem Leichtbau, der Automobilindustrie und der Medizintechnik. Dies gilt insbesondere für Gitter, die auf dreifach periodischen Minimalflächen (triply periodic minimal surface: TPMS) beruhen, was nicht zuletzt auf ihre ausgezeichneten strukturmechanischen und fluiddynamischen Eigenschaften zurückzuführen ist. Aus diesem Grund adressieren jüngste Studien gezielt die optimale Auslegung, Fertigung und Prüfung von TPMS Gittern [1,2]. Heutzutage erlaubt der additive Herstellungsprozess von Pulverbettverfahren wie dem selektiven Laserschmelzen (laser powder bed fusion: LPBF) TPMS Gitter mit minimalen Stegdicken von wenigen hundert Mikrometer akkurat zu fertigen. Dennoch zeigen sich im Allgemeinen Unstimmigkeiten zwischen den prognostizierten Struktureigenschaften auf Basis der idealen CAD-Geometrie einerseits und den experimentellen Ergebnissen andererseits. Dieser Befund ist primär auf die mit der Fertigung einhergehenden Imperfektionen in der Mikrostruktur

und Mesostruktur zurückzuführen. Letztlich sind solche Fertigungsfehler der maßgebliche Faktor dafür, dass sich das volle Potenzial von TPMS Gittern bisher nicht ausschöpfen lässt [3,4]. Daher bedarf es einer Fokussierung der AM-bezogenen Forschungsarbeit auf die Vorhersage der tatsächlichen Struktureigenschaften. Konkret ist dafür die Struktur-Eigenschafts-Beziehung unter Berücksichtigung prozessbedingter Imperfektionen zu analysieren. In diesem Kontext sind die klassischen Methoden der mechanischen Charakterisierung mittels Kraft-Weg-Daten lediglich begrenzt nutzbar, da sie ausschließlich das globale Verhalten widerspiegeln. Optische Prüfverfahren wie die digitale Bildkorrelation (digital image correlation: DIC) ermöglichen dagegen Einblicke in das lokale Deformationsverhalten [5]. Auf diese Weise lassen sich die substantiellen Erfordernisse zur sicheren Bemessung, optimalen Auslegung und schließlich der numerischen Rekonstruktion erbringen.

2 Methoden

2.1 Probenherstellung

Generelles zur Modellierung von TPMS Gittern lässt sich den Vorarbeiten [2,8] entnehmen. Die in dieser Studie untersuchten Strukturen basierten auf den beiden TPMS Typen Schoen Gyroid und Schoen I-WP, und wurden als network-Konfiguration ausgelegt. 8x8x8 Einheitszellen der Größe (5 mm)³ umfassten die Gitter und der Zielwert des relativen Volumens betrug 0,1. Zur gleichmäßigen Belastung wurden die Gitter an Ober- und Unterseite jeweils um 3 mm starke Platten erweitert (vgl. **Bild 1**). Für beide TPMS Typen wurden jeweils drei Proben in stehender Ausrichtung mittels LPBF von der bkl 3d GmbH aus der Aluminiumlegierung Al-Si-10Mg gefertigt. Nachbehandlungen wurden nicht durchgeführt.

2.2 Untersuchungsmethoden

Mithilfe Digitalbildaufnahmen wurden die Gitter zunächst zerstörungsfrei untersucht, bevor zur mechanischen Charakterisierung uniaxiale Kompressionstests erfolgten. Eine mit einem 50 mm N50 Objektiv ausgestattete Sony nex 5r Kamera lieferte das Bildmaterial und die Druckversuche wurden an einem Universalprüfstand der Hegewald & Peschke GmbH durchgeführt. Bei den Versuchen wurde eine 50 kN Kraftmessdose sowie eine weggeregelte Belastung mit konstanter Verschiebungsrate von 0,1667 mm/s verwendet. Zusätzlich zu den Kraft-Traversenweg-Daten wurde jeweils eine Gitterseitenfläche während der Versuche von einer Nikon D7100 Kamera gefilmt. Diese war mit einem SIGMA DG Macro HSM 105 mm Tele-Objektiv der Firma Sigma Corporation ausgerüstet. Zur bildgebenden Auswertung der vertikalen technischen Dehnungsverteilung mittels DIC diente die Software VEDDAC 7 der Chemnitzer Werkstoffmechanik GmbH. Die Bestimmung der technischen Spannung und Dehnung bezieht sich auf die Ausgangsmaße des Gitters von 40 mm x 40 mm x 40 mm. Für die Parametrisierung des elastoplastischen Materialmodells (vgl. [7]) in der FE Software Pam-Crash (ESI Group) wurden fünf uniaxiale quasistatische Zugversuche angestellt.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Gittermorphologie

Gemäß der visuellen Begutachtung ist die spezifische TPMS Morphologie bei allen sechs Gittern gut wiedergegeben. Dennoch treten morphologische Imperfektionen auf, was insbesondere den Rand der Gitter betrifft: Neben einer verstärkten Formabweichung fehlen partiell Strukturmerkmale wie Stege und Knoten. In **Bild 1** lässt sich dieses Phänomen für beide TPMS Typen erkennen. Zurückzuführen ist der Befund auf die fehlende Stützwirkung beim schichtweisen Fertigungsprozess im Außenbereich. Der Vergleich beider TPMS Typen zeigt weiterhin, dass sowohl die Defektqualität als auch die Defektquantität bei den I-WP Gittern im Vergleich zu den Gyroid Gittern zunimmt. Damit kann ein unmittelbarer Zusammenhang zwischen der Gittermorphologie und der Fertigbarkeit konstatiert werden. Da die Dimensionen wie die minimale Stegdicke bei allen Proben vergleichbar sind, kann die Aussage präzi-

siert werden: Das Ausmaß an Überhang innerhalb eines Gitters bedingt die additive Prozessierbarkeit. Als groben Richtwert, ab dem eine Fläche fertigungstechnisch kritisch ist, ergeben eigene Arbeiten [2,6] wie auch die Literatur [1,4] einen Überhangswinkel von über 45°.

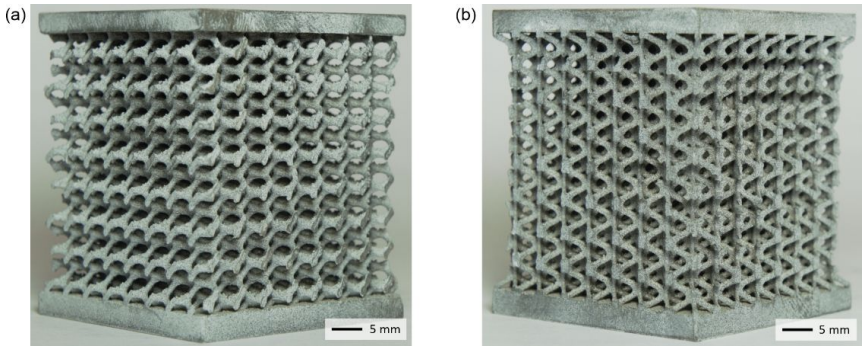


Bild 1: 8x8x8 TPMS Gitter mit 5 mm Zellgröße und 0,1 relativem Volumen: (a) Gyroid, (b) I-WP.
Figure 1: 8x8x8 TPMS lattices with 5 mm unit cell size and 0.1 volume fraction: (a) Gyroid, (b) I-WP.

Anhand der Nahaufnahmen links in **Bild 2** können umfassendere Untersuchungen angestellt werden. Einerseits sind stochastisch verteilte Pulverpartikel und Materialanhaftungen auf den Oberflächen der gefertigten Gitter ersichtlich. Andererseits weisen die Strukturen systematische Formabweichungen auf, ein Umstand, der sich unter anderem in einer reduzierten Porengröße im Vergleich zum idealen Zustand ausdrückt. Die Porengröße bezeichnet hier den maximalen Kugeldurchmesser, mit dem ein Partikel die Struktur passieren kann. Wie die grünen Hilfskreise in **Bild 2** belegen, ist die Porengröße beim realen Gyroid Gitter um etwa 7,5 % bezüglich der Idealisierung vermindert. Für das I-WP Gitter erhöht sich der Wert auf 16,9 %.

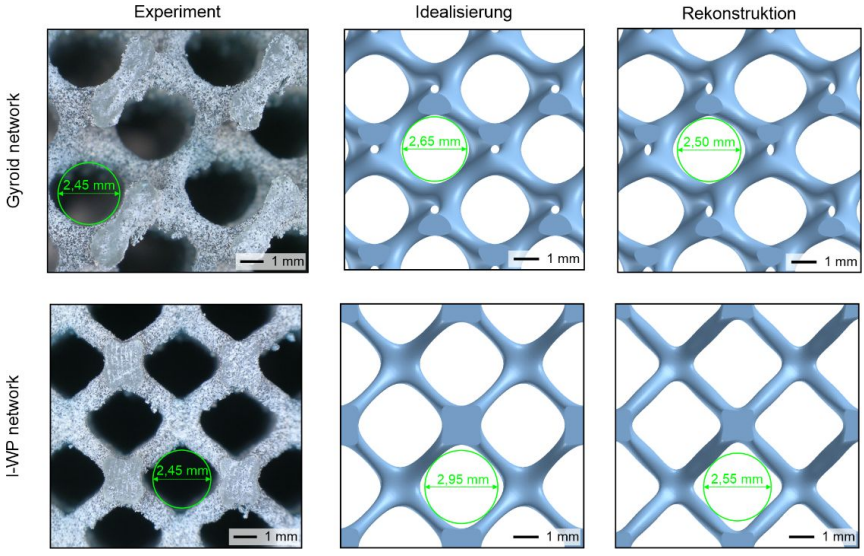


Bild 2: Nahaufnahmen von TPMS Gittern im realen, idealen und rekonstruierten Zustand.
Figure 2: Close-ups of TPMS lattices in real, ideal and reconstructed state.

Ursächlich für diesen Befund ist primär die Homogenisierung der Stegdurchmesser, bei der theoretische Durchmesserverjüngungen effektiv nicht abgebildet werden. Es steht zu erwarten, dass sich die Soll-Ist-Abweichung unmittelbar auf die strukturmechanischen Kennziffern wie Steifigkeit und Festigkeit niederschlägt. Zur eingehenderen Analyse mittel FEM wurden die idealen Modelle (**Bild 2**, Mitte) daher um rekonstruierte ergänzt (**Bild 2**, rechts). Das Ziel der Rekonstruktion besteht darin, die wesentlichen visuell erfassten Merkmale der as-built Morphologie zu mimen. Durch Modifizierung der Materialverteilung werden dafür die Maße der Stege und Knoten gezielt an die Vorgabe angepasst, ohne den relativen Volumenanteil zu verändern.

3.2 Mechanische Kompressionseigenschaften

Bild 3 beinhaltet die technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven der experimentellen und numerischen uniaxialen Kompressionsversuche. Mit Blick zunächst auf die experimentellen Ergebnisse kann für beide TPMS Typen aufgrund der geringen Streuung eine gute Reproduzierbarkeit konstatiert werden. Weiterhin ist für beide Typen ein ausgeprägter plastischer Deformationsbereich mit annähernd konstanter Plateauspannung feststellbar. Konkret lassen sich die Proben 50 % technisch verformen, ohne dass Versagen oder massive exponentielle Spannungszunahme eintritt. Dieser Befund ist insbesondere durch die hervorragenden Verformungseigenschaften von TPMS basierten Gittern zu begründen, bei denen im Kompressionsversuch die Verdichtung (engl. densification) verhältnismäßig spät initiiert. Entscheidend ist dabei die homogene Materialverteilung und die gekrümmte Oberfläche von TPMS Gittern: Beides trägt signifikant zur Verminderung von lokalen Spannungsspitzen im Vergleich zu konventionellen Fachwerkgittern bei. Auch die Duktilität von Al-Si-10Mg mit einer Zugbruchdehnung von ca. 8,1 % wirkt sich positiv auf das Dehnungsverhalten aus. Der moderat unterschiedliche Spannungs-Dehnungs-Verlauf zwischen **Bild 3**(a) und (b) ist ein Indiz dafür, dass die Verformungsmoden von Gyroid und I-WP Gitter unter Kompression unterschiedlich sind. Dies wird in Abschnitt 3.2 mittels DIC Auswertung eingehender untersucht.

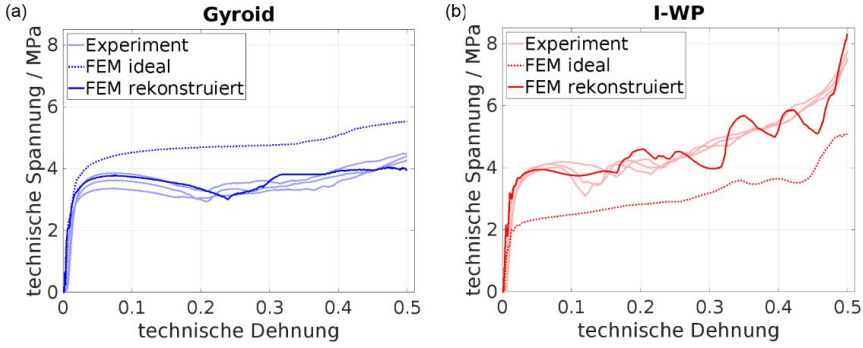


Bild 3: Experimentelle und numerische technische Spannungs-Dehnungs-Kurven.
Figure 3: Experimental and numerical technical stress-strain curves.

Die numerischen Ergebnisse der idealisierten Gitter in **Bild 3** sind mit erheblichen Abweichungen zu den experimentell erhobenen Kurven behaftet. Der Befund ist die strukturmechanische Konsequenz der in Abschnitt 3.1 beobachteten Soll-Ist-Abweichung. Bemerkenswert ist, dass fertigungsbedingte Imperfektionen nicht zwangsläufig mit mechanischer De-

gradation einhergehen: Zwar kommt es mit dem idealisierten Modell des Gyroid Gitters zu einer massiven Überschätzung der realen Steifigkeit und Festigkeit (vgl. **Bild 3**(a)), doch zeigt sich Konträres beim I-WP Gitter (vgl. **Bild 3**(b)). Anhand der numerischen Untersuchungen ließ sich der heterogene Stabdurchmesser beim I-WP Gitter (vgl. **Bild 2**) als maßgeblicher Faktor dafür identifizieren. Daher bekunden die Ergebnisse der as-built Rekonstruktionen mit den angepassten Stegen weitestgehend gute Übereinstimmung mit den Experimenten (vgl. **Bild 3**).

3.3 Digitale Bildkorrelation

Wurde bisher das globale Kompressionsverhalten analysiert, adressiert die nachfolgende Untersuchung das lokale Deformations- und Schädigungsverhalten. In **Bild 4** finden sich die DIC Auswertungen beider TPMS Typen jeweils anhand einer Probe exemplifiziert. Da sich stets ein nahezu identisches Dehnungsmuster in allen drei Proben je TPMS Typ zeigte, sind die selektiven Ergebnisse repräsentativ. Die vertikale technische Dehnungskomponente der DIC wird zur Bewertung des räumlichen Verformungsprozesses verwendet, indem FE-Simulationen mit ihr validiert werden und dann der 3D-Dehnungszustand abgeschätzt wird.

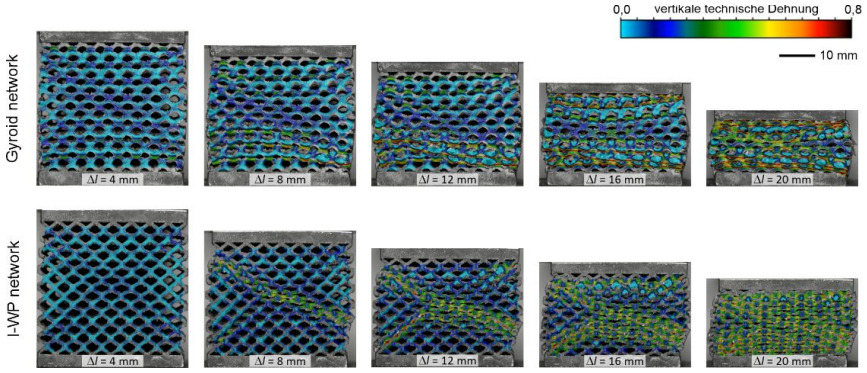


Bild 4: Vertikale technische Dehnung ausgewertet mittels DIC für TPMS Gitter im Druckversuch.
Figure 4: Vertical technical strain evaluated by DIC for TPMS lattices in compression test.

Das Gyroid Gitter ist von einem schichtweisen Versagensmechanismus geprägt. Dies kommt bereits in der prädisruptiven vertikalen technischen Dehnungsverteilung bei $\Delta l = 4$ mm zum Ausdruck: Die primär vertikale Dependenz der Dehnung ist ein Hinweis dafür, dass die orthogonal zur Lastrichtung orientierten horizontalen Gitterebenen quasi-simultan verformen. Hierbei zeigen sich signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Gitterebenen. Zum Beispiel weist die unterste Stegebene bei $\Delta l = 4$ eine vertikale technische Dehnung von etwa 30 % auf, wohingegen andere Ebenen nahezu verformungsfrei sind. Mit zunehmender aufgeprägter Verschiebung Δl steigen zwar die Dehnungen im gesamten Gitter, doch bleibt die lokale Differenzierung qualitativ erhalten. Wenn die meistbeanspruchte Ebene etwa 60 % vertikale technische Dehnung bei $\Delta l = 8$ mm globaler Verschiebung erreicht, initiiert der lokal begrenzte Kollaps. Während des weiteren Kompressionsfortgangs versagen sukzessiv die weiteren Ebenen, wobei die Reihenfolge keiner festen Ordnung folgt, sondern der fertigungsbedingten Defektstochastik unterliegt. Weiterhin kann hervorgehoben werden, dass jeweils die horizontal orientierten Gitterpartien der Ort des Versagens sind. Der Befund ist durch die aufgeprägte Vertikalbelastung begründbar, die in den horizontalen Stegen einen multiaxialen Spannungszustand verursacht. Konkret ließ sich durch FE Simulationen nachweisen, dass in horizontal ausgerichteten Stegen der Spannungszustand von Biege- und Scherbeanspruchung dominiert wird. In den übrigen Bereichen liegt dagegen pri-

mär weniger versagenskritische Druckspannung vor. Der Versagenshergang schlägt sich letztlich unmittelbar in der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve nieder (vgl. **Bild 3**(a)). Da keine substantiellen Unterschiede zwischen den einzelnen Gitterebenen vorliegen, zeigt sich über einen weiten Deformationsbereich ein quasi-konstanter Kurvenverlauf. Erst wenn das sukzessive Kollabieren der horizontalen Gitterebenen abgeschlossen ist, steigt die Spannung exponentiell an.
Beim I-WP Gitter kommt dagegen ein vollkommen anderer Versagensmechanismus zum Tragen: Da die Stege diagonal verlaufen, wird die äußere Vertikallast hier axial im 45° Winkel durchs Gitter geleitet (vgl. **Bild 4** für Δl = 4 mm). Entsprechend dominieren die Druckanteile den Spannungszustand. Beim anschließenden Schädigungsprozess gleiten partiell Gitterebenen unter Bildung scherbandähnlicher Dehnungszonen im 45° Winkel ab. Dieser Vorgang beginnt in den Gittern auf den drei Hauptdiagonalebenen und setzt sich dann sukzessiv in den angrenzenden Diagonalebenen fort. Neben den x-förmigen Scherbändern ist die sich orthogonal zur eigentlichen Kompression ereignende Deformation für das I-WP Gitter charakteristisch. Dies ist unten in **Bild 4** anhand der Horizontalverschiebung der Gitterunterseite gegenüber der Oberseite erkennbar. Die primäre Druckspannung im I-WP Gitter äußert sich in der technischen Spannungs-Dehnungs-Kurve in **Bild 3** durch die größere Plateauspannung ab 5 % technischer Dehnung verglichen mit dem multiaxial beanspruchten Gyroid Gitter. Zudem zeigen sich über den gesamten plastischen Dehnungsbereich Verfestigungseffekte, die mit steigendem Kompressionsfortschritt zunehmen. Im Hinblick auf die DIC Auswertung lässt sich dieses Phänomen in Analogie zur Kristallplastizität durch Sättigungseffekte erklären: Die Behinderung der Bewegungsfreiheit von noch unbeschädigten Nebendiagonalebenen durch bereits abgeglittene Ebenen geht effektiv mit struktureller Versteifung einher.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die vorliegende Arbeit unterstreicht die Bedeutung innovativer Methoden für die Werkstoffprüfung. Konkret lieferte die digitale Bildkorrelation wertvolle Einblicke in lokale Deformations- und Schädigungsvorgänge LPBF-prozessierter TPMS Gitterstrukturen während uniaxialer Kompression. Insbesondere konnte der unmittelbare Einfluss von mesoskopischen Fertigungsfehlern auf die Strukturintegrität nachgewiesen werden. Durch gezielte Berücksichtigung von Imperfektionen in den FE Simulationen gelang die numerische Rekonstruktion der experimentellen Ergebnisse. Limitiert wird das vielversprechende Potential der DIC durch die mit der Probengröße einhergehende Bildauflösung sowie die Abhängigkeit der visuellen Zugänglichkeit. Ersteres lässt sich mittels höherwertigerer Objekte adressieren und für letzteres könnte zukünftig die Kopplung von DIC und FEM zunehmend ein probates Mittel darstellen.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung im Rahmen der Projekte ZI 1006/16-1 und GE/1106/12-1 (Nr. 419952351). Außerdem wird P. Lepper für die Unterstützung bei den mechanischen Experimenten gedankt.

Literatur

[1] O. Al-Ketan et al., Multifunctional Mechanical Metamaterials Based on Triply Periodic Minimal Surface Lattices, Adv. Eng. Mater. 21 (2019) 1900524.

[2] F. Günther et al., Design procedure for triply periodic minimal surface based biomimetic scaffolds, J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 126 (2022) 104871.

[3] R. Wauthle et al., Effects of build orientation and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V lattice structures, A. M. 5 (2015) 77–84.

[4] S. Liu et al., AM of Ti6Al4V alloy: A review, Materials & Design 164 (2019) 107552.

[5] F. Brenne et al., Additively manufactured cellular structures: Impact of microstructure and local strains on the monotonic and cyclic behavior under uniaxial and bending load, Journal of Materials Processing Technology 213 (2013) 1558–1564.

[6] S. Pilz et al., Controlling the Young's modulus of a ß-type Ti-Nb alloy via strong texturing by LPBF, Materials & Design 216 (2022) 110516.

[7] F. Günther et al., Structure-property relationships of imperfect additively manufactured lattices based on triply periodic minimal surfaces, Materials & Design 222 (2022) 111036.

[8] F. Günther et al., MATLAB script for generating lattices based on triply periodic minimal surfaces (TPMS) in STL file format, Zenodo, 2022.

Methodik zur mechanischen Charakterisierung additiv gefertigter Bauteile als Funktion der Ausrichtung während des Bauprozesses und den daraus resultierenden Oberflächeneigenschaften (CharAM)

Methodology for the mechanical characterisation of additively manufactured components as a function of the alignment during the manufacturing process and the resulting surface properties (CharAM)

U. Scheithauer[1]*, M. Staudacher[2], D. Brouczek[3], H. Schmid[4], E. Schwarzer-Fischer[1], N. Lorenz[1], S. Scholz[1], M. Reichel[1], T. Lube[2], M. Schwentenwein[3]
[1] Fraunhofer Institut für keramische Technologien und Systeme, Dresden, Deutschland
[2] Montanuniversität Leoben, Leoben, Österreich
[3] Lithoz GmbH, Wien, Österreich

Kurzfassung – Additive Manufacturing (AM)-Technologien sind werkzeuglose Fertigungsverfahren, die die Freiheit bei der Bauteilgestaltung erhöhen. Allerdings stellen diese neuen Technologien auch neue Herausforderungen dar, z. B. hinsichtlich der mechanischen Charakterisierung von filigranen Strukturbauteilen sowie die Berücksichtigung AM-spezifischer Eigenschaften, wie z. B. die durch den schichtweisen Herstellungsprozess entstehenden kaskadierenden Oberflächen.

Eine neue Charakterisierungsmethode, die auf einem einseitig fixierten Biegebalken mit variiertem Querschnitt basiert, reduziert den Aufwand für die Herstellung und Charakterisierung einer großen Anzahl von Prüfkörpern. Darüber hinaus können Unterschiede in der Oberflächenqualität, die sich aus unterschiedlichen Orientierungen der Bauteile im Bauvolumen ergeben, simuliert und berücksichtigt werden.

Erste Versuche zeigten, dass die Ausrichtung der Stäbe beim Herstellungsprozess einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Aktuell erfolgt die Validierung der Methodik mittels eines Ringversuches mit 6 Partnern.

Stichwörter: Additive Fertigung, Keramik, Vat Photopolymerization, Biegespannung, Ringversuch

Abstract – Additive manufacturing (AM) technologies are tool-free manufacturing processes that increase freedom in component design. However, these new technologies also present new challenges, e.g. with regard to the mechanical characterisation of filigree structural components as well as the consideration of AM-specific properties, such as the cascading surfaces created by the layer-by-layer manufacturing process.

A new characterisation method based on a unilaterally fixed bending bar with a varied cross-section reduces the effort required to manufacture and characterise a large number of test specimens. Furthermore, differences in surface quality resulting from different orientations of the components in the building volume can be simulated and taken into account.

Initial tests showed that the orientation of the bars during the manufacturing process has a significant influence on the mechanical properties. The methodology is currently being validated by means of a round robin test with 6 partners.

Keywords: Additive Manufacturing, ceramic, Vat Photopolymerization, bending stress, round robin

1 Einleitung

Keramische Werkstoffe werden dort eingesetzt, wo andere Werkstoffe versagen. Hochleistungskeramiken gelten als wichtige Werkstoffe, die Kombinationen von Eigenschaften aufweisen, die in anderen Werkstoffklassen nicht erreicht werden können. Sie zeichnen sich durch eine sehr hohe thermische, chemische und mechanische Beständigkeit aus und ha-

ben in der Regel auch eine geringere Dichte als Metalle. Diese Eigenschaften prädestinieren Keramiken für viele verschiedene Anwendungen.

Dass sich Keramik dennoch nur in bestimmten Bereichen durchsetzen konnte, liegt vor allem an der aufwendigen Nachbearbeitung dieser harten und oft spröden Werkstoffe, die die Realisierung geometrisch komplexer Bauteile erschwert. Komplexe Geometrien sind jedoch unabdingbar, um keramische Bauteile zu funktionalisieren und zu miniaturisieren, wie es bei anderen Werkstoffklassen üblich ist, und so eine breite Anwendung zu finden.

Die Adaption von additiven Fertigungstechnologien (Additive Manufacturing, AM) für keramische Werkstoffe ermöglicht eine noch nie dagewesene geometrische Komplexität der Produkte und stellt damit ein „Game Changer“ dar. Komplexe keramische Bauteile können nun wirtschaftlich hergestellt werden, wobei die Nachbearbeitung reduziert wird oder sogar ganz entfällt. Zudem sind keramische Bauteile erstmals eine echte Alternative zu Polymer- und Metallbauteilen, insbesondere für Anwendungen in rauen Umgebungen.

Allerdings stellen diese neuen Technologien auch neue Herausforderungen dar, z. B. hinsichtlich der mechanischen Charakterisierung von filigranen Strukturbauteilen, die bisher nicht hergestellt werden konnten. **Bild 1,** links, zeigt eine keramische Mischerstruktur, die aus drei verschiedenen Fluidsystemen, die dreidimensional ineinander verwoben sind, besteht. Zwei sind dabei miteinander über kleine Löcher (Durchmesser 250 µm) in den Wänden miteinander verbunden, das hermetisch davon abgetrennte dritte Volumen erlaubt eine Temperierung des Mischvorganges. Die Innenwände sind dabei in die verschiedensten Richtungen orientiert, komplex geformt und weisen sehr geringe Wandstärken (300 µm) auf.

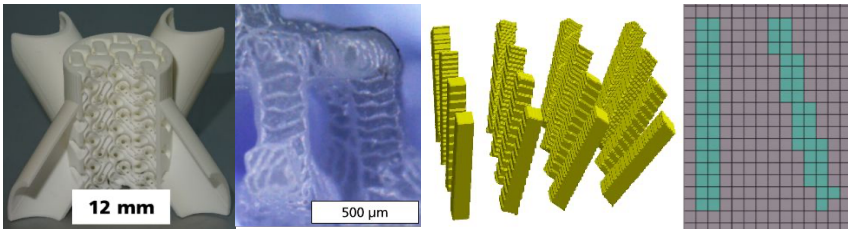


Bild 1: AM-Bauteile und deren typische Oberflächentopologien. Keramischer Mischer mit integrierter Temperierung (links), lichtmikroskopische Aufnahme von ZrO_2-Bauteilen (Mitte, links), CAD-Rendering von unterschiedlich orientierten Stäben (Mitte, rechts) und Schema zum pixelbasierten Belichtungsvorgang mittel DLP-Modul (rechts).

Figure 1: AM components and their typical surface topologies. Ceramic mixer with integrated tempering (left), light microscope image of ZrO2 components (centre, left), CAD rendering of differently oriented rods (centre, right) and scheme for pixel-based exposure process using DLP module (right).

Eine besondere Herausforderung ist die Berücksichtigung AM-spezifischer Eigenschaften, wie z. B. die durch den schichtweisen Herstellungsprozess entstehenden kaskadierenden Oberflächen (**Bild 1**, Mitte links). Vergleichbare Oberflächen entstehen auch, wenn die Verfestigung der Materialien beim Herstellungsprozess z. B. durch die selektive Bestrahlung mit Licht über ein Digital Light Processing (DLP)-Modul erfolgt. Diese aus hochwertigen Beamern bekannten Systeme können für jedes einzelne Pixel entscheiden, ob dieses belichtet werden soll oder nicht. Bei der Generierung von Strukturen, deren äußere Kanten nicht zu den Pixelrändern ausgerichtet sind, entscheidet die Slicing-Software, ob das Pixel belichtet wird oder nicht. Auch dadurch können treppenartige Oberflächen entstehen (**Bild 1**, rechts). Welche Oberflächenstrukturen entstehen, wenn sich beide Prozesse überlagern, ist schematisch in **Bild 1**, Mitte rechts dargestellt. Dort sind 16 Stäbchen zu sehen, wobei nur das erste Stäbchen links vorn senkrecht beim Bauprozess ausgerichtet ist, während die Stäbchen nach rechts und hinten um jeweils 15°, 30° bzw. 45° geneigt sind. Entstanden ist die Abbildung durch die Kombination der einzelnen Belichtungsbildern, denen jeweils eine Dicke von 25 µm zugeordnet wurde, die auch bei der Fertigung verwendet wurde.

Gerade für die sehr spröden keramischen Werkstoffe stellt die Oberflächentopologie einen wesentlichen Einflussfaktor für das mechanische Verhalten dar. Zudem ist die Bruchwahrscheinlichkeit von dem belasteten Volumen abhängig. Typischerweise wird das mechanische Verhalten keramischer Bauteile mittels Biegeprüfung charakterisiert. Die z. B. beim 4-Punkt-Biegeversuch verwendeten Biegebruchstäbchen weisen aber oftmals ein viel größeres Prüfvolumen auf als das belastete Volumen in den AM-Bauteilen. Zudem ist es unüblich, Prüfkörper mit strukturierter Oberfläche zu prüfen. Oftmals werden die Oberflächen sogar überschliffen, um den Einfluss der Oberfläche zu reduzieren. Mit diesen Methoden werden Werkstoffkenndaten ermittelt und keine bauteil- bzw. geometriespezifischen Daten als Funktion der realen Oberfläche, wie sie in AM-Bauteilen auf unterschiedlichste Weise vorkommt.

All diese Herausforderungen haben uns motiviert, eine alternative Prüfmethode zu entwickeln, die zudem den Aufwand an Zeit und Material bei der Herstellung bzw. Charakterisierung der Prüfkörper reduziert.

2 CharAM-Prüfmethodik

2.1 Vorüberlegung

Um unterschiedliche Oberflächentopologien auf der Prüfkörperoberfläche während des Fertigungsprozesses realisieren zu können, ist es notwendig, dass der Prüfkörper quasi frei auf der Bauplattform angeordnet werden kann. Zudem muss eine Fixierung bzw. sichere Lagerung des Prüfkörpers während der Krafteinleitung sichergestellt werden. Aus diesen beiden Anforderungen entstand das Konzept, mit einem einseitig eingespannten Biegestab zu arbeiten. Auf einer Grundplatte fixiert, kann am oberen Ende die Krafteinleitung erfolgen, während in dem Bereich dazwischen durch die Ausrichtung der Grundplatte jede beliebige Orientierung der Prüfbereichsoberfläche erfolgen kann. Die Grundplatte macht es zudem möglich, eine Vielzahl von Prüfkörpern nebeneinander anzuordnen und somit das Probenhandling während der Herstellung und der Charakterisierung zu vereinfachen.

Die Herausforderung besteht allerding darin, dass das Biegemoment M_b mit zunehmendem Abstand x vom Punkt, an dem die Kraft F eingeleitet wird, zunimmt.

$$M_b = F * x \tag{1}$$

Um einen Bereich mit konstanter Biegespannung zu realisieren, muss dieser Zuwachs des Biegemomentes durch einen Zuwachs des Widerstandsmomentes w_b in der gleichen Höhe kompensiert werden.

$$\sigma_b = \frac{M_b}{w_b} \tag{2}$$

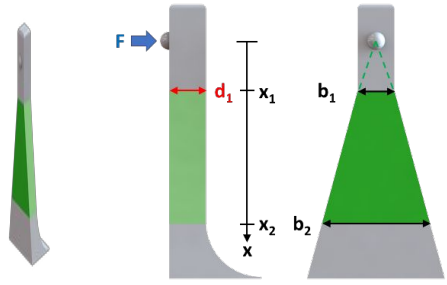


Bild 2: Schema des CharAM-Prüfkörpers mit Bereich einer konstanten maximalen Biegespannung (dunkelgrün) inklusive halbkugelförmigen Punkt für die Krafteinleitung: dreidimensionale Darstellung (links) sowie Darstellung der relevanten Abmaße (rechts).

Figure 2: Scheme of the CharAM specimen with area of constant maximum bending stress (dark green) including hemispherical point for force application: three-dimensional representation (left) as well as representation of the relevant dimensions (right).

Bild 2 zeigt ein Schema einer Prüfkörpergeometrie, die diesen Anforderungen gerecht wird. Durch die lineare Zunahme der Breite b, einer konstanten Dicke d sowie der Einleitung der Kraft F im Schnittpunkt der seitlichen Flanken, ist die maximale Biegespannung im grünen Bereich konstant.

$$\frac{b}{x}=\frac{b_1}{x_1} \tag{3}$$

$$\sigma_{b,max}=\frac{F*x}{\frac{b*d_1^3}{12}*2}=\frac{6*F*x}{\frac{b_1*x*d_1^2}{x_1}}=\frac{6*F*x_1}{b_1*d_1^2}=const \tag{4}$$

In dem darunterliegenden Bereich nimmt die Dicke zu, wodurch das Flächenträgheitsmoment stark vergrößert und demzufolge die maximale Biegespannung reduziert wird. Und auch in dem Bereich darüber sinkt die Biegespannung infolge des konstanten Querschnittes und Widerstandmomentes bei abnehmendem Biegemoment.

2.2 Umsetzung

Für die Herstellung der Prüfplatten mit den darauf angeordneten Prüfkörpern wurden Anlagen (u. a. CeraFab 7500 und CeraFab 8500) und Suspensionen (Lithalox 350) der Fa. Lithoz, Wien, Österreich verwendet. In diesen Anlagen ist das Vat Photopolymisation-Verfahren (CerAM VPP) umgesetzt, bei dem eine selektive Belichtung der photosensitiven partikelgefüllten Suspensionen mittels DLP-Modul erfolgt.

In **Bild 3** sind gesinterte Prüfplatten abgebildet, die jeweils 48 Prüfkörper tragen. Durch die kompakte Anordnung sind eine schnelle und ressourcenschonende Fertigung sowie ein unkompliziertes Handling möglich. An die Prüfplatte können verschiedene Supportstrukturen ergänzt werden, so dass die Prüfplatte eine definierte Neigung zur Bauplattform aufweist, die der Neigung der Prüfkörper zur vertikalen Achse entspricht. Dadurch können die unterschiedlichen Oberflächenstrukturen realisiert werden.

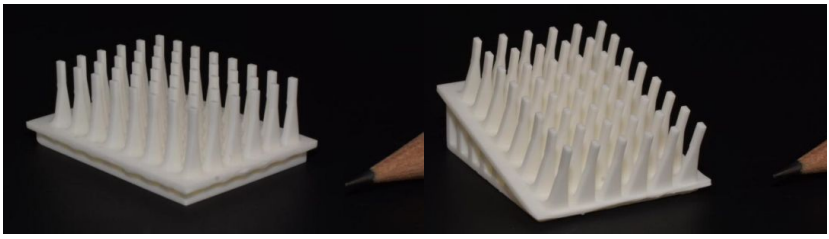


Bild 3: CharAM-Prüfplatten mit jeweils 48 Prüfstäben mit 0° Neigung (links) und 15° Neigung (rechts).
Figure 3: CharAM test plates with 48 test bars each with 0° inclination (left) and 15° inclination (right).

Für die mechanische Charakterisierung werden die Prüfplatten horizontal eingespannt. Die Krafteinleitung erfolgt mittels eines horizontal bewegten Schermeißels. Der halbkugelförmige Aufsatz am Kopf des Prüfkörpers stellt dabei sicher, dass die Kraft immer im Schnittpunkt der seitlichen Flanken der Prüfkörper erfolgt (**Bild 2**).

Im Rahmen des CharAM-Projektes stehen verschiedene Schertester zur Verfügung, die eine Fixierung der Prüfplatten im horizontalen Zustand sowie ein Verfahren des Schermeißels mit einer definierten Prüfgeschwindigkeit und die Messung der Kraft im Schermeißel er-

möglichen (**Bild 4**). Die Prüfung kann dabei automatisiert erfolgen, so dass zumindest die Prüfkörper einer Reihe hintereinander automatisch geprüft werden.

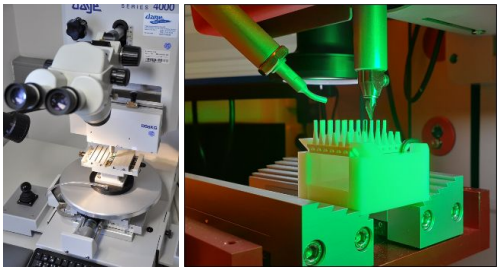


Bild 4: DAGE-Schertester (links) sowie Detailaufnahme der Prüfplattenhalterung und Schermeißel in einer Anlage der Fa. XYZtec (rechts).
Figure 4: DAGE shear tester (left) and close-up of the test plate holder and shear blade in a system from XYZtec (right).

Um im Nachgang der Prüfung eine Analyse beider Bruchflächen für jeden einzelnen Prüfkörper zu ermöglichen, wurde an den Prüfkörperköpfen ein Binärcode angebracht, der eine Zuordnung der abgebrochenen Köpfe zu den auf der Prüfplatte verbleibenden Prüfkörperstümpfe erlaubt. Diese wurde im CAD integriert und während der Formgebung mittels CerAM VPP realisiert (**Bild 5**).

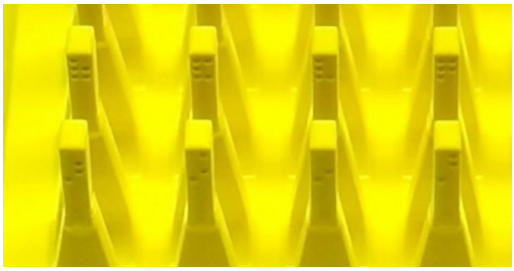


Bild 5: Binärcode auf ungesinterten Prüfkörperköpfen erlauben die eindeutige Identifikation.
Figure 5: Binary codes on unsintered test bar heads allow unique identification.

3 Ergebnisse und Diskussion

Die Optimierung der Prüfkörpergeometrie in mehreren Schritten hat dazu geführt, dass die Anzahl der Prüfkörper, die außerhalb des zulässigen Prüfbereiches brechen, signifikant reduziert werden konnte. Aktuell brechen im Schnitt weniger als fünf Prüfkörper außerhalb des Prüfbereiches, so dass immer deutlich mehr als die bei der mechanischen Charakterisierung keramischer Testkörper empfohlenen 30 Messwerte pro Prüfplatte generiert werden.

Für die momentan noch nicht vollständig automatisierte Charakterisierung mittels der Schertester werden aktuell max. 2 h pro Prüfplatte benötigt, was in Zukunft noch weiter reduziert werden wird.

Eine große Herausforderung stellen aktuell noch die Abweichungen zwischen SOLL- und IST-Geometrie der Prüfkörper dar. Aufgrund der Fertigungstoleranzen des CerAM VPP-Verfahrens stimmen diese nicht überein, weshalb eine Analyse der IST-Geometrien für die Berechnung der aufgetretenen maximalen Biegespannung unerlässlich ist. Aktuell arbeiten wir

daran, die geometrische Analyse der getesteten Prüfplatten mittels 3D Scanner zu automatisieren, um von jedem einzelnen Testkörper die exakten Abmaße zu erfassen und diese in die Berechnung einfließen zu lassen.

Da schon kleinste Abweichungen in der Geometrie einen großen Einfluss auf die Berechnung der Biegespannung haben, sind in **Bild 6** nur die mittleren Bruchkräfte dargestellt, die für verschiedene Prüfkörper gemessen wurden. Aktuell läuft ein Ringversuch, bei dem sechs verschiedene Partner Prüfplatten mit unterschiedlichen Orientierungen (0°, 15° und 15° Neigung, aber 180° gedreht) hergestellt und gesintert haben. Diese wurden alle am IKTS geprüft. Dabei sind deutliche Unterschiede zwischen den verschiedenen Orientierungen und den verschiedenen Partnern zu sehen. Während letzteres noch durch unterschiedliche IST-Geometrien zumindest teilweise ausgeglichen werden kann (Analyse erfolgt aktuell), sind die Unterschiede bei den Orientierungen signifikant.

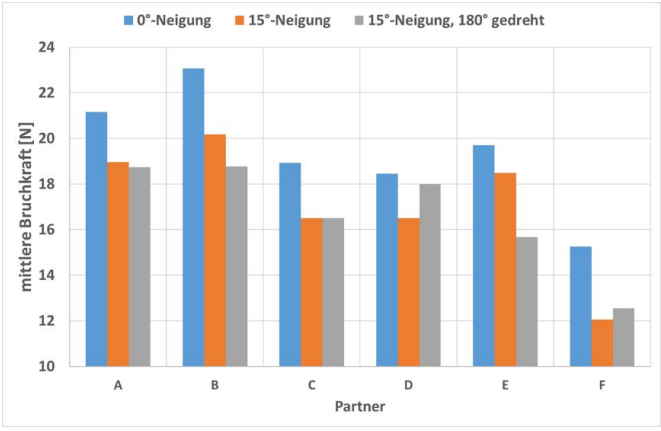


Bild 6: Mittlere Bruchkräfte für die Prüfkörper der sechs verschiedenen Partner des Ringversuches (jeweils zwei Prüfplatten pro Partner und Orientierung geprüft).

Figure 6: Mean fracture forces for the test specimens of the six different partners of the round robin test (two test panels per partner and orientation tested).

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die vorgestellte CharAM-Methode erlaubt eine schnelle und ressourcenschonende Charakterisierung des mechanischen Verhaltens von additiv gefertigten Probekörpern. Dies ist gerade für spröde keramische Werkstoffe interessant, kann aber auch auf andere Werkstoffe übertragen werden. Dies ist vor allem deshalb sinnvoll, da eine mechanische Charakterisierung als Funktion der unterschiedlichen Ausrichtungen und daraus resultierender Oberflächentopologien möglich ist.

Ziel des aktuell laufenden Ringversuches ist eine Validierung der Methodik. Zudem wird aktuell eine für dieses Verfahren optimierte Messeinrichtung realisiert, die zukünftig eine automatisierte Prüfung der Prüfkörper ermöglichen wird.

Danksagung – Wir danken den Projektträgeren FFG in Österreich sowie AiF in Deutschland für die finanzielle Unterstützung unseres CharAM-Projektes im Rahmen der IraSME-Förderung.

Prüfung anisotroper Materialeigenschaften für die simulative Auslegung von additiv gefertigten Kunststoffbauteilen

Testing of anisotropic material properties for the simulation of additively manufactured parts

Tamara van Roo, Markus Fornoff, Felix Dillenberger
Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Kurzfassung – Das vorgestellte Projekt zeigt Ansätze zur Identifikation und Ermittlung relevanter Materialdaten aus dem SLS-Prozess für FE-Simulationen und der Überführung in Materialmodelle kommerziell erhältlicher Solver. Hierbei steht die Berücksichtigung des anisotropen Materialverhaltens im Vordergrund.

Die Basis der vorgestellten Untersuchungen sind Materialdaten aus Zug- und Schubversuchen. Die Probekörper wurden an unterschiedlichen Positionen und in unterschiedlichen Orientierungen gedruckt. Dies gibt Auskunft über das lokale Materialverhalten. Die Ergebnisse zeigen, dass die Orientierung im Bauraum einen entscheidenden Einfluss auf die mechanische Performance hat. Dies deckt sich mit dem allgemeinen Wissensstand [1, 2, 3]. Zudem wurde der Einfluss der Probenposition im Bauraum untersucht. Die ermittelten Kennwerte werden in das Materialmodell für die Struktursimulation überführt. Ziel ist es, mittels einer derart erstellten Eigenschaftskarte eine spezifische Simulationsmethodik für Strukturbauteile abzuleiten, die es erlaubt, Bauteile präziser auszulegen und Iterationsschleifen in der Bauteilentwicklung zu reduzieren.

Stichwörter: 3D-Druck, Selektives Laser Sintern, Mechanische Prüfung, Struktursimulation, PA12

Abstract – The introduced project shows an approach to identify and generate relevant material data from the SLS-process for FE-simulation and the mapping of those data in material models of commercial solvers. The focus is set towards the implementation of the anisotropic material data.

Material data gained from tensile tests and shear tests serve as basis of the evaluation. Specimens are printed at various positions and in differing orientations in the building chamber. This study provides information on the local material behavior. The results show that the orientation of the specimens has a significant influence on the mechanical performance, which is already discussed in literature [1, 2, 3]. Moreover, the influence of the specimen location in the printing space is analyzed. The determined parameters are implemented in the material model. The goal of the study is to allow a more precise design of parts and reduce iteration loops.

Keywords: 3D-printing, selective laser sintering, mechanical testing, structural simulation, PA12

1 Selektives Laser Sintern

Neben den konventionellen Herstellungsverfahren für thermoplastische Kunststoffbauteile nimmt der Anteil an additiven Fertigungsmethoden rasant zu. Vor allem selektiv lasergesinterte (SLS) Bauteile werden dabei zunehmend auch in mechanisch belasteten Strukturen angewendet.

Für mechanisch belastete Bauteile ist eine sichere Auslegung zwingend erforderlich, um Komponenten oder gar Gesamtsystemausfälle zu verhindern. Mithilfe kommerzieller Finite-Elemente-Simulationen kann die Auslegung maßgeblich unterstützt werden und Bauteile so material- und belastungsgerechter gestaltet werden.

Dies erfordert neben dem Bauteilmodell selbst eine adäquate Beschreibung des Materialverhaltens. Während unverstärkte Spritzgussbauteile mit isotropen Modellierungsansätzen gut beschrieben werden können, ist diese Annahme bei additiv gefertigten Teilen in der Regel nicht zutreffend. Ihr anisotropes Verhalten ist auf den schichtweisen Herstellungsprozess zurückzuführen. Je nach Orientierung des Formteils im Druckraum muss mit einer anderen mechanischen Performance gerechnet werden.

1.1 Verfahren

Das Druckbett, auf das schichtweise das Kunststoffpulver aufgebracht wird, ist verfahrbar. So wird iterativ Schicht für Schicht ein neues Teil gedruckt. Der Laserstrahl wird über einen Spiegel an die entsprechende Stelle im Bauraum gelenkt und schmilzt das Pulver lokal und temporär an. Der Strahl tastet die Kontur und das Innenleben des Bauteils ab. Ist eine Schicht abgeschlossen, wird über eine Rakel oder Rolle eine neue Pulverschicht von 60 bis 120 µm aufgebracht. Nachdem das gesamte Bauteil gesintert wurde, kühlt es im Pulverkuchen ab und wird danach in der Regel händisch ausgepackt. Dieser Arbeitsschritt beinhaltet das Herausnehmen der Teile aus dem Pulverkuchen, das Sandstrahlen und Abblasen mit Druckluft sowie einer abschließenden Dusche zum Entfernen der letzten losen Pulverrückstände. Das Pulver, das sich in angemessenem Abstand zu Bauteilen im Pulverkuchen befindet, kann als Rezyklat im nächsten Druckjob verwendet werden. Das bauteilnahe Pulver wird auf Grund vorheriger Temperaturhistorie nicht als Rezyklat verwendet.

Im Projekt wird ein 3D-Drucker des Typs EOS P 396 genutzt. Der Druckraum misst 340 x 340 x 600 mm^3 (Breite x Tiefe x Höhe respektive Koordinatensystem aus **Bild 1** X x Y x Z), der installierte CO2 Laser arbeitet mit einer Leistung von 70 W. Das verwendete Polyamid 2200 des Herstellers EOS ist ein Feinpulver auf der Basis von Polyamid 12. Es wird verwendet wie vom Hersteller empfohlen. In der Praxis wird üblicherweise ein Pulvergemisch aus 1:1 Frischpulver und Rezyklat verwendet.

2 Experimentelle Prüfung

2.1 Methoden

Der Bauraum wird mit einer 3 x 3 x 3 Matrix in unterschiedliche „Zellen“ aufgeteilt. In jeder dieser „Zellen“ liegt ein Zugprüfkörper, somit ergeben sich 27 Messpositionen. Die Prüfkörper sind in den Hauptrichtungen des Druckers ausgerichtet und in **Bild 1** links dargestellt. Mittig im Bild ist die Geometrie der Zugprüfkörper eingeblendet, rechts die der Schubprüfkörper. Die dargestellten Ergebnisse sind, wenn nicht anders angegeben, die Mittelwerte aus drei Einzelmessungen. Alle experimentellen Prüfungen finden bei 23°C und 50 % Luftfeuchtigkeit statt.

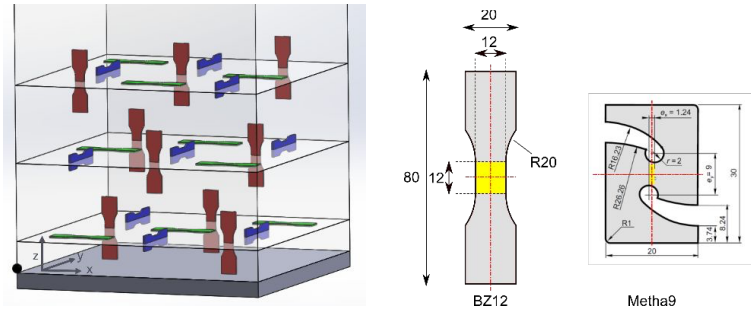


Bild 1: links: Anordnung der Zugprüfkörper im Druckraum an unterschiedlichen Positionen und mit unterschiedlichen Orientierungen; mittig: BZ12-Geometrie für Zugprüfung; rechts: Metha9-Geometrie für Schubprüfung

Figure 1: left: tensile test specimens in the printing chamber; middle: Geometry of BZ12 for tensile testing; right: Geometry of Metha9 for shear testing

Maßhaltigkeit – Die betrachteten Soll-Maße des BZ12 sind die Breite im parallelen Probenbereich: 12 mm, Schulterbreite: 20 mm, Dicke: 2.5 mm, Schulterdicke: 2.5 mm und Länge: 80 mm. Jedes Maß wird drei Mal aufgenommen und der Mittelwert gebildet.

Zugversuche – Die quasistatischen Zugversuche werden bei einer konstanten Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min durchgeführt. Zur Ermittlung der lokalen Dehnungen im Auswertebereich des Prüfkörpers wurde das optische Verfahren der Grauwertkorrelation eingesetzt, vgl. **Bild 1** Auswertebereich in Gelb markiert: 12 x 12 mm. Dies erlaubt die Untersuchung der lokalen Dehnungsverteilung, zur Dehnungsanalyse wurden die Werte im Auswertebereich gemittelt.
Die Ergebnisse wurden auf Positionsabhängigkeit und Orientierungsabhängigkeit hin untersucht. Für erstere Analyse wird der Bauraum entsprechend der 3 x 3 x 3 Matrix in Ebenen unterteilt. Es werden je 9 Positionen je Ebene gemittelt, somit entsteht ein Vergleichswert aus je drei x, drei y und drei z Ergebnissen. Die verglichenen Ebenen sind: links-mitte-rechts, vorne-mitte-hinten und unten-mitte-oben, vgl. **Bild 3**. Für die Analyse der Orientierungsabhängigkeit werden alle neun Proben je Orientierung gemittelt.

Schubversuche – Die quasistatischen Schubversuche werden bei einer konstanten Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min durchgeführt. Die Geometrie der Schubprüfkörper kann **Bild 1** rechts entnommen werden, der Auswertebereich für die optische Dehnungsermittlung mittels Grauwertkorrelation misst 2 x 6 mm.

2.2 Maßhaltigkeit

Die Längenvermessung ergab eine absolute Abweichung von Ist- zu Soll-Maß von bis zu 0.3 mm. Auffällig ist, dass die Abweichung in z-Richtung, also der Aufbaurichtung des Druckprozesses, für alle Orientierungen am höchsten ist. Analysiert man nun **Bild 3**, so ist zu erkennen, dass die in x-Richtung orientierten Prüfkörper (grün) ihre größte Abweichung zum Sollmaß in der Dickenrichtung des Auswerte- und Schulterbereichs (vgl. **Bild 2**) vorzeigen.

Die in y-Richtung orientierten Proben (blau) weisen eine ähnliche Charakteristik auf. Ihre größten Abweichungen sind in den Breiten des Auswerte- und Schulterbereichs zu finden. Über die in z-Richtung orientierten Proben lässt sich sagen, dass analog zu den beiden anderen Orientierungen die größte Maßabweichung in der Probenlänge ist. Gemein ist diesen drei Erkenntnissen, dass sie alle in Druckrichtung liegen. Der automatische Schwindungsausgleich der Maschine scheint nicht optimal eingestellt zu sein.

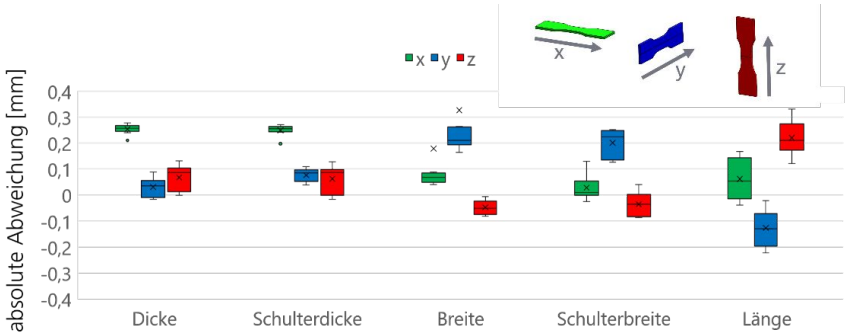


Bild 2: Absolute Abweichung zum Soll-Maß, Druckrichtung der Prüfkörper in Abhängigkeit der Orientierung (oben rechts)
Figure 2: Absolute variance between actual and target dimension. Printing direction of specimens depending on the orientation (upper right)

2.3 Zugversuche

Positionsabhängigkeit – In **Bild 3** sind die Vergleichs-Spannungs-Dehnungs-Kurven der gemittelten Werte je Ebene dargestellt. Für E-Modul und Zugfestigkeit scheint keine Positi-

onsabhängigkeit vorzuliegen, einzig die Bruchdehnung nimmt mit höherer Druckebene zu (vgl. **Bild 3, rechts**).

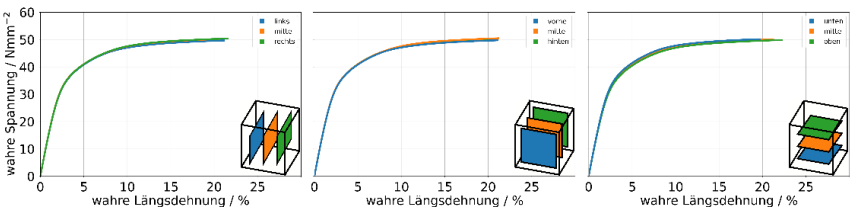


Bild 3: Betrachtung der Positionsabhängigkeit über die Spannungs-Dehnungs-Diagramme: es ist keine Abhängigkeit zu verzeichnen.
Figure 3: analysis of position dependency through stress-strain-diagrams: no dependency is registered.

Orientierungsabhängigkeit – Innerhalb der linear-elastischen Materialgrenzen liegt der E-Modul für z-Proben leicht höher als der für x und y Proben. Dies kann **Bild 4** Mitte entnommen werden. Für den plastischen Bereich ist eine starke Abhängigkeit in der Druckebene (x und y Orientierung) und in Baurichtung (z Orientierung) zu sehen.

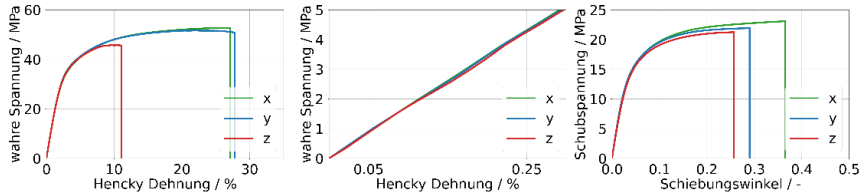


Bild 4: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung (links), Ausschnitt des Bereichs zur Ermittlung des E-Moduls (mittig) und Schubprüfung (rechts)
Figure 4: Stress-Strain-Diagram of tensile tests (left), section of E-Modulus (middle) and shear tests (right)

2.4 Schubversuche

Da bei den Zugversuchen festgestellt werden konnte, dass eine leichte Positionsabhängigkeit in z-Richtung vorliegt, wurden die Schubprüfkörper in der unteren Ebene an nicht definierten Positionen gedruckt. Auf einen ausreichenden Abstand zwischen den Proben im Druckraum wurde geachtet.

Orientierungsabhängigkeit – Der Zusammenhang der Schubspannung und des Schiebungswinkels ist in **Bild 4** rechts dargestellt. Die x-Schubprüfkörper haben ihre Schubfläche in xy-Ebene. Der Schichtaufbau liegt demnach senkrecht zur Prüfebene. Die y-Schubprüfkörper liegen in der yz-Ebene, hier liegt die kurze Seite der Schubfläche im Schichtaufbau. Die z-Schubprobekörper liegen in der zx-Ebene mit der langen Seite der Schubfläche im Schichtaufbau.

2.5 Zusammenfassung der mechanischen Versuche

Es konnte nachgewiesen werden, dass die mechanischen Eigenschaften der im SLS-Verfahren hergestellten Proben stark von der Orientierung während des Drucks im Bauraum abhängen. Es scheint keine Positionsabhängigkeit in der xy-Ebene vorzuliegen.

Wie in den Zugversuchen gezeigt, spiegelt sich die Orientierungsabhängigkeit in einer reduzierten Zugfestigkeit in Richtung des Schichtaufbaus wider. Dies ist auch in den Schubversuchen zu erkennen.

Auf Grund der experimentellen Untersuchungen wird in x-y-Ebene Isotropie angenommen. Die eingehenden Materialdaten werden gemittelt.

3 Berücksichtigung der Materialeigenschaften in der Struktursimulation

Für Kunststoffe werden üblicherweise elasto-plastische Materialmodelle genutzt [4]. Dabei wird das mechanische Verhalten unter monotonen Lasten oftmals in einen linear-elastischen und einen plastischen Bereich unterteilt. Spritzgegossene Bauteile, die mit Fasern verstärkt sind, zeigen stark anisotrope Materialeigenschaften, es kann eine Analogie zwischen Faserrichtung versus Druckrichtung gezogen werden, denn in den Versuchen wurde eine Abhängigkeit der Druckrichtung auf das mechanische Verhalten festgestellt.

3.1 Implementierung der Materialdaten

Aus den vorgestellten Versuchsergebnissen wurde ein Konzept für die Materialmodellierung im FE-Programm Ansys abgeleitet. Dazu wurde ein, wie aus der Simulation spritzgegossener faserverstärkter Materialien bekannter, orthotroper Ansatz parametrisiert, der auf einer linear-elastischen initialen Verformung basiert. Eine Hill-Fließfläche beschreibt den Übergang in den plastischen Bereich, der mit einer nicht-linearen Verfestigungskurve beschrieben wird. Die Druckrichtung wird über lokale Materialkoordinatensysteme auf das Netz der FE-Simulation bezogen.

Der linear-elastische Bereich wird über *Orthotropic Elasticity* abgebildet, der auf Basis des Materialverhaltens auf transversale Isotropie vereinfacht werden kann. Aus den Zug- und Scherversuchen werden die E-Moduln, die Querkontraktionszahlen und der Scher-Modul berechnet, sie sind in **Tabelle 1** zusammengestellt.

Tabelle 1 Materialdaten für orthotrop elastisches Materialmodell mit Orthotropieebene in x-y
Table 1 material data for orthotropic elasticity model with its orthotropy plane in x-y

Kennwert	E-Modul		Querkontraktionszahl		Scher-Modul
Orientierung	$E_x = E_y$	E_z	υ_{xy}	υ_{xz}	G_{xz}
Wert	1704	1673	0,37	0,42	540
Einheit	MPa	MPa	-	-	MPa

Der Übergang zum plastischen Bereich wird über eine Hill-Fließfläche bestimmt und mit *Multilinear Isotropic Hardening* abgebildet. Aus den Mittelwerten der x und y Kurven wird eine plastische Kurve extrahiert, in **Bild 5** ist diese Kurve dargestellt. Mit den R-Werten der Hill-Fließfläche werden die Parameter in die z-Richtung angepasst.

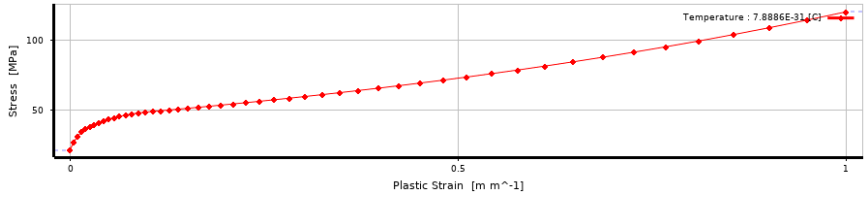


Bild 5: extrahierte plastische Kurve für *multilinear isotropic hardening* für xy
Figure 5: extracted plastic curve for *multilinear isotropic hardening* for xy

3.2 Verifikation der Simulation

In der Simulation der Zugversuche wird eine definierte Verschiebung aufgebracht. Zur Verifikation der Simulation wird das Spannungs-Dehnungsverhalten der Versuchs- und Simulationsergebnisse gegenübergestellt. Aus den Simulationsergebnissen wird über den Auswertebereich die Dehnung gemittelt. Die wahre Spannung kann anschließend aus der simulier-

ten Kraft, dem Anfangsquerschnitt und der Querdehnung berechnet werden. **Bild 6** zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen Versuch und Simulation.

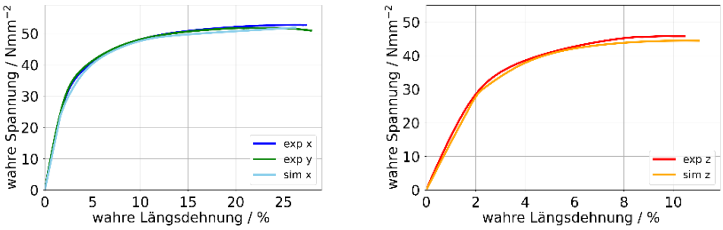


Bild 6: Vergleich der Simulationsergebnisse mit den Experimenten im Spannungs-Dehnungs-Diagramm für x und y sowie z Orientierung

Figure 6: Comparison of results of simulation with experiments through Stress-Strain-Diagram for x and y as well as z orientation

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Ergebnisse der mechanischen Versuche zeigen, dass die Orientierung der Bauteile im Bauraum einen hohen Einfluss hat. Die Position hingegen spielt im vorliegenden Fall eine untergeordnete Rolle.

Die Zugversuche konnten mit einer hohen Abbildungsgüte simuliert werden. Für den linear-elastischen Bereich wurde ein orthotroper Ansatz gewählt, für den plastischen Bereich liegt eine nichtlineare Verfestigungskurve zugrunde.

Ausstehend ist die Überprüfung dieses Simulationsansatzes über ein Validierungsbauteil. Dieses soll im weiteren Projektverlauf sowohl physisch im Experiment geprüft als auch in der Simulation abgebildet werden.

Danksagung – Die vorgestellten Ergebnisse entstanden im Zusammenhang mit dem IGF Vorhaben 21105 N der Forschungsgesellschaft Kunststoffe e. V., Haardring 100 in 64295 Darmstadt, mit dem Titel „Phänomenologische Strategien zur Berücksichtigung prozessspezifischer Materialeigenschaften in der simulativen Auslegung von additiv gefertigten Kunststoffbauteilen“. Es wurde über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsförderung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestags gefördert.
Für diese Förderung sei ausdrücklich gedankt, ebenso gilt der Dank der Forschungsgesellschaft Kunststoffe e. V. und den Vertretern des projektbegleitenden Ausschusses.

Literatur

[1] B. Caulfield, P. E. McHugh, S. Lohfeld: Dependence of mechanical properties of polyamide components on build parameters in the SLS process, Journal of Materials Processing Technology, 2006, S. 477 – 488.

[2] D. Riedlbauer, P. Steinmann, und J. Mergheim: Thermomechanical simulation of selective laser melting process for PA12 including Volumetric Shrinkage, AIP Conference Proceedings, 2015.

[3] Y. Wang, C. M. DiNapoli, G. A. Tofig, R. W. Cunningham, und R. A. Pearson: Selective Laser Sintering Processing Behavior of Polyamide Powders, Materials Science, 2017.

[4] S. Stommel, M. Stojek, W. Korte: FEM zur Berechnung von Kunststoff- und Elastomerbauteilen, Hansa Verlag, München, 2018 (2. Auflage)

Qualifikation bruchmechanikbasierter Lebensdauervorhersagen von additiv- und gießtechnisch-gefertigten Al-Si-Mg-Legierungen

Qualification of fracture mechanics-based lifetime predictions of additive manufactured and cast Al-Si-Mg-Alloys

S. Stammkötter*, M. Merghany, J. Tenkamp, F. Walther
Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund
*sebastian.stammkoetter@tu-dortmund.de

Kurzfassung – Die Nachfrage nach hybriden Fertigungstechnologien steigt stetig an und erfordert eine einheitliche Auslegung der Werkstoffprüfung. Der Einfluss fertigungsbedingter Defekte ist im Gussbereich bekannt, in der additiven Fertigung bisher nur unzureichend untersucht. Während die integrale Betrachtung nach Wöhler keine einheitliche Darstellung zulässt, können bruchmechanische Ansätze genutzt werden, um Faktoren wie die kritische Defektgröße, das Spannungsverhältnis und das plastische Verformungsverhalten zu berücksichtigen. Somit lässt sich die Ermüdungslebensdauer zuverlässig vorhersagen.

Stichwörter: Schädigungstoleranz, bruchmechanische Ansätze, Murakami-Ansatz, EPFM, Fischer-Ansatz

Abstract – The demand for hybrid manufacturing technologies is steadily increasing and requires a uniform design in materials testing. The influence of manufacturing-related defects is known in the casting area but has only been insufficiently investigated in additive manufacturing. While the integral approach according to Woehler does not allow a uniform view, fracture mechanical approaches can be used to consider factors such as critical defect size, stress ratio and plastic deformation behavior. Therefore, it is a reliable procedure to predict fatigue life.

Keywords: Fatigue damage tolerance, fracture mechanical approach, Murakami approach, EPFM, Fischer approach

1 Einleitung

Mittels additiver und gießtechnischer Fertigungsverfahren ist die Herstellung endkonturnaher Bauteile möglich. Die endkonturnahe Fertigung führt infolge der inhomogenen Abschreckung und Abkühlung zu einer ungleichmäßigen Verteilung der Mikrostrukturcharakteristika und Defekte. Diese beeinflussen jeweils wieder das zyklische Verformungs- und Schädigungsverhalten und müssen für eine zuverlässige Auslegung bei hohen und sehr hohen Lastspielzahlen berücksichtigt werden. Eine ausgeprägte Defekt- und Porenverteilung erschwert die Auslegung zusätzlich, wirkt sich besonders kritisch auf das Ermüdungsverhalten aus und erfordert die Nutzung schädigungstoleranter Modelle, z. B. mittels lokaler Finite-Elemente-Simulationen oder bruchmechanischer Modelle. In dieser Arbeit lag der Fokus auf bruchmechanischen Modellen wie dem √area-Modell von Murakami sowie dem rissfortschrittsbasierten Modell von Shiozawa. FE-basierte Modelle wurden insbesondere von Awd et al. [1] genutzt.

Aufgrund ähnlicher Eigenschaften wie z. B. der endkonturnahen und komplexen Fertigung von Bauteilen ist eine Vereinheitlichung in Bezug auf die Lebensdauervorhersage interessant. Zusätzlich steigt die Nachfrage nach hybriden Fertigungsverfahren kontinuierlich an, die eine einheitliche Vorgehensweise in der Prüfung voraussetzt. In der industriellen Anwendung basieren kostengünstige Teile meist auf Gießverfahren, wohingegen spezifische und komplexe Geometrien durch die additive Fertigung realisiert werden können [2]. Für beide Verfahren eignet sich die Legierung AlSi10Mg aufgrund der feinkörnigen Struktur und des hervorragenden Fließverhaltens [3]. Darüber hinaus sind durch das optimale Verhältnis zwi-

schen Dichte und Festigkeit deutliche Gewichtseinsparungen möglich [4]. Um Porosität im Gussbereich zu reduzieren, sind Nachbearbeitungen wie das heiß-isostatische Pressen (HIP) notwendig [5]. Verbleibende fertigungsbedingte Defekte müssen dementsprechend in die Ergebnisauswertung integriert werden. Dazu eignen sich verschiedene bruchmechanische Modelle, die sich von einer integralen Betrachtung nach Wöhler lösen und hin zu einer lokalen Sichtweise führen. Dabei werden linear-elastische und elastisch-plastische bruchmechanische Modellierungsansätze differenziert. Die Basis bildet der zyklische Spannungsintensitätsfaktor nach Murakami [6,7] aus Gl. 1, der sich aus einem Geometriefaktor Y (Oberflächendefekt = 0,65 und Volumendefekt = 0,50), der Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma$ und der bruchauslösenden Defektgröße a_i als initiale Rissgröße zusammensetzt.

$$\Delta K_i = \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a_i} \cdot Y \tag{1}$$

Zusammen mit der defektbasierten Bruchlastspielzahl (N_B /a_i) kann der SIF über eine log-log-Darstellung grafisch aufgetragen werden. Der Koeffizient C und Exponent m des Paris-Erdogan-Gesetzes [8] (Gl. 2) kann durch Umformen und Integrieren zum Potenzgesetz in Gleichung Gl. 3 transformiert werden [9].

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \tag{2}$$

$$\Delta K_i = \left[\frac{C(m-2)}{2}\right]^{-1/m} \cdot \left(\frac{N_B}{a_i}\right)^{-1/m} = K_f' \cdot \left(\frac{N_B}{a_i}\right)^{d} \tag{3}$$

Darüber hinaus besteht die Möglichkeit, mittels des Rissschließmodells von Schijve [10] die Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma$ mit einem vom Spannungsverhältnis abhängigen Faktor zu erweitern, um die effektive Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma_{eff}$ in Gl. 4 zu erhalten.

$$\Delta\sigma_{eff} = \Delta\sigma \cdot \frac{3.72}{(3-R)^{1.74}} \tag{4}$$

Daraus resultiert ein zyklischer SIF, der für Volumendefekte und Oberflächendefekte genutzt werden kann und den Einfluss des Spannungsverhältnisses auf das Rissschließverhalten berücksichtigt. Mittels elastisch-plastischer Modelle kann zudem das zyklische Verformungsverhalten beschrieben werden. Dazu eignet sich der Modellierungsansatz nach Fischer [11], der für Oberflächen- (Gl. 5) und Volumendefekte (Gl. 6) über das effektive J-Integral definiert ist:

$$\Delta J_{eff,i}^{Fi} = \left[1.45 \cdot \frac{(\Delta\sigma_{eff})^2}{E} + 2.4 \cdot \frac{\Delta\sigma \cdot \Delta\varepsilon_p}{\sqrt{1+3n'}}\right] \cdot a_i \tag{5}$$

$$\Delta J_{eff,i}^{Fi} = \left[1.27 \cdot \frac{(\Delta\sigma_{eff})^2 \cdot (1-\nu^2)}{E} + 1.91 \cdot \frac{\Delta\sigma \cdot \Delta\varepsilon_p}{\sqrt{1+3n'}}\right] \cdot a_i \tag{6}$$

Um einen zielgerichteten Vergleich mit einem zyklischen SIF durchführen zu können, bedarf es einer quasi-elastischen Umrechnung zu einem J-basierten SIF wie in Gl. 7 dargestellt.

$$\Delta K_{J,i} = \sqrt{E \cdot \Delta J_{eff,i}} \tag{7}$$

Hierdurch ist eine lokale Betrachtung unter Berücksichtigung der Defektgröße und -lage, der Beanspruchung und des Spannungsverhältnisses R mittels der effektiven Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma_{eff}$ (Rissschließverhalten) sowie dem zyklischen Verformungsverhalten in Form der plastischen Dehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon_p$ und des zyklischen Verfestigungsexponenten n' möglich.

2 Experimentelle Details

2.1 Werkstoffe und Herstellungsverfahren

Im Zuge der Untersuchungen wurden Al-Si-Legierungen sowie zwei Fertigungsverfahren betrachtet. Additiv-gefertigte Proben aus AlSi10Mg konnten durch laserbasierte Pulverbettfusi-

on (Engl. PBF-LB) an einem EOS-System M290 mit den in **Tabelle 1** genannten Prozessparametern am Fraunhofer Institut für Additive Fertigung (IAPT, Hamburg) hergestellt werden.

Tabelle 1 PBF-LB Prozessparameter für AlSi10Mg an EOS-System M290
Table 1 PBF-LB manufacturing parameters for AlSi10Mg at EOS system M290 [12]

Laser-energie	Geschwin-digkeit	Distanz	Schicht-dicke	Strahl-durchm.	Scan-winkel	Vorwärm-temp.
370 W	2,00 mm/s	90 µm	60 µm	100 µm	67°	180°C

Darüber hinaus wurden AlSi10Mg-Proben im Sandgussverfahren mit jeweils zwei Prüfvolumen am Institut für Materialdesign und strukturelle Integrität (Osnabrück) gefertigt. Eine HIP-Behandlung fand im Rohzustand zur Reduktion der Porosität statt. Zur Gefügefeinung und Verbesserung des eutektischen Siliziums [12] wurde eine T6-Wärmebehandlung mit nachfolgenden Parametern aus **Tabelle 2** durchgeführt. Durch Nachbearbeitungen der Proben wurde ein Rauheitswert $R_z < 0{,}8$ (Rauheitsmessgerät Fa. Mahr) eingestellt.

Tabelle 2 Prozessparameter der T6-Wärmebehandlungsstufen
Table 2 Parameters of T6 heat treatment [12]

Lösungsglühen	Abschrecken	Auslagern
545°C / 1 h	25°C / Wasser	160°C / 5 h

2.2 Mechanische Versuche und Fraktographie

Die Ermüdungsversuche wurden an einem Resonanzprüfsystem Testronic der Fa. Rumul mit einer Kraftmessdose von 20 kN durchgeführt. Die Prüffrequenz lag bei $f \approx 70$ Hz. Zur Dehnungsmessung wurde ein Extensometer der Fa. Sandner genutzt, wobei weitere Messgrößen wie die Änderungen der Temperatur ΔT und (Resonanz-)Frequenz Δf aufgezeichnet wurden. Die Einstufenversuche (ESV) wurden spannungskontrolliert mit sinusförmigen Lasten bei Spannungsverhältnissen von R = -2 bis 0,1 sowie für ausgewählte Proben bei R = 0,5 durchgeführt. Zur Bestimmung der zyklischen Spannungs-Dehnungs- (ZSD) Kurve dienten dehnungskontrollierte Incremental-Step-Tests (IST), die an einem servohydraulischen Prüfsystem (Schenck PC 63M, Instron 8800 Controller) geprüft wurden. Über die gesättigten ZSD-Kurven konnten die Verfestigungskennwerte K' und n' ermittelt und über die Morrow-Gleichung [13] zur plastischen Dehnung umgeformt werden. Die Fraktografie der Bruchflächen erfolgte im Rasterelektronenmikroskop (REM) Mira 3 XMU der Fa. Tescan. Die anschließende Bruchflächenvermessung erfolgte über die Software ImageJ, aus der die kritische Defektgröße a_i bestimmt werden konnte.

3 Ergebnisse und Diskussion

Aus den Untersuchungen an additiv- und gießtechnisch-gefertigten AlSi10Mg-Legierungen lassen sich verschiedene Feststellungen treffen. Die Ermüdungsversuche wurden bei anwendungsbezogenen Lastverhältnissen durchgeführt, um einen breiten Bereich an Mittelspannungen und dessen resultierenden Einfluss zu bewerten. Die Wöhler-Kurven sind in **Bild 1a** dargestellt. Hierbei ist deutlich zu erkennen, dass der Werkstoff auf Grundlage der Werkstoffreaktionen einen Mittelspannungseinfluss anzeigt. Die Wöhler-Kurve belegt, dass bei erhöhter Druckmittelspannung (R = -2) eine vergleichsweise hohe Festigkeit im Zeitbereich existiert. Mit abnehmender Druckmittelspannung hin zur höheren Zugmittelspannung (R = 0,5) sind reduzierte Festigkeiten und eine veränderte Neigung der Wöhler-Kurve sichtbar. Darüber ergeben sich für die jeweiligen Spannungsverhältnisse unterschiedliche gemittelte kritische Defektgrößen. Im Bereich von R = -1 bis R = 0,1 liegen die Defekte im Bereich von ca. 250 µm, wohingegen bei hohen Zugmittelspannungen deutlich kleinere bruchauslösende Defektgrößen identifizierbar waren. Zudem zeigt der Werkstoff bei R = -2 eine überdurchschnittlich hohe bruchauslösende Defektgröße trotz erhöhter Festigkeit. Zusätzlich ist erkennbar, dass die unterschiedlichen bruchauslösenden Defektgrößen in Verbindung mit

den Spannungsverhältnissen einen veränderten Einfluss über die einzelnen Lastspielbereiche zeigen. Bei 10^4 Lastspielen weisen die Wöhler-Kurven einen deutlich verringerten Abstand zueinander auf, wobei dieser im Bereich von 10^5 bis 10^6 Lastspielen stetig ansteigt. Dieses Verhalten konnte lediglich für den additiv-gefertigten Zustand festgestellt werden. Somit kann aufgrund der unterschiedlichen Defektgrößen und Spannungsverhältnisse keine einheitliche Lebensdauerabschätzung durch die integrale Betrachtung nach Wöhler vorgenommen werden.

Im nächsten Schritt der Untersuchungen (**Bild 1b**) wurde die lokale bruchauslösende Defektgröße a_i durch den Ansatz nach Murakami anhand von Shiozawa-Kurven für unterschiedliche Spannungsverhältnisse berücksichtigt. Es ist erkennbar, dass sich bei lokaler Betrachtung ähnliche Kurvenneigungen von m ≈ 4-5 einstellen, die zuvor in Wöhler-Kurven nicht ersichtlich waren. Die Kurvenanordnung für einzelne Lastverhältnisse bleibt im Vergleich zu **Bild 1a** unverändert. Mit steigender positiver Mittelspannung nimmt der zyklische SIF an der Rissspitze ab. Außerdem ist eine Annäherung der Shiozawa-Kurven erkennbar, was in der Berücksichtigung der kritischen Defektgröße begründet liegt. Darüber hinaus sind weitere Faktoren zu berücksichtigen, um eine einheitliche Lebensdauervorhersage anstreben zu können. Zusätzlich ist festzustellen, dass sich ein minimaler Schwellenwert bei $\Delta K_{th} \approx 1{,}4\ MPa\sqrt{m}$ einstellt, ab dessen Zeitpunkt kein Probenbruch mehr auftritt.

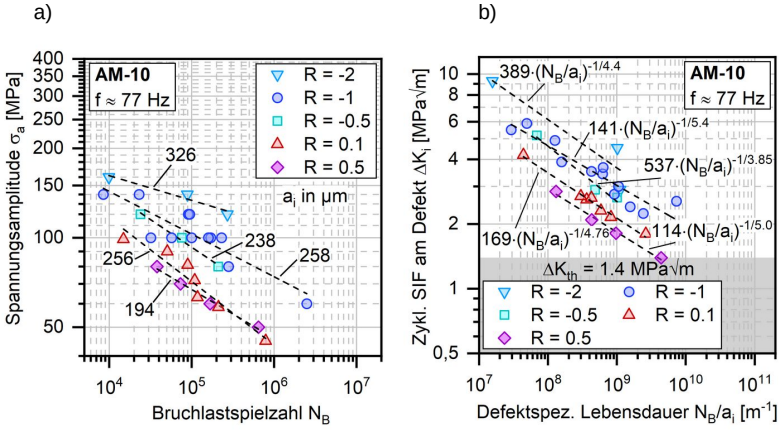


Bild 1: a) Wöhler-Kurven und b) Shiozawa-Kurven für PBF-LB gefertigte AlSi10Mg-Legierungen bei unterschiedlichen Lastverhältnissen.

Figure 1: a) Woehler curves and b) Shiozawa curves for PBF-LB manufactured AlSi10Mg alloys at different load conditions.

Der linear-elastische Ansatz nach Murakami über die Shiozawa-Kurve zeigt, dass eine lokale Betrachtung mittels kritischer Defektgröße zu einer verbesserten Kurvenlage führt, eine einheitliche Beschreibung der Lebensdauer allerdings nicht erreicht wird.

Der elastisch-plastische Modellierungsansatz nach Fischer mit dem Rissschließmodell nach Schijve (Fischer-Schijve Modell, **Bild 2a**) zeigt eine signifikante Verbesserung der Kurvenlagen auf. Zusätzlich zur kritischen Defektgröße a_i werden unterschiedliche Spannungsverhältnisse sowie die plastische Verformung mit in die lokale Betrachtung integriert. Wie in **Bild 2a** dargestellt, können sowohl alle additiv- als auch gießtechnisch-gefertigten Ermüdungsversuche durch das Fischer-Schijve-Modell einheitlich durch eine einzelne Shiozawa-Kurve zufriedenstellend abgebildet werden. Der überaus positive Trend lässt sich durch das Bestimmtheitsmaß von $r^2 = 0{,}81$ und einer Streubreite resultierend aus Error-Bands von T ≈ 1,85 bestätigen. Darüber lässt sich im Vergleich zu **Bild 1b** eine weitere Reduktion des minimalen Schwellenwertes feststellen. Dieser stimmt in **Bild 2a** mit den Vorgaben der Lite-

ratur überein, die den Schwellenwert in diesen Bereich einordnet [14]. Aus Voruntersuchungen ist bekannt, dass es eine eindeutige Differenzierung zwischen Durchläufern und Probenbruch gibt. Durchläufer weisen einen zyklischen J-basierten SIF von ≤ 1,2 MPa√m auf [15].

Darüber hinaus zeigt **Bild 2b** synthetische Haigh-Diagramme für die additiv- und gießtechnisch-gefertigten Zustände. Zu Vergleichszwecken wurde eine einheitliche kritische Defektgröße von 250 µm auf Basis der Versuchsergebnisse gewählt. Trotz gleicher chemischer Zusammensetzung sind signifikante Unterschiede in der Defekt- bzw. Schädigungstoleranz sowie Mittelspannungsempfindlichkeit erkennbar. Besonders auffällig ist das Verhalten bei R = -2. Während der Gusszustand deutlich erhöhte Beanspruchungen ertragen kann, zeigt der Zustand AM-10 eine verminderte Festigkeit auf. Bei geringen Lastspielzahlen (10^4) ist für beide Fertigungsverfahren eine geringe Veränderung der Mittelspannungsempfindlichkeit identifizierbar. Bei höheren Lastspielzahlen (10^5) hingegen steigt die Mittelspannungsempfindlichkeit des Zustands SC-10 stärker an, insbesondere bei dem Übergang zu R = 0,1. Hier ist der AM-Zustand deutlich unempfindlicher, kann aber auch nur geringere Beanspruchungen ertragen. Bei hohen Lastspielzahlen (10^6) steigt die Mittelspannungsempfindlichkeit für die untersuchten Zuständen deutlich an. Insbesondere der Zustand SC-10 weist bereits bei R = -1 einen signifikanten Einfluss auf, der beim AM-10-Zustand deutlich geringer ausfällt. Somit belegt **Bild 2b** für den Zustand SC-10 eine deutlich erhöhte Mittelspannungsempfindlichkeit. Die für R = -2 deutlich erhöhte Festigkeit kann für hohe Zugmittelspannungen (R = 0,5) nicht festgestellt werden, führt zu einer sichtbaren Abnahme und einem fertigungsbedingten stark veränderten Mittelspannungseinfluss.

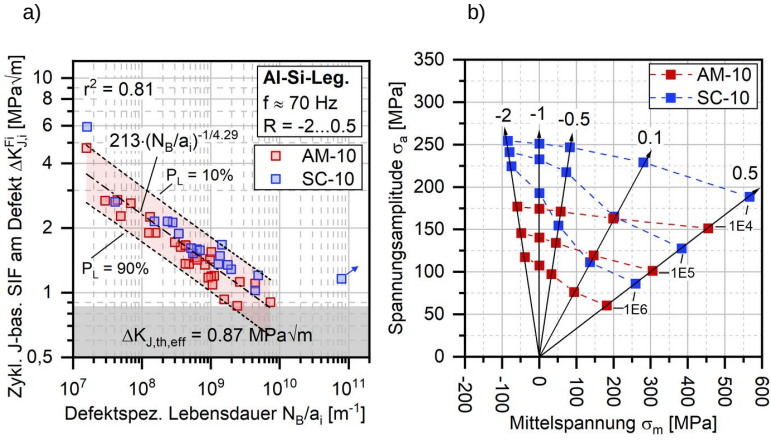


Bild 2: a) J-basierter zyklischer Spannungsintensitätsfaktor (SIF) nach Fischer sowie b) synthetische Haigh-Diagramme bei kritischer Defektgröße a_i = 250 µm für gießtechnisch- und additiv-gefertigte AlSi10Mg-Legierungen

Figure 2: a) J-based cyclic stress intensity factor (SIF) according to Fischer as well as b) synthetic Haigh diagram at critical defect size a_i = 250 µm for cast and additive manufactured AlSi10Mg alloys

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Es wurden Wöhler- und Shiozawa-Kurven zur Bewertung des Ermüdungsverhaltens genutzt und hinsichtlich Zuverlässigkeit und Berücksichtigung verschiedener Effekte (u. a. Defektgröße, Defektlage, Rissschließverhalten, Verformungsverhalten) bewertet. Es konnte gezeigt werden, dass die integrale Betrachtung nach Wöhler zu keiner einheitlichen Darstellung führt. So ermöglichte das Shiozawa-Diagramm mittels des zyklischen SIF eine verbes-

serte Darstellung. Anhand eines synthetischen Haigh-Diagramms konnte für verschiedene Spannungsverhältnisse bei identischer Defektgröße a_i = 250 µm der fertigungsinduzierte verformungsbedingte Mittelspannungseinfluss isoliert bewertet werden. Hierbei zeigte der PBF-LB-Werkstoff für alle Lastspielbereiche geringere Mittelspannungsempfindlichkeiten bei vergleichsweise niedrigeren Festigkeiten. Der Gusszustand zeigte insbesondere bei erhöhten Lastspielzahlen signifikante Empfindlichkeiten, die sich maßgeblich auf die Festigkeit auswirkten. Der effektive Spannungsintensitätsfaktor (SIF), der das Rissschließverhalten berücksichtigt, verbesserte die Vorhersage weiter. Die beste Vorhersage ermöglichte das Modell nach Fischer-Schijve, das zusätzlich das zyklische Verformungsverhalten anhand des effektiven J-Integrals berücksichtigt. Somit konnte die Vorhersagegenauigkeit, die mittels Bestimmtheitsmaß und Streubreite quantitativ bewertet wurde, nochmals erheblich verbessert werden.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Unterstützung der Forschungsprojekte "Identifikation und Modellierung von Schädigungsmechanismen in Al-Si-Mg-Gusslegierungen während HCF und VHCF" (Nr. 282318703) und "Mechanismenbasierte Untersuchung von additiv gefertigten Aluminium-Matrix-Verbundwerkstoffen (AMC) zur Erhöhung der mechanischen Festigkeit" (Nr. 425479688). Ein weiterer Dank gilt dem Fraunhofer-Institut für Additive Fertigungstechnologien (IAPT) für die Probenfertigung im Rahmen einer exzellenten wissenschaftlichen Zusammenarbeit.

Literatur

[1] M. Awd; F. Labanie; K. Möhring; A. Fatemi; F. Walther: Towards deterministic computation of internal stresses in additively manufactured materials under fatigue loading: Part I. Materials 13 (2020), 2318

[2] S. Merkt; C. Hinke; J. Bültmann; M. Brandt; Y.M. Xie: Mechanical response of TiAl6V4 lattice structures manufactured by selective laser melting in quasistatic and dynamic compression tests. Journal of Laser Application 27 (2015), S. 1–7.

[3] H. J. Bargel, G. Schulze: Werkstoffkunde, Verlag Springer, Berlin (2004)

[4] M. Menge, D. Rath, T. Zeuner: New chassis components as aluminum castings. ATZ Worldw. 107 (2005), S. 9–10.

[5] Q. Wang, D. Apelian, D. Lados: Fatigue behavior of A356-T6 aluminium cast alloys. Part II. Effect of microstructural constituents. Journal of Light Metals 1 (2001), S. 85–97.

[6] Y. Murakami: Material defects as the basis of fatigue design. International Journal of Fatigue 41 (2012), S. 2–10.

[7] Y. Murakami, M. Endo: Effects of hardness and crack geometries on ΔKth of small cracks emanating from small defects. Mechanical Engineering Publications (1986), S. 275–299

[8] M. Sander: Sicherheit und Betriebsfestigkeit von Maschinen und Anlagen- Konzepte und Methoden zur Lebensdauervorhersage, Springer Verlag, Berlin (2008)

[9] K. Shiozawa, L. Lu: Effect of non-metallic inclusion size and residual stresses on gigacycle fatigue properties in high strength steel. 11th International Fatigue Congress 44-46 (2008), S. 33–42.

[10] J. Schijve: Some formulas for the crack opening stress level. Engineering Fracture Mechanics 14, 3 (1981), S.461–465.

[11] C. Fischer, C. Schweizer: Lifetime assessment of the process-dependent material properties of additive manufactured AlSi10Mg under low-cycle fatigue loading. MATEC Web Conference 326 (2020)

[12] J. Tenkamp, F. Stern, F. Walther: Uniform fatigue damage tolerance assessment for additively manufactured and cast Al-Si alloys: An elastic-plastic fracture mechanical approach. Journal Additive Manufacturing Letters 3 (2022) 100054

[13] J. Morrow: Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. ASTM International Internal Friction, Damping, and Cyclic Plasticity (1965), S. 45–87

[14] K. Tanaka, Y. Nakai, M. Yamashita: Fatigue growth threshold of small cracks. International Journal of Fracture 17 (1981), S. 519–533

[15] J. Tenkamp, S. Stammkoetter, M. Merghany, F. Walther: Uniform fatigue damage tolerance assessment for additively manufactured and cast Al-Si alloys: Size and mean stress effects. Journal Additive Manufacturing Letters (2022), accepted

Synchrotron-basierte Analysemethoden zur hochauflösenden Prüfung additiv gefertigter Werkstoffe

High resolution X-ray analysis of additively manufactured parts at synchrotron radiation sources

Nadja Kölpin, Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY
Marc Thiry, GEMS/Helmholtz-Zentrum Hereon

Kurzfassung – Synchrotronbasierte Analysemethoden mit ihrem brillanten Röntgenlicht erlauben einen tiefen Einblick in die Struktur von Materialien. Insbesondere durch Stress Mapping, d. h. die Bestimmung remanenter Spannungen und Dehnungen im Material und durch Tomographie-Methoden, mit welchen sich Einschlüsse, Risse oder Ausscheidungen aufspüren lassen, können wertvolle Informationen auch über additiv gefertigte Werkstoffe gewonnen werden.

Stichwörter: Synchrotron, Grain Mapping, Stress Mapping, Tomographie, Standardisierung

Abstract – Synchrotron-based analysis methods with their brilliant X-ray light allow a deep insight into the structure of materials. In particular, stress mapping, i.e. the determination of remanent stresses and strains in the material, and tomography methods, which can be used to detect inclusions, cracks or precipitates, can also provide valuable information about additively manufactured materials.

Keywords: Synchrotron, Grain Mapping, Stress Mapping, Tomography, Standardization

1 Einleitung

DESY betreibt eine der hellsten Speicherring-Röntgenstrahlungsquellen der Welt: PETRA III bietet Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern exzellente Experimentiermöglichkeiten mit Röntgenstrahlung besonders hoher Brillanz. Davon profitieren vor allem Forschende, die sehr kleine Proben untersuchen wollen oder stark gebündeltes, sehr kurzwelliges Röntgenlicht für ihre Analysen benötigen – von der Medizinforschung bis zur Nanotechnologie.
Das German Engineering Materials Science Centre, GEMS, ist die zentrale Nutzerplattform des Hemholtz-Zentrums Hereon mit einer weltweit einzigartigen Infrastruktur für die komplementäre Forschung mit Photonen und Neutronen. Die Instrumente, die Synchrotronstrahlung verwenden, werden an der Außenstelle am Deutschen Elektronen Synchrotron DESY in Hamburg betrieben, die Instrumente, die Neutronen nutzen, befinden sich an der Außenstelle am Heinz Maier-Leibnitz Zentrum MLZ am Forschungsreaktor FRM II in Garching bei München.
Auch Industrieunternehmen bieten sowohl DESY als auch GEMS Zugang zu einer einzigartigen Kombination aus Analyse- und Forschungsmöglichkeiten. Zum Beispiel lieferte das hochenergetische Röntgenlicht grundlegende Erkenntnisse zur Wasserstoffversprödung in Stählen oder zu Degenerationsmechanismen in Lithium-Batterien. Diese Erkenntnisse werden in der Industrie genutzt, um Materialien und Prozesse zu optimieren und somit letztlich ressourcenschonendere und funktionalere Produkte zu kreieren.

2 Beispiele für Werkstoffprüfung mittels Synchrotronstrahlung

Einen tiefen Einblick in das Gefüge kristalliner Werkstoffe erlaubt z. B. die Gefügeanalyse via „Grain Mapping“. Dabei wird eine 3D-Darstellung von kristallinem Gefüge zur Bestimmung von Korngröße, Textur und Kristallitorientierung angefertigt [1].
Aus den Synchrotronmessungen lassen sich ferner via „Stress Mapping“ ebenso ganze Spannungskarten und die Darstellung von Spannungsverteilungen über mehrere mm im

Material extrahieren [2]. Imaging-Methoden, d. h. Tomographie-Methoden, ermöglichen die 3D-Darstellung von Objekten, z. B. zur Detektion feinster Risse, Poren, Fremdpartikel oder anderer Defekte im Objektinneren [3].
Die so gewonnenen grundlegenden Erkenntnisse sind wichtige Bausteine zur weiteren Material- und Prozessentwicklung im Bereich der additiven Fertigung. Einige Techniken und Forschungsinitiativen werden im Folgenden näher dargestellt.

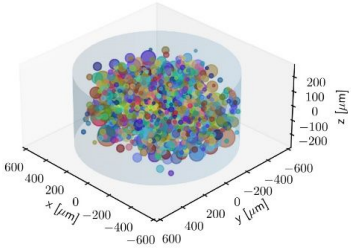


Bild 1: Nickelkörner in einer NiBi-Probe als farbcodierte Kugeln - die Farbe und der Radius zeigen die Orientierung und die Größe der Körner an, der transparente Zylinder zeigt die Abmessungen der Probe [1].
Figure 1: Nickel grains in a NiBi sample as color-coded spheres - the color and radius indicate the orientation and size of the grains, the transparent cylinder shows the dimensions of the sample [1].

2.1 Stress Mapping-Kartierung von Eigenspannungen

Insbesondere bei der Fertigung additiv gefertigter Bauteile treten schnelle Heiz- und Abkühlgradienten auf kleinem Raum auf, was zu hohen Spannungskonzentrationen im Material führt, die auch nach der Herstellung als permanente Restspannungskonzentrationen im Material vorliegen können. Hier kann die Stress Mapping-Technik einen wertvollen Beitrag liefern. Diese Technik erlaubt die Darstellung von remanenten Spannungen und Dehnungen im Material basierend auf Synchrotronmessungen.
Im gezeigten Vinnova-Projekt [2] wurden die Spannungen und Dehnungen an gestanzten sowie lasergestrahlten Blechen untersucht. Der Aufbau zur Messung der Proben ist in **Bild 2** dargestellt, ebenso wie die aus den Daten bestimmten Dehnungstensoren ε_{11} und ε_{22}. Die Daten wurden berechnet aus Synchrotronmessungen, bei denen ein 30 µm breiter Strahl über die Probe gescannt und alle 50 µm ein Beugungsmuster erfasst wurde.

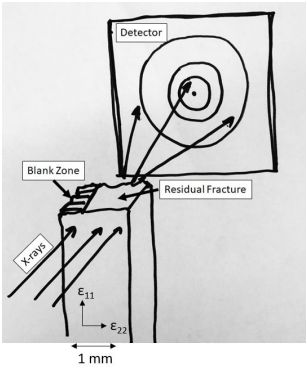


Bild 2: Schematischer Aufbau zur Messung von Eigenspannungen
Figure 2: Schematic setup for measuring residual stresses

Insbesondere bei der Stanzung von Metallen werden Dehnungen im Material mechanisch bedingt, bei den Laser-geschnittenen Proben sind diese thermisch hervorgerufen und erstrecken sich auf einen deutlich kleineren oberflächennahen Bereich, wie die Auswertung der remanenten Dehnungen in **Bild 3** im Material zeigen.
Diese Erkenntnisse helfen, um die richtige Produktionstechnik für die Herstellung von Blechen zu wählen, insbesondere weil z. B. auch eine spätere Degradation des Materials bevorzugt an geschwächten, i. e. mit Spannung beaufschlagten Stellen auftreten wird. Ebenso kann diese Analysetechnik auf additiv gefertigte Bauelemente übertragen werden.

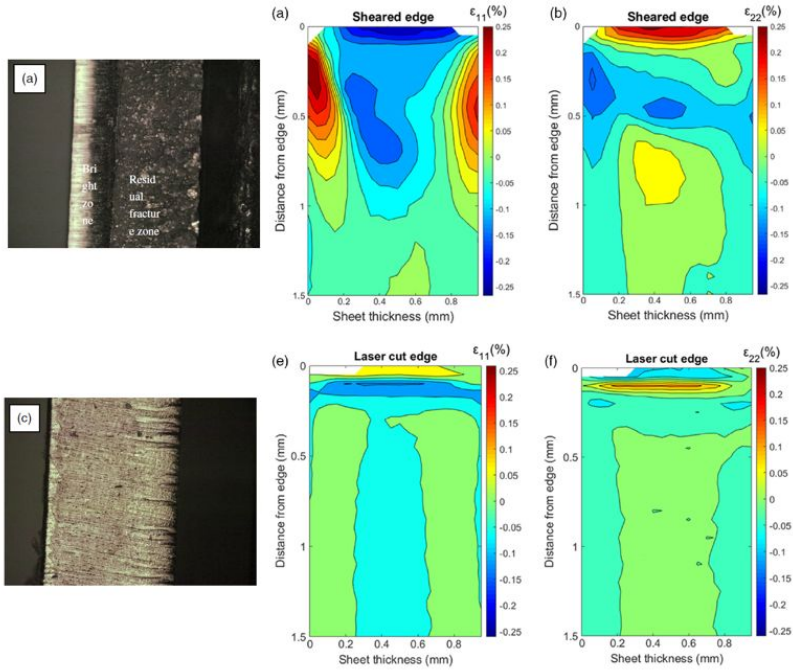


Bild 3: Foto und Dehnungsauswertung der Bleche [2]; oben: gestanzte Probe, unten: lasergeschnittene Probe
Figure 3: Photo and strain evaluation of the plates [2]; top: metal sheared sample, bottom: laser-cut sample

2.2 Standardisierung von Eigenspannungsanalysen

Eine zuverlässige Bewertung von Eigenspannungen spielt eine Schlüsselrolle bei der Qualitätskontrolle, wird jedoch durch die Materialeigenschaften und die technischen Grenzen erschwert. Zerstörungsfreie Massenmessverfahren wie die Synchrotron-Röntgen- und Neutronenbeugung haben in der Industrie noch nicht in breiten Maße Fuß gefasst, da es an Validierung und Normen mangelt. Im Projekt „European Activity for Standardisation of Industrial Residual Stress Characterisation (EASI-STRESS) wird daran gearbeitet, den industriellen Zugang zu diesen zerstörungsfreien Charakterisierungsverfahren zu fördern, indem diese Verfahren mit den anerkannten Laborverfahren harmonisiert werden. Im Projekt werden Vergleichsproben überprüft, um Herausforderungen bei der Konstruktion und Harmonisierungsanforderungen zu bewältigen. Eine Aufgabe des Helmholtz-Zentrums Hereon im EASI-

STRESS-Projekt ist die Durchführung von Messungen im Rahmen von Ringversuchen an diversen Proben zur Ermittlung von Eigenspannungen [4]. **Abbildung 4** b) zeigt exemplarisch die schematische Darstellung einer durch L-PBF (laser powder bed fusion) additiv gefertigten Bogenprobe aus der Stahllegierung 316L des Projektpartners Arcelor Mittal. Die rote Linie markiert den Bereich der Eigenspannungsanalyse, gezeigt in **Abbildung 5**. Die in **Abbildung 5** dargestellten Ergebnisse zeigen die durch synchrotronbasierte Röntgendiffraktion ermittelten Eigenspannungen in der Probe wie gefertigt (links) und nach Hitzebehandlung zur Eigenspannungsverringerung (rechts). Es werden Daten aus energiedispersiven (P61A) und winkeldispersiven Diffraktionsmessungen (P07) verglichen.

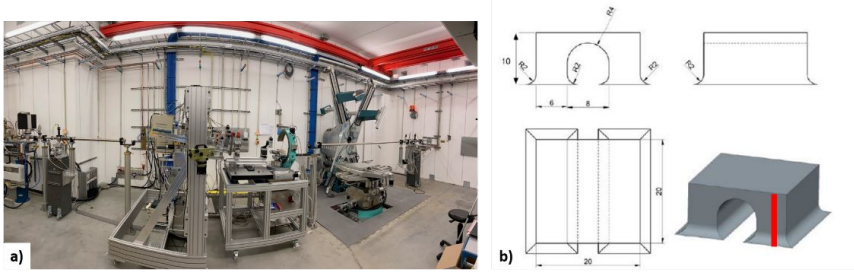


Bild 4: a) von Hereon betriebene Weißstrahl-Beamline P61A an PETRA III/DESY; b) schematische Darstellung einer additiv gefertigten Bogenprobe aus 316L-Stahl
Figure 4: a) White beam beamline P61A operated by Hereon at PETRA III/DESY; b) schematic representation of an additively manufactured 316L steel arch specimen

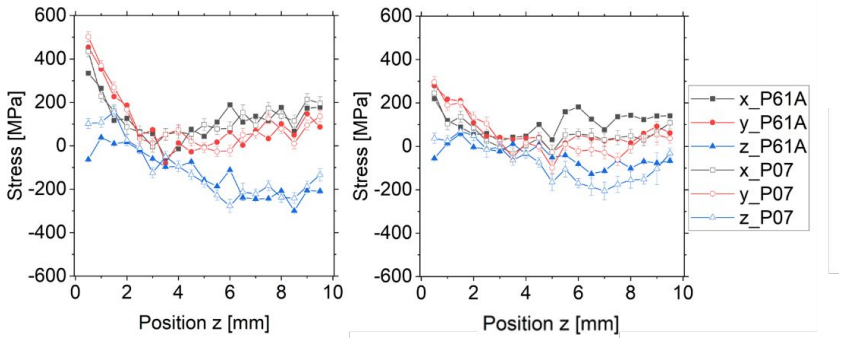


Bild 5: Mittels synchrotronbasierter Diffraktionsmessungen ermittelte Eigenspannungen in drei Raumrichtungen (x,y,z) in additiv gefertigten 316L-Proben. Links: Probe direkt nach Fertigung, rechts: Probe nach Hitzebehandlung zur Verringerung von Eigenspannungen. P61A: Eigenspannungen ermittelt durch energiedispersive Diffraktionsmessungen an der Beamline P61A; P07: Eigenspannungen ermittelt durch tiefenaufgelöste, winkeldispersive Diffraktionsmessungen an der Beamline P07 (Beide PETRA III, DESY, Hamburg)
Figure 5: Residual stresses in three spatial directions (x,y,z) in additively manufactured 316L samples determined by means of synchrotron-based diffraction measurements. Left: Specimen directly after fabrication, right: Specimen after heat treatment to reduce residual stresses. P61A: Residual stresses determined by energy-dispersive diffraction measurements at beamline P61A; P07: Residual stresses determined by depth-resolved, angle-dispersive diffraction measurements at beamline P07 (both PETRA III, DESY, Hamburg).

Die ersten Ergebnisse zeigen die Vergleichbarkeit der beiden Messverfahren. Im Verlauf des Projektes werden die hier erwähnten Verfahren mit weiteren Verfahren (z. B. Neutronendiffraktion) sowie mit Ergebnissen aus Messungen an weiteren Synchrotronbeamlines verglichen und an gemeinsamen Messprotokollen und Software zur Datenanalyse gearbeitet, um standardisierte Messverfahren unabhängig von Methode und Quelle zu ermöglichen.

2.3 Tomographie an additiv gefertigten Stahlproben [3,5]

Während der frühen Produktionsschritte von Stahl können Verunreinigungen auftreten, die zu Fremdpartikeln (Einschlüssen) im Material führen. Diese Einschlüsse können zu einer Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften der Bauteile führen, für die der Stahl später verwendet wird. Der schwedische Stahlhersteller SSAB ist bestrebt, die Reinheit seines Stahls zu verbessern, insbesondere für neue, anspruchsvolle Anwendungen wie die additive Fertigung. Die synchrotronbasierte Microtomographie (SRµCT) ermöglicht durch dreidimensionale Bildgebung die Interpretation durch stereographische Methoden und die Annahme einer regelmäßigen Größenverteilung der Einschlüsse, um Größe, Form und Volumenanteil der Einschlüsse zu erhalten. **Bild 6** zeigt 3D-gerendertes Volumen einer Stabprobe aus der SRµCT.

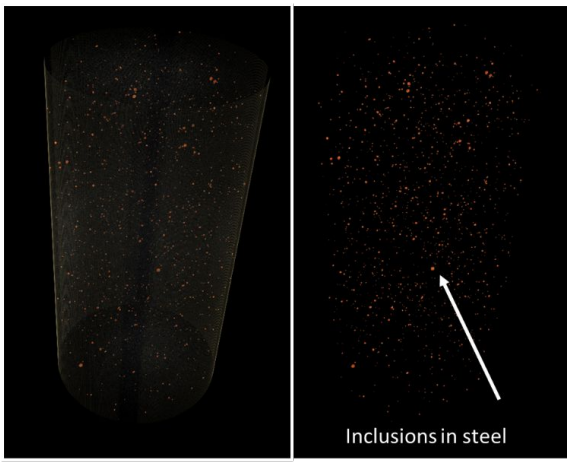


Bild 6: Tomogramm einer Stahlstabprobe mit Einschlüssen (orange). Mit SRµCT war es möglich, Einschlüsse bis zu einer Größe von 2,4 µm zu erkennen. Der Probendurchmesser beträgt etwa 1 mm.
Figure 6: Tomogram of steel rod sample showing inclusions (orange). With the SRµCT method, it was possible to detect inclusions down to the size of 2.4 µm. The sample diameter is about 1 mm.

Danksagung – Das EASI-STRESS-Projekt wird gefördert durch das EU Horizon 2020-Programm unter der Fördernummer 953219; Tomographische Untersuchungen an Stahlproben wurden unterstützt durch das Vinnova-Förderprogramm „Research infrastructure - utilisation and collaboration“

Literatur

[1] Z Hegedüs, T. Müller, J. Hektor, E. larsson, T. Bäcker, S. Haas, ALC Conceicao, S Gutschmidt, U Lienert, Imaging Modalities at the Swedish Materials Science beamline at PETRA III, **2019,** *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **580** 012032

[2] F. Lindberg, L. Ryde, J. Brask, S.E. Hörnstrom, J.Östberg, T. Müller, Stress Mapping on Ultrahigh Strength Steel Cut Edges, *Advanced Engineering Materials,* **2021***, 23,* 2001168.

[3] M. Thiry, F. Beckmann, J. U. Hammel, J. P. Moosmann, F. Wilde, *SPIE Optical Engineering + Applications Proceedings Volume 11840, Developments in X-Ray Tomography XIII 18400V,* **2021**, https://doi.org/10.1117/12.2596669

[4] D. Canelo-Yubero, E. Maawad, P. Staron, N. Schell, G. Abreu Faria, M. Sanchez-Poncela, J. M. Martinez – *On the influence of thermal treatment on residual stresses in an additively manufactured austenitic steel 316L*; ICRS 11 (Nancy, 2022), Konferenzbeitrag

[5] Vinnova project database: Tomography for clean steel https://www.vinnova.se/en/p/tomography-for-clean-steel/

Ungänzen in additiv gefertigten Bauteilen – Einfluss auf die dynamischen Festigkeiten

Discontinuities in additively manufactured components – influence on the dynamic strengths

C. Weidig, Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH, Jena

Kurzfassung – Wo es bei nahezu allen etablierten Verfahren Normungen und Richtlinien gibt, wie Ungänzen zu bewerten sind, fehlen diese öffentlich zugänglichen Vorschriften im Bereich der additiven Fertigung jedoch gänzlich. In der vorliegenden Studie wurde untersucht, wie sich Ungänzen in additiv gefertigten Bauteilen auf die dynamischen Eigenschaften auswirken. Dazu wurden Ungänzen in Probekörper definiert eingebracht und diese mit Hilfe der digitalen Durchstrahlungsprüfung untersucht, um die resultierenden Fehlergrößen und Ausprägungen zu detektieren. Anschließende Festigkeitsuntersuchungen zeigten die Einflüsse der eingebrachten Ungänzen auf die ermittelten dynamischen Eigenschaften Schwingfestigkeit und Ermüdungsfestigkeit. Experimentell ermittelte Wöhlerlinien geben erste Hinweise darauf, wie groß der tatsächliche Einfluss von Ungänzen in den Proben ist. Dies ermöglicht Aussagen zur Festigkeit nicht nur unter statischer Belastung, sondern auch unter dynamischen Laständerungen.

Stichwörter: additive Fertigung, PBF-LB/M, dynamische Festigkeit, Zeitfestigkeit, AlSi10Mg

Abstract – Whereas there are standards and guidelines on how to evaluate imperfections in almost all established processes, these publicly available regulations are completely lacking in the field of additive manufacturing. The present study investigates how discontinuities in additively manufactured components affect the dynamic properties. For this purpose, discontinuities were introduced into test specimens in a defined manner and these were examined using digital radiographic testing to detect the resulting defect sizes and characteristics. Subsequent strength tests showed the influence of the introduced flaws on the determined dynamic properties fatigue strength and fatigue resistance. Experimentally determined Wöhler lines provide initial indications of the actual influence of imperfections in specimens. This enables statements to be made about the strength not only under static load but also under dynamic load changes.

Keywords: additive manufacturing, PBF-LB/M, dynamic strength, fatigue strength, AlSi10Mg

1 Ausgangssituation und Vorgehen

Im vorherigen Projekt „QuaPLa – Qualifizierung von Prüfverfahren lasergenerierter Bauteile“ wurde untersucht, wie groß der Einfluss von definiert eingebrachten Poren in additiv gefertigten Bauteilen auf die mechanischen Festigkeiten unter statischer Belastung ist. Dabei zeigte sich, dass mit zunehmender Porengröße die Zugfestigkeit und auch die Bruchdehnung abnehmen, die Streckgrenze allerdings nahezu unbeeinflusst bleibt **(Bild 1)**. Ebenso wurde ersichtlich, dass bei kleineren Poren < 500 µm die Abnahme der Bruchdehnung und Zugfestigkeit deutlich geringer ist als bei größeren Poren > 500 µm.

Um verlässlichere Aussagen darüber zu treffen, wie Unregelmäßigkeiten in additiv gefertigten Bauteilen zu bewerten sind, wurden in der vorliegenden Studie dynamische Festigkeitsuntersuchungen durchgeführt. Dabei kamen Probenformen in Anlehnung an ASTM E606 und ASTM E466 zum Einsatz, die im Bereich des kleinsten Querschnitts bewusst eingebrachte Ungänzen (meist Poren) besaßen. Die Oberfläche der Proben wurden dabei sowohl abgedreht um ein R_z < 3,5 µm zu erreichen, als auch als „as-built“ belassen.

Nach dem Bauprozess schloss sich eine digitale Durchstrahlungsprüfung mit einer Mikrofokusröntgenröhre an, um die eingebrachten Poren und deren Lage und Größe zu bestätigen. Die anschließenden dynamischen Versuche erfolgten größtenteils im Zeitfestigkeitsbereich zwischen 50.000 und 500.000 Belastungszyklen. Dabei wurden pro Lasthorizont fünf bis zehn Schwingversuche durchgeführt.

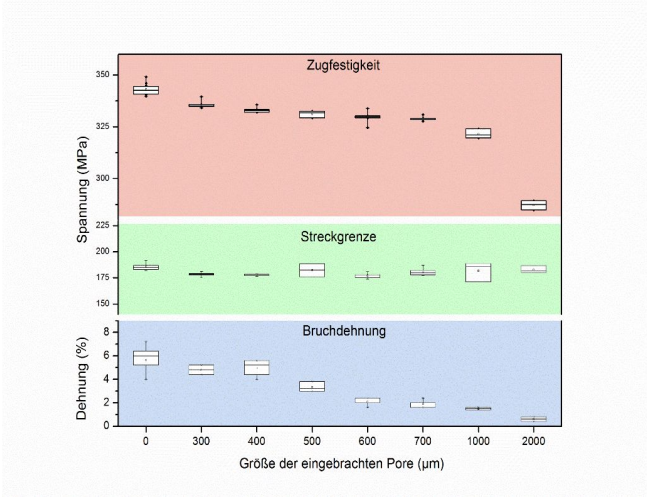


Bild 1: Zugfestigkeit, Streckgrenze und Bruchdehnung in Abhängigkeit der eingebrachten Poren als Ergebnis des statischen Zugversuchs [1]
Figure 1: Tensile strength, yield strength and elongation at break as a function of the defects as a result of the static tensile test [1]

2 Probencharakterisierung

2.1 Digitale Durchstrahlungsprüfung und Schliffbilder

Die Qualifizierung der Einzelporen fand für alle gefertigten Proben mit dem zerstörungsfreien Prüfverfahren der digitalen Durchstrahlungsprüfung statt **(Bild 2)**. Das bildgebende Verfahren ermöglicht den Nachweis der Einzelporen durch die Darstellung der Dichteunterschiede vom verschmolzenen Pulver der Probe und vom losen Pulver innerhalb des Hohlraumes. Mit Hilfe von Schliffbildern konnten die bewusst eingebrachten Ungänzen schlussendlich bestätigt werden **(Bild 2)**.

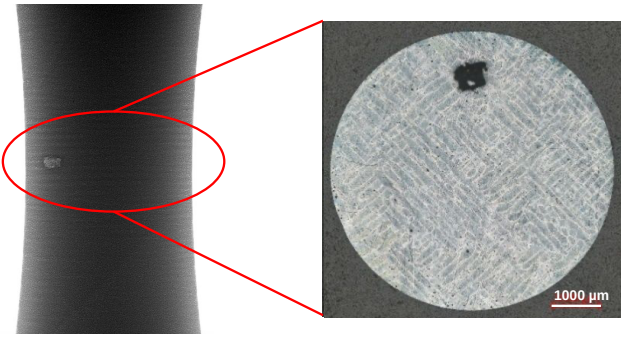


Bild 2: 600 µm große Einzelpore in zweidimensionaler Durchstrahlung und zugehöriger Schliff
Figure 2: 600 µm large single pore in two-dimensional radiography and associated microsection

2.2 Bruchflächencharakterisierung

In den Bruchbildern konnten die Rissinitiierungsstellen und die Rissverläufe nachverfolgt werden **(Bild 3)**. So zeigten die Proben mit den „as-built“-Oberflächen ein Versagen ausschließlich von der Probenoberfläche ausgehend. Dabei bildeten die durch die raue Oberfläche vorhandenen, strukturellen Kerben die Rissinitiierungsstellen. Die Proben mit den abgedrehten Oberflächen hingegen versagten an den eingebrachten künstlichen Ungänzen. Dies hatte zur Folge, dass bei den unbearbeiteten Proben mit „as-built“-Oberfläche der Einfluss der Oberfläche größer ist als der Einfluss der bewusst eingebrachten Ungänzen.

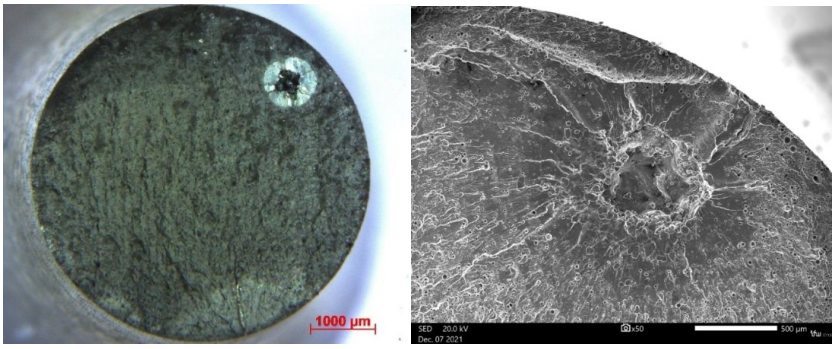


Bild 3: Bruchbild im Stereomikroskop und Rasterelektronenmikroskop einer Probe mit 600 µm großer Einzelpore

Figure 3: Fracture pattern in the stereomicroscope and scanning electron microscope of a specimen with a 600 µm large single pore

3 Dynamische Festigkeit

Im Wechsellastbereich R_L = -1 wurde mit Hilfe von Wöhlerversuchen die dynamische Festigkeit ermittelt. Die Auswahl der Spannungshorizonte erfolgte dabei so, dass das Versagen der Proben innerhalb des Zeitfestigkeitsbereiches geschah, sodass Zeitfestigkeitsgeraden erstellt werden konnten. Durch gezielte Veränderung der Prozessparameter und bewusst eingebrachten Poren lagen zwei verschiedene Porositäten (0,7 % und 2,2 %) und verschiedene Variationen der eingebrachten Unregelmäßigkeiten vor. Im Langzeitfestigkeitsbereich wurde das Treppenstufenverfahren verwendet und 5 Mio. Lastzyklen als Durchläufer definiert.

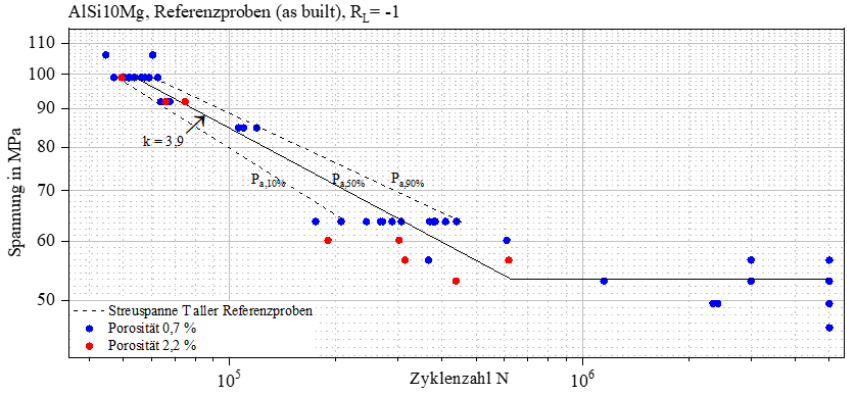


Bild 4: Referenzproben (as built) mit 0,7 % und 2,2 % Porosität
Figure 4: Reference specimens (as built) with 0.7 % and 2.2 % porosity

Für die Referenzproben ohne bewusst eingebrachten Ungänzen zeigte sich, dass bei „as-built"-Oberflächen der Einfluss der Porosität nicht erkennbar ist **(Bild 4)**. Wie schon in den Bruchbildern ersichtlich war, ist der Einfluss der Oberfläche größer als etwaige innere Ungänzen. Selbst bewusst eingebrachte Poren mit einer Größe von 300 µm zeigen Festigkeitswerte, die denen der Referenzproben entsprechen **(Bild 5)**.

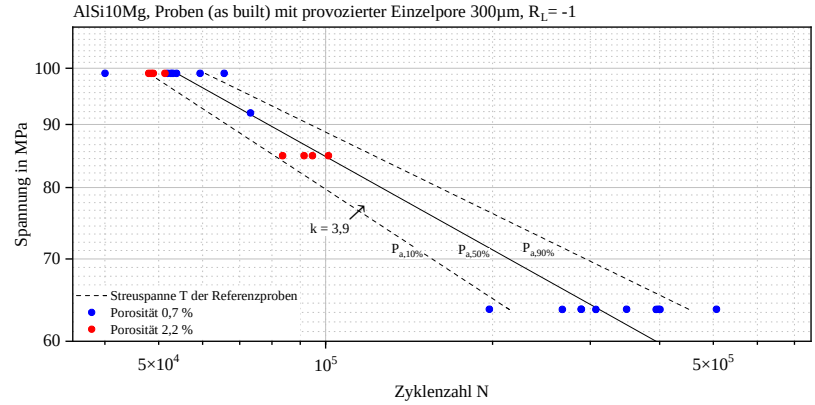


Bild 5: Proben (as-built) mit provozierter Einzelpore ø 300 µm und Ausfallwahrscheinlichkeit P der Referenzproben
Figure 5: Specimens (as-built) with provoked single pore ø 300 µm and failure probability P of the reference samples

Anders verhält es sich, wenn die Oberfläche abgedreht ist und somit der Einfluss der Oberfläche minimiert wird. In diesem Fall zeigt sich, dass eine geringere Porosität auch zu höheren Festigkeiten im Vergleich zu einer höheren Porosität führt **(Bild 6)**.

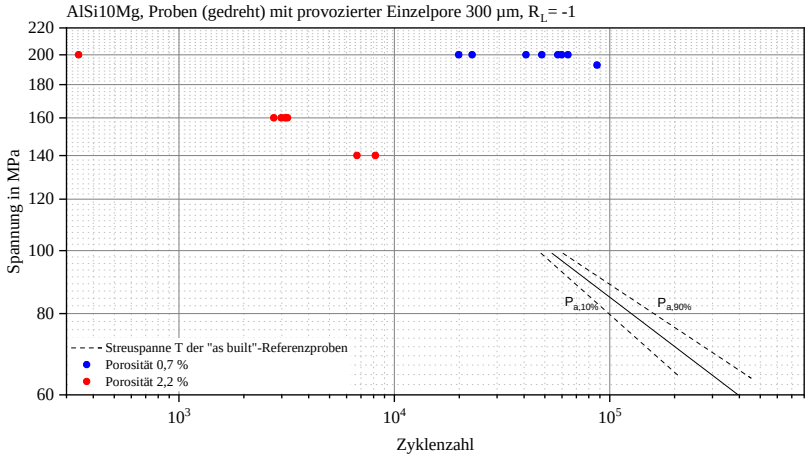


Bild 6: Proben (gedreht) mit provozierter Einzelpore ø 300 µm und Ausfallwahrscheinlichkeit P der as-built Referenzproben

Figure 6: Specimens (turned) with provoked single pore ø 300 µm and failure probability P of the as built reference samples

Durch Variation der Größe der eingebrachten Ungänzen konnte dargestellt werden, wie sehr sich die Zeitstandfestigkeit in deren Abhängigkeit ändert. Dass eine große Pore mit 800 µm die Festigkeit deutlich reduziert, war zu erwarten, die durchaus geringe Änderung bei 400 µm allerdings nicht **(Bild 7)**. Die dargestellten Geraden stellen die Ausfallwahrscheinlichkeit P_A = 50 % dar. Auf die Darstellung der Streuung wurde übersichtlichkeitshalber verzichtet, sie liegt im Bereich der Referenzproben.

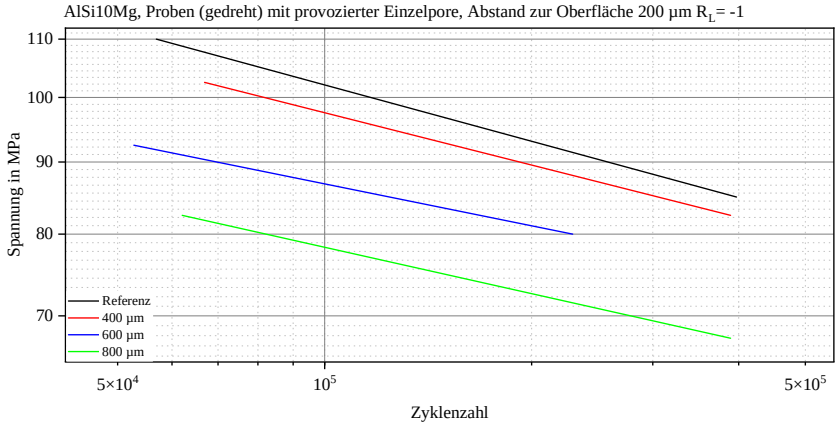


Bild 7: gedrehte Proben mit provozierter Einzelpore unterschiedlicher Größe im Abstand von 200 µm zur Probenoberfläche

Figure 7: turned specimens with provoked single pore of different size at a distance of 200 µm from the specimen surface

Der wichtigste Einfluss der Ungänzen ist neben deren Größer allerdings der Abstand zur Probenoberfläche. So wirken sich Poren direkt unterhalb der Oberfläche deutlich kritischer auf die Schwingfestigkeit aus, als dies bei Poren im Inneren der Probe der Fall ist **(Bild 8)**.

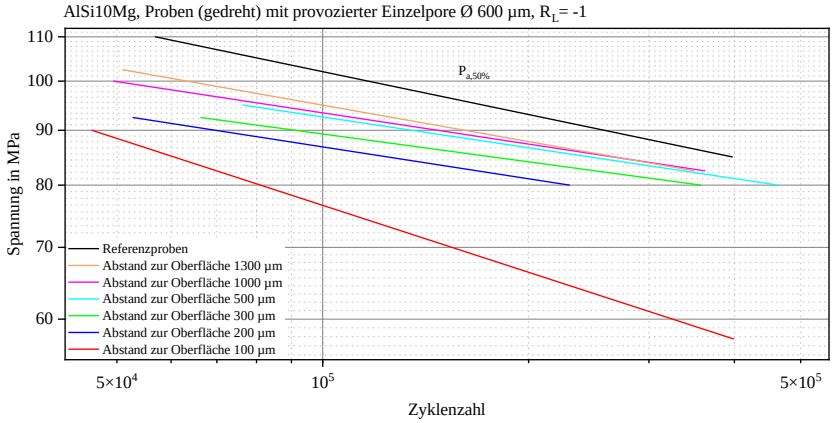


Bild 8 gedrehte Proben mit provozierter Einzelpore ø 600 µm und unterschiedlichem Abstand zur Probenoberfläche; die Gerade der Ausfallwahrscheinlichkeit

Figure 8: turned specimens with provoked single pore ø 600 µm and different distance to the sample surface

4 Zusammenfassung

Es zeigte sich, dass eine unebene Oberfläche einen größeren Einfluss auf die Zeitfestigkeit hat als kleinere, innenliegende Ungänzen. So liegen sowohl die Proben mit höherer Porosität als auch Proben mit 300 µm großen, bewusst eingebrachten Poren innerhalb der Ausfallwahrscheinlichkeit der Referenzproben.

Die Position der Unregelmäßigkeit innerhalb der Probe ist von entscheidender Bedeutung. So ist die Zeitfestigkeit bei einer Pore knapp unterhalb der Oberfläche deutlich geringer als bei einem größeren Abstand zur Oberfläche. Ebenso deutlich ist der Einfluss der Größe der Unregelmäßigkeit. Wie zu erwarten war, sinkt die Zeitfestigkeit bei größeren Unregelmäßigkeiten deutlich. Bei Unregelmäßigkeiten ≤ 400 µm ist der Einfluss allerdings noch gering. Beim Einsatz zerstörungsfreier Prüfverfahren sollte ein besonderes Augenmerk auf oberflächennahe Ungänzen mit einer Größe ab 300 µm gelegt werden, da diese als besonders kritisch einzustufen sind.

Danksagung – Die vorliegende Studie wurde im Rahmen eines laufenden (Projektlaufzeit 01.06.2020 bis 30.09.2022) öffentlich geförderten Projektes (49MF200023) von INNO-KOM durchgeführt und somit vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz unterstützt.

Literatur

[1] C. Weidig, C. Straube: Ungänzen in additiv gefertigten Bauteilen – Einfluss auf die mechanischen Festigkeiten. DACH-Jahrestagung 2019 – Zerstörungsfreie Materialprüfung. DGZfP. Friedrichshafen

Verhalten additiv gefertigter Werkstoffe unter Kavitationsangriff

Behavior of additively manufactured materials under cavitation erosion attack

S. Lorenz, K. Treutler, T. Dieffenbach, V. Wesling, K.-H. Spitzer
Technische Universität Clausthal

Kurzfassung – Die lichtbogenadditive Fertigung hat in den letzten Jahren wissenschaftlich und industriell gesehen einen großen Aufschwung erlebt. Insbesondere durch die Weiterentwicklung der Robotik und Automatisierungstechnik ist es möglich geworden, auch große Bauteile wirtschaftlich und nach genauen Kundenspezifikationen herzustellen. Bei der Kavitationserosion tritt eine Werkstoffschädigung auf, wenn sich in schwingenden oder strömenden Flüssigkeiten beim Unterschreiten des lokalen Dampfpartialdrucks Dampf- oder Gasblasen bilden, die wieder zusammenbrechen. Dabei wird stoßartig Energie freigesetzt, die in Schockwellen auf die Werkstoffoberfläche auftreffen kann und diese schädigt. Dieser Verschleißmechanismus tritt bspw. bei Schiffspropellern auf. Schiffspropeller gehören zu den Bauteilen, die bereits additiv gefertigt werden können. Aber auch andere Komponenten, wie beispielsweise Kreiselpumpen oder Rohrkrümmer, können einem erheblichen Kavitationsverschleiß unterliegen.

Im Rahmen dieser Veröffentlichung wird daher das Werkstoffverhalten eines additiv gefertigten korrosionsbeständigen Stahles unter indirektem Kavitationsangriff nach ASTM G32 untersucht. Es wird gezeigt, inwieweit der schichtweise Aufbau des Werkstücks einen Einfluss auf das Verschleißverhalten unter Kavitationsangriff besitzt und in Korrelation zur auftretenden Mikrostruktur dargestellt. Weiterhin soll ein Vergleich zu einem konventionell hergestellten Werkstoff mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung gezogen werden.

Stichwörter: additive Fertigung, Kavitation, Chrom-Nickel-Stahl

Abstract – Arc additive manufacturing has experienced a great upswing in recent years, both scientifically and industrially. In particular, the further development of robotics and automation technology has made it possible to manufacture even large components economically and to exact customer specifications. In cavitation erosion, material damage occurs when vapor or gas bubbles form in oscillating or flowing liquids when the local vapor partial pressure is undershot, and these bubbles collapse again. Energy is released in an impact-like manner, which can strike the material surface in shock waves and damage it. This wear mechanism occurs, for example, in ship propellers. Ship propellers are among the components that can already be manufactured using additive manufacturing. However, other components can also be subject to significant cavitation wear.

In this publication, the material behavior of an additively manufactured corrosion-resistant steel under indirect cavitation attack according to ASTM G32 is therefore investigated. It will be shown to what extent the layered structure of the component has an influence on the wear behavior under cavitation attack and presented in correlation to the microstructure that occurs. Furthermore, a comparison is to be drawn with a conventionally produced material of similar chemical composition.

Keywords: additive manufacturing, cavitation, chrome nickel steel

1 Einleitung

Bei der additiven Fertigung erfolgt der Aufbau des Bauteils üblicherweise schichtweise [1]. Ein großer Vorteil liegt hier in der Möglichkeit, eine Just-in-Time-Fertigung zu generieren [2]. Im Rahmen der Untersuchungen fand die drahtbasierte additive Fertigung mittels Lichtbogen Anwendung. Sie ist auch unter der Bezeichnung WAAM (Wire and Arc Additive Manufacturing) geläufig. Diese Methode erfuhr durch die Verbesserung bekannter Schweißverfahren, die Etablierung von CAD/CAM-Anwendungen sowie den Fortschritt in der Automatisierungsbranche ein hohes Maß der Optimierung [2,3]. Durch den Einsatz der additiven Fertigung ist es möglich, kundenspezifischen Anforderungen und komplexen Bauteilstrukturen mit geringerem Aufwand als mittels konventioneller Verfahren gerecht zu werden [2]. Diese Fertigungsart erlaubt einen ressourcenschonenden Materialeinsatz und benötigt kein spezielles

Werkzeug, das zum Beispiel eine hohe Verschleißbeständigkeit aufweisen muss [4, 5]. Für die Sicherstellung von adäquaten Bauteileigenschaften ist die Kenntnis über die Wechselwirkung von Fertigungsprozess und entstehenden Werkstoffeigenschaften zwingend erforderlich, da der hohe Wärmeeintrag Auswirkungen auf das Gefüge, entstehende Eigenspannungen sowie signifikante Oberflächendefekte hat [1]. Ein umfangreicher Überblick über den Stand der Forschung in diesem Bereich ist in *Treutler, K.; Wesling, V. The Current State of Research of WAAM: A Review* gegeben [6].

Der Markt bietet eine Vielzahl unterschiedlicher Werkstoffe, sodass sich im Bereich der additiven Fertigung zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten ergeben. Von großem Interesse sind dabei Untersuchungen, die beispielweise den Einfluss der schweißtechnischen Herstellung analysieren. Speziell der iterierende Wärmeeintrag in eine Komponente kann sich dabei auf die Gefügebildung und die sich daraus ergebenden Bauteileigenschaften auswirken. In dem Zusammenhang soll dieser Beitrag die Mikrostruktur sowie die Verschleißbeständigkeit eines korrosionsbeständigen Stahls analysieren, der unter dem Einsatz von drahtbasierter additiver Fertigung mittels Lichtbogen hergestellt wurde. So sollen möglicherweise auftretende Abweichungen zum Verhalten konventionell gefertigter Bauteile unter Verschleißangriff analysiert werden.

2 Werkstoffe und schweißtechnische Verarbeitung

Die Herstellung der additiv gefertigten Komponente wird mit dem korrosionsbeständigen Chrom-Nickel-Stahl 1.4316 realisiert [7]. Dieser wird in Form eines Schweißzusatzwerkstoffs zur Verbindung von nichtrostenden und kaltzähen Stählen eingesetzt. Um die Auswirkungen der Aufmischung zu minimieren, wurden die Schweißungen auf einem 1.4301 realisiert. Die chemische Zusammensetzung beider Werkstoffe ist ähnlich. Aufgrund dieser Ähnlichkeit der Werkstoffe wurde der austenitische Chrom-Nickel-Stahl 1.4301 als Vergleichsmaterial ausgewählt. Auch der Umstand, dass der 1.4316 beim artähnlichen Schweißen des 1.4301 als Schweißzusatzwerkstoff zum Einsatz kommt, begründet diese Wahl [8]. Die chemischen Kompositionen der beiden Werkstoffe finden sich in **Tabelle 1**.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung der verwendeten Legierungen in Gew.-% [8, 9]
Table 1 chemical composition of used alloys in weight-% [8, 9]

Legierung	Fe	C	Si	Mn	Cr	Ni	N
1.4301	bal.	0,07	1,0	2,0	17,5-19,5	8,0-10,5	0,11
1.4316	bal.	0,02	0,9	1,7	20,0	10,2	-

Wie auch in der vorangegangenen Arbeit diente die TransPuls Synergic 4000 CMT der Firma Fronius als Schweißstromquelle. Die zugehörigen verwendeten Schweißparameter sind **Tabelle 2** zu entnehmen.

Tabelle 2 Schweißparameter [7]
Table 2 welding parameters [7]

Stromstärke	130 A
Spannung	22 V
Drahtvorschub	5 m/min
Vorschubgeschwindigkeit	30 cm/min
Prozessvariante	Impuls

Unter Verwendung des Schutzgases Argon erfolgte die schweißtechnische Umsetzung. Hierfür wurden für eine Schweißlage vier Strichraupen nebeneinander und insgesamt acht Lagen übereinander geschweißt. **Bild 1** zeigt das Schliffbild dieser Gesamtschweißung, bei dessen Erstellung V2A-Beize zum Einsatz kam. Die Zwischenlagentemperatur wurde stets bei ≤ 200 °C gehalten. Die Auftragsrichtung der Raupen wurde nach jeder Lage gewechselt.

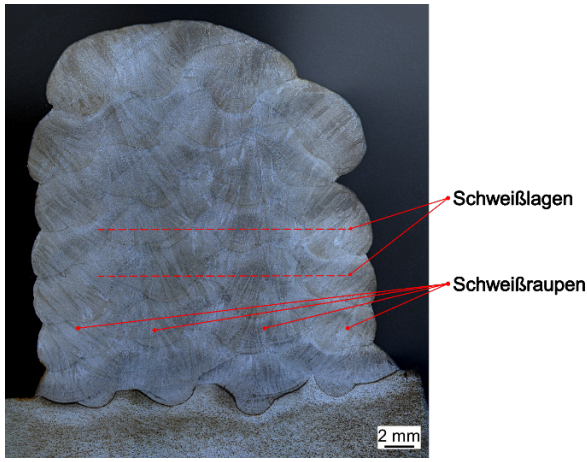


Bild 1: Schliffbild der Gesamtschweißung
Figure 1: micrograph of the overall welding

Um die Brennerführung zu verdeutlichen, zeigt **Bild 2** die Seitenansicht der Gesamtschweißung in schematischer Darstellung.

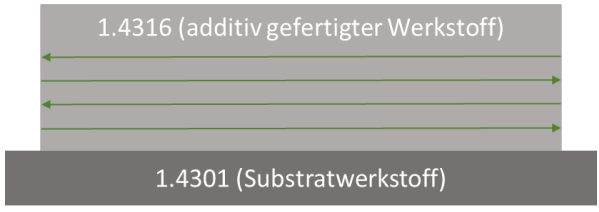


Bild 2: schematische Darstellung der Brennerführung
Figure 2: schematic diagram of the burner guide

Um das Verschleißverhalten unter Kavitationseinfluss adäquat analysieren zu können, wurden die Kavitationsproben längs der Schweißung entnommen. Somit ist sichergestellt, dass in jeder Probe mehr als eine Schweißlage enthalten ist. Diese Art der Entnahme ermöglicht die Untersuchung des Einflusses des additiven Lagenaufbaus. Die Verschleißtests erfolgten dann in Längs- sowie in Querrichtung. Weiterhin wurde bei den Längs-Proben die Ober- und Unterseite geprüft.

3 Prüftechnik

Um die Auswirkungen auf das Gefüge durch zusätzliche Wärmeeinbringung zu minimieren, erfolgte die Probenentnahme mittels des funkenerosiven Drahtschneidens.

Zur Untersuchung des Gefüges war die Erstellung von metallographischen Schliffen notwendig, mithilfe derer die Auswirkungen des lagenweisen Aufbaus unter wiederholter Wärmeeinbringung auf die Gefügeentstehung analysiert wurden. Hierbei kamen die Ätzmittel Beraha II für den Werkstoff 1.4301 und Lichtenegger und Bloech sowie das Ätzmittel nach Groesbeck für den Werkstoff 1.4316 zum Einsatz. Dies diente der Feststellung von σ-Phasen durch den Schweißprozess [10]. Ein Fischerscope gab Aufschluss über den δ-Ferritgehalt. Weiterhin

erfolgte die Härtebestimmung der einzelnen Raupen im Querschliff unter Verwendung der Vickershärte HV10.

Im Rahmen der Verschleißtests wurde das indirekte Kavitationsverfahren in Anlehnung an die ASTM G32 eingesetzt [11]. **Bild 3** zeigt den Aufbau des verwendeten Kavitationsprüfstands. Dabei wird eine durch ein Ultraschallgerät angeregte schwingende Sonotrode aus Ti-6Al-V4 mit einem Abstand von 0,5 mm über einer stationären Probe platziert. Die verwendete Ultraschallfrequenz beträgt dabei 21 kHz und die Amplitude 50 µm. Als Medium wird destilliertes Wasser mit einer Temperatur von 15 °C verwendet. Es wurde eine jeweilige Gesamtversuchszeit von 20 h gewählt.

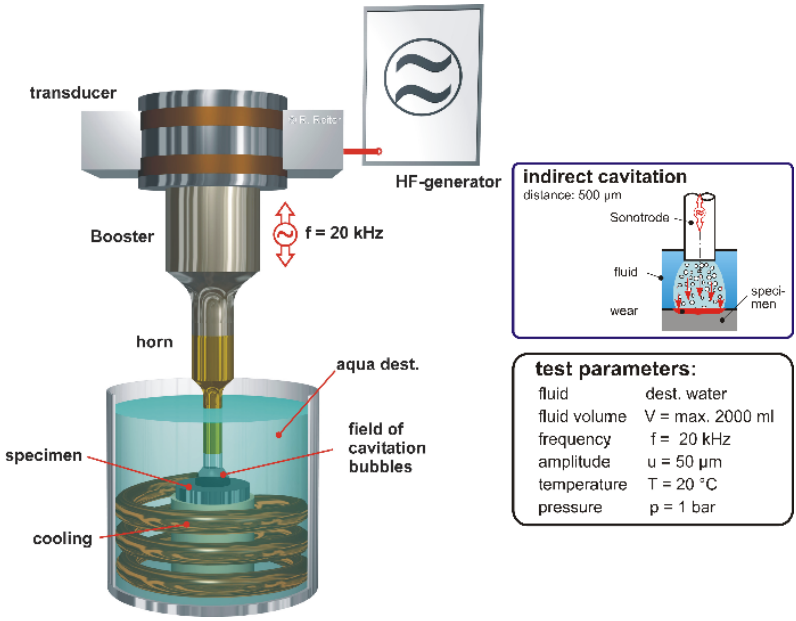


Bild 3: schematischer Aufbau des verwendeten Kavitationsprüfstands
Figure 3: schematic structure of the used cavitation test rig

4 Ergebnisse und Diskussion

Zuerst erfolgt die Betrachtung der untersuchten Gefüge, welche in **Bild 4** visualisiert sind [7]. Linksseitig ist das vollaustenitische Gefüge des Werkstoffs 1.4301 dargestellt. Zur Kontrastierung wurde hier das Ätzmittel Beraha II verwendet. Die unterschiedliche Färbung der Austenitkörner entsteht durch deren Orientierung. Das rechte Schliffbild zeigt einen austenitischen Stahl mit circa 10 % δ-Ferrit. Der Werkstoff 1.4316 wurde hierfür mit dem Ätzmittel nach Lichtenegger und Bloech behandelt. Die hellbraunen bis blauen Färbungen stellen den Austenit dar, während die weißen Kolorierungen den δ-Ferrit sichtbar machen.

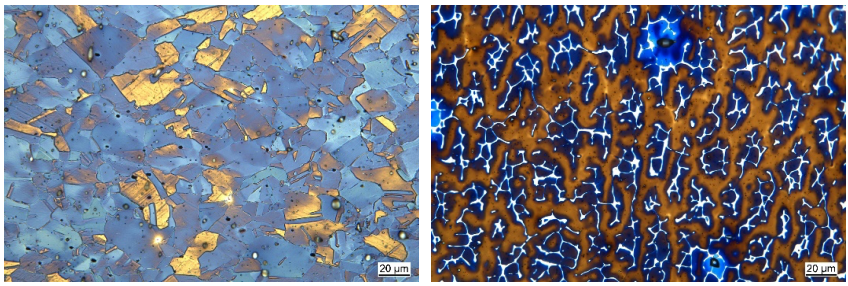


Bild 4: links: Gefüge 1.4301, Ätzmittel Beraha II; rechts: Gefüge 1.4316, Ätzmittel Lichtenegger und Bloech [7]
Figure 4: left: microstructure 1.4301, etchant Beraha II; right: microstructure 1.4316, etchant Lichtenegger und Bloech [7]

Bei einem solchen Gefüge in Verbindung mit der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffs 1.4316 ist es möglich, dass sich beim Schweißen versprödende σ-Phasen bilden. Ebenso wie in [7] dargestellt, konnten diese nicht nachgewiesen werden.

In **Bild 5** sind die Ergebnisse der Verschleißuntersuchungen zusammengetragen. Es erfolgt dabei jeweils eine Gegenüberstellung der additiv gefertigten Werkstoffe 1.4316 oben, 1.4316 unten und 1.4316 quer mit dem Vergleichswerkstoff 1.4301. Aus den Resultaten geht hervor, dass die Verschleißabträge beim 1.4316 deutlich höher ausfallen als beim Vergleichswerkstoff 1.4301. Bezüglich der relativen Standardabweichungen weist der 1.4316 quer mit 23,46 % den höchsten Wert auf. Während die additiv gefertigten Materialien 1.4316 unten und 1.4316 quer signifikant höhere Werte aufweisen als der Vergleichswerkstoff 1.4301, liegen die Standardabweichungen des 1.4316 oben auf demselben Niveau wie die des 1.4301.

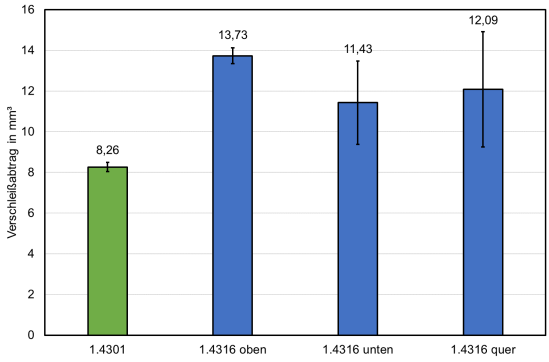


Bild 5: Verschleißabtrag nach 20 h Versuchszeit
Figure 5: wear removal after 20 h of testing

Im Anschluss an die Verschleißtests erfolgte die Untersuchung der verschlissenen Oberflächen mithilfe eines Rasterelektronenmikroskops. **Bild 6** zeigt die Aufnahmen der vier untersuchten Werkstoffe bei jeweils 2000-facher Vergrößerung. Grundsätzlich ist auf allen vier Bildern die gleiche wellenartige Struktur erkennbar. Diese ist typisch für das Verschleißbild der Kavitation. Das Vollmaterial 1.4301 weist eine gleichmäßigere Oberflächenbeschaffenheit auf als die Ausführungen des 1.4316. Das deutet beim additiv gefertigten 1.4316 auf ein weniger homogenes Werkstoffverhalten hin. Die REM-Aufnahmen legen die Vermutung nahe, dass nicht detektierte Fehlstellen, wie beispielsweise Bindefehler oder Inhomogenitäten, für den erhöhten lokalen Abtrag verantwortlich sind. Die sichtbaren Bruchstellen beim 1.4301 bilden

das Erscheinungsbild von interkristallinen Brüchen und somit von Brüchen entlang der Korngrenzen ab. Dieser optische Eindruck kann nicht abschließend validiert werden. Die Bruchareale auf den REM-Aufnahmen der 1.4316-Ausführungen zeigen spröde gebrochene Stellen und liefern somit ein anderes Bild als das Vollmaterial (vgl. Markierungen in **Bild 6**). Weiterhin sind hier im Gegensatz zum 1.4301 große Bruchflächen erkennbar, deren Entstehung entweder auf hohe Eigenspannungen oder den Einfluss des δ-Ferrits zurückzuführen ist.

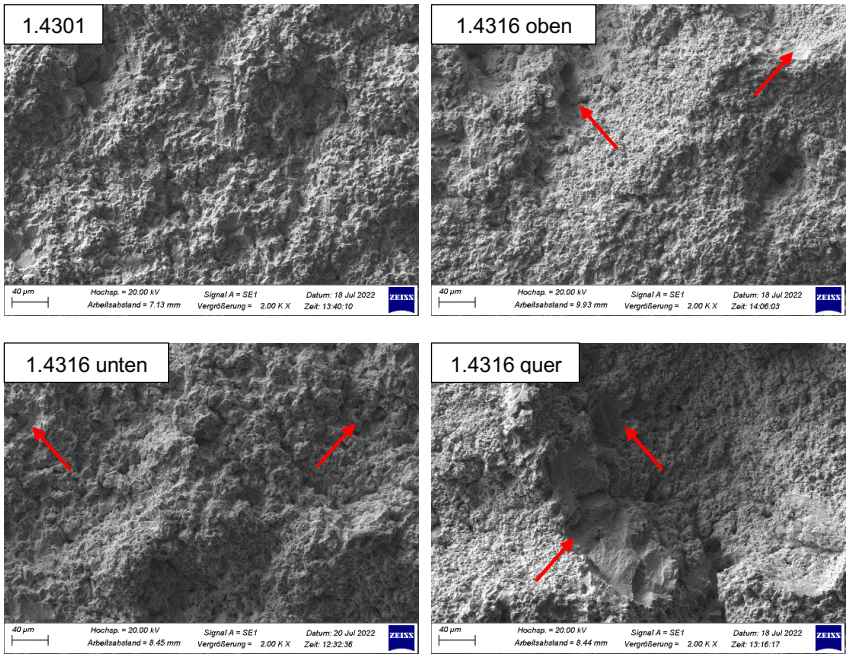


Bild 6: REM-Aufnahmen der verschlissenen Oberflächen bei jeweils 2000-facher Vergrößerung
Figure 6: SEM-micrographs of the worn surfaces at 2000x magnification each

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die metallographischen Untersuchungen zeigten, dass mittels guter Prozesseinstellung und Wärmeführung ein von σ-Phasen freier WAAM-gefertigter 1.4316 hergestellt werden kann. Die Verschleißbeständigkeit wurde unter dem Einsatz der Kavitationsprüfung nach ASTM G32 ermittelt. Als Vergleichswerkstoff diente der konventionell gefertigte nichtrostende Stahl 1.4301 mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung. Die Ergebnisse zeigen, dass der additiv gefertigte Werkstoff eine insgesamt geringere Verschleißbeständigkeit aufweist. Die REM-Aufnahmen der verschlissenen Oberflächen bestätigen diesen Trend. Sie offenbaren eine weniger homogene Oberfläche des 1.4316 gegenüber dem Vergleichswerkstoff. Die Untersuchungen zeigen, dass mittels WAAM hergestellte Komponenten aus 1.4316 unter Kavitationsbelastung ein schlechteres Werkstoffverhalten als ein konventionell hergestellter 1.4301 aufweisen.

Bezüglich zukünftiger Versuchsreihen sind weitere Untersuchungen für die Validierung der durch die REM-Aufnahmen gewonnenen Erkenntnisse notwendig. Darüber hinaus sollte die Ursache der teils hohen Standardabweichungen bei den Kavitationsprüfungen durch weitere systematische Verschleißtests eruiert werden.

Literatur

[1] R. Citarella, V. Giannella: Additive Manufacturing in Industry. Applied Sciences, 11/2 (2021), S. 840

[2] A. M. Ralls, P. Kumar, P. L. Menezes: Tribological Properties of Additive Manufactured Materials for Energy Applications: A Review. Processes, 9/1 (2021), S. 31

[3] R. Lachmayer, R. B. Lippert, S. Kaierle: Konstruktion für die Additive Fertigung 2018, Springer Vieweg, Berlin, 2020

[4] A. Vafadar, F. Guzzomi, A. Rassau, K. Hayward: Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges. Applied Sciences, 11/3 (2021), S. 1213

[5] D. Ding, Z. Pan, D. Cuiuri, H. Li: Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 81/1-4 (2015), S. 465–481

[6] Treutler, K.; Wesling, V. The Current State of Research of Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM): A Review. Appl. Sci. 2021, 11, 8619. https://doi.org/10.3390/app11188619

[7] Lorenz, S.; Treutler, K.; Hamje, J.; Wesling, V. (2021): Einfluss der additiven Fertigung eines Chrom-Nickel-Stahles auf das Verhalten im Dreikörperabrasivverschleiß. In: Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand, S. 235–240.

[8] Voestalpine Böhler Welding: Thermanit JE-308L Si. https://www.vabw-service.com/documents/boehler/datenblaetter/de/L1_5193_de__Thermanit%20JE-308L%20Si_de_de_19.pdf?cache=1580114122, recherchiert am 26.07.2022

[9] C. W. Wegst, M. Wegst: Stahlschlüssel-Taschenbuch. Wissenswertes über Stähle, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH, Marbach am Neckar, 2010 (22. Auflage)

[10] G. Petzow, V. Carle: Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen, Borntraeger, Berlin, 1994 (6. Auflage)

[11] ASTM G32: Standard Test Method for Cavitation Erosion Using Vibratory Apparatus, 2016

Bewertung von IR-Schweißverbindungen an kurzfaserverstärkten Thermoplasten mittels digitaler Bildkorrelation

Evaluation of IR welded joints on short fiber reinforced thermoplastics using digital image correlation

L. Schraa, Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V.
K. Uhlig, Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V.
K. Gevers, Kunststofftechnik Paderborn, Universität Paderborn
P. Töws, Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt
M. Stommel, Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V. und Institut für Werkstoffwissenschaft, Technische Universität Dresden

Kurzfassung – Im Rahmen dieser Arbeit werden die Ergebnisse von quasistatischen Zugprüfungen an infrarotgeschweißten kurzfaserverstärkten Thermoplasten vorgestellt. Es werden zwei glasfaserverstärkte Materialien mit unterschiedlichen Fasergehalten untersucht, Polyamid 6 mit einem Glasfasergehalt von 50 M.-% (PA6 GF50) und Polyphthalamid mit einem Glasfasergehalt von 35 M.-% (PPA GF35). Mit Hilfe der digitalen Bildkorrelation (DIC) werden die Dehnungen auf der Oberfläche des Prüfkörpers bestimmt, wodurch sich kritische Bereiche ortsaufgelöst schon bei geringen Dehnungen identifizieren lassen. Für beide Materialen werden die Auswirkungen verschiedener IR-Schweißprozessparameter auf die Geometrie der Fügepartner und das lokale und globale Deformationsverhalten sowie die Zugfestigkeit analysiert. Ergänzend wird mit Hilfe von CT Untersuchungen die lokale Faserorientierung ermittelt. Die Versuchsergebnisse werden mit FEM-Simulationsergebnissen verglichen.

Stichwörter: Optische Bildkorrelation, Infrarotschweißen, Kurzfaserverstärkte Kunststoffe, Simulation

Abstract – In this work, the results of quasi-static tensile tests on infrared welded short fiber reinforced thermoplastics are presented. Two glasfiber reinforced materials with different fiber volume fractions are investigated, PA6 GF50 and PPA GF35. Digital image correlation (DIC) is used to determine the strains on the surface of the specimen, allowing critical areas to be identified with spatial resolution even at low strains. For both materials, the effects of different IR welding process parameters on the geometry of the joining partners, the local and global deformation behavior as well as the tensile strength are analyzed. In addition, CT investigations are carried out to evaluate the local fiber orientation. The experimental results are compared with simulation results.

1 Einleitung

Kurzfaserverstärkte thermoplastische Kunststoffe werden immer häufiger für hochbelastete Bauteile eingesetzt, da sie eine hohe spezifische Festigkeit aufweisen und sich sehr wirtschaftlich im Spritzgießverfahren herstellen lassen. Für komplexe Bauteile rücken auch nachgelagerte Fügeverfahren, wie z. B. das Infrarotschweißen in den Anwenderfokus. Die Ermittlung der mechanischen Eigenschaften von geschweißten kurzfaserverstärkten Thermoplasten ist dabei eine prüftechnische Herausforderung, da das Materialverhalten inhomogen ist. Die Ursache hierfür ist die Beeinflussung der lokalen Faserorientierung und -konzentration durch den Fügeprozess. Es können Dehnungskonzentrationen entstehen, welche einen signifikanten Einfluss auf die Belastbarkeit des Bauteils haben. Im Bereich der Schweißnaht kommt es durch den Infrarot (IR)-Schweißprozess neben der Umorientierung der Fasern zu einer thermischen Belastung des Polymers welche eine lokale Veränderung des Materialverhaltens nach sich ziehen kann. Zusätzlich kann es zu geometrischen Abweichungen wie Versatz- und Winkelfehlern kommen, welche einen signifikanten Einfluss auf die resultierende Festigkeit haben können [1,2].

2 Experimentelle Details

Im Folgenden wird neben der Herstellung der Prüfkörper auch der Messaufbau der Zugversuche näher beschrieben. Die Herstellung der Spritzgussplatten sowie die IR-Schweißungen wurden am KTP der Universität Paderborn durchgeführt. Die mechanische Charakterisierung der Schweißverbindungen erfolgte am IPF Dresden. Es wurden zwei Materialien mit unterschiedlichen Fasergehalten untersucht. Zum einen ein PA6 GF50 mit der Bezeichnung Durethan BKV50H2.0 von Lanxess, zum anderen ein PPA GF35 mit der Bezeichnung Ultramid Advanced N4HG7 LS BK von BASF. Beide Materialien sind schwarz gefärbt, um die Absorption der IR-Strahlung im Schweißprozess zu erhöhen.

2.1 Herstellung der Prüfkörper

Für die Herstellung der geschweißten Prüfkörper wurden zunächst Spritzgussplatten mit den Abmessungen 130 mm x 70 mm x 3 mm hergestellt. Aus diesen Platten wurden jeweils zwei Platten mit den Abmessungen 50 mm x 70 mm x 3 mm entnommen und anschließend an der kurzen unbearbeiteten Seite geschweißt. Die Schweißungen wurden mit variierten Maschinenparametern hergestellt. Neben der Intensität der IR-Strahlung wurde auch der Fügedruck variiert. Für alle Schweißungen wurde eine Schmelzeschichtdicke von 1 mm angestrebt. Dafür wurde die Erwärmzeit angepasst. Eine Übersicht über die Parametersätze mit den jeweiligen Einstellungen ist in **Tabelle 1** aufgelistet. Aus der Mitte der geschweißten Platten wurde jeweils ein Prüfkörper mit einer konstanten Breite von 20 mm entnommen. Für jeden Parametersatz wurden mindestens drei Prüfkörper untersucht.

Tabelle 1 Parametersätze zur Herstellung der IR-Schweißungen
Table 1 Parameter sets for the preparation of IR welds

Parametersatz	**A (E)**	**B (F)**	**C (G)**	**D (H)**
Material	PA6 GF50 (PPA GF35)	PA6 GF50 (PPA GF35)	PA6 GF50 (PPA GF35)	PA6 GF50 (PPA GF35)
Erwärmstrategie	Intensiv	Sanft	Intensiv	Sanft
Strahler-Bauteil-Abstand [mm]	15 (12)	15 (12)	15 (12)	15 (12)
Strahlerleistung [%]	70	50 (45)	70	50 (45)
Erwärmzeit [s]	22 (26)	46 (82)	22 (26)	46 (82)
Fügedruck [MPa]	1	1	2	2

2.2 Messaufbau

Die einachsigen Zugversuche der geschweißten Prüfkörper wurden an einer Universalprüfmaschine des Typs ZwickRoell 1456 durchgeführt. Für die optische Dehnungsmessung wurde ein 3D-DIC System von GOM verwendet, welches die oberflächlichen Dehnungen auf der Vorderseite des Prüfkörpers erfasst. Durch die Verwendung von zwei Kameras können die räumlichen Positionen der Oberfläche bestimmt werden. Ergänzend wurde das Deformationsverhalten der Seitenfläche des Prüfkörpers zweidimensional mit Hilfe einer Digitalkamera vom Typ Sony Alpha 1 mit einem Sigma Makroobjektiv erfasst, um zusätzliche Informationen über die Dehnungen in Dickenrichtung zu generieren. Für die optischen Dehnungsmessung wurde der Prüfkörper mit einem stochastischen Punktmuster auf der Vorderseite und der Seitenfläche versehen. Der Messaufbau ist in **Bild 1** abgebildet.

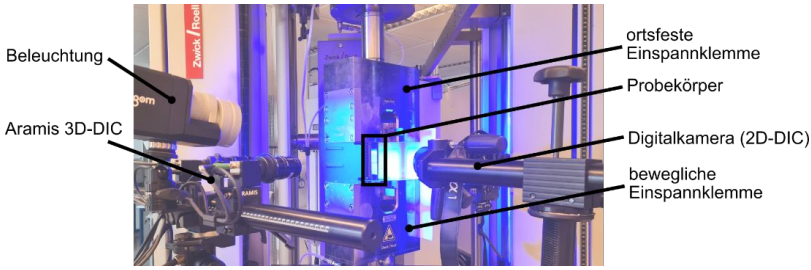


Bild 1: Messaufbau der durchgeführten Zugversuche mit optischer Dehnungsmessung
Figure 1: Test setup of the performed tensile tests with optical strain measurement

3 Auswertung und Diskussion der Ergebnisse

In diesem Abschnitt werden die Auswertungen der Zugversuche an den IR-geschweißten Prüfkörpern vorgestellt. Die Prüfkörper wurden zur Vorbereitung auf die optische Dehnungsmessung mit einem stochastischen Muster besprüht. Die Prüfkörper aus PA6 GF50 wurden nach DIN EN ISO 1110 bei 70°C und 63 % relativer Feuchte schnellkonditioniert [3]. Die Einspannlänge für die Zugversuche betrug 100 mm. Die Traversengeschwindigkeit lag bei 2 mm/min. Die Bildaufnahmefrequenz für die optische Dehnungsmessung betrug 1 Hz.

3.1 Geometrische Eigenschaften

Mit Unterstützung der optischen Bildkorrelation sollte eine Bewertung der IR-Schweißungen erfolgen. Um den Ausgangszustand jedes Prüfkörpers zu berücksichtigen, wurden diese zunächst nur an der oberen Einspannung geklemmt. In diesem Zustand wurde von jedem Prüfkörper ein Referenzbild mit dem 3D-DIC-System aufgenommen, sodass die Positionsdaten der Oberfläche erfasst wurden. Diese Daten eignen sich für eine Qualitätsanalyse der Schweißung. Über die Auswertung der z-Position, konnten Versatz und Winkelfehler zwischen den Fügepartnern analysiert werden. Eine Veranschaulichung der Fehler ist in **Bild 2** dargestellt.

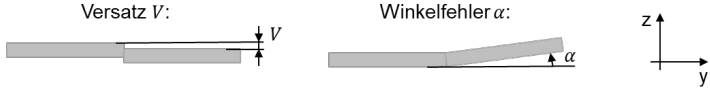


Bild 2: Veranschaulichung der betrachteten Geometriefehler
Figure 2: Illustration of the observed geometry deviations

Die Positionsdaten wurden exportiert und in Python weiterverarbeitet. Es wurde eine Funktion aufgestellt, welche aus zwei linearen Funktionen besteht, die durch eine vertikale Linie an der Position y_{SN} voneinander getrennt sind.

$$z(y) = \begin{cases} m_1 \cdot y + n_1, y < y_{SN} \\ m_2 \cdot y + n_2, y > y_{SN} \end{cases} \quad (1)$$

Es wurde ein Residuum zwischen den y-z-Koordinaten aus der optischen Dehnungsmessung (y_i^{Mess}, z_i^{Mess}) und der aufgestellten Funktion $z(y)$ gebildet. Über eine Minimierung des Residuums lässt sich diese Funktion dahingehend an die Messdaten annähern, dass die beiden linearen Funktionen die Lage der Fügepartner abbilden und die vertikale Linie die Position der Schweißnaht y_{SN} annähert.

$$res = \sum_{i=1}^{n} \left(z_i^{Mess} - z\left(y_i^{Mess}\right) \right)^2 \quad (2)$$

Die Minimierung des Residuums erfolgte über einen differentiellen Evolutionsalgorithmus (DE). Der Vorteil liegt darin, dass unabhängig von den gewählten Startwerten zuverlässig das globale Minimum gefunden wird und der Algorithmus zudem sehr einfach aufgebaut ist [4].

Der Versatz V zwischen den Fügepartnern wurde nach der Optimierung über die Differenz der Funktionswerte an der Schweißnahtposition berechnet. Der Winkelfehler α berechnet sich über die Steigung der angenäherten Funktionen:

$$V = \left| \left(m_2 \cdot y_{SN} + n_2 \right) - \left(m_1 \cdot y_{SN} + n_1 \right) \right| \tag{3}$$

$$\alpha = \arctan\left(\left| m_2 - m_1 \right| \right) \tag{4}$$

In **Bild 3** links ist beispielhaft das Ergebnis der Geometrieanalyse für einen Prüfkörper abgebildet. Die Messpunkte der digitalen Bildkorrelation sind in blau dargestellt. Die orangene Linie zeigt die Lösung der optimierten Näherungsfunktion. Die Schweißnahtposition des Modells ist in schwarz abgebildet. Die berechneten Werte für die geprüften Probekörper sind in **Bild 3** rechts in Abhängigkeit von der Zugfestigkeit aufgetragen. Die Zugfestigkeit wurde hier bezogen auf den Ausgangsquerschnitt der Fügepartner berechnet. Die Ergebnisse für den Werkstoff PA6 GF50 sind in blau dargestellt. Die Daten für PPA GF35 sind in orange abgebildet.

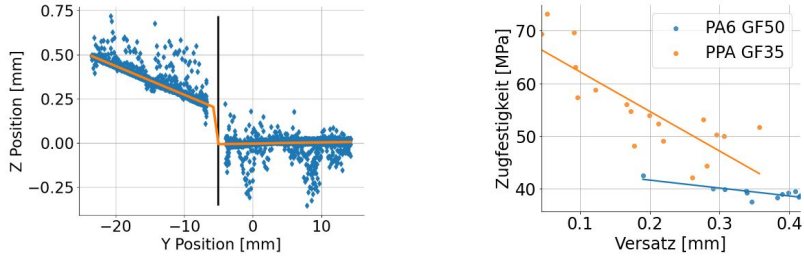


Bild 3: Darstellung der berechneten Werte: Links: Geometriefehlerermittlung eines Prüfkörpers; Rechts: Einfluss des Versatzes auf die Zugfestigkeit für PA6 GF50 und PPA GF35

Figure 3: Visualization of the calculated values: Left: Geometry deviation analysis for one sample; Right: Influence of misalignment on tensile strength for PA6 GF50 and PPA GF35

In **Bild 3** links ist zu erkennen, dass die Position der Fügepartner durch den Algorithmus gut erfasst wird. Auch die Position der Schweißnaht wird zuverlässig gefunden. Für diesen Prüfkörper wurde ein Versatz von 0,2 mm und ein Winkelfehler von 0,97° ermittelt. In **Bild 3** rechts lässt sich eine deutliche Reduzierung der Zugfestigkeit mit Zunahme des Versatzes erkennen. Bei dem Werkstoff PPA GF35 ist dieser Effekt deutlich stärker ausgeprägt. Hier entspricht die Abnahme der Zugfestigkeit in etwa der Flächenreduzierung der überlappenden Schweißfläche durch den Versatz. Dieser Zusammenhang lässt vermuten, dass die Kraftübertragung der Schweißwulst bei PPA GF35 gering ist. In Kapitel 3.2 wird diese These durch Bilder aus der optischen Dehnungsmessung unterstützt. Bei dem Material PA6 GF50 ist dieser Effekt deutlich weniger ausgeprägt. Hier scheint das Wulstmaterial den negativen Einfluss des Versatzes teilweise auszugleichen.

3.2 Analyse des Dehnungsfeldes

Ein großer Vorteil der digitalen Bildkorrelation gegenüber einem Extensometer ist die ortsabhängige Erfassung der Dehnung. Kurzfaserverstärkte Kunststoffe können sich lokal sehr unterschiedlich verhalten, da die Steifigkeit stark von der lokalen Faserorientierung abhängt. Auch die Geometrie der Schweißnaht führt zu lokal variierenden Dehnungen. Mit Hilfe der ortsaufgelösten Dehnungsfelder können diese Inhomogenitäten in der Geometrie und im

Material berücksichtigt werden und somit die Einflüsse des Schweißprozesses auf die Festigkeit näher analysiert werden.

In **Bild 4** sind für die untersuchten Materialien die Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung eines Prüfkörpers dargestellt. Zusätzlich sind CT-Bilder eines vergleichbaren Prüfkörpers abgebildet, um Informationen zur Faseranordnung zu erhalten. Für PA6 GF50 (links) ist deutlich eine Dehnungskonzentration im Bereich um die Schweißnaht zu erkennen. Während die aufgebrachte Dehnung hier bei 2 % lag, erreichte die lokale Dehnung bis zu 6 %. Das Dehnungsfeld des Prüfkörpers aus PPA GF35 ist im Vergleich deutlich homogener. Hier betrug die aufgebrachte Dehnung 1,5 % und die lokale Dehnung an der Schweißnaht ca. 2 %.

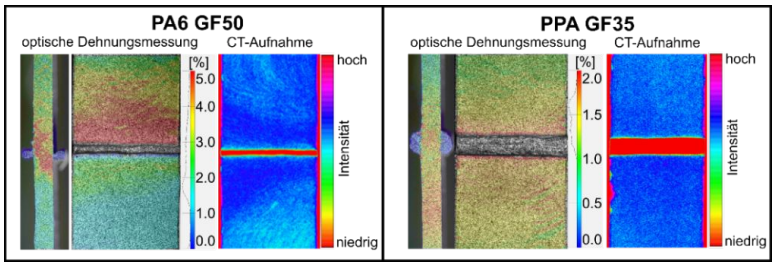


Bild 4: Optische Dehnungsmessung und CT-Aufnahme: Links: PA6 GF50; Rechts: PPA GF35
Figure 4: Optical strain measurement and CT scan: Left: PA6 GF50; Right: PPA GF35

Mit Hilfe der CT-Bilder lassen sich über die gemessene Intensität Dichteunterschiede im Material sichtbar machen. So lässt sich in Bereichen mit einer höheren Intensität eine geringere Konzentration von Fasern feststellen. Ein Vergleich mit dem gemessenen Dehnungsfeld lässt darauf schließen, dass die Dehnungskonzentration des PA6 GF50-Prüfkörpers zum Teil auf eine geringere Konzentration an Fasern zurückzuführen ist. Das CT-Bild des PPA GF35-Prüfkörpers zeigt eine deutlich gleichmäßigere Faserverteilung, was auch durch das homogene Dehnungsfeld bestätigt wird. Die Dehnung an der Schweißfläche konnte durch das frontal auf den Prüfkörper gerichtete Messsystem aufgrund der Schweißwulst nicht ausgewertet werden. Diesem Problem wurde auf zwei Wegen begegnet. Neben der 3D-Bildkorrelation wurde eine weitere Kamera auf die Seitenfläche des Prüfkörpers gerichtet. Da es sich hier um eine ebene Fläche handelt, konnte ein 2D-Dehnungsfeld auf der Seitenfläche ermittelt werden. Zusätzlich wurde für jeden Parametersatz ein Prüfkörper gemessen, bei der der Schweißwulst vor der Messung abgetragen wurde. Somit ließ sich ein gleichmäßiges Dehnungsfeld auch unmittelbar an der Bindenaht erstellen.

In **Bild 4** ist aus den Aufnahmen der Seitenflächen erkennbar, dass der Schweißwulst kaum eine Dehnung erfährt. Der Wulst ist bei den Prüfkörpern aus PPA GF35 deutlich größer, scheint jedoch von dem umliegenden Material mechanisch entkoppelt zu sein. Bei Betrachtung der Dehnung quer zur Belastungsrichtung ist zu erkennen, dass es zu einer frühzeitigen Rissbildung zwischen Wulstmaterial und Ausgangsmaterial kommt. Dies bestätigt die Beobachtung in Kapitel 3.1, dass der Schweißwulst mechanisch kaum einen Einfluss auf die Festigkeit des Prüfkörpers hat.

Tabelle 2 Steifigkeit, Zugfestigkeit und Versatz in Abhängigkeit der gewählten Schweißparameter
Table 2 Stiffness, tensile strength and misalignment depending on the choice of welding parameters

Parametersatz		**A**	**B**	**C**	**D**	**E**	**F**	**G**	**H**
E [MPa]	mean	3366	3389	3426	3460	5054	5056	5065	5200
	std	52.7	12.8	78.9	46.9	62.4	95.0	62.2	48.1
σ_m [MPa]	mean	39.8	40.5	38.5	38.8	50.4	56.1	51.5	70.7
	std	0.46	1.89	0.98	0.45	8.42	2.76	2.13	2.09
Versatz	mean	0.31	0.31	0.39	0.40	0.20	0.15	0.27	0.06

[mm]	std	0.02	0.10	0.04	0.02	0.07	0.05	0.07	0.03

In **Tabelle 2** sind die gemessenen Steifigkeiten, Zugfestigkeiten und Versätze gemittelt für die untersuchten Parametersätze aufgelistet. Es ist zu erkennen, dass die Wahl der Maschinenparameter keinen signifikanten Einfluss auf die Steifigkeit der Prüfkörper hat. Auch die Zugfestigkeit wird bei PA6 GF50 (A-D) nur leicht von den Schweißparametern beeinflusst. Bei PPA GF35 (E-H) hingegen ist ein deutlich stärkerer Effekt auf die Zugfestigkeit festzustellen. Die Parametersätze mit einer sanfteren Erwärmstrategie (F und H) weisen eine vergleichsweise hohe Festigkeit auf. Besonders hoch ist die Festigkeit bei Parametersatz H. Hier ist gegenüber Parametersatz F mit einem höheren Fügedruck geschweißt worden. Bei Betrachtung der Versatz-Werte fällt auf, dass die Geometrieabweichungen bei Parametersatz H deutlich geringer im Vergleich mit den anderen Prüfkörpern ausfallen.

3.3 FEM-Simulation

Im Rahmen der vorgestellten Untersuchungen hat sich herausgestellt, dass der Versatz der Fügepartner einer der Hauptfaktoren für eine verringerte Zugfestigkeit eines Prüfkörpers ist. Für ein besseres Verständnis des Einflusses dieser Fehlerquelle auf das Dehnungsfeld wurde eine FEM-Simulation durchgeführt. Das Materialmodell wurde als linear-elastisch angenommen mit einem E-Modul von 3400 MPa und einer Querkontraktionszahl von 0,4. Es wurden lineare Hexaeder-Elemente verwendet. Die Elementkantenlänge variierte von 1 mm an der Einspannung bis 0,1 mm an der Fügefläche. Die Dehnungsreferenzlänge der DIC-Messung betrug 0,5 mm. In **Bild 5** ist eine Gegenüberstellung der Messergebnisse mit den Simulationsergebnissen für einen repräsentativen Prüfkörper dargestellt. Um das Dehnungsfeld unmittelbar an der Schweißnaht sichtbar zu machen, wurde der Schweißwulst hier abgetragen. Auf das Modell wurde der gemessene Versatz des Prüfkörpers von 0,34 mm übertragen.

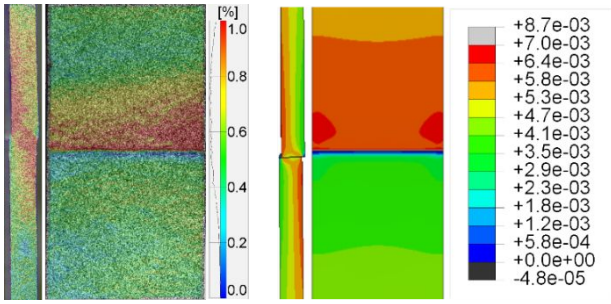


Bild 5: Dehnung in Zugrichtung im Vergleich: Links: DIC-Messung; Rechts: FEM-Simulationsergebnisse

Figure 5: Strain in tensile direction in comparison: Left: DIC measurement; Right: FEM-Simulation results

Im Vergleich wird deutlich, dass der Versatz zu einer signifikanten Änderung des oberflächlichen Dehnungsfeldes führt. Die obere Hälfte des Prüfkörpers scheint sich bei reiner Betrachtung der frontalen Ansicht deutlich stärker zu deformieren als die untere Hälfte. Bei Betrachtung der Seitenansicht fällt aber auf, dass sich durch den Versatz die Dehnung hier nur an der Oberfläche konzentriert. Die Simulation bestätigt diesen Effekt. Sowohl in der Simulation als auch in der Messung bildet sich zudem unterhalb der Bindenaht ein Bereich mit einer deutlich geringeren Dehnung. Was zunächst in den Messergebnissen wie ein Materialeffekt aussieht, stellt sich im Vergleich mit der Simulation als ein Geometrieeffekt durch den Versatz heraus. Das deutlich gleichmäßigere Dehnungsfeld in der Simulation ist auf die fehlende Berücksichtigung der Faserverteilung zurückzuführen.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde aufgezeigt, welche zusätzlichen Informationen über das Material und die Prüfkörpereigenschaften mit Hilfe der digitalen Bildkorrelation gewonnen werden können. So konnte als Haupteinflussfaktor auf die Zugfestigkeit der IR-geschweißten Prüfkörper der Versatz zwischen den Fügepartnern identifiziert werden. Eine FEM-Simulation zur Analyse der Auswirkungen des Versatzes hat gute Übereinstimmungen mit der DIC-Messung ergeben. Das stark inhomogene Dehnungsfeld bietet zusätzliche Hinweise auf lokale Materialunterschiede, welche mittels CT-Analysen näher analysiert wurden.

In folgenden Untersuchungen sollten die Materialeigenschaften unmittelbar an der Bindenaht näher untersucht werden. Bei PA6 GF50 ist der Einfluss des Versatzes auf die Festigkeit deutlich geringer ausgeprägt als bei PPA GF35. Dies lässt vermuten, dass die mechanischen Eigenschaften des ausgeschwemmten Materials bei PA6 GF50 durch den Prozess weniger stark beeinflusst werden als es bei PPA GF35 der Fall ist.

Danksagung – Das IGF-Vorhaben Nr.: 21276N der Forschungsvereinigung Automobiltechnik (FAT) gehört zum Verband der Automobilindustrie (VDA), Behrenstraße 35, 10117 Berlin. Das Forschungsprojekt wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Literatur

[1] I. Fiebig, V. Schöppner; International Journal of Polymer Science (2016), 1-16

[2] M. Schuth, W. Buerakov; Optische Messtechnik – Praktische Anwendungen für Entwicklung, Versuch, Fertigung und Qualitätssicherung, Carl Hanser Verlag, (2017)

[3] DIN EN ISO 1110: Polyamide – Beschleunigte Konditionierung von Probekörpern, (2019)

[4] R. Storn, K. Price; Journal of Global Optimization 11 (1997), 341-359

Bruchmechanische Analyse des Delaminationswachstums in glasfaserverstärkten Verbundkunststoffen bei Ermüdungsbelastung

Analysis of delamination growth in glass fiber reinforced composites subjected to fatigue loading by means of fracture mechanics techniques

G. Just (V), I. Koch, M. Gude – Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik, Technische Universität Dresden, Holbeinstr. 3, 01307 Dresden
G. Hacker, M. Brod, S. Scheffler, R. Rolfes – Institut für Statik und Dynamik, Leibniz Universität Hannover, Appelstr. 9A, 30167 Hannover

Kurzfassung – Das Verständnis der Entstehung und Ausbreitung von Delamination in faserverstärkten Verbundkunststoffen ist seit geraumer Zeit von großem Interesse für Forschung und Industrie. Die vorgestellten Arbeiten zeigen eine Bildverarbeitungsmethodik zur automatisierten Delaminationsmessung unter Mode I und II Belastung. Für zwei verschiedene Faserausrichtungen im Schichtinterface konnten jeweils Unterschiede im Bruchverhalten für Mode I und II sowohl bei statischer als auch zyklischer Belastung festgestellt werden.

Stichwörter: Bruchmechanik, Delamination, Ermüdung, GFK, Risswachstum

Abstract – Understanding the formation and propagation of delamination in fiber reinforced composites has been of great interest to research and industry for some time. The presented work demonstrates an image processing methodology for automated delamination measurement under mode I and II loading. For two different fiber orientations in the layer interface, different fracture behaviors were found for mode I and II, respectively, under both static and fatigue loading.

Keywords: Crack growth, Delamination, Fatigue, Fracture mechanics, GFRP

1 Einleitung

Der verbreitete Einsatz von Faser-Kunststoff-Verbunden (FKV), z. B. in der Luft- und Raumfahrt, erfordert das fundierte Verständnis des Werkstoff- und Schädigungsverhaltens. Vor allem die Entstehung und Ausbreitung von Delaminationen zwischen den Schichten eines FKV-Bauteils infolge von out-of-plane Belastungen sind aufgrund des fundamentalen Einflusses auf die Strukturintegrität von besonderem Interesse [1, 2]. Unter Betriebslasten können diese Delaminationen wachsen und die FKV-Laminate großflächig schwächen. Das Delaminationswachstums in FKV ist jedoch aufgrund zahlreicher Einflussfaktoren sehr komplex [1, 3] und ist folglich auch experimentell sehr herausfordernd.
In technisch relevanten Anwendungen unterscheiden sich die Faserorientierungen angrenzender Laminatschichten häufig voneinander, was das Delaminationswachstum sowohl bei statischer als auch zyklischer Belastung beeinflussen kann und von der Faserorientierung abhängige Bruchkennwerte zur Folge hat [4].

Im Rahmen der vorgestellten Arbeiten wird der Einfluss der Faserorientierung auf das statische und zyklische Delaminationswachstum in glasfaserverstärkten Kunststoffen (GFK) für die Faserorientierungen 0°/0° und 0°/90° im Schichtinterface mittels bruchmechanischer Versuche untersucht. Dazu werden zum einen standardisierte Versuche nach ASTM 5528 und ASTM 7905 genutzt. Zum anderen wird eine End Notched Flexure (ENF) Prüfvorrichtung für zyklische Untersuchungen ertüchtigt und das Delaminationswachstum mittels automatisierter Bildauswertung in MATLAB unterstützt. Die gewonnenen Ergebnisse werden abschließend in Form von Risswachstums- und Risswiderstandskurven sowie Paris-Geraden präsentiert.

2 Experimentelle Methodik

2.1 Prüfkörperfertigung und Versuchsaufbau

Die Prüfkörper der bruchmechanischen Untersuchungen werden aus unidirektionalen Glasfasergelegen (SIGRATEX UDO DU 220/635) und dem Epoxidharzsystem MGS RIMR135/ RIMH137 (Mischungsverhältnis 100:30) im Resin Transfer Moulding Prozess hergestellt. Zur Einbringung der Starterdelamination wurde eine 70 µm dicke PTFE-Folie zwischen den beiden mittleren Lagen an den Randbereichen der Platte eingelegt. Die so gefertigten Plattenhalbzeuge werden mittels Präzisionstrennschleifmaschine auf die nominellen Prüfkörperlängen L_{DCB} = 125 mm und L_{ENF} = 160 mm zugeschnitten. Um initiale Defekte zu minimieren und sowohl vor als auch nach dem Versuch Mikroskopieuntersuchungen der Prüfkörperkanten zu ermöglichen, wurden die Kanten der Prüfkörper vor Versuchsbeginn poliert. Daraus resultiert im Mittel eine Prüfkörperbreite von B = 24,52 ± 0,11 mm. Die DCB und ENF Prüfkörper wurden aus den gleichen Plattenhalbzeugen entnommen und weisen im Mittel eine Dicke von H = 4,31 ± 0,03 mm auf.
Zur experimentellen Untersuchung der Faserorientierung auf die Energiefreisetzungsraten (ERR) für Mode I und II unter statischer und zyklischer Belastung werden $[0]_{24}$- und $[0_{11}/90]_s$-Lagenaufbauten verwendet. Die DCB-Prüfkörper wurden mit Lastblöcken der Abmessung 25 x 25 x 15 mm³ (L x B x H) versehen. Im Falle statischer Belastung wurde das optische Messsystem ARAMIS SRX der Firma GOM zur Beobachtung des Rissfortschritts mit einer Bildaufnahmefrequenz von f_B = 1 Hz genutzt. Mithilfe eines Spiegels erfolgte die Beobachtung der Rissfront über die gesamte Probenbreite. Die Prüfgeschwindigkeiten betrugen im statischen Fall $v_{T,DCB}$ = 5 mm/min und $v_{T,ENF}$ = 0,5 mm/min.
Während der Ermüdungsbelastung wurde eine hochauflösende Spiegelreflexkamera mit Makroobjektiv eingesetzt. Die Prüffrequenz für alle Ermüdungstests betrug $f_{DCB} = f_{ENF}$ = 2 Hz. Als Lastverhältnis der lagegeregelten Ermüdungsversuche wurde R = 0,1 gewählt. Zur Vermeidung unerwünschter Prüfkörperverschiebung wurde der ENF-Prüfstand für zyklische Untersuchungen hinsichtlich einer Prüfkörperklemmung modifiziert. Die Klemmung in der Krafteinleitung erweist sich zur Vermeidung von axialen Kräften und der Verschiebung des Kraftangriffspunkts im Versuch als zweckmäßig [5]. Für die Radien der Lasteinleitungselemente wurden r_L = 8 mm und für die Auflager r_B = 4 mm bei einem Auflagerabstand von L = 50 mm festgelegt. Die Bilder zur Bestimmung des Delaminationswachstums wurden unter Aufbringung einer geringen Verschiebung von u_B = 0,25 mm in regelmäßigen Abständen während des zyklischen Versuchs aufgenommen.
Die Berechnung der Energiefreisetzungsraten erfolgte nach ASTM 5528 für den DCB-Versuch mit der Compliance Calibration (CC)-Methode entsprechend der Gleichung

$$G_I = \frac{nPu}{2ba}, \tag{1}$$

mit dem Anstieg der linearen Regression der Nachgiebigkeit n, der Kraft P, der Verschiebung des Kraftangriffspunkts u, der Prüfkörperbreite b und der Risslänge a. Die Mode II Bruchenergie wurde ebenfalls nach CC-Methode (ASTM 7905) mithilfe des Zusammenhangs

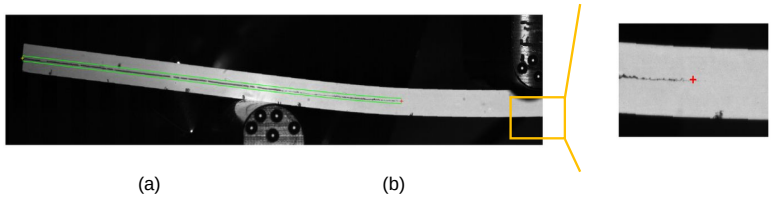
$$G_{II} = \frac{3mP^2a^2}{2b} \tag{2}$$

bestimmt, worin m den Anstieg der linearen Regression der Prüfkörpernachgiebigkeit darstellt.

2.2 Quantifizierung des Delaminationswachstums

Die Ermittlung der Energiefreisetzungsraten erfordert die Bestimmung des Delaminationswachstums während der Versuche. Im Falle der statischen DCB-Versuche kann die in der Software GOM Inspect verfügbare Funktion zur Rissspitzenverfolgung genutzt werden. Für alle anderen Experimente steht bislang keine automatisierte Rissspitzenverfolgung zur Ver-

fügung. Im Rahmen der Arbeiten wurde deshalb ein MATLAB Skript zur Bildauswertung entwickelt, das die Verfolgung der Delaminationsfront für zyklische DCB- und statische sowie zyklische ENF-Versuche ermöglicht. Hierfür können sowohl Bilder des ARAMIS SRX als auch der Spiegelreflexkamera genutzt werden.
Zu Beginn der Rissanalyse muss, zum Zwecke der Skalierung der Bilddaten, zunächst eine bekannte Länge definiert werden, damit die berechneten Pixellängen korrekt umgerechnet werden können. Dies geschieht durch interaktives Auswählen der auf dem Probekörper angebrachten Bleistiftmarkierungen im Abstand von 20 mm. Anschließend ist es einmalig notwendig, die Lage der Starterdelamination zu ermitteln. Hierfür werden beliebige Punkte (mind. 5) entlang der Delamination selektiert – die exakte Auswahl der Delaminationsspitze ist nicht erforderlich. Anhand der Startpunkte wird mittels Regression eines Polynoms 4. Grades eine ROI um die bereits vorhandene Delamination erzeugt, sodass nicht das gesamte Bild verarbeitet werden muss. Im Anschluss wird mittels Harris-Stephens-Algorithmus [6] zunächst eine Ecke der freien Probekörperkante als Startpunkt ermittelt.
Ausgehend vom letzten selektierten Startpunkt (am nächsten zur Rissspitze) wird außerhalb der bisherigen ROI ein Bildausschnitt der Größe $\Delta x = 30$ px und $\Delta y = 20$ px durch Extrapolation des Polynoms ausgewählt. Nachdem die Helligkeit des Bildausschnitts erhöht wurde, können, mithilfe des Kantenerkennungsalgorithmus in MATLAB, im Bildausschnitt vorhandene Helligkeitsunterschiede betont und ein Binärbild erstellt werden. Hierbei erscheint der Riss als Kante und wird dem bestehenden ROI angefügt. Dies geschieht solange, bis keine Kanten mehr erkannt werden. Der nunmehr im Binärbild als weiße Pixel erkannte Riss wird wiederum mittels Polynom 4. Grades angenähert. Durch Integration des Polynomfits und Skalierung der berechneten Länge mit dem Skalierungsfaktor wird die Delaminationslänge in Millimetern bestimmt. Die ermittelte Lage der Delamination samt Start- (gelbes „+“) und Endpunkt (rotes „+“) wird zu Kontrollzwecken in einem grafischen User-Interface (GUI) angezeigt (**Bild 1**). Die Ergebnisse aller ausgewerteten Bilder werden abschließend in Tabellenform gespeichert.



(a) (b)

Bild 1: Ergebnis der automatisierten Risserkennung: (a) Erkannte Delamination auf der Kante eines ENF-Prüfkörpers und (b) Detail der Delaminationsspitze
Figure 1: Results of the automated crack detection procedure: (a) Detected delamination at an ENF specimen edge and (b) detail of the delamination crack tip

Zur Beurteilung der Ergebnisqualität der automatisierten Delaminationsmessung wurden die Ergebnisse der zyklischen ENF-Versuche zum einen mit manuell auf der Prüfkörperkante gemessenen Delaminationslängen verglichen. Hierzu wurde die Rissspitzenposition mittels Mikroskop untersucht und die Länge der Delamination bis zur freien Prüfkörperkante gemessen. Die Ergebnisse sind in **Bild 2(a)** dargestellt. Zum anderen lässt sich aus den Ergebnissen der statischen ENF-Versuche eine berechnete Delaminationslänge in Abhängigkeit der Prüfkörpernachgiebigkeit entsprechend der Gleichung

$$a_{ber} = \left(\frac{C - A}{m} \right)^{1/3}, \tag{3}$$

mit der Konstanten A aus der Regression der Nachgiebigkeit entsprechend ASTM 7905 bestimmen. Der Vergleich der berechneten Delaminationslänge a_{ber} mit der experimentell Gemessenen a_{exp} ist in **Bild 2(b)** dargestellt. Sowohl die manuelle Messung als auch der Vergleich mit den berechneten Werten zeigen eine gute Übereinstimmung mit den mittels Ka-

mera bestimmten Werten. Für die nachfolgenden Berechnungen werden deshalb die automatisiert bestimmten Delaminationslängen zugrunde gelegt.

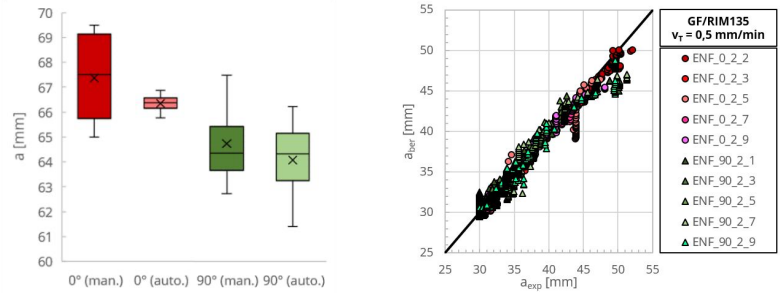


Bild 2: Vergleich (a) der manuell und automatisiert bestimmten Risslänge für zyklische ENF-Versuche und (b) der berechneten und experimentell gemessenen Delaminationslängen für statische ENF-Versuche

Figure 2: Comparison of (a) manually and automatically measured delamination lengths for cyclically loaded ENF specimens and (b) calculated and experimentally measured delamination lengths for statically loaded ENF specimens

3 Experimentelle Ergebnisse

3.1 Statische Belastung

Die Ergebnisse der statischen Versuche sind in **Tabelle 1** zusammengefasst. Aufgrund ausgeprägtem Fiber-Bridging kommt es in den DCB-Versuchen zu einem signifikanten Anstieg der Energiefreisetzungsrate mit zunehmender Delaminationslänge. Die angegebenen Werte entsprechen daher den Medianwerten für die ersten 5 mm Wachstum (G_{Ic}^{an}) und dem weiteren Wachstum (G_{Ic}^{gr}). Für die Bestimmung der Bruchenergie im Mode II wurden die Werte nach ASTM 7905 bei maximaler Kraft ermittelt.

Tabelle 1 Kritische Energiefreisetzungsraten für Mode I- und II-Belastung
Table 1 Critical energy release rates for mode I and II loading

Versuch	Lagenaufbau	Versuche	G_{Ic}^{an}	G_{Ic}^{gr}	G_{IIc}	Hinweise
	[°]	[-]	[J/m²]	[J/m²]	[J/m²]	
DCB	$[0_{12}//0_{12}]$	5	410±32	862±69	☞	
	$[0_{11}/90//90/0_{11}]$	3	536±38	866±119	☞	
	$[0_{11}/90//90/0_{11}]$	2	961±12	1260±32	☞	Riss diffus
ENF	$[0_{12}//0_{12}]$	5	☞	☞	1683±138	
	$[0_{11}/90//90/0_{11}]$	5	☞	☞	1874±142	

Aus **Tabelle 1** wird erkennbar, dass zwischen den beiden Faseranordnungen vor allem bei kurzen Delaminationslängen im Mode I und im Mode II Unterschiede erkennbar sind. Das [0°/90°]-Interface zeigt hierbei stets die größeren Bruchenergien. Für größere Delaminationslängen (L_d > 5 mm) sind keine signifikanten Unterschiede mehr im DCB-Versuch zu beobachten.
Zwei der $[0_{11}/90//90/0_{11}]$-Proben zeigten im Versuch ein hochgradig diffuses Risswachstum. Es ist deshalb davon auszugehen, dass die experimentell gemessene Bruchfläche nicht der realen Bruchfläche entspricht und die, für diese beiden Proben, nach Norm ermittelten Bruchenergien somit deutlich zu hoch berechnet wurden.

3.2 Ermüdungsbelastung

Die Ergebnisse der Delaminationsmessungen bei Ermüdungsbelastung sind in **Bild 3** für DCB- und ENF-Versuche dargestellt. In den Experimenten wurde bei allen Versuchen stabiles Risswachstum beobachtet. Aufgrund der lagegeregelten Versuchsführung konnte in den DCB-Versuchen zunächst nur ein geringes Delaminationswachstum beobachtet werden. Dem wurde durch eine Erhöhung der Lastamplitude nach n = 75.000 Lastzyklen begegnet, sodass auch für Mode I Risslängen von min. 15 mm analysiert werden konnten. Im ENF-Versuch war eine nachträgliche Erhöhung der Lastamplitude nicht erforderlich.

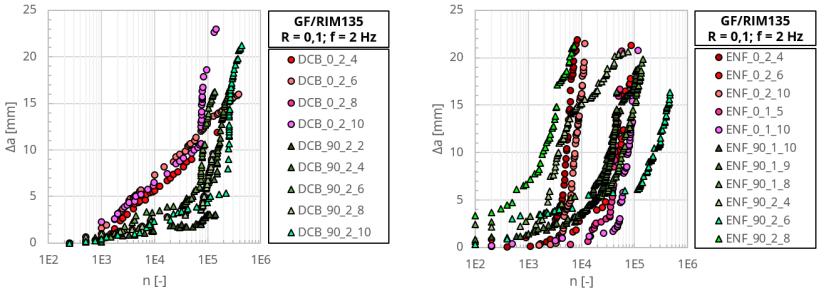


Bild 3: Zyklisches Delaminationswachstum für (a) Mode I- und (b) Mode II-Belastung
Figure 3: Fatigue delamination growth for (a) mode I and (b) mode II loading

Die Risswiderstandskurven für Mode I und II Belastung sind in **Bild 4** dargestellt. Durch die lagegeregelte Versuchsführung nimmt die Energiefreisetzungsrate im DCB-Versuch mit zunehmender Risslänge ab (**Bild 4(a)**). Die Lasthorizonte wurden dabei so gewählt, dass sie von Anfang an unterhalb der kritischen G_{Ic}-Werte lagen.
Im Falle der Mode II Belastung (**Bild 4(b)**) ist, abhängig von der Höhe der aufgebrachten Belastung, bis zu einer Delaminationslänge von ca. L_d = 10 mm zunächst ein Anstieg der ΔG_{II}-Werte zu verzeichnen. Mit weiter zunehmender Länge sinkt die ermittelte Energiefreisetzungsrate wieder ab. Dieses Verhalten konnte auch in [2] beobachtet werden.

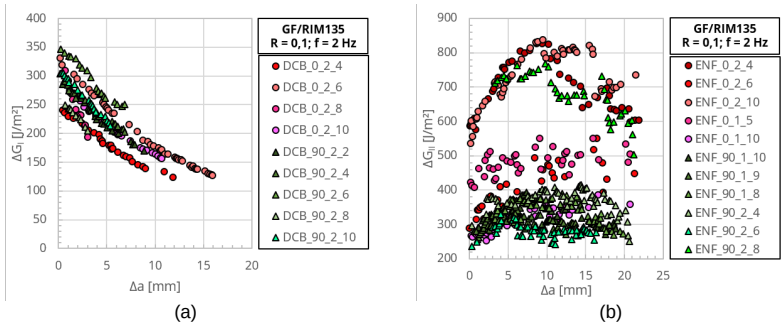


Bild 4: Zyklische Risswiderstandskurven für (a) Mode I und (b) Mode II Belastung
Figure 4: Fatigue crack resistance curves for (a) mode I and (b) mode II loading

Ursächlich dafür kann das komplexe tribologische Verhalten der Bruchflächen sein, das u. a. von der Lasthöhe, dem Spannungsverhältnis und der Risslänge abhängt. Es ist anzunehmen, dass dieses Verhalten im [0°/90°] Interface aufgrund der raueren Bruchflächen und starkem Abrieb der 90°-Schichten noch verstärkt wird.
Aus den Delaminationslängenmessungen (**Bild 3**) und den nach Norm berechneten Bruchenergien (**Bild 4**) können nunmehr Rissfortschrittsgeraden in der Form

$$\frac{\Delta a}{\Delta n} = C \cdot \Delta G^{m} \text{ (Paris-Gerade)} \qquad \text{mit} \quad \Delta G = G_{max} - G_{min} \tag{4}$$

gewonnen werden, wie in **Bild 5** für beide untersuchten Bruchmoden dargestellt. Im Mode I lässt sich, jeweils für alle Versuche einer Interfacekonfiguration, eine gemeinsame Formulierung der Rissfortschrittsgeraden finden (**Bild 5(a)**). Aufgrund des starken Fiber-Bridgings wurden die Ergebnisse nach der Amplitudensteigerung nicht zur Ermittlung der Paris-Geraden genutzt.
Gemeinsame Rissfortschrittsgeraden für die jeweiligen Interfacekonfigurationen konnten für Mode II-Belastung nicht ermittelt werden. Vor allem für das 0°/0°-Interface ist eine starke lasthöhenabhängige Verteilung der Ergebnisse erkennbar (**Bild 5(b)**). Diese Abhängigkeit ist aber auch für das 0°/90°-Interface (Probe ENF_90_2_8) gegeben. Es bleibt zu klären, ob diese Abhängigkeiten mittels der Buchflächentribologie beschrieben werden können und wie dem experimentell begegnet werden kann.

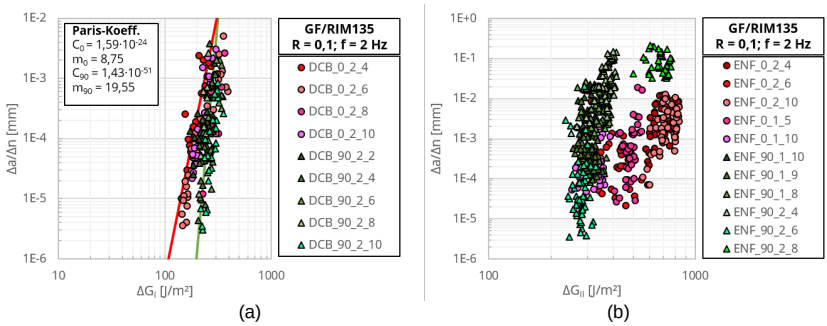


Bild 5: Zyklische Rissfortschrittskurven für (a) Mode I- und (b) Mode II-Belastung
Figure 5: Fatigue crack growth curves for (a) mode I and (b) mode II loading

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die entwickelte Methodik zur automatisierten Delaminationsmessung eignet sich gut zur Messung des Delaminationswachstums. Bei statischer Mode II-Belastung wurden höhere Bruchenergien G_{IIc} für das 0°/90°- als für das 0°/0°-Interface gemessen. Für Ermüdungsbelastung im Mode I zeigen 0°/90°-Grenzschichten im Vergleich zum 0°/0°-Interface ein gutmütigeres Verhalten, wohingegen bei Mode II-Belastung keine klaren Aussagen zum Einfluss des Schichtinterfaces getroffen werden können.
Zukünftig steht die weitere Analyse der experimentellen Methodik und das Verständnis der Einflüsse auf das Delaminationswachstum, vor allem bei Mode II-Belastung, im Mittelpunkt.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Förderung der Arbeiten unter der Projektnummer 457043708.

Literatur

[1] B. Bak, C. Sarrado, A. Turon, J. Costa: Delamination Under Fatigue Loads in Composite Laminates: A Review on the Observed Phenomenology and Computational Methods. Applied Mechanics Reviews 66/6 (2014), S. 060803-1 – 24

[2] J. Sousa, A. Pereira, A. Martins, A. De Morais: Mode II fatigue delamination of carbon/epoxy laminates using the end-notched flexure test. Composite Structures 134 (2015), S. 506–512

[3] R. Jones, A. Kinloch, J. Michopoulos, A. Brunner, N. Phan: Delamination growth in polymer-matrix fibre composites and the use of fracture mechanics data for material characterisation and life prediction. Composite Structures 180 (2017), S. 316–333

[4] J. Lucas: Delamination Fracture: Effect of Fiber Orientation on Fracture of a Continuous Fiber Composite Laminate. Engineering Fracture Mechanics 42/3 (1992), S. 543 – 561

[5] B. Trethewey, J. Gillespie, L. Carlsson: Mode II Cylic Delamination Growth. Journal of Composite Materials 22/5 (1988), S. 459 – 483

[6] C. Harris, M. Stephens: A Combined Corner and Edge Detector. Proceedings of the Alvey Vision Conference (1988), Manchester, S. 147 – 152

Curvature Resistance Test (CRT) – Eine Methodik zum Parametrisieren makroskopischer Materialmodelle

Curvature Resistance Test (CRT) - A methodology for parameterising macroscopic material models

T. Schneider und F. Miletzky, Papiertechnische Stiftung (PTS) und Technische Universität Dresden

Kurzfassung – Faserverbundmaterialien weisen strukturbedingt, teils ursächlich im Produktionsprozess, ein ausgeprägtes richtungsabhängiges Verformungsverhalten unter Belastung auf. Durch das unterschiedliche Verhalten unter Zug-, Druck-, Biege- und Schubbeanspruchung sowie dem Nichtvorhandensein einfacher, geeigneter Messmethoden zum Erheben des plastischen Materialverhaltens fehlen wesentliche Vorrausetzungen zum Aufbau mechanischer Verhaltensprognosen. Im Fokus der Arbeit stehen die Entwicklung einer Messmethodik und die Parameterbereitstellung zum Abbilden der Umformvorgänge beim flächigen, plastischen Biegen und lokalem Falten mit Hilfe der Finiten-Elemente-Methode (FEM). Auf Basis einer ringförmigen Probengeometrie können mittels Krümmungswiderstandsmessung – Curvature Resistance Test (CRT) – die etablierten Prüfungen Zugversuch und Zweipunkt-Biegung ergänzt und damit die für mechanische Verhaltensprognose wesentlichen Materialparameter vollständig ermittelt werden. Zur Beschreibung der nichtlinearen Strukturänderungen auf mikro- und mesoskopischer Ebene wird ein integraler makroskopischer Ansatz gewählt. Per zweistufiger Validierung kann die Eignung der Bestimmung von Ersatzmaterialparameter und das Vorgehen einer automatisierten Parameterauswahl nach der Hauptbeanspruchung gezeigt werden. Damit steht eine Messmethodik zum Charakterisieren des plastischen Biegens und Faltens sowie alternative Verfahren zur Bestimmung der plastischen Drucksteifigkeit und der out-of-plane Schubsteifigkeit zur Verfügung, welche damit den vereinfachten Aufbau von Makrostrukturmodellen aus Verbundwerkstoffen ermöglichen.

Stichwörter: Verbundmaterial, plastisches Biegen und Falten, Schubsteifigkeit, Krümmung, Messung

Abstract – On the one hand, due to the different behaviour under tensile, compressive, bending and shear loads and, on the other hand, due to the non-existence of simple, suitable measuring methods for determining the plastic material behaviour, essential prerequisites for a simple development of mechanical behaviour predictions are missing. The focus of the work is the development of a measuring method and the provision of parameters for mapping the forming processes during flat, plastic bending and local folding with the aid of the finite element method (FEM). On the basis of a ring-shaped specimen geometry, curvature resistance testing (CRT) can be used to supplement the established tensile test and two-point bending tests and thus determine the material parameters essential for predicting mechanical behaviour. An integral macroscopic approach is chosen to describe the non-linear structural changes at the microscale and mesoscopic level. Through a two-stage validation, the suitability of the material parameter determination and the procedure of an automated parameter selection according to the main stress could be tested. There is now a measurement methodology for characterising plastic bending and folding, as well as alternative methods for determining plastic compressive stiffness and out-of-plane shear stiffness. This enables the creation of macro-structural models consist of composites under plastic deformation.

Keywords: Composite material, plastic bending and folding, shear stiffness, curvature, measurement

1 Einleitung

In vielen Anwendungsbereichen werden heutzutage Faserverbundmaterialien eingesetzt. Mit Hilfe unterschiedlicher Materialien, meist durch Verbindung einzelner, flächig ausgeprägter Lagen, werden unterschiedliche Funktionen von einem Halbzeug bereitgestellt oder Leichtbau auf Mesostrukturebene realisiert. Die häufigste Funktion des Halbzeuges ist das mechanische Tragen von Lasten, welche um Funktionen wie z. B. Barrieren gegen Flüssigkeiten und Gase oder Kommunikation erweitert wird. Die Prognose des mechanischen Verhaltens bei Produktion, Transport und Gebrauch bedarf einer Parametrisierung der aufzubauenden Makrostrukturmodelle. Die Methodik des Curvature Resistance Tests (CRT) dient zur Charakterisierung des Umformverhaltens beim Biegen und Falten flächiger Verbundmaterialien

und bildet damit eine Grundlage zur Modellparametrisierung. Sie wurde exemplarisch an Verbundmaterial für Getränkekartone entwickelt, ist jedoch allgemeingültig anwendbar. Bei der Verarbeitung per Biegen und Falten sind weggesteuerte Umformorgane üblich, die zumeist erhobene Biegesteifigkeit hat keinen Einfluss auf die Geometrieausbildung und plastische Verformung und damit keine echte Aussagekraft. Erforderlich sind geometrische Parameter wie der minimale elastischer Biegeradius oder maximal möglicher plastischer Biegeradius vor Bruch. Derart Parameter können direkt vom CRT abgeleitet werden.

2 Problemlage

Zum Aufbau komplexerer, mechanischer Verhaltensprognosen wird die Finite-Elemente-Methode (FEM) benutzt. Ein derartiges Berechnungsmodell setzt sich aus dem geometrischen Strukturmodell, dem Materialmodell und dem Lastmodell zusammen. In Abgrenzung zu metallischen (isotropen) Werkstoffen ist das Materialmodell für Papier abhängig von der Art und Richtung der Belastung (Orthotropie). Dies begründet sich aus dem unterschiedlichen Zug- und Druckverhalten offenporiger Faserwerkstoffe und der herstellungsbedingten Ausrichtung der Fasern auf Mikrostrukturebene. Es ist eine makroskopische Beschreibung des Materialverhaltens erforderlich, da eine Parametrisierung des Mikro- und Mesostrukturverhaltens technisch kaum möglich ist und selbst heutige Rechentechnik bei einer Mikrostrukturmodellierung schnell an ihre Grenzen stößt. Etablierte und genormte Prüfverfahren zur Beschreibung des plastischen Materialverhaltens insbesondere unter Biegung sind nicht verfügbar. Der übliche Zwei- und Dreipunkt-Biegeversuch nach DIN 53123-1 erfasst die integralen Verformungsgrößen Verdrehung oder Verschiebung, welche sich anteilig aus Biege- und Schubverformung zusammensetzen, da die Biegung als Querkraftbiegung aufgebracht wird. Eine inverse Bestimmung des plastischen Materialverhaltens wird durch den Lastgradienten und unbekannte lokale Biege- und Schubanteile erschwert.

3 Lösung

3.1 Ringprinzip

In Anlehnung an die Vier-Punktbiegung für plattenförmige Werkstoffe wird beim CRT der Probekörper mit einem in Probenrichtung konstanten Biegemoment belastet. Dazu wird aus dem streifenförmigen Probematerial ein Ring geformt (**Bild 1**). An dem fixierten Ende des Streifens werden das Einspannmoment und die Lagerkräfte messtechnisch erfasst. Das zweite Streifenende läuft durch einen nahen und zur ersten Einspannung parallelen Führungsspalt durch einen Abzug. Mit diesem Ringprinzip kann die nahezu über dem Ringumfang konstante Krümmung direkt aus der Streifenlänge ermittelt werden. Durch eine gesteuerte Verkürzung der sich zwischen Einspannung und Führung befindlichen Probe, steigt die Krümmung und damit auch das Biegemoment bis zum Biegebruch in der Einspannung an.

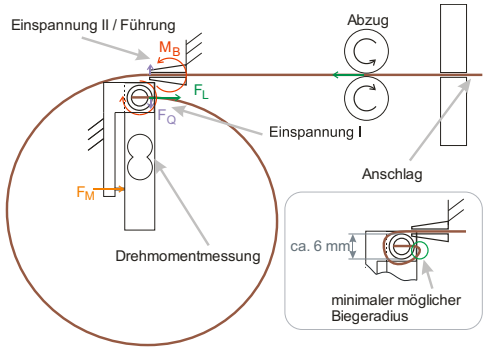


Bild 1: Messanordnung bei der Krümmungswiderstandsmessung nach dem Ringprinzip - CRT
Figure 1: Measuring arrangement for Curvature Resistance Test according to the ring principle - CRT

3.2 Prototypische Umsetzung

Die entwickelte Prüfvorrichtung ermöglicht eine Krümmungswiderstandsmessung für Materialien mit einer Gesamtdicke von bis zu s_D = 0,9 mm. Es können 60 mm breite, streifenförmige Proben mit einer Länge von bis zu l_G = 2 m vermessen werden. Die erforderliche Streifenlänge bemisst sich aus der elastischen Krümmung der Proben. Dazu kann aus dem zu prüfenden Material ein Ring im elastischen Grenzbereich geformt werden. Die doppelte Umfangslänge zuzüglich 140 mm vorrichtungsspezifischer Abzugslänge ergibt die zu empfehlende Streifenlänge. Die maximal mögliche aufzubringende Biegekrümmung wird von der Geometrie der Einspannung und Führung auf circa Kr_{max} = 12 °/mm begrenzt, dies entsprich einem minimalen Biegeradius von etwa r_{min} = 4,5 mm. Die verstellbare Empfindlichkeit der Biegemomenterfassung deckt einen Messbereich von Mb_{max} = 0,1 - 200 mNm ab.
Wesentliche Entwicklungsschwerpunkte der Prüfvorrichtungen waren die bauraumminimierte Probeneinspannung, eine reproduzierbare Probenausrichtung und Probenführung, ein schlupffreier Probenabzug sowie die Erfassung von Einspannmoment und -kräften, inklusiver einer Kalibiermöglichkeit (**Bild 2**). Die Steuerung und Bedienung der Vorrichtung erfolgt derzeit über Hard- und Software auf Basis eines Windows-PCs, womit die Messkurven als Tabellendatei abgespeichert werden.

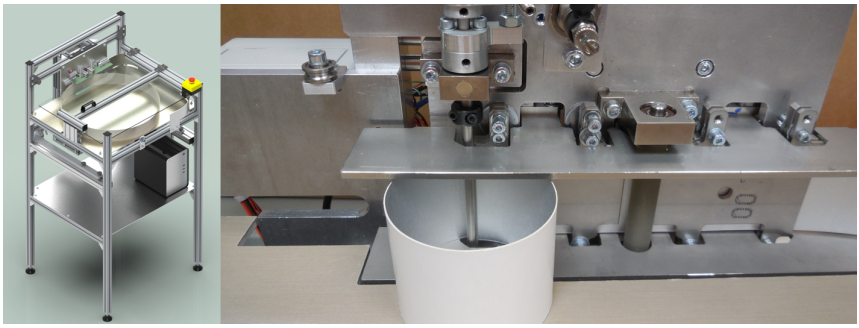


Bild 2: Fotorealistische Abbildung und Detailbild von Probeneinspannung und Führung CRT
Figure 2: Photorealistic image and detail of specimen clamping and guiding CRT

Die realisierte Vorrichtung ermöglicht ein reproduzierbares Erfassen des Krümmungswiderstandes, dabei ist die Varianz der Messwerte vergleichbar mit derer anderer Messverfahren für naturfaserbasierte Materialien.

3.3 Generieren von Materialparametern

In **Bild 3** ist ein Diagramm mit fünf Biegemoment-Krümmungs-Kuven abgebildet. Bei einem lokalen Überschreiten der maximalen Biegekrümmung versagt das Material mit einem Biegebruch. Verbundwerkstoffe mit geringerer Inter- als Innerlagenfestigkeit delaminieren unter Ausbildung eines Faltgelenkes. Die im Diagramm angegebene Krümmung entspricht der mittleren Krümmung entlang des Umfanges des aufgespannten Vollwinkels. Abgebildete Krümmungen größer als die der materialspezifischen Bruchkrümmung resultieren aus dem flächigen Biegen und lokalem Falten nach dem Biegebruch. Auf Basis geometrischer, iterativer Verfahren wurde eine Methode entwickelt die Biege- und Faltanteile separat zu berechnen, dies ermöglicht zusätzlich zur Beschreibung des plastischen Biegeverhaltens auch die Bestimmung der Übertragungsfunktion des lokalen Faltgelenkes. Das Anfahrverhalten ist ursächlich der Massenträgheit und Reibungseffekten beim Aufliegen des Probenringes auf dem Probentisch geschuldet. Bei großen Krümmungen muss der geometrische Fehler des Versatzes von Einspannung und Führung berücksichtigt werden, da infolge von dann relevanten Querkräften das konstante Biegemoment mit einer Querkraftbiegung überlagert wird. Durch

diese Überlagerung wird jedoch der Ort des Biegebruches prädisponiert. Bei Normierung der Kurven auf ihr maximales Biegebruchmoment können auf Basis des Kurvenanstieges unterschiedlich steife Materialien hinsichtlich ihres geometrischen Umformverhaltens direkt verglichen werden. Dabei kann das Versagen zischen den Grenzen des lokalen Biegebrechens und flächigen Knautschens charakterisiert werden.
Zum Parametrieren numerischer Modelle werden makroskopische Materialmodelle in Form von Spannungs-Dehnungs-Kurven benötigt. Die elastische Biegesteifigkeit bzw. Elastizitätsmodul (E-Modul) für Biegung E_B kann mit der Probenbreite b und der Gesamtdicke s_G direkt über die Formel:

$$E_B = 12 * Mb/(Kr * b * {s_G}^3) \quad (1)$$

berechnet werden. Der Quotient aus Biegemoment Mb und Krümmung Kr (in rad/mm) entspricht dabei dem Widerstandsmoment gegen Biegung in Form des Produktes aus E-Modul und Flächenträgheitsmoment Izz. Zur Bestimmung des plastischen Verformungsverhaltens wurden inverse, iterative Verfahren entwickelt. Dazu wird die Materialkurve der angenommenen, inneren Belastung schrittweise so entwickelt, dass das Minimalmodell das äußere Beanspruchungsverhaltens unter Krümmung - die zuvor experimentell bestimmte Übertragungsfunktion des Krümmungswiderstandes - abbildet.

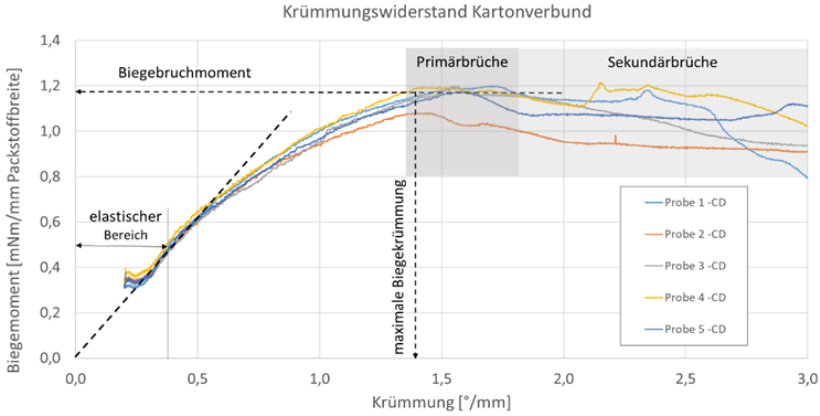


Bild 3: Biegemoment-Krümmungs-Kurven – CRT mit charakteristischen Merkmalen
Figure 3: Bending moment curvature curves - CRT with characteristic features

Die exemplarisch untersuchten papierbasierten Werkstoffe besitzen eine vergleichsweise geringe Schub- zu Biege- und Zugsteifigkeit. Zur Abbildung von Umformungen per typischer Querkraftbiegung ist daher die Schubsteifigkeit zu beachten. Eine ebenfalls an der PTS entwickelte direkte Messung [1] erfordert eine vergleichsweise aufwendige Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung. Als Basis für Verhaltensprognosen wird eine vereinfachte Bestimmung durch Kombination der schubfreien Krümmungswiderstandsmessung und der anteiligen Schubverformung bei dem Zwei-Punkt-Biegeverfahren mit geringer Aspektratio (entsprechend kurzer Probenlänge) vorgeschlagen. Die Berechnung erfolgt auf Grundlage der Differentialgleichung des Biegebalkens nach der Biegebalkentheorie von Timoschenko [2].
Die messtechnische Umsetzung der Zwei-Punkt-Biegung erfolgt in der Regel durch Verdrehung der Einspannung. Der wahre Biegewinkel φ_{Bieg} an der Einspannung kann in Abhängigkeit von der Biegekraft F_b und der Biegesteifigkeit E_B aus dem CRT wie folgt berechnet werden:

$$\varphi_{Bieg} = 4 * F_b * l^2 / (E_B * b * {s_G}^3), \quad (2)$$

Der Schubwinkel kann aus der Differenz des gemessenen Verdrehungswinkels der Einspannung φ_{Einsp} und des berechneten Biegewinkels φ_{Bieg} bei identischem breitenspezifischem Biegemoment berechnet werden. Der Schubmodul G folgt mit dem Korrekturfaktor k für quaderförmige Querschnitte zu:

$$G = F_b/(b * s_G * k * \varphi_{Schub}) = Mb/\left(l * b * s_G * 0{,}83 * \left(\varphi_{Einsp} - \varphi_{Bieg}\right)\right) \quad (3)$$

Papierbasierte Werkstoffe weisen zusätzlich zum orthotropen Materialverhalten auch ein unterschiedliches Zug- und Druckverhalten auf. Eine direkte Bestimmung der Drucksteifigkeit ist durch die Probleme des Ausknickens und anteiligem Gleitens der Probe in die Probeneinspannung erschwert [3]. Deshalb wurde eine Alternative auf Basis des Krümmungswiderstandes entwickelt. Eine Biegebeanspruchung ist eine kombinierte Zug- und Druckbeanspruchung im Biegequerschnitt. Deshalb kann bei bekannten Mesostrukturaufbau der Verbundmaterialien unter Annahme von Steifigkeitsrelationen der Einzellagen aus der plastischen Biege- und Zugsteifigkeitskurve die Drucksteifigkeitskurve berechnet werden (Bild 4). Die experimentelle Drucksteifigkeitsmessung erfolgte per modifiziertem Short-span Compression Test (SCT) nach DIN 54518 [4] und Dehnungskorrektur per Optischer Dehnfeldanalyse (ODA).

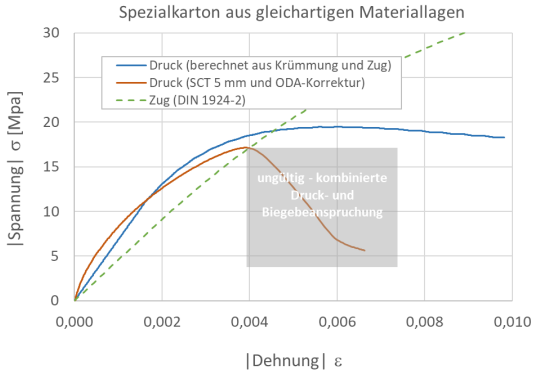


Bild 4: Unterschiedlich ermittelte Spannungs-Dehnungs-Diagramme für Druckbeanspruchung
Figure 4: Differently determined stress-strain diagrams for compressive loading

3.4 Validierung der Materialparameter per experimentell-numerischem Abgleich

Zur Validierung wurden die Materialprüfverfahren mittels numerischer Simulation auf Basis der berechneten Materialparameter nachgestellt und die Arbeitsdiagramme verglichen. Dabei zeigte sich eine sehr gute Prognosefähigkeit mit Abweichungen im einstelligen Prozentbereich. Als eine erste Anwendung wurde der Stauchversuch einer gefüllten und geschlossenen Getränkeverpackung aus Experiment und Simulation verglichen. Bei dem Stauchversuch wirken kombinierte, aber lokal unterschiedliche Hauptbeanspruchungen auf das Material wie vertikaler Druck entlang der senkrechten Packungskanten, Biegung im Bereich von Giebel und Bodenkanten sowie Zug in den Mantelflächen. Deshalb erfolgte die Simulation mehrschrittig, wobei eine iterative, lokale Anpassung des Materialverhaltens an die Hauptbeanspruchung durchgeführt wurde. Dies ist nötig, da Karton mit üblichen Materialmodellen nur ungenügend beschrieben werden kann und die eingesetzte implizite FEM-Software kein kombiniertes Materialverhalten mit Plastizität, Orthotropie und Vorzeichenabhängigkeit unterstützt [5].

Mittels numerischer Prognose, auf Basis der per Zugversuch und CRT bereitgestellten Materialparameter, konnten sehr gut die qualitativen Versagensorte sowie quantitativ die mögliche Maximalbelastung vorhergesagt werden (**Bild 5**).

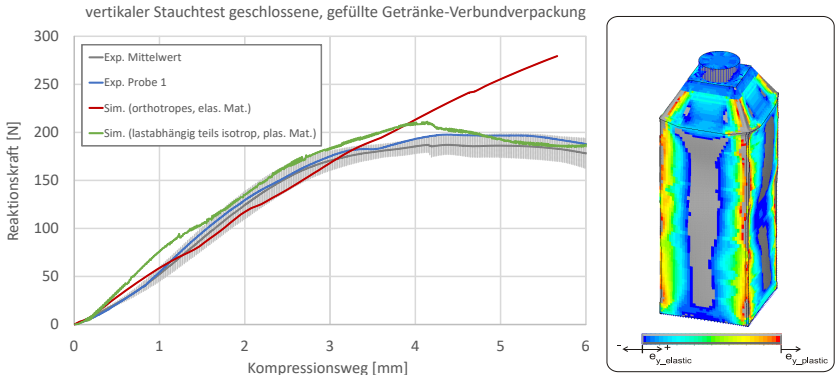


Bild 5: Experimentell-nummerischer Abgleich des Makrostrukturmodells, Exp. Mittelwert auf Basis von 8 Proben, vertikale Druckbeanspruchung (Druck positives Vorzeichen)

Figure 5: Experimental-numerical comparison of the macrostructure model, Exp. value based on 8 samples, vertical compressive stress (pressure positive sign)

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Mit dem entwickelten Curvature Resistance Test (CRT) kann nun das Biegeverhalten von Verbundmaterialien ohne den relevanten aber bisher kaum quantifizierbaren Einfluss der Schubverformung, inklusive des plastischen Bereiches, ermittelt werden. Ergänzend wurde ein Verfahren zur Bestimmung des plastischen Materialverhaltens unter Druckbeanspruchung entwickelt, welches nicht die bisherigen Knick- und Gleitproblematiken aufweist. Auf Basis der neuartigen Messung und Parameterbereitstellung können nun Materialien hinsichtlich ihres flächigen Biegens bis zum Versagen charakterisiert und quantifiziert werden. Dabei ist eine separate quantifizierte Beschreibung des lokalen Verhaltens der Biegestellenvorbereitung möglich. Dieses Wissen vereinfacht den Halbzeugwechsel für bestehende Anlagen und Prozesse und dient insbesondere der Gestaltung neuer Verarbeitungsprozesse.
Durch die Methode der lokal lastangepassten Parameterauswahl können nun vereinfacht numerische Makrostruktursimulationen zur Prognose des Umformverhaltens, insbesondere unter plastischer Biegung erstellt werden. Dies unterstützt Bestrebungen von Material- und Kosteneffizienz durch beschleunigte Entwicklungsabläufe. Hauptanwendungsgebiete sind die Entwicklung von gutschonenden Umformprozessen und Arbeitsorganen sowie Optimierungen an Makrostrukturen aus Verbundwerkstoffen.
In einem nächsten Schritt sind die prototypischen Hard- und Softwarelösungen mit Hilfe industrieller Partner in marktfähige Produkte zu überführen.

Danksagung – Das INNO-KOM-Projekt VF 190003 „Krümmungswiderstandsmessung“ wurde aus Mitteln des Bundeswirtschaftsministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) gefördert sowie von der SIG Combibloc Systems GmbH unterstützt.

Literatur

[1] Matheas J.: Materialparameter, PTS-Forschungsbericht IK-VF 120017, Heidenau, 2015.

[2] Öchsner, A.: Theorie der Balkenbiegung. Springer Vieweg, Southport, Australien, 2016.

[3] Schneider T., Harling A., Miletzky F.: Generieren lastgerechter Materialparameter für FEM gestützte Umformprognosen, In Tagungsband EEE2021, Thelem Universitätsverlag & Buchhandlung GmbH & Co. KG, Dresden, 2021, S. 371 – 382.

[4] DIN 54518:2004-03: Prüfung von Papier und Pappe – Streifenstauchwiderstand, Beuth-Verlag, Berlin, 2004.

[5] Schneider T.: Krümmungswiderstandsmessung / Curvature Resistance Test – CRT, PTS-Forschungsbericht IK-VF 190003, Heidenau, 2022.

Die experimentelle Etablierung von Prüfregimen für Verbundwerkstoffe in den 1930er und 1940er Jahren

(The experimental establishment of test regimes for composites in the 1930s and 1940s)

A. Haka, Universität Stuttgart,
Lehrstuhl für Geschichte der Naturwissenschaften und Technik

Kurzfassung – Mit dem Auslaufen des Hitze-Druck-Patents im Jahre 1931 und der damit einhergehenden Marktfreigabe der Kunstharzproduktion kann der Beginn der seriellen Produktion von faserverstärkten Kunststoffen (FVK) markiert werden. Mit der Marktöffnung entstand auch zeitnah der Bedarf nach einer Qualitätskontrolle des facettenreichen Angebotes an Faserverbunden. Mit der Etablierung der DIN 7701 im Jahre 1936 und der Einführung eines Qualitätssiegels durch *die Berliner Materialprüfungsanstalt* wurde dieser Problemstellung begegnet. Einer der wichtigsten Akteure in diesem Kontext war der Dresdner Maschinenbauer Enno Heidebroek, welcher seine Forschung unmittelbar in diesen Prozess einfließen ließ. Als erster Maschinenbauer in Deutschland führte er bei Maschinenelementen FVK ein und stellte auch seine Fachkompetenz in den Dienst der Wehrmacht, welche er mit der Haltung – ich diente nur der Technik – nach 1945 legitimierte.

Stichwörter: Faserverbundwerkstoffe, Preßstoffe, Enno Heidebroek, Maschinenbau, DIN 7701

Abstract – With the expiry of the heat-compression patent in 1931 and the associated market release of synthetic resin production, the beginning of the serial production of fiber-reinforced plastics (FRP) can be marked. With the opening of the market the need for quality control arose promptly to provide a framework for the multifaceted range of fiber composites. This problem was addressed with the establishment of the DIN 7701 and the introduction of a seal of quality by the Berlin Material Testing Institute. One of the most important actors in this context was the Dresden mechanical engineer Enno Heidebroek, who directly incorporated his research into this process. He was the first machine builder in Germany to introduce FRP in machine elements and also put his expertise in the service of the Wehrmacht, which he legitimized after 1945 with the attitude that I only served technology

Keywords: fibre-reinforced plastics, press-material, Enno Heidebroek, mechanical engineering, DIN 7701

1 Einleitung

Mit der Etablierung von Bakelit als Werkstoff Anfang der 1920er Jahre begann vor allem in der *H. Römmler AG, Preßstoffe Spremberg/Niederlausitz* eine Entwicklung, welche weit über den klassischen Partikelverbund hinausging, wie ihn einst der belgisch-amerikanische Chemiker Leo Hendrik Baekeland (1863–1944) für seinen Werkstoff definiert hatte [1]. Befeuert wurden diese Arbeiten fast zeitgleich mit der Begründung der makromolekularen Chemie durch Hermann Staudinger (1881–1965), welcher in Deutschland und über dessen Grenzen hinaus umfassende Forschungs- und Entwicklungsarbeiten auf diesem Gebiet in Gang setzte, wobei in dieser Zeit eine große Kunststoffindustrie entstand. Die sich entwickelnde Polymerchemie war es auch, welche unter anderem den Grundstein für eine leistungsfähige Kunststoffmatrix für faserverstärkte Kunststoffe (FVK) legte.

1925 ging *Römmler* dazu über, anstelle der klassischen Bakelit-Füllstoffe, Baumwollgewebeteile und Papier zur Verstärkung in das Harz einzuarbeiten. Kurze Zeit später kam als Matrixwerkstoff Harnstoff-Formaldehyd hinzu. Mit der Weiterentwicklung der Fertigungstechnik, im Besonderen der Presswerkzeuge, wurden FVK hergestellt, welche als Verstärkung Papierfasern und Papierbahnen, Asbestfasern und Asbestgewebe, Textilfasern und Textilgewebe, Metalldrähte und Metallgewebe enthielten [2]. Die *Römmler*-Produkte waren vielfältig und reichten von Armaturenbrettern für Autos über schlichte Gehäuseverkleidungen bis hin zu Zahnrädern und Lagerschalen für Maschinen.

Aufgrund der wachsenden Produktvielfalt erfolgte 1928 eine weitere Typeneinteilung. Im Jahr 1932 fanden schließlich sogenannte „Preßstoffe“ als Werkstoffe Eingang in die Reihe der Verbundwerkstoffe.

2 Preßstoffe am Scheideweg

Mit der definierten Einbindung von Fasern oder Fasergeweben wurde die Geburt des modernen Faserverbunds eingeleitet. Einer der ersten dieser Preßstoffe, welcher auch ein sehr früher FVK war und der in der deutschen Luftfahrt eruiert werden konnte, bestand aus dem Bakelit-Harz Phenol-Formaldehyd, in den geschichtete Papierbahnen zur Verstärkung eingearbeitet wurden. Verwendung fand dieser sehr frühe FVK in dem Luftschiff „Graf Zeppelin“ LZ 127 (**Bild 1**), welches 1928 in Dienst gestellt wurde. Die Wände von dessen Fahrgastaufenthaltsraum wurden mit 0,8 bis 1 cm starken Platten aus besagtem Werkstoff gefertigt. Aus brandschutztechnischen Gründen wurde auf diese eine Aluminiumfolie aufgepresst [3]. Aufgrund der guten Erfahrungen, die mit diesem Werkstoff im LZ 127 gemacht wurden, gerade im Hinblick auf Korrosion und die geringere Feuchtigkeitsaufnahme, wurde nach der Indienststellung des LZ 127 eine weitergehende Verwendung für das nachfolgende Luftschiff vorgesehen. Hier sollten auch Fußböden und Wände von Waschräumen und Küche mit FVK-Platten verkleidet werden.



Bild 1: Blick in den Speisesaal des Starrluftschiffes LZ 127 „Graf Zeppelin“. Die Innenwände bestanden aus einem frühen geschichtetem Preßstoff. Die FVK-Wände wurden zusätzlichen mit Tapeten beklebt. (Quelle: Postkarte 1929, Graphische Abteilung der *Luftschiffbau Zeppelin GmbH*)

(View of the dining room of the LZ 127 "Graf Zeppelin" rigid airship. The inner walls consisted of an early layered pressed material. The FRP walls were additionally covered with wallpaper.)

Obwohl die Ergebnisse vielversprechend und Gegenstand der Untersuchungen der Stoffabteilung der *Deutschen Versuchsanstalt für Luftfahrt* (DVL) in Berlin-Adlershof waren und ab 1935 ein entsprechender *VDI-Fachausschuss für Kunst- und Preßstoffe* existierte, in dem verschiedene Fragestellungen gerade zu diesen Preßstoffen diskutiert wurden, blieben weitergehende Schritte auf diesem Gebiet vorerst aus.[4] Eine Qualifizierung der frühen FVK im Hinblick auf hoch belastete Bauteile in der Luftfahrt wurde in jenen Tagen nicht umgesetzt, sondern auf die damals gebräuchlichen Luftfahrtwerkstoffe Stahl, Duraluminium und Hartholz zurückgegriffen. Ein Großteil der Kapazitäten vor allem staatlicher, aber auch industrienaher Entwicklungs- und Forschungsarbeit, floss in metallische Luftfahrtwerkstoffe wie Aluminium und Stahl.

Mit Auslaufen des „Hitze-Druck-Patentes“ wurde die deutsche Preßstoffproduktion von der an Kapital und Ressourcen überlegenen *Dynamit Nobel AG Troisdorf (DAG)* dominiert, welche Anfang des 20. Jahrhunderts aus dem Unternehmen *Alfred Nobel & Co.* hervorgegangen war [5].

Waren in der Regel die Produkte aus eigener Industrieforschung hervorgegangen, suchten die *Römmler AG* und die *DAG* ab Mitte der 1930er Jahre den Kontakt zur Technischen Hochschule Dresden [6]. Enno Heidebroek (1876-1955), der damals führende Lager- und Schmierstoffexperte in Deutschland, untersuchte und experimentierte mit den Preßstofflagerschalen (**Bild 2**) der *Römmler AG* und der *DAG* ausgiebig in der Zeit zwischen 1936 und 1943 an seinem Dresdner Institut. Gleitlager waren das zweite frühe Einsatzgebiet von FVK in der deutschen Luftfahrt.

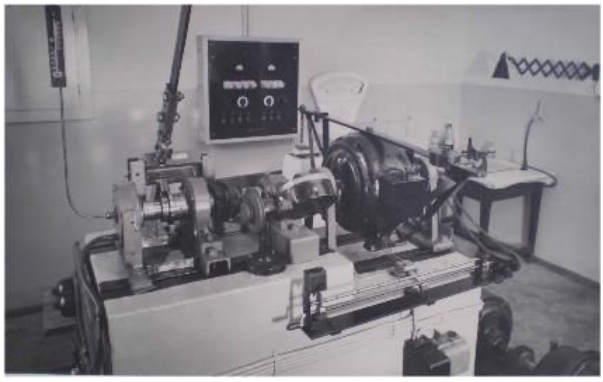


Bild 2: Lagerprüfmaschine für Preßstoff „FVK“-Gleitlager nach einem Entwurf von Enno Heidebroek und von den *Hille Motorenwerke Dresden* 1934 gebaut. Die Maschine befand sich im *Laboratorium für Lager- und Schmierungsforschung* am Lehrstuhl für Grundlagen der Maschinenkunde und Fördertechnik (ab 1942 Lehrstuhl für Maschinenelemente). Die Maschine wurde 1945 als Reparationsleistung demontiert und 1949 durch eine weiterentwickelte Maschine, nach Vorgaben von Heidebroek, ersetzt. (Quelle: Nachlass Enno Heidebroek. Mit freundlicher Genehmigung durch das Archiv des Vereins zur Förderung von Studierenden der TU Dresden e.V.)

Bearing testing machine for molded FRP plain bearings based on a design by Enno Heidebroek and built by Hille Motorenwerke Dresden in 1934. The machine was in the laboratory for bearing and lubrication research at the chair for the basics of mechanical engineering and conveyor technology (from 1942 chair for machine elements). The machine was dismantled in 1945 as a reparation and replaced in 1949 by a further developed machine according to Heidebroek's specifications.

2.1 Der Weg zur DIN 7701 und deren Etablierung

Erst mit dem Schritt der Differenzierung in der Produktpalette der Preßstoffe wird der Brückenschlag sichtbar, welcher sich vom Formpressteil als Hilfs- und Zubehörteil mit zumeist pulverförmigem Füllstoff über geschnitzelte Verstärkungsstoffe zu Preßstoffen mit lastgerecht eingelegten Fasern und Gewebeschichten als tragendem Bauelement vollzogen hatte und der als Wegkreuzung in Richtung der Entwicklung von modernen faserverstärkten Kunststoffen verstanden werden kann. Im DIN-Normblatt 7701 „Kunstharz-Preßstoffe, warmgepresst“ wurde diese Unterscheidung in Deutschland erstmals 1937 festgelegt und erfuhr 1943 eine erhebliche Erweiterung und Unterteilung. Die Festigkeitseigenschaften der geschichteten Preßstoffe wurden wie bei modernen FVK in Schicht- und Faserrichtung des in Harz eingebetteten Verstärkungsmaterials erläutert [7].

Der Umgang mit diesem ersten FVK schlug sich auch im Reichspatentregister nieder. In der zu jenem Zeitpunkt für die Kunststoffindustrie wichtigsten Klasse 39 waren alle Neuerungen zu finden. Aufgrund des expandierenden deutschen Kunststoffmarktes kam es Anfang der 1930er Jahre zu einer Untergliederung dieser Klasse. Dies lässt erkennen, dass hier bereits die Entwicklung in Richtung FVK begonnen hatte, welche sich erst Jahre später in der DIN 7701 niederschlagen sollte. Unter der Klasse 39a, Gruppe 19,06, wurde nunmehr auch der Verarbeitung von mit „Kunststoffen imprägnierten Fasern und Geweben" Rechnung getragen [8].

Dass es letztendlich zur Abfassung der DIN kam, war ein wesentliches Verdienst von Enno Heidebroek. Als ehemaliges Mitglied des Hauptvorstandes des VDI in Berlin (Amtszeit 1923 bis 1926) trieb er die Forschung an Maschinenelementen voran und forcierte diese weiter in seiner Funktion als Leiter des *Fachausschusses für Maschinenelemente* und als Leiter der *Arbeitsgruppe Prüfung von Preßstoffgleitlagern* im VDI. Die wesentlichen Eckpunkte, welche letztendlich im Fachausschuss des VDI für *Kunst- und Preßstoffe* verabschiedet wurden und welche die Basis der DIN 7701 darstellen, basieren auf den Forschungsergebnissen von Heidebroek und seinen Mitarbeitern im Laboratorium für *Lager- und Schmierungsforschung* und der *Maschinentechnischen Abteilung* in der *Versuchs- und Materialprüfanstalt* der TH Dresden. Grundlage der Arbeiten waren hier seine bis in die 1920er Jahre zurückreichenden Arbeiten zur Verifizierung der hydrodynamischen Theorie in Gleitlagersystemen [9].

Die experimentellen Arbeiten unter der Leitung von Heidebroek erstreckten sich nicht nur auf reine Laborversuche, sondern auch auf ganz praktische Arbeiten. Einer seiner Mitarbeiter untersuchte beispielsweise in einem Forschungsprojekt des *Forschungsrates für Kraftfahrwesen* (FRK) die Einsatzmöglichkeiten von kunstharzumpressten (d. h. die Umpressung erfolgte mit FVK) Kurbelwellen für Motoren [10]. Heidebroeks Mitarbeiter war bei diesem Projekt auch Mitglied in einer Kooperation mit dem *Institut für Kraftfahrwesen* der Technischen Hochschule Dresden, welches zu diesem Zeitpunkt von dem ehemaligen Leiter der *Kraftfahrzeugtechnischen Versuchsstation des Heereswaffenamtes Berlin*, Georg Beck (1901-1943), geleitet wurde.

Ziel besagten Forschungsvorhabens war eine umfassende Parameterstudie, welche sicherstellen sollte, dass im Rahmen der NS-Autarkiebemühungen alternative Werkstoffe für Maschinenelemente und deren belastbarer Einsatz in Motoren gewährleistet werden konnte. Hierzu standen auch Praxistests an, sowohl in Form des Abprüfens der modifizierten Motoren auf dem kraftfahrzeugtechnischen Prüfstand des Institutes von Georg Beck als auch in Form von Geländefahrversuchen mit den Testmotoren in Kraftfahrzeugen des Typs *Opel Kadett* in der Dresdner Heide. Hintergrund war die mögliche Verwendung der Motoren in Fahrzeugen der Wehrmacht für den Geländeeinsatz.

Bereits in diesem Kontext wurde Heidebroek als der führende deutsche Gleitlagerexperte durch das Oberkommando des Heeres (OKH) wahrgenommen. Hierzu dürfte auch beigetragen haben, dass Heidebroeks Labor als erstes eine technisch sinnvolle Prüfmethodik für die damals relativ neuen Preßstoffgleitlager hatte entwickeln können [11]. In einer gemeinsamen Besprechung zwischen dem OKH Wa Chef Ing 1 und Vertretern des *Arbeitsstabes für Metallumstellung* im Mai 1943 wurden Heidebroeks Kompetenzen auf dem Gebiet der Gleitlagerforschung nochmals unterstrichen und die von seinem Labor vorgelegten Prüfberichte zu Gleitlagern in verschiedener Werkstoffausführung als höherwertig gegenüber anderen eingestuft. Hierauf wurde Heidebroeks Dresdner Institut und speziell sein Laboratorium für Lager- und Schmierungsforschung durch das OKH zu dessen Prüfstelle für Gleitorgane ernannt.

Die speziell von Albert Speer (1905-1981) in seinem Ministerium eingerichtete *Dienststelle für die Umstellung von Wälzlagern auf Gleitlager* im *Technischen Amt*, übertrug Heidebroek die *Aufgabe zur zentralen Ausarbeitung der wissenschaftlich-technischen Grundlagen zur Umstellung von Wälzlagern auf Gleitlager* für alle Wehrmachtsteile, und er erhielt den Titel „Beauftragter" [12]. Obwohl Heidebroek kaum im Kreis der *Bevollmächtigten, Fachspartenleitern* und *Sonderbeauftragten* wahrzunehmen war, rangierte er durch die von Hitler an

Speer vermittelte Priorität des Themenkomplexes für die Rüstungsproduktion dennoch in der oberen Riege der zentralen Akteure innerhalb der deutschen Rüstungsforschung. Heidebroek stellte im Rahmen der Umstellaktion quasi die letzte akademische Instanz unmittelbar unter Albert Speer dar und wurde so zum Informations- und Entscheidungsdrehkreuz für die gesamte Wehrmacht hinsichtlich einer Vielzahl an Maschinenelementen. Heidebroek nahm damit zentralen Einfluss auf die deutsche Rüstungsproduktion und den Einsatz von Heerestechnik im Kriegseinsatz, wobei er sich in Hinblick auf seine technische Fachkompetenz als apolitisch sah [13]. Sein Name ist bis heute im Stadtbild von Dresden präsent, nach ihm wurde sowohl eine Straße als auch Universitätsgebäude benannt.

Neben metallischen Gleitlagersystemen konzentrierte sich Heidebroek vor allem auf Fragen zu Preßstofflager und trieb in diesem Kontext eine Vielzahl von Themen voran. Hierzu sind in erster Linie die Versuche an militärischem Gerät im damaligen Protektorat Böhmen und Mähren zu nennen [14]. Zusammen mit einem Kollegen forcierte er hier folgende Versuchsreihen in den folgenden vier Unternehmen: die *Böhmisch-Mährische Maschinenfabrik AG* in Prag (Gleitlagerversuche an Flakgeschützen und -scheinwerfern sowie Panzerkampfwagen Tiger II und Flugzeugmotoren), die Firma *BATÁ* in Zlín (Gleitlagerversuche und Fahrtests am Panzerkampfwagen III J 34, Zulieferer von Wälzlagern für Flakgeschütze für das Heer), die *Patronenhülsen und Metallfabrik* in Rokycany bei Pilsen (Gleitlagerversuche in Flakgeschützen) und *Škoda* (Panzerfahrversuche mit Gleitlagern sowie Fahrversuche mit einem VW Typ 82 („Kübelwagen“) mit einem ausschließlich für Gleitlager konzipierten Getriebe), das damals zu den *Reichswerken Hermann Göring* gehörte.

In diesen Unternehmen wurden vorzugsweise Gleitlager aus Preßstoffen der Firmen *Dynamit AG Troisdorf*, *Schäfer-Preßstoff GmbH Berlin* (vorrangig für Flugzeugmotoren) und *Bisterfeld & Stolting Radevormwalde* verwendet.

Durch Heidebroek wurde im besonderen Maß die Verbindung von Theorie und Praxis vertreten. Eine Vielzahl von Erkenntnissen aus den Praxisversuchen wurde an der TH Dresden in der *Versuchs- und Materialprüfanstalt* verifiziert (**Bild 3**), was schließlich zum Eingang in die Folgenormen bis zur DIN 7707 führte.

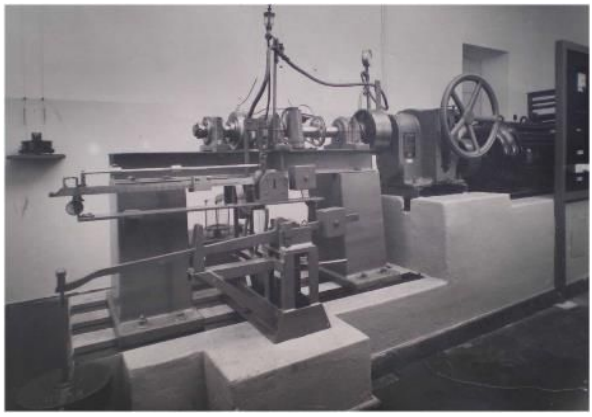


Bild 3: Große Lagerprüfmaschine für Preßstoff „FVK“-Gleitlager nach einem Entwurf von Enno Heidebroek, welche von den *Hille Motorenwerke* in Dresden 1938/39 gebaut wurde. Standort der Maschine war die Maschinentechnische Abteilung in der *Versuchs- und Materialprüfanstalt* der TH Dresden, deren Vorstand Heidebroek war und die ab 1943, neben dem Laboratorium für Lager- und Schmierungsforschung, als Prüfstelle Gleitorgane für das Oberkommando des Heeres diente. Die Maschine wurde 1945 als Reparationsleistung demontiert. (Quelle: Nachlass Enno Heidebroek. Mit freundlicher Genehmigung durch das Archiv des Vereins zur Förderung von Studierenden der TU Dresden e.V.)

Large bearing testing machine for molded FRP plain bearings based on a design by Enno Heidebroek, which was built by Hille Motorenwerke in Dresden in 1938/39. The location of the machine was the mechanical engineering department in the test and material testing institute of the TH Dresden, of which Heidebroek was the head and which from 1943, in addition to the laboratory for bearing and lubrication research, served as a testing center for sliding organs for the army high command. The machine was dismantled in 1945 as reparations.

Auf der letzten regulären Sitzung des *Arbeitsausschusses Austauschlager* der Waffenkommission für die *Schnellaktion Schweinfurt* im Dezember 1944 in der Flakkaserne des Oberkommandos der Marine (OKM) Abt. A Wa B III c in Eberswalde gab Heidebroek einen Überblick über die wichtigsten Aspekte des Austausches von Wälzlagern gegen Gleitlager für den gesamten allgemeinen Maschinenbau. Obwohl Heidebroek wusste, dass diese keine miltärische Relevanz mehr haben würde. Aufgrund von Werkstoffmangel und fehlender Fachkompetenz des Wartungspersonals versagte über die Hälfte der Maschinenelemente mit FVK im Kampfeinsatz.

Heidebroek publizierte die Ergebnisse der *Schnellaktion Schweinfurt* 1950 in einer Kurzform als handlichen Leitfaden im Taschenbuchformat [15]. Kurz und knapp finden sich in den Richtlinien für den Austausch von Wälzlagern gegen Gleitlager auf knapp 15 Seiten schlagwortartig die wichtigsten Eckpunkte für einen Lageraustausch wieder, welche mit Beispielszeichnungen und Tragfähigkeitskurven ergänzt wurden. Eine Neuauflage der Richtlinien erschien 1954 unter dem Titel „Tragfähigkeitswerte für Lagerstoffe und Konstruktionsbeispiele Wälzlager/ Gleitlager“. In ihr sind z. B. Ergänzungen zur Verwendung von Aluminiumlegierungen oder die Tragfähigkeitsrichtlinien für Preßstoffe zu finden. Damit wurden spezifische Problemstellungen der DDR-Lagertechnik dieser Zeit wiedergegeben.

3 Fazit

Die Etablierung von Preßstoffen resp. von FVK im deutschen Maschinenbau ist unmittelbar mit den Forschungsarbeiten von Enno Heidebroek verbunden. Aufgrund seiner exponierten Stellung in der Fachcommunity und seiner Ämtervielfalt war es ihm möglich, über weite Strecken deren Einführung im Maschinenbau zu begleiten. In einem Pendelgang zwischen Theorie und Praxis gestaltete Heidebroek mit seinen Kollegen letztendlich die DIN 7701 sowie die darauf aufbauenden Folgenormen und definierte somit erstmals die Qualität von FVK in Deutschland.

Literatur und Quellen

[1] A. Haka. Konstruierte Stabilität. Die Geschichte von Verbundwerkstoffen im 19. und 20. Jahrhundert. Springer-Verlag, Wiesbaden, 2022 (1. Auflage), S. 110f.

[2] W. Weigel. Kunstharzpreßstoffe im Maschinenbau. (Schriften der Chemie und Technologie der Kunststoffe in Einzeldarstellungen). Springer-Verlag. Berlin, 1942, S. 18f.

[3] O. Kraemer: Kunstharzstoffe und ihre Entwicklung zum Flugzeugbaustoff. Zeitschrift für Flugtechnik und Motorluftschiffahrt, Nr. 14 (24) (1933), S. 387-393, 420-426.

[4] Anonym: Die wissenschaftlichen Arbeiten des VDI. Zeitschrift des VDI, Bd. 80, Nr. 11 (1935), S. 318-319.

[5] M. Gebhardt: 1929. Arbeiten aus dem Celluloid-Entwicklungsbüro. In: RWS-Mitteilungen, Nr. 9 (1929), S. 181-182.

[6] Römmler AG Preßstoffwerke Spremberg (Hg.), 1938. Römmler-Buch. Handbuch der Römmler-Presstoffe; ihre richtige Verwendung als Werkstoffe des Vierteljahresplanes. Druck A. Bagel, Düsseldorf (1938), S. 144f.

[7] R. Nitsche: Zur Umgestaltung des Preßstoff-Normblattes DIN 7701. Kunststoffe, Bd. 33 (9) (1943), S. 232-233., W. Krassowsky: 1943. Neue Bezeichnung für Preßstoffe. Zur Neubearbeitung von VDE 0320 "Regeln für Preßstoffe". Kunststoffe, Bd. 33 (3) (1943), S. 78-79.

[8] N.N. a, 1944. Patentlisten. DRP. 742849, Kl. 39b vom 4.6.1940. Dynamit-A.G. (Erfinder: Dr. Gustav Barchfeld Troisdorf). Kunststoffe, Bd. 34 (1) (1944), S. 23., Beuth-Verlag (Hg.), 1939. DIN 7701. Ergänzungsblatt. Kunstharz-Preßstoffe, warmgepreßt. Beuth-Verlag, Berlin (1939), Beuth-Verlag (Hg.). DIN 7701. Kunstharz-Preßstoffe, warmgepreßt. Beuth-Verlag, Berlin,1936.

[9] A. Haka. Soziale Netzwerke im Maschinenbau an deutschen Hochschul- und außeruniversitären Forschungseinrichtungen. Logos-Verlag, Berlin, 2014, S. 227f.

[10] A. Döring: Vergleichende Versuche an Lagerschalen-Werkstoffen. Deutsche Kraftfahrtforschung im Auftrag des Reichs-Verkehrsministeriums. Technischer Forschungsbericht Nr. 71. Verfasst vom Laboratorium für Schmierungsforschung an der Technischen Hochschule Dresden, 1939.

[11] Siehe hierzu den Schriftwechsel zwischen Heidebroek und dem Fabrikdirektor Lucas der AEG, Werk Henningsdorf vom 25. Mai und 1. Juni 1943 (Universitätsarchiv der TU Dresden (nachfolgend UA TUD): 93, Fak. MW. Wissenschaftlicher Schriftwechsel).

[12] Zum Thema Schnellaktion Schweinfurt und die Arbeiten von Enno Heidebroek, siehe A. Haka. Soziale Netzwerke, S. 251f.

[13] Museum für Verkehr und Technik (Hg.), 1995. Ich diente nur der Technik. Sieben Karrieren zwischen 1940 und 1950. Schriftenreihe des Museums für Verkehr und Technik Berlin. Berlin: Nicolaische Verlagsgesellschaft, 1995.

[14] Zum Thema Schnellaktion Schweinfurt und die Arbeiten von Enno Heidebroek, siehe A. Haka. Soziale Netzwerke, S. 251f.

[15] E. Heidebroek. Richtlinien für den Austausch von Wälzlagern gegen Gleitlager. Ratsdruckerei, Dresden 1950.

Neue Methoden zur Charakterisierung von Proben aus dem Mikrospritzgießen in der Polymerwerkstoffentwicklung

New characterization methods for micro-injection molded specimens in polymer material development

M. Fischer[1,*], J.-J. Wiegand[1,2], I. Kühnert[1],
[1]Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V.
und [2]Technische Universität Dresden
* fischer-matthieu@ipfdd.de

Kurzfassung – Die Eigenschaften von Kunststoffbauteilen zeigen (im Vergleich zu anderen Werkstoffklassen) eine besonders stark ausgeprägte Abhängigkeit von der Prozessgeschichte. Wechselwirkungen mit Bauteilabmessungen und Strukturbildungsphänomenen, wie der Kristallisation, bestimmen das Eigenschaftsprofil maßgeblich. Die Aufklärung dieser Prozess-Struktur-Eigenschaftsbeziehungen ist Grundlage für die Entwicklung maßgeschneiderter Materialien und die Erschließung neuer Anwendungen und Prozesse. Herausforderungen entstehen zusätzlich durch den politischen und ökonomischen Wandel. Neue Rohstoffquellen und Materialströme in der Kreislaufwirtschaft führen zu veränderlichen Ausgangseigenschaften der verwendeten Rohstoffe. Das Mikrospritzgießen hat sich als effiziente Methode zur Verarbeitung und Charakterisierung in der Werkstoffentwicklung thermoplastischer Polymerwerkstoffe etabliert. Um das Werkstoffverhalten umfassend zu beschreiben, wurden ein Mikro-Zugversuch und ein Mikro-Impactversuch für eigens entwickelte Prüfkörper qualifiziert. Die Kopplung mit Methoden der Strukturaufklärung und Prozesssimulation ermöglicht die Korrelation mit Prozesswechselwirkungen.

Stichwörter: Mikrospritzgießen, Polymerwerkstoffe, Zugprüfung, Stoßprüfung

Abstract – The properties of plastic components show a particularly strong dependence on the processing history, compared to other material categories. Interactions with part dimensions and structure formation phenomena, such as crystallization, significantly determine the properties. The understanding of these process-structure-property relations is the basis for the development of tailored materials and the exploitation of new applications and processes. Additional challenges arise from political and economical transformations. New raw material sources and circular economy efforts lead to changing initial properties of the raw materials used. Micro-injection molding has proved to be an efficient method for processing and characterization in the material development of thermoplastic polymer materials. In order to comprehensively describe the material behavior, a micro-tensile test and a micro-impact test were qualified for in-house developed specimens. The coupling with structure analysis and process simulation, the correlation with process interactions is achieved.

Keywords: micro-injection molding, polymer materials, tensile testing, impact testing

1 Einleitung

Die Verarbeitung und Nutzung von Kunststoffen ist sehr vielseitig. Die Bandbreite der Werkstoffe ist durch den variablen makromolekularen Aufbau und eine umfassende Möglichkeit zur Additivierung nahezu grenzenlos. So haben sich diverse Konstruktions-, Funktions- und Massenkunststoffe am Markt etabliert, die sich in ihren chemischen und mechanischen Eigenschaften stark unterscheiden. Auch spezielle Eigenschaften, wie bspw. eine elektrische Leitfähigkeit, lassen sich durch Füllstoffe integrieren. Die Gruppe der Thermoplaste ist aufgrund der Eigenschaften und dem reversiblen Aufschmelzverhalten am weitesten verbreitet. Das Spritzgießverfahren ist die für Thermoplaste bevorzugte Methode zur Produktion endkonturnaher Formteile in hohen Stückzahlen. Der Quellstrom beim Fließen der heißen Kunststoffschmelze durch das relativ dazu kalte Werkzeug führt zu einer Überlagerung von Abkühl- und Schereinflüssen, welche sich auf die späteren Eigenschaften maßgeblich auswirken können. Vorhandene Molekülorientierungen sind je nach Prozess stärker ausgeprägt und können durch ihre anisotrope Natur zu gesteigerten Kenn-

werten im Zugversuch führen, können aber auch zu Spannungskonzentrationen führen und das Versagensverhalten durch eine Versprödung negativ beeinflussen [1].Der Zusammenhang zwischen den Prozessparametern, den geometrischen Abmessungen - speziell der Wanddicke - und der Strukturbildung (Kristallisation/Morphologie) bringt die Skalierbarkeit der Eigenschaften über verschiedene Bauteildimensionen schnell an seine Grenzen. Die Fertigung von kleinskaligen Bauteilen für Baugruppen und Mikrosysteme (Zahnräder, Implantate) wird unter dem Begriff Mikrospritzgießen zusammengefasst. Für die Werkstoffentwicklung bietet dieser Prozess eine effiziente und materialschonende Methode zur Charakterisierung neuer Materialien (bspw. neue Rohstoffquellen), da schnell und mit kleinen Rohstoffmengen Bauteile und Prüfkörper generiert werden können und die Kosten für Peripherie und Formwerkzeuge minimiert werden. Die mit den kleiner werdenden Dimensionen steigenden Kühl- und Scherraten führen zur Ausprägung eines Schichtaufbaus, wie er in größeren Normprobekörpern oder Bauteilen weniger ausgeprägt oder gar nicht vorkommt. Die Nutzung von Kennwerten aus Datenblättern ist somit nicht allgemeingültig, sondern bauteil- und dimensionsabhängig [1, 2]. Methoden zur Strukturaufklärung sind experimentell sehr aufwendig und simulative Vorhersagemöglichkeiten noch nicht ausgereift, da Kristallisationseffekte beispielsweise noch nicht gänzlich verstanden und/oder implementiert sind. In [3] wurden Wechselwirkungen zwischen Prozess, Struktur und mechanischen Eigenschaften unter Zuhilfenahme einer statistischen Versuchsplanung (DoE) für Polyoxymethylen (POM) untersucht und eine große Variation der mechanischen Kennwerte festgestellt. Der Zusammenhang mit der Morphologie konnte eindeutig zugeordnet werden. Die Charakterisierung von Materialeigenschaften benötigt folglich neben effizienten Prüfmethoden eine ausreichende Beschreibung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsbeziehungen.

2 Prüfung von Mikrospritzgieß-Prüfkörpern

Für die Prüfung von Prüfkörpern aus dem Mikrospritzgießen sind bereits skalierte Prüfungen im wissenschaftlichen Kontext für die Charakterisierung angewandt worden. Dazu wurden vorrangig Zugversuche an skalierten Rechteckprobekörpern bis zu einer Skala von 1:16 [2, 4, 5] oder auch Mikro-Biegeversuche [4] durchgeführt, um Steifigkeiten und Streck-/Bruchspannungen zu ermitteln. Häufige Herausforderungen im Zugversuch sind zum z. B. das Rutschen der Prüfkörpern aus den Klemmen oder die Versagenseinleitung durch zu hohe Klemmkräfte in der Probeneinspannung.

Für die Fertigung und Prüfung von Prüfkörpern am Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V. wurden neue Geometrien entworfen, die eine effiziente Charakterisierung ermöglichen sollen. Für die Fertigung wurde eine speziell auf kleine Schussgewichte angepasste Kolben-Spritzgießmaschine der Fa. Desma Tec (Achim, Deutschland) verwendet, welche ein schonendes Aufschmelzen ohne lange Verweilzeiten und einen präzisen Einspritzvorgang ermöglicht (**Bild 1**, links).

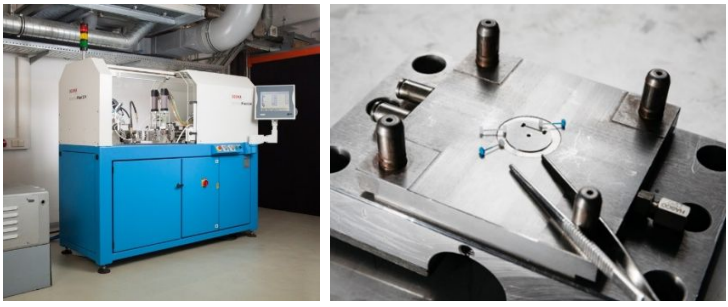


Bild 1: Desma Tec Mikrospritzgießmaschine (links, © Lösel) und Mikro-Spritzgießwerkzeug mit Mikro-Hantelprüfkörpern (rechts, © Döring)

Figure 1: Desma Tec micro-injection molding machine (left, © Lösel) and mold for micro-injection molding with micro-tensile rods (right, © Döring)

2.1 Mikro-Zugversuch

Der Zugversuch ist eine vergleichsweise einfache und weit verbreitete Methode zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften. Für den Zugversuch an Mikroproben wurde ein Hantel-Prüfkörper mit einem Schussgewicht von 0,04 g entworfen. Dieser weist analog zu den genormten Prüfkörpern (DIN EN ISO 527-1) eine taillierte Geometrie mit konstantem Querschnitt in der Prüflänge auf, besitzt jedoch einen runden Querschnitt (Ø 0,6 mm) statt einem rechteckigen (**Bild 1**, rechts). Die Einspannung erfolgt über formschlüssige Klemmen, welche eine materialunabhängige Prüfung ermöglicht und den Versuchsablauf stark vereinfacht. Für die Prüfung wurden neben üblichen Prüfmaschinen auch eine eigens konstruierte Mikro-Prüfvorrichtung für das Lichtmikroskop genutzt, welche es ermöglicht, den Versagensverlauf zu beobachten (**Bild 2**) [6].

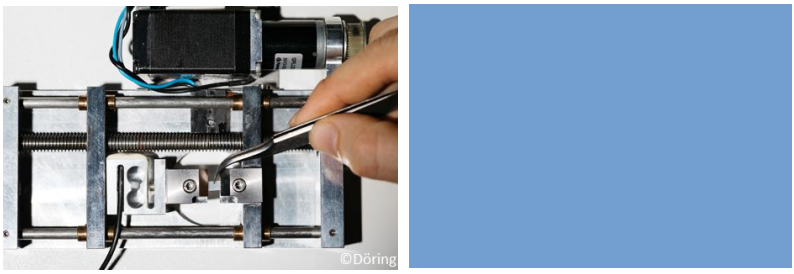


Bild 2: Mikro-Zugprüfgerät (links, © Döring) und Prüfung einer Hantelprobe im Lichtmikroskop (rechts)
Figure 2: Micro-tensile tester (left, © Döring) and test of a tensile rod in the light microscope (right)

2.2 Mikro-Impactversuch

Neben den Kennwerten aus dem Zugversuch sind weitere Kennwerte für eine detaillierte Beschreibung eines Werkstoffes von Nöten. Bei Kunststoffen sind vor allem Zähigkeitswerte eine wichtige Größe für den konstruktiven Einsatz. Dafür wurde ein Versuchsaufbau für einen Impact-Versuch konstruiert, welcher für kleine flächige Platten-Prüfkörper oder auch kleine Präparate aus größeren Prüfkörpern einsetzbar ist. Als Basis für den neu entwickelten Mikro-Impact-Versuch diente ein Kugelschlagprüfgerät nach DIN EN ISO 6272-2, welches für die Prüfung der Mikro-Prüfkörper umfassend modifiziert wurde. Das Prüfgerät besteht aus einer Grundeinheit in der eine Probenaufnahme mit abnehmbarem Niederhalter, ein Durchstoßkörper (Kugelförmiger Kopf, Ø 3 mm) und ein Fallrohr befestigt sind. Als Fallgewichte kamen verschiedenen Massen (20 g, 60 g, 100 g und 250 g) zum Einsatz, die in Vorversuchen getestet wurden. Durch die Variation von Gewicht und Fallhöhe kann der Schädigungsverlauf iterativ ermittelt werden. So können die Energien für Erstschädigung (Anriss, Beulen oder Weißbruch) und für das vollständige Versagen der Proben ermittelt werden (Durchriss, Durchstoß oder Splittern). Die 50 % Durchschlagsarbeit gibt an, bei welcher Energie 50 % der Prüfkörper durchschlagen werden. Der Versuchsablauf orientiert sich an DIN EN ISO 6603-1. Sowohl die Fallhöhe als auch das Fallgewicht wurden variiert, um die verschiedenen Versagensfälle hervorzurufen. Als Prüfkörper wurde ein Plattenprüfkörper (Doppelkavität) mit 8 mm Kantenlänge, einer Wandstärke von 0,5 mm und einem Schussgewicht von 0,1 g samt Anguss verwendet. Der Versuchsaufbau ist als Schema in **Bild 3** (links) dargestellt. Eine Auswahl von unterschiedlichen Versagensarten der Plattenprüfkörper ist in **Bild 3** (rechts) gezeigt.



Bild 3: Versuchsaufbau des Impact-Versuchs (links) und Versagensfälle unterschiedlicher Kunststoffe (rechts)
Figure 3: Test setup of the impact test bench (left) and various plastics after testing (right)

3 Ergebnisse

In dem neu entwickelten Zugversuch an Mikro-Hanteln können mechanische Kennwerte reproduzierbar ermittelt werden. **Bild 4** zeigt den Vergleich zweier Prozesskonfigurationen, welche sich allein durch die Variation der Einspritzgeschwindigkeit unterscheiden (obere Zeile: langsam, untere Zeile: schnell). Deutlich zu erkennen ist die unterschiedliche Ausprägung der Kristallmorphologie mit einer klar abgegrenzten Randschicht für die langsame Einspritzgeschwindigkeit. Der Effekt auf die ermittelten Kennwerte zeigt eine Zunahme von rund 15 % für den E-Modul und die Streckspannung und eine Abnahme der Bruchdehnung um ca. 70 % gegenüber der schnellen Einspritzgeschwindigkeit. Die Simulation des Spritzgießprozesses zeigt die Unterschiede der Erstarrung während des Füllverlaufes durch die Variation der Einspritzgeschwindigkeit. Hier ist für die Differenzierung zum einen die reine Fülldauer zu nennen, da die länger dauernde Füllphase zu einer weiter voranschreitenden Erstarrung unter Scherung führt. Weiterhin führt die geringere Scherrate zu einer geringeren dissipativen Erwärmung. Trotz der guten Übereinstimmung des Schichtaufbaus aus der Betrachtung des simulierten Temperaturfeldes und der Morphologie lässt sich daraus noch keine Schlussfolgerung auf die Beschaffenheit der Randschicht selbst treffen. Die Wechselwirkung aus Scherung und Abkühlung ist nach aktuellem Wissensstand materialspezifisch und erfordert weitere Untersuchungen. Die resultierenden mechanischen Kennwerte und mikroskopischen Untersuchungen zeigen für das untersuchte POM eine hochorientierte Randschicht, welche sich positiv auf den E-Modul und die Streckspannung auswirkt. Die verringerte Bruchdehnung lässt ein insgesamt spröderes Versagensverhalten vermuten.

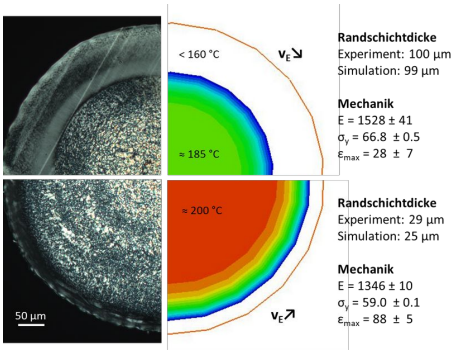


Bild 4: Vergleich zweier Prozesskonfigurationen für POM Mikrohanteln (v.l.n.r.: Morphologie, Simulierte Temperaturverteilung zum Ende der Füllphase und mechanische Kennwerte) [7]
Figure 4: Comparison of two process configurations of POM micro-tensile rods (f.l.t.r.: morphology, simulated temperature distribution at the end of the fill and mechanical properties) [7]

Bei der Prüfung der Mikro-Plattenprüfkörper im modifizierten Impact-Versuch wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Materialscreening durchgeführt, um die für die Prüfung notwendigen Gewichte und Fallhöhen zu ermitteln. **Bild 5** zeigt die Ergebnisse der 50 % Durchschlagsarbeit für verschiedene Kunststoffe im Vergleich. Hierfür wurden zwei Gewichte benutzt und aus Gewicht (m) und Fallhöhe (H) die Energie (E) nach (1) ermittelt. Für die Prüfung wurden mindestens 30 Proben je Werkstoff verwendet.

$$E = m \cdot g \cdot H \tag{1}$$

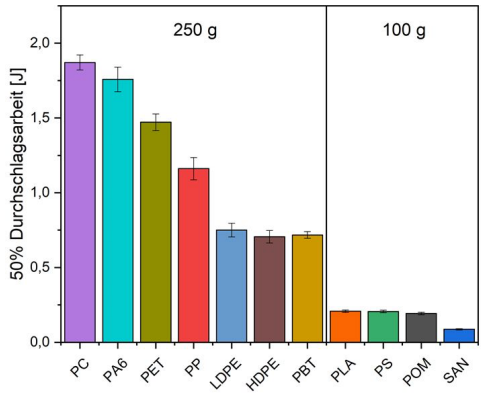


Bild 5: Prüfergebnisse der geprüften teilkristallinen und amorphen Kunststoffe (50 % Durchschlagarbeit) mit den jeweilig verwendeten Fallgewichten (250 g und 100 g)
Figure 5: Test results for the semi-crystalline and amorphous plastics (50 % puncture) with the respective weights used

Neben der Kennwertermittlung der notwendigen Energie für den vollständigen Durchstoß lassen sich auch Informationen zum Schädigungsverlauf ermitteln. **Bild 6** zeigt für den Kunststoff SAN die geprüften Proben. Die Erstschädigung (**Bild 6**, links) ist durch einen Riss gekennzeichnet, welcher parallel zur Fließrichtung entlang der Platte verläuft. Der Durchstoß (**Bild 6**, Mitte/rechts) verursacht ein sehr sprödes Versagensverhalten (teilwei-

ses Absplittern), überlagert durch einen kompletten Riss entlang der Platte. Das Verhalten bei schlagartiger Beanspruchung zeigt hier durch die Rissausbreitung entlang der Platte ein bevorzugtes Versagen parallel zur Molekülorientierung.

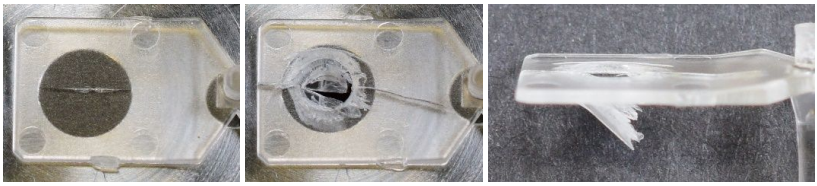


Bild 6: Prüfergebnisse für den Kunststoff SAN: Erstschädigung (links), vollständiger Durchstoß in Draufsicht (Mitte) und Seitenansicht (rechts)
Figure 6: Test results for SAN: first appereance of damage (left), complete failure (middle: top view; right: side view)

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Charakterisierung von Kunststoffen benötigt eine ganzheitliche Betrachtung der Prozess-Struktur-Eigenschaftsbeziehungen. Durch die Erweiterung der Prüfmethoden hin zu kleinskaligen Prüfkörpern können Geometrieeffekte untersucht und bewertet werden. Außerdem können mechanische Kennwerte von Kunststoffen mit sehr geringen Materialmengen schnell und effizient ermittelt werden. Die Simulationen konnte für einen ersten Abgleich der Strukturentstehung genutzt werden und ist somit Grundlage für die Strukturvorhersage. Allerdings werden weitere materialspezifische Kennwerte benötigt, die den Zusammenhang der chemischen Struktur mit dem rheologischen Verhalten im Prozess herstellen. Die Aussagekraft der Mikro-Impactversuche kann durch die Implementierung einer Instrumentierung weiter verbessert werden.

Danksagung – Die Autor*innen bedanken sich bei den IPF-Kolleg*innen Yvonne Spörer, Martin Zimmermann, Marcel Tuschla, Christian Lehmann, Holger Scheibner und Kai Uhlig für die Unterstützung bei der Durchführung der Experimente und die inhaltliche Diskussion.

Literatur

[1] G.W. Ehrenstein: Mit Kunststoffen konstruieren, Carl Hanser Verlag, München, (2007) (3. Auflage)

[2] E. Haberstroh, M. Brandt: Determination of mechanical properties of thermoplastics suitable for micro systems. Macromolecular Materials and Engineering, (2002). 287(12): S. 881-888.

[3] M. Fischer, P. Pöhlmann, I. Kühnert: Morphology and mechanical properties of micro injection molded polyoxymethylene tensile rods. Polymer Testing, (2019). 80: S. 106078.

[4] D. Drummer, A. Seefried, S. Meister: Characterization of Material Stiffness on Injection Moulded Microspecimens Using Different Test Methods. Advances in Materials Science and Engineeing, (2014): S. 1-8.

[5] S. Meister, K. Vetter, G.W. Ehrenstein, D. Drummer: Measurement of mechanical material properties for micro parts on injection moulded micro tensile bars. Journal of Plastics Technology, (2012).

[6] I. Kühnert, I., M. Fischer, S. Friedrich, M. Gehde: Comparison of interfaces in welded and injection molded parts. Journal of Plastics Technology, (2018). 14(3).

[7] G. Jüttner, T. Nguyen-Chen, I. Kühnert: Simulation en miniature. Mikrospritzgieß-Füllsimulation mit angepassten Materialdaten in die Praxis umgesetzt Kunststoffe, (2019). 58104: S. 42-43.

Objektive Bewertung der Kratzersichtbarkeit auf genarbten Oberflächen

Objective evaluation of scratch visibility on textured surfaces

S. Fritz, F. Simon, FILK Freiberg Institute gGmbH

Kurzfassung – Kratzprüfungen sind ein wichtiges Mittel zur Charakterisierung von Oberflächen, z. B. bezüglich der Härte, Lackhaftung oder Verschleißanfälligkeit. Doch die üblichen objektiven Methoden zur Identifikation oder Bewertung von Kratzern sind nur für glatte Oberflächen geeignet. Für genarbte Proben von Leder, lederähnlichen Verbundmaterialien oder Kunststoffen sind sie aufgrund der Überlagerung von Textur und Kratzer, des uneinheitlichen Kratzbildes und des Einflusses von Farbgebung und Struktur auf die Kratzersichtbarkeit nicht anwendbar. Kratzprüfungen auf genarbten Materialien werden deshalb aktuell rein visuell bewertet - mit allen Nachteilen einer subjektiven Prüfmethode bezüglich Reproduzierbarkeit, Vergleichbarkeit, Quantifizierbarkeit, Kommunizierbarkeit und Automatisierbarkeit. Deshalb wurde eine neue objektive und quantitative Bewertungsmethode für Kratzer entwickelt, in welcher die besonderen Eigenschaften lederähnlicher, genarbter Materialien berücksichtigt sind und speziell die Kratzersichtbarkeit im Vordergrund steht. Die Methode beruht auf der Analyse einer fotografischen Nahaufnahme des Kratzers, benötigt kein spezielles Equipment und ist im Sinne von Industrie 4.0 automatisierbar.

Stichwörter: Verschleißprüfung, Kratztest, Bildanalyse, Polymere, Leder, Kunstleder

Abstract – Scratch tests are an important means of characterising surfaces, e.g. in terms of hardness, paint adhesion or susceptibility to wear. Unfortunately, the usual objective methods for identifying or evaluating scratches are only suitable for smooth surfaces. On textured samples of leather, leather-like composite materials or plastics they are not applicable due to the overlapping of texture and scratch, the non-uniform scratch pattern and the influence of colouring and structure on scratch visibility. For this reason, currently scratch tests on textured materials are evaluated purely visually – along with all the disadvantages of subjective test methods in terms of reproducibility, comparability, quantification, communication and automation. Therefore, a new objective and quantitative evaluation method for scratches was developed, in which the special properties of leather-like, textured materials are taken into account and the scratch visibility is the main objective. The method is based on the analysis of a photographic macro image of the scratch, requires no special equipment and can be automated in the sense of Industry 4.0.

Keywords: wear testing, scratch test, image analysis, polymers, leather, artificial leather

1 Einleitung

Für genarbte Oberflächen, wie sie z. B. Leder, Kunstleder oder Kunststoffe im Interieurbereich aufweisen, gibt es aktuell noch keine allgemein akzeptierte Prüfnorm hinsichtlich der Kratzfestigkeit. Die Materialien besitzen im Wesentlichen eine ästhetische Funktion, so dass das sichtbare Schadensbild eines Kratzers eine wesentlich höhere Bedeutung hat, als die eigentliche Degradation der mechanischen Materialeigenschaften. Es handelt sich in der Regel um Verbundmaterialien mit hohen Eigenschaftsgradienten, die aufgrund ihrer Weichheit ein vergleichsweise tiefes Eindringen von Kratzspitzen erlauben sowie ein großes Rückstellvermögen besitzen. Bedingt durch Textur und Materialeigenschaften ist die Krafteinleitung über die Kratzspur inhomogen. Das Resultat sind Kratzer, welche eine weite Spanne von Typ und Ausprägung sowie ein in der Regel entlang der Kratzspur uneinheitliches Kratzbild aufweisen. Hinzu kommt, dass die Oberflächengestaltung hinsichtlich Farbe, Glanz und Textur einen großen Einfluss auf die Wirkung eines bestimmten Kratzers auf den Betrachter besitzt [1-3].

Eine objektive Bewertung oder Identifikation der Kratzer, wie sie für glatte Oberflächen verwendet wird [3-7], ist nicht möglich. Eine Vermessung der Geometrie des Kratzprofils scheitert an der Variation entlang der Kratzspur und der Überlagerung mit der Textur. Reibkräfte

weisen weder sprunghafte noch systematische Variationen beim Entstehen einer sichtbaren Kratzspur auf. Farbwerte ändern sich nicht zwangsläufig, der Glanz ist für lederähnliche Materialien insgesamt für eine quantitative Bewertung zu niedrig und der Kontrast wird stärker durch die Textur als durch den Kratzer bestimmt. Kratzprüfungen auf genarbten Oberflächen werden deshalb aktuell ausschließlich visuell bewertet mit allen Nachteilen, die eine solche subjektive Methode mit sich bringt.

Aus diesem Grund sollte eine neue Methode zur Bewertung von Kratzern auf genarbten Oberflächen entwickelt werden, welche die Vorteile der visuellen Bewertung (Schnelligkeit, geringer apparativer Aufwand, Bewertung der wirtschaftlich relevanten Sichtbarkeit der Kratzer) mit den Vorteilen einer objektiven Messgröße (quantitativ, unabhängig von subjektiven Einflüssen, reproduzierbar, automatisierbar) kombiniert.

2 Experimentelle Details

Für die Untersuchungen wurden 32 lederähnliche Materialien verwendet (Leder, Kunstleder, Trendsubstitute), die sich in ihrem Schichtaufbau, den Bestandteilen und Rezepturen, dem Verwendungszweck sowie der Oberflächengestaltung hinsichtlich Textur, Farbe und Glanz unterschieden. Die Materialien deckten das breite Eigenschaftsspektrum der typischerweise im Fahrzeug und Wohnraum verwendeten, flexiblen Interieurmaterialien ab. In 7 x 10 cm große Proben dieser Materialien wurden Kratzer einer Länge von 4 cm mit Hilfe des Ritzhärteprüfgerätes von Erichsen oder des Universal Surface Testers von Innowep eingebracht. Durch Variation der Kratzbelastung bezüglich Kratzspitze (0,5 mm Kugelspitze, 90° Diamantspitze, 1 cm Stahlscheibe), Normalkraft (1-40 N) und Kratzgeschwindigkeit (0,25-40 mm/s) wurden Kratzer verschiedener Art und Ausprägung erzeugt. Das Spektrum reichte von nicht sichtbaren Veränderungen über Schreibeffekt und Rillenbildung bis hin zu sehr gut sichtbaren Oberflächenzerstörungen, Rattermarken oder kombinierten Kratzbildern (**Bild 1**). Von den erzeugten Kratzern wurden 25 mit durch Ausprägung und Oberflächengestaltung sehr unterschiedlicher Sichtbarkeit für Probandenstudien ausgewählt. Jeder Kratzer wurde von 30 verschiedenen Probanden hinsichtlich der subjektiv empfundenen Sichtbarkeit und Störwirkung auf einer Skala von 0-10 bewertet. Die Bewertung erfolgte in einer Lichtkammer (D65), wobei die Proben auf festen Untergrund aufgeklebt waren, aber durch die Probanden frei bewegt und beliebig zum Licht ausgerichtet werden konnten.



Bild 1: Fotographische Nahaufnahmen der Kratzer: **a)** Anordnung zur Anfertigung der Kratzeraufnahmen in der Lichtkammer und **b)** Ausschnittsvergrößerung fotographischer Aufnahmen verschiedener Kratzertypen (von oben nach unten: Schreibeffekt, Rillenbildung, Oberflächenzerstörung, Rattermarken)

Figure 1: Macro scratch images: **a)** Arrangement for the preparation of the scratch images within a light chamber and **b)** detail enlargements of photos with different types of scratches (from top to bottom: mar, grooving, surface destruction, chatter marks)

3 Objektive Bewertungsmethode

Als Basis für die objektive Bewertungsmethode dienten fotografische Nahaufnahmen der Kratzer, angefertigt mit Hilfe einer Digitalkamera (Olympus Stylus SP-100EE) in einer Lichtkammer (D65). Die Aufnahme erfolgte frontal mit einem festen Abstand, wobei sowohl der Kratzer in voller Länge als auch die Struktur des umgebenden, ungekratzten Materials erfasst wurden. Die Lichtquelle befand sich in einem Abstand von 80 cm senkrecht über der Probe, so dass das Foto gleichmäßig ausgeleuchtet war und durch den lateralen Lichteinfall die auf der Oberfläche vorhandenen Strukturen durch Beleuchtung und Beschattung besonders hervorgehoben wurden (**Bild 1**).

Die Sichtbarkeit eines Kratzers wird sehr stark durch den Typ und die Ausprägung des Kratzers sowie durch die Oberflächengestaltung des Materials beeinflusst. **Bild 2** zeigt 6 ähnlich tiefe Kratzer vom Typ Materialzerstörung mit sehr unterschiedlicher Sichtbarkeit.

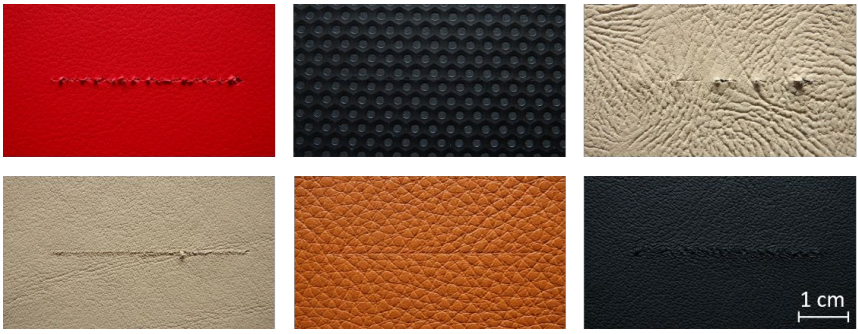


Bild 2: Beispiele für sehr unterschiedlich gut sichtbare Kratzer ähnlicher Tiefe vom Typ Oberflächenzerstörung auf verschiedenen Leder- und Kunstlederoberflächen
Figure 2: Examples of very differently visible scratches with similar depths of type surface destruction on surfaces of different leathers and artificial leathers

Für die Entwicklung der Bewertungsmethode wurde von der Hypothese ausgegangen, dass ein Kratzer umso sichtbarer ist, je stärker sich der gekratzte Bereich vom ungekratzten Bereich unterscheidet. Um auch Größe und Breite des Kratzers bei verschiedenen Kratzbildern und Kratzerausprägungen berücksichtigen zu können, wurde Kratzbereich definierter Größe (4,3 x 0,5 cm) festgelegt, der sämtliche, durch Kratzer auf beliebigen Proben beobachteten Materialveränderungen umfasste. Sowohl für den Kratzbereich als auch für den umliegenden, ungekratzten Bereich wurden nun die auf 1 normierten Häufigkeitsverteilungen für die RGB- und Grauwerte der Bildpunkte bestimmt. Entsprechend der Hypothese sollte der Kratzer umso besser sichtbar sein, je größer die Abweichung zwischen den jeweiligen Verteilungen ist (Fläche zwischen den Kurven, schraffierter Bereich in **Bild 3a**).

Aufgrund des statistischen Charakters unterscheiden sich allerdings auch die Verteilungen für zwei beliebige ungekratzte Bereiche einer genarbten Oberfläche. Um diesen „Struktureffekt“ zu berücksichtigen, wurden Abweichungen zwischen den Verteilungen des gekratzten

und des ungekratzten Bereiches nur dann gewertet, wenn sie größer als die normale, strukturbedingte Schwankung waren. Um auch die Farbgebung der Oberfläche einzubeziehen, wurde zusätzlich eine Wichtungsfunktion verwendet, die Farbunterschiede weit weg vom Verteilungsmaximum stärker berücksichtigt (grün gestrichelte Kurve in **Bild 3b**). Auf diese Weise wird die besonders gute Sichtbarkeit von Kratzer einbezogen, welche durch oberflächliche Materialzerstörung tiefer liegende Schichten mit anderer Färbung freilegen.

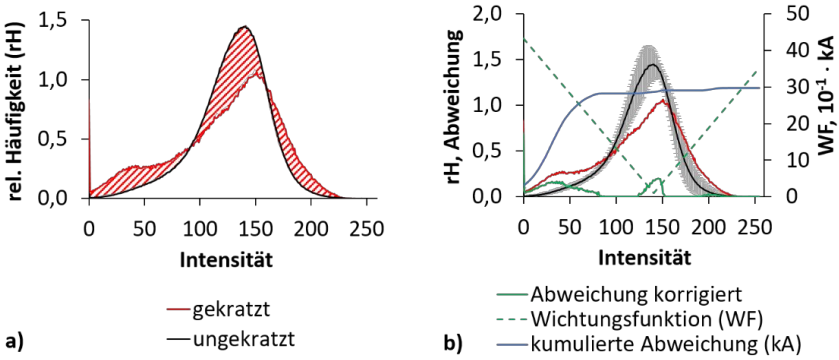


Bild 3: Objektive Methode zur Bewertung der Kratzersichtbarkeit: **a)** Abweichung zwischen den Häufigkeitsverteilungen des gekratzten und des ungekratzten Bereiches am Beispiel der Blauwerte für den Kratzer unten links in **Bild 2** und **b)** Bestimmung der kumulierten, um den Struktureffekt korrigierten und mit der Farbe gewichteten Abweichung

Figure 3: Objective characterization of scratch visibility: **a)** Deviation between scratched and non-scratched regions in respect to intensity distribution of blue colour values for the example of the scratch in the lower left of **Figure 2** and **b)** determination of the cumulated deviation corrected for the structural effect and weighted with the colour

Die so korrigierten und gewichteten Abweichungen der Häufigkeitsverteilungen wurden über alle Intensitäten kumuliert (blaue Kurve in **Bild 3b**) und für alle Farben addiert, was den Unterschiedlichkeitsparameter UP lieferte (**Gleichung 1**).

$$UP = \Delta(r) + \Delta(g) + \Delta(b) + \Delta(GS) \tag{1}$$

$$\text{mit } \Delta = \sum_{i}^{0\ldots255} max\left(0; \left[\left|h_i^u - h_i^k\right| - f \cdot \sigma_i\right]\right) \cdot \left(|i-\mu| \cdot m + 1\right)$$

Dabei bedeuten: UP… Unterschiedlichkeitsparameter, Δ… kumulierte Abweichung der Rot- (r), Grün- (g), Blau- (b) und Graustufen-(GS)-Werte, i… Intensität, h_i^u und h_i^k die relative Häufigkeit der Intensität i im ungekratzten bzw. gekratzten Bereich, f… Korrekturfaktor für den Struktureinfluss (f = 1,85), σ_i… Standardabweichung der relativen Häufigkeit bei Intensität i, μ… Erwartungswert der Intensitätsverteilung des ungekratzten Bereiches, m… Anstieg der Wichtungsfunktion (m = 0,3). Die Faktoren f und m wurden empirisch gefittet, um eine möglichst gute Korrelation zwischen der Probandenbewertung und dem UP-Wert zu erreichen. Für die schnelle und automatisierte Berechnung des UP-Wertes für eine beliebige Anzahl von Kratzeraufnahmen wurde ein Skript programmiert.

4 Ergebnisse und Diskussion

Der physikalisch begründete UP-Wert (**Gleichung 1**) zeigt einen exponentiellen Anstieg mit steigender subjektiver Kratzersichtbarkeit, der sich durch Logarithmieren linearisieren lässt

(**Bild 4**). Ein Bestimmtheitsmaß von 0,86 kann für den Zusammenhang zwischen subjektiven und objektiven Größen als sehr gut angesehen werden. Der objektive lg(UP)-Wert kann damit sehr gut genutzt werden, um die subjektiv empfundene Kratzersichtbarkeit (z. B. zum Zwecke der Materialoptimierung) ohne die Notwendigkeit aufwändiger Probandenstudien abzuschätzen. Die Korrelation zwischen lg(UP) und Probandenbewertung ist dabei ähnlich gut wie die Korrelation zwischen der nach aktuellem Stand der Technik praktizierten visuellen Bewertung durch zwei geschulte Prüfer und der Probandenbewertung.

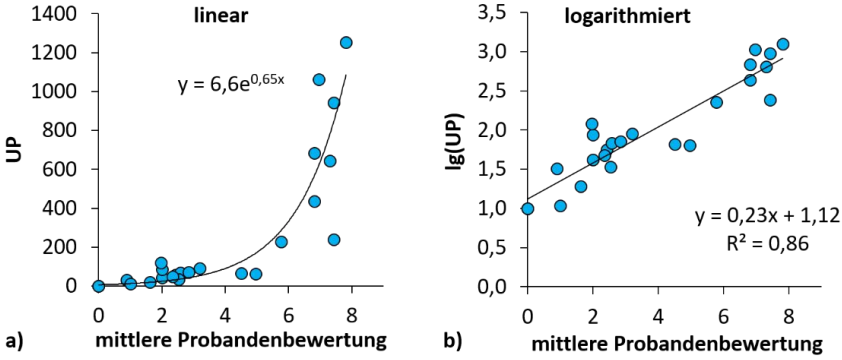


Bild 4: Zusammenhang zwischen subjektiven und objektiven Kratzerbewertungen für die 25 untersuchten Kratzer: **a**) für UP-Wert aus **Gleichung 1** und **b**) für den dekadischen Logarithmus des UP-Wertes

Figure 4: Correlation between subjective and objective characterization of scratch visibility of the 25 scratches examined: **a**) for UP value from **equation 1** and **b**) for the common logarithm of UP value

Im Vergleich zur visuellen Bewertung sowie mit Hilfe einer ebenfalls durchgeführten Analyse der Wahrnehmungsschwelle sehr fein ausgebildeter Kratzer wurde die Klassifizierung in **Tabelle 1** festgelegt.

Tabelle 1: Klassifizierung des lg(UP)-Wertes
Table 1: Classification of lg(UP)-value

lg(UP)	Bedeutung
< 1	keine oder kaum wahrnehmbare Kratzer
1 - 2	zunehmend störende Kratzer, die aber bei der überwiegenden Zahl der Probanden noch keine Handlungsbereitschaft auslösen
2 - 3	stark störende Kratzer, die zunehmende Handlungsbereitschaft bei den Probanden auslösen, etwas gegen den Kratzer zu unternehmen
> 3	extreme Unzufriedenheit der Probanden mit dem kompletten Produkt

Zur Überprüfung der Anwendbarkeit des lg(UP)-Wertes wurden zwei Kratzersets angefertigt. Set 1 enthielt 5, mit verschiedenen Normalkräften erzeugte Kratzer auf ein und demselben Material. Set 2 enthielt 6 identische Kratzer auf verschiedenen Materialien, welche sich ausschließlich in der Farbe unterscheiden. Beide Kratzersets wurden von jeweils 30 Probanden hinsichtlich der Stärke der Kratzersichtbarkeit sortiert. Die Rangfolge wurden den nach Gleichung 1 bestimmten lg(UP)-Werten gegenübergestellt. **Bild 5** zeigt, dass der lg(UP)-Wert

diese subjektive Rangfolge sehr gut widerspiegelt und damit einen sehr nützlichen Parameter für die Materialoptimierung hinsichtlich Kratzersichtbarkeit darstellt.

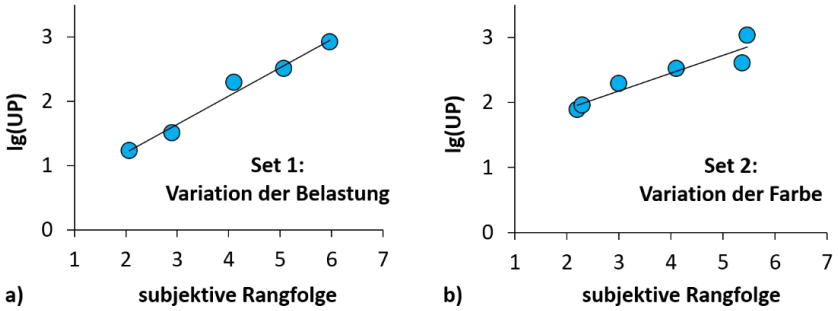


Bild 5: Validierung des lg(UP)-Wertes an zwei Kratzer-Sets, welche sich jeweils nur in einem Parameter unterscheiden: **a**) Variation der Kratzbelastung und **b**) Variation der Farbe

Figure 5: Validation of the lg(UP) value on two sets of scratches which only differ in one parameter: **a**) variation of normal load and **b**) variation of colour

5 Zusammenfassung

Es wurde eine neue Methode entwickelt, mit der es möglich ist, Kratzer auf genarbten Oberflächen objektiv und quantitativ zu bewerten. Die neue Methode ist so optimiert, dass sie die durch Kratzertyp und -ausprägung sowie durch die Oberflächengestaltung hinsichtlich Textur, Farbe und Glanz stark beeinflusste, subjektive Sichtbarkeit der Kratzer gut wiedergibt. Einsatzbereiche liegen in der Materialprüfung sowie der Materialoptimierung genarbter Interieurmaterialien. Die Bewertungsmethode ist schnell, kostengünstig, erfordert kein aufwändiges Equipment und ist auf verschiedene Methoden der Kratzererzeugung anpassbar.

Danksagung – Wir möchten uns herzlich bei Sandra Gehmlich für die Durchführung der experimentellen Untersuchungen bedanken sowie bei allen Teilnehmern der Probandenstudien. Das Forschungsvorhaben „Kratzersichtbarkeit auf Bezugsmaterialien“, Reg.-Nr.: 49MF180009 wurde anteilig vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) innerhalb des Förderprogramms INNO-KOM (Modul – MF) über den Projektträger EuroNorm GmbH gefördert. Wir bedanken uns für die gewährte Unterstützung.

Gefördert durch:
Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Literatur

[1] C.J. Barr, L. Wang, J.K. Coffey, F. Daver: Influence of surface texturing on scratch/mar visibility for polymeric materials: a review. Journal of Materials Science 52 (2017), S. 1221-1234

[2] M. Hamdi, H.-J. Sue: Effect of color, gloss, and surface texture perception on scratch and mar visibility in polymers. Materials & Design 83 (2015), S. 528-535

[3] P. Gamonal-Repiso, M. Sánchez-Soto, S. Santos-Pinto, M. Ll Maspoch: Influence of topography on the scratch and mar visibility resistance of randomly micro-textured surfaces. Wear 440-441 (2019), 203082

[4] M. Wong, G.T. Lim, A. Moyse, J.N. Reddy, H.-J. Sue: A new test methodology for evaluation scratch resistance of polymers. Wear 256 (2004), S. 1214-1227

[5] International Organization of Standardization (Eds.), ISO 17541:2014, Plastics – Quantitative evaluation of scratch-induced damage and scratch visibility, ISO, 2014

[6] R. Browning, M.M. Hossain, J. Li, S. Jones, H.-J. Sue: Contrast-based evaluation of mar resistance of thermoplastic olefins. Tribology International 44 (2011), S. 1024-1031

[7] P. Rangarajan, M. Sinha, V. Watkins, K. Harding, J. Sparks: Scratch visibility of polymers measured using optical imaging. Polymer Engineering & Science 43 (2003), S. 749-758

Schädigungsmechanismenbasierte Quantifikation des Laminatrandeffektes in faserverstärkten Kunststoffen unter Ermüdungsbeanspruchung

Damage mechanism-based quantification of laminate edge effect in fiber-reinforced plastics under fatigue loading

R. Helwing*, D. Hülsbusch, F. Walther
Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund
*ramon.helwing@tu-dortmund.de

Kurzfassung – Aus Gründen der Werkstoff- und Kosteneffizienz werden für die Charakterisierung Proben verwendet, die zum Teil um mehrere Größenordnungen kleiner sind als die realen Bauteile. Durch die Interaktion von Laminatschichten mit unterschiedlicher Steifigkeit entstehen an freien Kanten von Proben aus faserverstärktem Kunststoff lokale dreidimensionale Spannungsfelder. Mit Hilfe der Computertomographie und einem Segmentationsansatz basierend auf Deep Learning werden die Schädigungsmechanismen Matrixriss, Zwischenfaserriss und Delamination für verschiedene Steifigkeitsreduktionen detektiert. Eine Analyse der Aktivität im Probenquerschnitt zeigt den Einfluss der Faserorientierung und Stapelreihenfolge auf die Entwicklung der Schädigungsmechanismen. Die Untersuchungen zeigen, dass sich die Zusammensetzung der Schädigung mit zunehmender Werkstoffdegradation ändert, wodurch von einer dynamischen Entwicklung des Laminatrandeffektes ausgegangen werden muss.

Stichwörter: Schädigungsentwicklung, Ermüdung, Deep Learning, faserverstärkter Kunststoff, Computertomographie

Abstract – Due to material and cost efficiency, for characterization specimens are used which are sometimes several orders of magnitude smaller than real components. Due to the interaction of laminate layers of different stiffness of fiber-reinforced plastics, local three-dimensional stress fields occur at the free specimen edges. Using computed tomography and a segmentation approach based on deep learning, the damage mechanisms matrix crack, inter fiber failure, and delamination are detected for different stiffness reductions. An activity analysis in specimen cross-section shows the influence of fiber orientation and stacking sequence on the evolution of damage mechanisms. The investigations show that the composition of the damage changes with increasing material degradation, which means that dynamic development of the laminate edge effect has to be assumed.

Keywords: Damage evolution, fatigue, deep learning, fiber-reinforced plastics, computed tomography

1 Einleitung

Ausgezeichnete spezifische Festigkeit und hohe Ermüdungsfestigkeit prädestinieren faserverstärkte Kunststoffe für zyklisch beanspruchte Bauteile, wie Rotorblätter in Windenergieanlagen oder Strukturelemente in der Luft- und Raumfahrttechnik. Bei mechanischer Ermüdung kommt es zur Schadensakkumulation und damit einhergehender Schwächung der strukturellen Integrität. Die eingebrachte Schädigung führt daher zu einer Werkstoffdegradation hinsichtlich Steifigkeitsreduktion und Restfestigkeit. Während 0°-Lagen zu geringer Steifigkeitsdegradation neigen, weisen 45°- und besonders 90°-Lagen einen hohen Steifigkeitsverlust über die Lebensdauer auf. Gründe für die Steifigkeitsreduktion sind eingebrachte transversale Matrix- und Zwischenfaserrisse [1]. Diese Risse initiieren durch deren eigenen Spannungsfelder das Auftreten von Delaminationen [2, 3].

Durch den Zuschnitt der Proben liegen freie Kanten vor, an denen sich zusätzliche Spannungskonzentrationen ausbilden. Die höhere Beanspruchung der Randbereiche führt zu einer stärkeren Schädigung im Ermüdungsprozess. Aus der lagendifferenzierten Werkstoffdegradation geht eine Umverteilung der Kraftaufnahme im Laminat einher, was sich wiederum auf die Schädigungsentwicklung auswirkt und zu einen komplexen Werkstoffverhalten führt [4]. Die eingebrachten Effekte unterscheiden sich abhängig von der vorliegenden Gewebeart.

Eine starke Ondulation der Fasern bedingt die Ausbildung von starken interlaminaren Spannungen, wodurch Laminatrandeffekte vernachlässigbar sind. Eine stärkere Dominanz nehmen Laminatrandeffekte besonders in Gelegen und Geweben mit gering ondulierten Fasern ein [5]. So kommt es in quasi-isotropen Gelegen zunächst zu der Initialisierung von transversalen Matrix- und Zwischenfaserrissen im Bereich der freien Kanten, bis eine Sättigung eintritt. Im Randbereich bilden sich Delaminationen aus, die sich mit den Transversalrissen in Richtung Laminatmitte ausbreiten [6]. Die Untersuchungsmethoden basieren auf der Transmission von Licht oder Röntgenstrahlung, sodass Informationen über die Defekttiefe nicht erfasst werden. Eine Zuordnung der beteiligten Lagen und Trennung der Lageninteraktionseffekte sind hierbei nicht möglich [6–8].

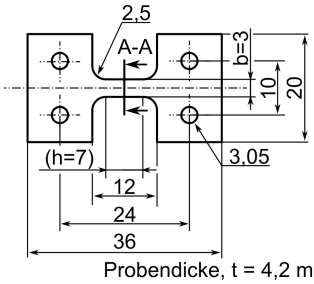
2 Versuchsdurchführung

2.1 Ermüdungsversuche

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Schädigungsentwicklung infolge von Ermüdung in einem glasfaserverstärkten Kunststoff. Eine detaillierte Übersicht des Lagenaufbaus ist aus **Bild 1** zu entnehmen. Die Gewebeverstärkung ist als 8 h Atlasbindung mit einem Flächengewicht von 299 g/m^2 ausgeführt. Das Fasermaterial (Hex-Force 7781 1270) mit einem Volumengehalt von 46 % weist einen Faserdurchmesser von 9 µm auf. Ein 8 h Satin-Gewebe führt zu einer geringen Ondulation der Fasern. Das Matrixmaterial wird aus dem duroplastischen Epoxidharz HexPly 914 von Hexcel gebildet. Eine Probenherstellung im Autoklavverfahren minimiert die vorliegende Porosität. Der Probenzuschnitt wurde durch Mikrostrahlwasserschneiden vorgenommen, um thermische Beeinflussung an den Schnittkanten zu vermeiden und Vorschädigungen zu minimieren. Durch den geringen Prüfquerschnitt (**Bild 1**) wird ein Breiten-Dicken-Verhältnis von b/t = 0,72 erreicht, was die Ausbildung freier Laminatrandeffekte begünstigt.

Die Ermüdungsversuche wurden im zugschwellenden Bereich (R = 0,1) auf einer servohydraulischen Schwingpüfmaschine Shimadzu EHF-U100 mit der Oberspannung 173 MPa und der Frequenz 6,8 Hz durchgeführt. Die Oberspannung betrug 55 % der Zugfestigkeit. Mit Hilfe eines Extensometers wurde der Steifigkeitsabfall überwacht. Infolge der Dissipation mechanisch eingebrachter Energie kommt es zur Selbsterwärmung. Durch kontinuierliche Temperaturüberwachung wurde die maximale Probenerwärmung kontrolliert und eine Erwärmung von über 2 K ausgeschlossen.

Durch einen Versuchsstopp an definierten Reststeifigkeitsniveaus von 5 %, 10 %, 15 % und 30 % wurden unterschiedliche Schädigungszustände in die Proben eingebracht. Die nachfolgende hochauflösende Computertomographie (µCT, Nikon XT H 160) erfasste den Schädigungszustand dreidimensional. Durch die geringe Querschnittsfläche der Probe konnte eine Auflösung von 7×7×7 µm erreicht werden. Während der Scans wurde die Probe mittels integrierbarer in-situ Prüfvorrichtung (CT Stage, Deben UK CT5000) mit einer statischen Last beaufschlagt und somit Rissschließungseffekten entgegengewirkt. Durch Kontrastmitteleinsatz wurde die Defektauflösung weiter gesteigert. Aufgrund dessen Einflusses ist eine Wiederverwendung von gescannten Proben nicht möglich. Daher wurde die Verwendung von vier separaten, unterschiedlichen geschädigten Proben notwendig.
Eine ausführlichere Beschreibung der Versuchsdurchführung ist in [9] zu finden.



A-A

$[+/-45°]_{2s}$
$[0°/90°]_{2s}$
$[+/-45°]_{2s}$
$[0°/90°]_{2s}$
$[90°/0°]_{2s}$
$[+/-45°]_{2s}$
$[90°/0°]_{2s}$
$[+/-45°]_{2s}$

Bild 1: Probengeometrie und Stapelreihenfolge
Figure 1: Specimen geometry and stacking sequence

2.2 Defektsegmentation

Konventionelle Defekterkennung erfolgt grauwertbasiert, sodass ausschließlich die Trennung der Defekte ohne die Berücksichtigung der wirkenden Defektmechanismen durchgeführt werden kann. Ansätze des maschinellen Lernens ermöglichen das Einbeziehen geometrischer Eigenschaften der wirkenden Defekte, wodurch die bloße Defekterkennung durch mechanismendifferenzierte Defektklassifikation ergänzt wird. Hierzu benötigte Trainingsdaten wurden durch 24 manuell segmentierte Schnittebenen bereitgestellt. Es wurde neben der reinen Defekterkennung eine Separierung in die Schädigungsmechanismen Zwischenfaserrisse (gelb), Matrixrisse (blau), Delaminationen (grün) und Risse an den Fasergrenzflächen (türkis) vorgenommen (**Bild 2**). Auftretende Artefakte wie anhaftendes Kontrastmittel an der Probenoberfläche (violett) und undefinierbare Defekte (rot) wurden in einer weiteren Klasse aufgenommen, um aus der Analyse gefiltert werden zu können. Die Erstellung der Trainingsdaten erfolgte an Proben mit unterschiedlichen Schädigungszuständen, um eine hohe Repräsentation der zu analysierenden Daten zu garantieren.

Training und Auswertung der Daten erfolgte mit PyTorch unter der Verwendung des Open Source Framework MONAI (Medical Open Network for AI) [10]. Der Einsatz eines Slinding Window-Verfahrens mit einer Bildauschnittsgröße von 256 × 256 senkte die Hardwareanforderung maßgeblich. Für die Segmentation wurde auf ein modifiziertes U-Net zurückgegriffen. [11]. Aufgrund des hohen Anteils an ungeschädigten Bereichen und somit unausgeglichener Klassenverteilung, wurde anstatt der Kreuzentropie eine Verlustfunktion basierend auf den Dice-Score gewählt. Für die Validierung des Netzwerks wurden aus dem Trainingsdatensatz vier Schnittebenen zurückgehalten. Die Anpassungsgüte des Netzwerks wurde alle 100 Epochen mittels Dice-Score und den zurückgehaltenen Daten validiert. Das leistungsfähigste Modell aus dem gesamten Trainingsprozess wurde gespeichert und für die Analyse der Daten verwendet.

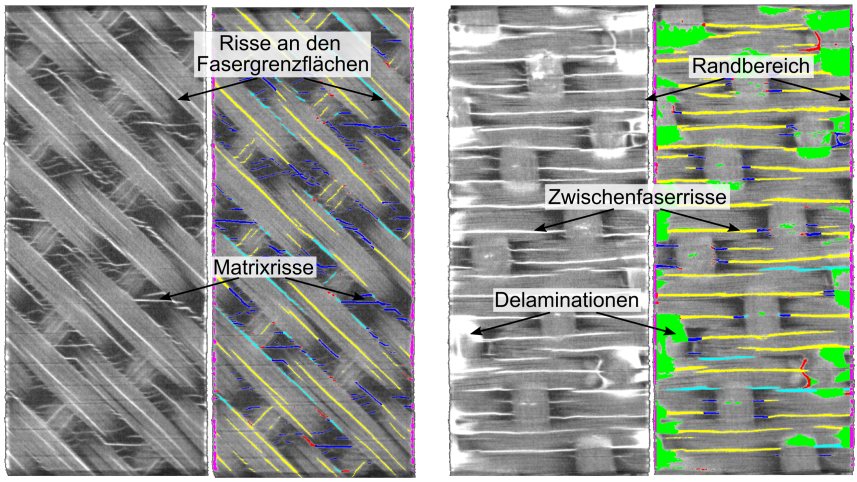


Bild 2: Segmentierte Schnittebenen des CT-Scans mit differenzierten Defektmechanismen
Figure 2: Segmented slices of the CT scan with differentiated defect mechanisms

3 Ergebnisse

Die Aktivität der Schädigungsmechanismen wird durch die Addition der vorliegenden Schädigungsmechanismen in Richtung der Lastrichtung (Richtung h) bestimmt. Als Defekt detektierte Voxel jedes Probenquerschnitts werden aufeinander addiert und bilden den durchschnittlichen Defekteintrag und somit die Konzentration der Schädigungsmechanismen in der Querschnittfläche ab (**Bild 1**, Ausschnitt A-A). Laminatrandeffekte zeichnen sich durch die Bildung eines Defektgradienten vom Randbereich bis in den Mittenbereich aus. Aufgrund des geringen Umfangs der Risse an den Fasergrenzflächen liegt eine hohe Streuung der Daten vor. Es wird daher von einer Auswertung dieses Defektmechanismus abgesehen.

In den $[+/-45°]_{2s}$-Lagen ist bei dem Steifigkeitsverlust von 5 % und 10 % ein geringfügig höherer Schädigungseintrag durch Zwischenfaserrisse in den Randbereich der Probe zu beobachten. (**Bild 3**). Bei weiterer Ermüdung gleichen sich Rand- und Mittenbereich der Probe aus, sodass kein Laminatrandeffekt hinsichtlich Zwischenfaserrissen erkennbar ist. In Gewebelagen mit einer Ausrichtung von 0°/90°, werden Zwischenfaserrisse als Transversalrisse in die 90°-Faserbündel eingebracht. Das Laminat weist unterschiedliche Lagensequenzen in den 0°/90°-Gewebelagen auf. In den $[0°/90°]_{2s}$-Lagen liegen die Schussfäden mit einer Ausrichtung von 90° übereinander, während bei den $[90°/0°]_{2s}$-Lagen 0° dominierte Kettfäden einander zugewandt sind. Dies führt zu einer abweichenden Ausprägung des Laminatrandeffektes. In den $[0°/90°]_{2s}$-Lagen ist kein ausgeprägter Laminatrandeffekt erkennbar, wobei geringe Tendenzen bei einem Steifigkeitsverlust von 10 % und 30 % zu einer stärkeren Schädigung an den freien Probenrändern beobachtet werden. Der Gradient vom Außen- zum Mittenbereich des Anteils von Zwischenfaserrissen in den $[0°/90°]_{2s}$-Lagen weist auf einen ausgeprägteren Laminatrandeffekt hin. Ein erhöhtes Auftreten von Zwischenfaserrissen kann bis zu einer Steifigkeitsreduktion von 30 % beobachtet werden.

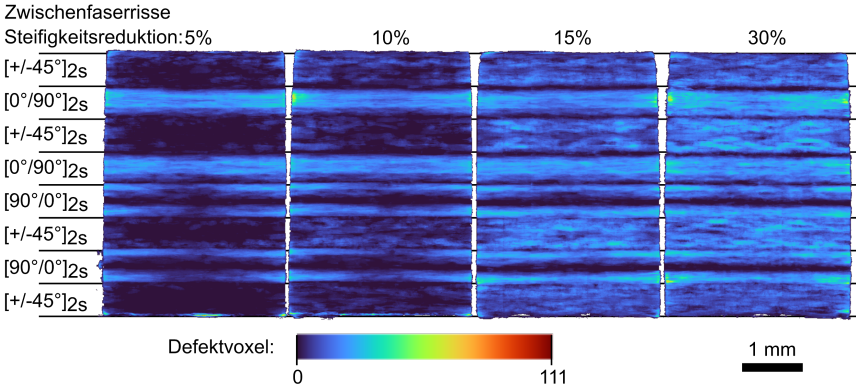


Bild 3: Defektverteilung im Probenquerschnitt von Zwischenfaserrissen bei 5 %, 10 %, 15 % und 30 % Steifigkeitsverlust

Figure 3: Defect distribution in specimen cross section of inter fiber failure at 5 %, 10 %, 15 % and 30 % stiffness loss

Matrixrisse bilden sich verstärkt zwischen den Gewebelagen aus, sodass interlaminare Matrixrisse in matrixreichen Regionen, wie den Kreuzungspunkten innerhalb der Gewebelagen, nur in geringen Umfang vorliegen (**Bild 4**). Im intralaminaren Bereich zwischen der $[+/-45°]_{2s}$-Lagen kommt es zu einer erhöhten Randschädigung bis zu einer Steifigkeitsreduktion von 10 %. Ein Laminatrandeffekt wird bei höheren Steifigkeitsverlust jedoch nicht ersichtlich, sodass hier ein homogenes Schädigungsverhalten vorliegt. Während es zwischen den $[+/-45°]_{2s}$ und $[90°/0°]_{2s}$-Lagen zu deutlichen Laminatrandeffekten kommt, liegt zwischen $[+/-45°]_{2s}$ und $[0°/90°]_{2s}$-Lagen kein erkennbarer Gradient hinsichtlich der Schädigungsausbildung vor. Innerhalb der $[0°/90°]_{2s}$-Lagen besteht ein Laminatrandeffekt bis zu einem hohen Steifigkeitsverlust. Zwischen den $[90°/0°]_{2s}$-Lagen ist kein solcher Effekt beobachtbar.

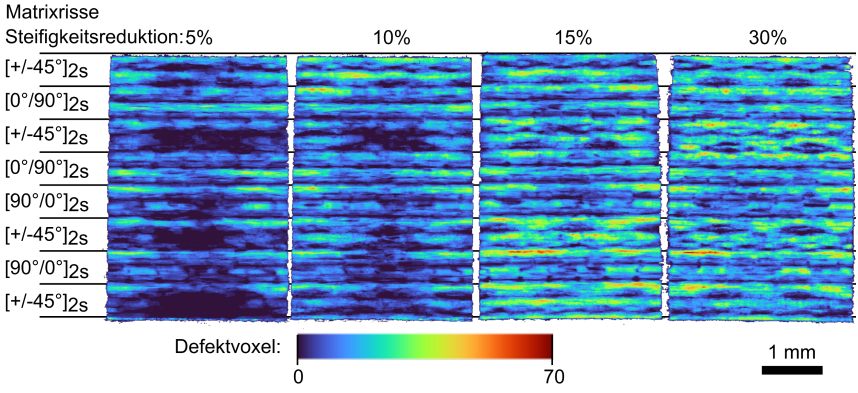


Bild 4: Defektverteilung im Probenquerschnitt von Matrixrissen bei 5 %, 10 %, 15 % und 30 % Steifigkeitsverlust

Figure 4: Defect distribution in specimen cross section of matrix cracks at 5 %, 10 %, 15 % and 30 % stiffness loss

Die Ausbildung von Delaminationen findet maßgeblich am Probenrand statt (**Bild 5**). Bei einer Steifigkeitsreduktion bis 15 % findet nur ein partieller Eintrag von Delaminationen in das Laminat statt. Die Bildung von Meta-Delaminationen an den Kreuzungspunkten von Geweben

ist ab einen Steifigkeitsabfall von 15 % erkennbar, sodass sich lokale und randunabhängige Delaminationsbereiche ausbilden. Bei einem Steifigkeitsabfall von 30 % wird die Ausbildung dieser Meta-Delaminationen verstärkt. Die Delamination konzentriert sich stark in den interlaminaren Bereich zwischen den $[0°/90°]_{2s}$-Lagen. Weitere starke Konzentration von Delaminationen bilden sich zusätzlich zwischen den $[90°/0°]_{2s}$-Lagen und $[+/-45°]_{2s}$-Lagen aus.

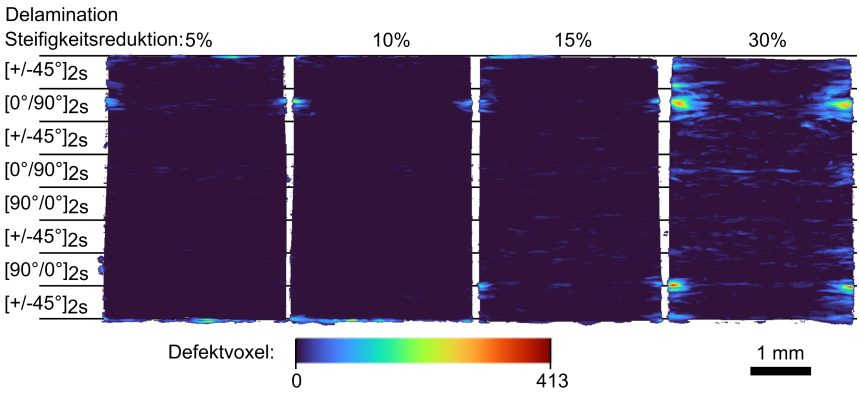


Bild 5: Defektverteilung im Probenquerschnitt von Delamination bei 5 %, 10 %, 15 % und 30 % Steifigkeitsverlust

Figure 5: Defect distribution in specimen cross section of delamination at 5 %, 10 %, 15 % and 30 % stiffness loss

4 Schlussfolgerungen

Durch einen Deep-Learning-Ansatz kann eine Segmentierung der einzelnen Schädigungsmechanismen stattfinden. Durch Analyse der Schädigungsverteilung im Probenquerschnitt unterschiedlicher Schädigungszustände wird die Ausbildung des Laminatrandeffektes experimentell und mechanismendifferenziert analysiert. Die Untersuchungen zeigen, dass sich der Laminatrandeffekt unterschiedlich stark auf die Ausbildung von Schädigungsmechanismen auswirkt. Dessen Ausbildung ist abhängig von der Orientierung der Fasern, der Lagensequenz, wie auch von dem vorliegenden Schädigungszustand des Laminats.

Die Abhängigkeit vom Schädigungszustand zeigt, dass der Laminatrandeffekt nicht statisch ist. So reduziert sich die randbezogene Schädigung von Matrixrissen bei hohen Steifigkeitsverlusten, bis bei starker Laminatschädigung keine Laminatrandeffekte erkennbar sind. Andererseits findet kein Wachstum von Delaminationen bis zu einem Steifigkeitsverlust von 15 % statt, ist bei weiterem Schädigungseintrag jedoch stark konzentriert auf die Randbereiche des Laminates. Es muss daher davon ausgegangen werden, dass es durch Akkumulation von Schädigung zu Lastumverteilungsvorgängen kommt, die die Ausbildung weiterer Schädigungsmechanismen begünstigen. Daher sollte für die Betrachtung des Laminatrandeffektes, insbesondere für die Ermüdung, die Werkstoffdegradation und die Lageninteraktion mitberücksichtigt werden.

Danksagung – Die Autoren danken der FACC Operations GmbH für die Unterstützung bei der Probenherstellung im Rahmen einer exzellenten Zusammenarbeit.

Literatur

[1] I. Miskdjian, M. Hajikazemi, W. van Paepegem: Automatic edge detection of ply cracks in glass fiber composite laminates under quasi-static and fatigue loading using multi-scale digital image correlation. Composites Science and Technology 200 (2020), S. 1–13.

[2] C. Yilmaz, M. Yildiz: A study on correlating reduction in Poisson's ratio with transverse crack and delamination through acoustic emission signals. Polymer Testing 63 (2017), S. 47–53.

[3] M. A. Samani, A. Farrokhabadi, S. Homayoni Boora: Determining of a closed-form relation for evolution of crack density and induced delamination in off-axis composite laminates under uniaxial loading condition. Mechanics of Advanced Materials and Structures 27, 11 (2020), S. 859–868.

[4] W. Qi, W. Yao, H. Shen: A bi-directional damage model for matrix cracking evolution in composite laminates under fatigue loadings. International Journal of Fatigue 134 (2020), S. 1–15.

[5] B. C. Owens, J. D. Whitcomb, J. Varghese: Effect of finite thickness and free edges on stresses in plain weave composites. Journal of Composite Materials 44, 6 (2010), S. 675–692.

[6] A. Hosoi, Y. Arao, H. Kawada: Transverse crack growth behavior considering free-edge effect in quasi-isotropic CFRP laminates under high-cycle fatigue loading. Composites Science and Technology 69, 9 (2009), S. 1388–1393.

[7] G. Just, I. Koch, M. Gude: Experimental analysis of matrix cracking in glass fiber reinforced composite off-axis plies under static and fatigue loading. Polymers 14, 11 (2022), S. 1–22.

[8] M. Drvoderic, M. Pletz, C. Schuecker: Modeling stiffness degradation of fiber-reinforced polymers based on crack densities observed in off-axis plies. Journal of Composites Science 6, 1 (2022), S. 1–15.

[9] D. Hülsbusch, S. Mrzljak, F. Walther: In situ computed tomography for the characterization of the fatigue damage development in glass fiber-reinforced polyurethane. Materials Testing 61, 9 (2019), S. 821–828.

[10] MONAI Consortium, MONAI: Medical open network for AI (2022).

[11] E. Kerfoot, J. Clough, I. Oksuz, et al.: Left-ventricle quantification using residual U-Net, In: Pop, M., Sermesant, M., Zhao, J., Li, S., McLeod, K., Young, A., Rhode, K.,Mansi, T. (Hrsg.):, Statistical atlases and computational models of the heart. Atrial segmentation and LV quantification Challenges, Springer International Publishing, Cham (2019), S. 371–380.

Visualisierung der Deformation kristalliner Strukturen während der mechanischen Beanspruchung thermoplastischer Polymere

Visualization of deformation of crystalline structures during mechanical stress of thermoplastic polymers

Y. Spoerer*, R. Boldt, M. Fischer, I. Kuehnert
Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V., Hohe Str. 6, 01069 Dresden, Germany
*spoerer@ipfdd.de

Kurzfassung – Im Rahmen eines durch das DPI (Dutch Polymer Institute, Programmbereich Polyolefine, P.O. Box 902, 5600 AX Eindhoven, Niederlande) geförderten Projektes (ProCryst #816) wurden an Dünnschnitten, entnommen aus spritzgegossenen Polypropylen-Platten, Mikrozugversuche in Abhängigkeit von Fließweg und Fließrichtung durchgeführt. Mit Hilfe eines Lichtmikroskops konnte im Polarisationskontrast die Deformation der Rand-Kern-Strukturen verfolgt werden. Die aus den Mikroskopaufnahmen ermitteltenen Querschnittsänderungen wurden den quantitativen Ergebnissen (Spannung, Dehnung) des Mikrozugversuches zugeordnet und phänomenologisch korreliert. Bei Beanspruchung in Fließrichtung sind im angussnahen Bereich signifikant höhere Zugfestigkeiten zu beobachten als im angussfernen Bereich. Ursache dafür ist eine hochorientierte Randschicht im angussnahen Bereich. Im Gegensatz dazu dominieren im angussfernen Bereich die weniger orientierten sphärolitischen Strukturen, deren Grenzen als die Schwachstellen identifiziert wurden, an denen die Deformation beginnt. Es ist somit gelungen, das Strukturversagen in hoher Präzision zu visualisieren und damit die Auswirkungen auf das lokale Versagensverhalten in spritzgegossenen Bauteilen besser bewertbar zu machen.

Stichwörter: Deformation, semi-kristalline Morphologie, Mikrozugversuch, Polarisationslichtmikroskopie

Abstract – As part of a project (ProCryst #816) funded by the DPI (Dutch Polymer Institute - program area Polyolefins, P.O. Box 902, 5600 AX Eindhoven, The Netherlands), micro-tensile tests were carried out on thin sections of injection-molded plates of polypropylene as a function of flow path and flow direction. Using a light microscope, the deformation of the skin-core structures could be followed in polarization contrast. The optical results obtained were compared with the quantitative results (stress, strain) of the micro tensile test and phenomenologically correlated. When stressed in the flow direction, the results show significantly higher tensile strengths in the region close to the gate, as a result of the highly oriented skin layer. The boundaries of the spherulitic structures appear as weak points at which the deformation begins. It has thus been possible to visualize structural deformation in high precision and thus to make it easier to evaluate the effects on local failure behavior in injection-molded parts.

Keywords: deformation, semi-crystalline morphologies, micro-tensile test, polarized light microscopy

1 Einleitung

Der Spritzgießprozess ist eines der meist genutzten Schmelzeverarbeitungsprozesse zur Formgebung teilkristalliner Kunststoffe. Während des Prozesses wird heiße Schmelze in die Kavität eines gekühlten Werkzeuges gespritzt (Füllphase), unter Druck ausgeformt (Nachdruckphase) und formstabil ausgeworfen. Aufgrund der dabei auftretenden thermo-mechanischen Belastungen der Schmelze über den Bauteilquerschnitt und entlang des Fließweges entstehen lokal stark differenzierte Strukturen [1-4]. Im Kernbereich fließt die Schmelze ungehindert, während am Rand durch hohe Kühl- und Scherraten eine Orientierung der Molekülketten erfolgt. Für den Randbereich sind daher vorwiegend feinkristalline bis horchorientierte Strukturen charakteristisch, wohingegen im Kern größere kristalline Überstrukturen, wie z. B. radialsymmetrische Sphärolithe gebildet werden. Diese – in einem spritzgegossenen Bauteil – unterschiedlichen Morphologien beeinflussen die mechanischen Eigenschaften teilkristalliner Thermoplaste [5-12].
Da die mechanische Prüfung i. d. R. an kompakten, genormten Probekörpern durchgeführt wird, ist eine Differenzierung der mechanischen Eigenschaften und deren Korrelation zu unterschiedlichen Strukturen nur bedingt möglich. Dafür bedarf es gezielter Untersuchungen von einzelnen, klar definierten Bereichen, wie z. B. mikromechanische Zugversuche an Dünnschnitten wie sie im Zuge dieses Projektes durchgeführt wurden.

2 Experimentelle Details

Material & Verarbeitung – Die Untersuchungen wurden an einem isotaktischen Polypropylen (iPP) HF420FB der Firma Borealis Polyolefine GmbH (Linz, Österreich) durchgeführt. Die Charakterisierung des Kristallisationsverhaltens wurde bereits in [13] veröffentlicht. Das Material wurde mittels einer Spritzgießmaschine vom Typ ARBURG Allrounder 420C 1000-250 (Loßburg, Deutschland) zu 80 mm x 80 mm x 1 mm Platten verarbeitet.
Charakterisierung – Wie in **Bild 1** (links) dargestellt wurden aus den spritzgegossenen Platten entlang des Fließweges und in Abhängigkeit der Fließrichtung Dünnschnitte mit einer Dicke von 20 µm entnommen. Dazu wurde ein Rotationsmikrotom RM2265 der Firma Leica (Wetzlar, Deutschland) verwendet. Die Dünnschnitte wurden im Polarisationskontrast (Polarisator P und Analysator A 90° zueinander ausgerichtet) mit einem Axio Imager M2m Mikroskop der Firma ZEISS (Oberkochen, Deutschland) und einer am Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V. entwickelten Zugvorrichtung [6] für Dünnschnittpräparate optisch und mechanisch untersucht. Der Versuchsaufbau ist in **Bild 1** (rechts) dargestellt. Für den Zugversuch wurde der 10 mm lange Schnitt in die zwei Klemmbacken eingespannt. Die Prüflänge betrug 5 mm. Während der Prüfung wurde der Dünnschnitt symmetrisch mit einer Geschwindigkeit von 0,05 mm/s gezogen und die Werte für Kraft und Traversenweg mit Hilfe eines 2N-Senors mit einer Abtastrate von 0,5 s aufgezeichnet.
Auswertung – Die Kraft-Weg-Kurven wurden zunächst mittels Signalverarbeitung in Origin®2021 geglättet (gleitender Durchschnitt, 8 Messpunkte) und daraus die Spannungen an der Streckgrenze und die Dehnung berechnet. Zur Berechnung der Spannung wurden die ermittelten Kräfte und die aus der Bildauswertung ermittelten zugehörigen Querschnitte genutzt, wobei die Änderung der Dünnschnittdicke vernachlässigt wurde. Mittelwert und Standardabweichung sind aus jeweils drei Messungen berechnet worden. Die während der Prüfung auftretenden Deformationen in der Probe wurden im Lichtmikroskop als Video (5 Bilder/s) aufgenommen, wobei der Fokus des Objektivs auf die Mitte der Prüflänge ausgerichtet wurde. Die Aufnahmen wurden mit 10facher Vergrößerung gemacht.

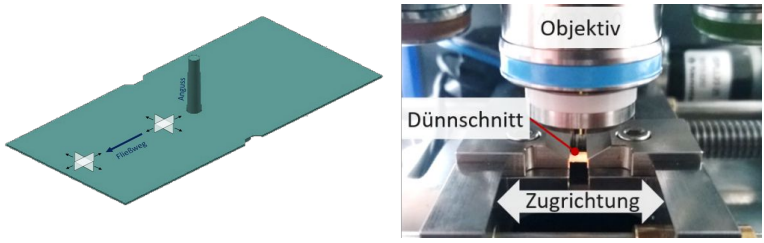


Bild 1: Spritzgegossene Plattengeometrie mit Anguss und Positionen der entnommenen Dünnschnitte für die Mikroskopie und Zugversuche (links). Aufbau und Anordnung des Dünnschnittzugversuchs unter dem Lichtmikroskop (rechts).
Figure 1: Injection molded plate geometry with gate and positions of the thin section for microscopy and tensile tests (left). Setup of the thin section tensile test under the light microscope (right).

3 Ergebnisse und Diskussion

Aus der Literatur [4, 12] ist bekannt, dass teilkristalline Thermoplaste in Abhängigkeit ihrer Kristallisationskinetik und der Prozessparameter beim Spritzgießen unterschiedliche morphologische Schichten vom Rand zum Kern hin zeigen. Dieser schichtförmige Aufbau konnte auch an den iPP-Proben der untersuchten Platten festgestellt werden. Insbesondere im angussnahmen Bereich sind die verschiedene Schichten gut zu erkennen (**Bild 2a**). Für die Visualisierung der einzelnen Schichten wurden die Proben in paralleler Ausrichtung zum Polarisator (P) und 45° gedreht zu P ausgerichtet. In der parallel ausgerichteten Probe ist die feinkristalline Struktur am Rand sehr gut zu erkennen. Das Material wurde mit einer Schmelzetemperatur von 220 °C in ein 75 °C temperiertes Werkzeug gespritzt, wodurch die

Schmelze im Kontakt mit der Werkzeugwand stark abkühlt. Im Spritzgießprozess können am Rand Kühlraten von einigen 100 K/s erreicht werden [1]. Kühlratenabhängige Untersuchungen zur Kristallisationskinetik mittels Fast Scanning Calorimetry (FSC) [13] haben gezeigt, dass das Material bei Kühlraten von bis zu 700 K/s fähig ist, zu kristallisieren. Zudem liegt die Glasübergangstemperatur des iPPs bei etwa 0 °C und das Material kristallisiert aufgrund seiner einfachen Kettenstruktur sehr leicht. Es ist daher davon auszugehen, dass sich während der Einspritzphase viele Kristallisationskeime im Rand gebildet haben, welche dann im weiteren Prozessverlauf zu feinkristallinen Strukturen gewachsen sind. Direkt hinter dem feinkristallinen Rand hat sich infolge der thermo-mechanischen Beanspruchung (Scherströmung) während der Füllphase, eine in Fließrichtung hochorientierte Randschicht gebildet. Diese erscheint im Polarisationskontrast dunkel und es ist eine Ausrichtung feiner Texturen in Fließrichtung zu erkennen. Die Schmelze strömt im Verlauf der Füllphase an der bereits erstarrten Randschicht vorbei und die makromolekularen Ketten werden in Fließrichtung orientiert und versteckt. Da das Material zur gleichen Zeit in diesem Bereich stark abkühlt, werden diese verstreckten Orientierungen während der Füllphase eingefroren und können nicht relaxieren. Hinter dem hochorientierten Rand sind feine kristalline Strukturen zu erkennen, welche in ihrer Größe zum Kern (Probenmitte) zunehmen. In diesem feinkristallinen Bereich wird die Schmelze zunächst noch geschert und kann scherinduzierte Keime bilden. Das Material kühlt jedoch langsamer ab und ist zum Ende der Füllphase noch nicht erstarrt. Als Folge dessen können die aufgebrachten Orientierungen teils relaxieren und es bildet sich ein Bereich feiner scherinduzierter kristalliner Strukturen, welche den Übergangsbereich zum Kern bilden. Im Kern wird das Material bedingt durch die Nachdruckphase leicht geschert und kühlt langsam ab. Aufgrund der leicht kristallisierbaren Kettenstruktur führt dies zu einer hohen Keimbildungsdichte und zur Bildung vieler kleiner kristalliner Überstrukturen. Die Änderung der Orientierung über den Querschnitt lässt sich sehr gut durch die Drehung der Probe um 45 ° zur Polarisationsachse erkennen. Der hochorientierte, verstreckte Rand erscheint hell und weist eine Dicke von 110 µm auf, was in Summe etwa 1/3 der Probendicke entspricht. Der scherinduzierte kristalline Bereich dahinter erscheint dunkler. Zudem lassen sich in Fließrichtung orientierte Strukturen erkennen. Der Kern erscheint dunkel und nicht orientiert.

Im Vergleich zum angussnahen Bereich, ist im **Bild 2b** die Mikroskopieaufnahme einer Probe aus dem angussfernen Bereich zu sehen. Darin sind feine kristalline Strukturen am Rand zu erkennen, deren Größe in Richtung Kern zunimmt. Eine hochorientierte, verstreckte Randschicht oder scherinduzierte Strukturen konnten mit Hilfe der Lichtmikroskopie nicht nachgewiesen werden. Da der Bereich am Ende des Fließweges liegt, ist davon auszugehen, dass die Schmelze während der Füllphase nur sehr kurz und gering thermo-mechanisch bzw. unter Scherung belastet wurde.

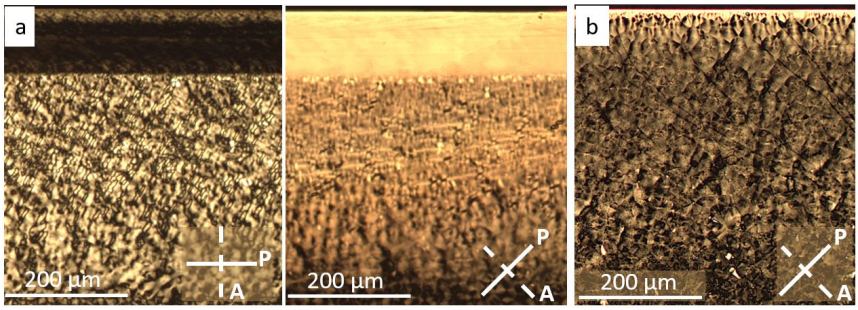


Bild 2: Mikroskopieaufnahmen im Polarisationskontrast, Hellfeld in Fließrichtung (a) angussnah parallel und 45 ° gedreht zur Polarisationsebene und (b) angussfern, 45 ° gedreht.

Figure 2: Micrographs in polarization contrast, bright field in flow direction (a) close to the gate parallel and 45 ° rotated to the plane of polarization and (b) far from the gate, 45 ° rotated.

Um den Einfluss der prozessinduzierten Morphologie auf das Deformationsverhalten zu untersuchen, wurden Mikrozugversuche an Dünnschnitten aus dem angussnahen und angussfernen Bereich jeweils längs und quer zur Fließrichtung durchgeführt. Im **Bild 3** sind die Mikroskopieaufnahmen der Querschnitte in unterschiedlichen Deformationszuständen gezeigt. Beginnend mit dem undeformierten Zustand (1) ist die Deformation über den zeitlichen Verlauf (2) bis (4) zu sehen.

Die Breite des Querschnitts von der längs zur Fließrichtung deformierten angussnahen Probe nimmt von ursprünglich 960 µm (1) auf rund 295 µm (4) ab. Dabei ist gut zu erkennen, wie die Strukturen der einzelnen Schichten deformieren. Während der hochorientiert, verstreckte Rand in seiner Dimension nahezu gleichbleibt und sich optisch kaum verändert, deformieren die kristallinen Strukturen im Übergangs- und Kernbereich. Nach einer Dehnung von 260 % (4) sind nahezu alle kristallinen Strukturen in Zugrichtung zu Fibrillen angeordnet. Aus der Literatur [12, 14] ist bereits bekannt, dass die Deformation in den amorphen Zwischenbereichen (Strukturgrenzen) beginnt, sich danach die kristallinen Strukturen beginnen aufzulösen und die Ketten zu Fibrillen in Belastungsrichtung anordnen. Die Änderung der Probenbreite geht demnach zunächst von der Deformation im Übergangs- und Kernbereich der Probe aus. Erst mit zunehmender Deformation beginnt der Rand sich zu verjüngen. Eine Änderung der Struktur ist im Randbereich jedoch nicht zu erkennen. Anders stellt sich die Situation in der quer zur Fließrichtung beanspruchten angussnahen Probe dar. Zum Vergleich sind die Querschnitte beider Proben nach gleicher Beanspruchung dargestellt. Quer zur Fließrichtung geprüft, ändert sich in der Mitte der Prüflänge die Breite des Querschnitts kaum (Zustand 2 und 3). Nur durch die visuelle Beobachtung der Deformation entlang der gesamten Prüflänge wurde erkannt, dass die Proben nicht gleichmäßig deformieren, sondern beginnend an den Einspannungen und fortschreitend zur Probenmitte einschnüren. In (3) und (4) ist deutlich zu erkennen, dass der hochorientiert, verstreckte Randbereich aufbricht. Da die Belastung quer zur Ausrichtung erfolgt, resultieren die mikroskopisch sichtbaren Risse aus dem Auseinandergleiten der orientierten Ketten.

Die angussfernen Proben zeigen ein ähnliches Deformationsverhalten wie die angussnahen Proben. Nur dass die Deformation der längs zur Fließrichtung beanspruchten Probe aus dem angussfernen Bereich im fein kristallinen Rand beginnt, denn anders als bei Probe aus dem angussnahen Bereich liegen bei der angussfernen Probe keine scherinduzierten, orientierten Strukturen im Rand vor. Zwischen den fein kristallinen Strukturen im Rand befinden sich viele Grenzflächen von denen die Deformation ausgeht. Quer zur Fließrichtung belastet (angussfern), zeichnet sich im Zustand 4 eine scharfe Grenze zwischen undeformiertem und deformiertem Bereich ab, an welcher sich die Strukturen gleichmäßig auflösen. Dies lässt vermuten, dass sich angussfern trotz wesentlich geringerer thermo-mechanischer Beanspruchung der Schmelze eine Vorzugsrichtung in Fließrichtung ausgebildet hat. Diese Vorzugsrichtung könnte die Folge der Strömungsvorgeschichte des Materials sein, als Folge der aufgebrachten und teilrelaxierten Orientierung der makromolekularen Ketten sowie des Transportes von Kristallisationskeimen über den Fließweg.

In **Bild 4** (links) sind die aufgenommenen Kraftkurven als Funktion der Dehnung dargestellt. Die Punkte 1 bis 4 kennzeichnen den Zeitpunkt der Bildaufnahme von **Bild 3**. Aus dem Kurvenverlauf der angussnahen, längs geprüften Probe wird ersichtlich, dass sich nach Erreichen der Streckgrenze die Kraft auf einen konstanten Wert einstellt (Zustand 2 und 3). Der Querschnitt der Probe verjüngt sich jedoch. Die Verjüngung des Querschnitts hat bei konstanter Kraft einen Anstieg der Spannung zur Folge. Für die angussnahe, längs geprüfte Probe ergeben sich somit Spannungen von 33 MPa (2) und 44 MPa (3). Im Vergleich dazu nimmt die Kraft angussfern, längs geprüft stetig ab. Die Spannung nimmt gleichermaßen ab von 25 MPa (2) auf 24 MPa (3). Die Zugspannungen zum Zeitpunkt des Erreichens der Streckgrenze sind in **Bild 4** (rechts) für alle untersuchten Proben dargestellt. Die Werte der längs geprüften Proben sind stets höher als die der quer zur Fließrichtung geprüften Proben. Es zeigte sich, dass die längs zur Fließrichtung belastete, angussnahe Probe aufgrund ihres

hochorientierten Randbereiches in Belastungsrichtung eine signifikant höhere Spannung aufweist als die restlichen Proben.

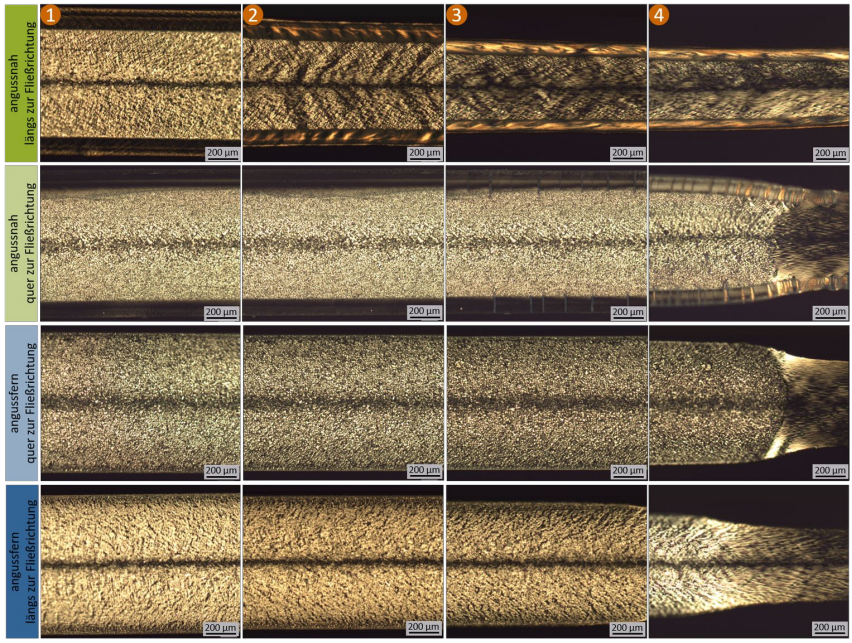


Bild 3: Mikroskopieaufnahmen der Proben angussnah (grün) und angussfern (blau) extrahiert aus den Videos des Zugversuchs im Polarisationskontrast, Hellfeld, längs und quer zur Fließrichtung deformiert. (1) undeformiert, (2) ca. 100 % gedehnt, (3) ca. 200 % gedehnt, (4) kurz vor Ende der Aufnahme ca. 260 % Dehnung.

Figure 3: Micrographs of the specimens close to the gate (green) and far from the gate (blue) extracted from the videos of the tensile test in polarization contrast, bright field, deformed along and perpendicular to the direction of flow. (1) undeformed, (2) approx. 100 % elongated, (3) approx. 200 % elongated, (4) shortly before the end of the recording approx. 260 % elongated.

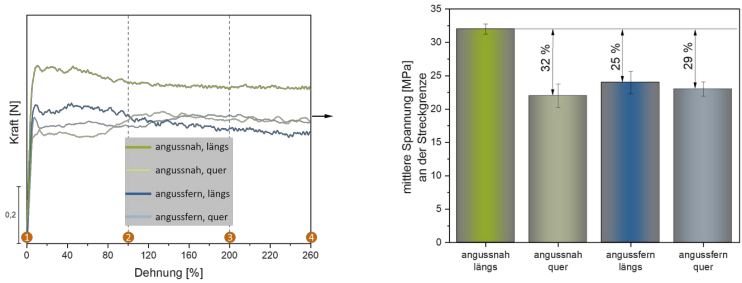


Bild 4: Geglättete Kraftkurven (Origin®) in Abhängigkeit der Dehnung. Orange Punkte 1 bis 4 kennzeichnen die Bildaufnahmen aus Abbildung 4 (links). Zugspannung an der Streckgrenze in Abhängigkeit der Belastungsrichtung und des Fließweges (rechts).

Figure 4: Smoothed force curves (Origin®) as a function of strain. Orange points 1 to 4 indicate the image records from Figure 4 (left). Tensile stress at yield point as a function of loading direction and flow path (right).

4 Zusammenfassung

Mit Hilfe eines Mikrozugversuchs unter dem Lichtmikroskop konnte erstmalig hoch aufgelöst gezeigt werden, in welchem Maß die prozessbedingte Morphologie ungefüllter Proben einen signifikanten Einfluss auf die Zugfestigkeit nimmt. Dazu wurde die Deformation über den Querschnitt verfolgt und Rückschlüsse auf mikromechanische Unterschiede in Abhängigkeit der Strukturgröße und Orientierung zur Prüfrichtung gezogen. Im Vergleich zu angussfernen Proben bewirkt die im angussnahen Bereich ausgebildete, in Fließrichtung hochorientierte Randschicht eine bis zu 32 % höhere Streckspannung, wenn die Belastung in Fließrichtung und nicht quer zur Fließrichtung erfolgt. Zudem konnte in Fließrichtung geprüft stets eine höhere Festigkeit und Verjüngung der Probe über die gesamte Prüflänge hinweg festgestellt werden. Die Verjüngung quer zur Orientierungsrichtung setzte sich hingegen beginnend von der Probeneinspannung zur Prüflängenmitte fließend fort.

Danksagung – Die Autoren danken dem Dutch Polymer Institute (DPI, P.O. Box 902, 5600 AX Eindhoven, Niederlande) für die Projektförderung (ProCryst #816) und dem Industriepartner Borealis Polyolefine GmbH (St. Peter-Str.25, Österreich) für die Kooperation und Bereitstellung des Materials. Besonderer Dank gilt den Kollegen des IPF für ihre Unterstützung beim Spritzgießen, Martin Zimmermann, Christian Lehmann und Andreas Scholze und am Mikroskop Carolina Blanco (studentische Mitarbeiterin).

Literatur

[1] Y. Spoerer, R. Androsch, D. Jehnichen, and I. Kuehnert: Process Induced Skin-Core Morphology in Injection Molded Polyamide 66. Polymers 12 (2020). p. 9.

[2] S. Liparoti, V. Speranza, R. Pantani, and G. Titomanlio: Process Induced Morphology Development of Isotactic Polypropylene on the Basis of Molecular Stretch and Mechanical Work Evolutions. Materials 12 (2019). p. 15.

[3] X.X. Zou, W. Yang, G.Q. Zheng, B.H. Xie, and M.B. Yang: Crystallization and phase morphology of injection-molded isotactic polypropylene (iPP)/Syndiotactic polypropylene (sPP) blends. Journal of Polymer Science Part B-Polymer Physics 45 (2007). p. 2948-2955.

[4] R. Pantani, I. Coccorullo, V. Speranza, and G. Titomanlio: Modeling of morphology evolution in the injection molding process of thermoplastic polymers. Progress in Polymer Science 30 (2005). p. 1185-1222.

[5] Y. Spoerer, C. Blanco, M. Zimmermann, M. Berger, and I. Kuehnert. Morphology-Property Behavior of Semi Crystalline Polymers in Injection Molded Parts. in *Europe/Africa Regional Dresden Conference of the Polymer-Processing-Society (PPS)*, 2017 Amer Inst Physics Dresden, GERMANY Year, p. 5.

[6] M. Fischer, P. Pohlmann, and I. Kuhnert: Morphology and mechanical properties of micro injection molded polyoxymethylene tensile rods. Polymer Testing 80 (2019). p. 9.

[7] N. Mahmood, et al.: Influence of structure gradients in injection moldings of isotactic polypropylene on their mechanical properties. Polymer 200 (2020). p. 6.

[8] S. Liparoti, A. Sorrentino, and V. Speranza: Micromechanical Characterization of Complex Polypropylene Morphologies by HarmoniX AFM. International Journal of Polymer Science 2017 (2017). p. 12.

[9] T.B. Van Erp, L.E. Govaert, and G.W.M. Peters: Mechanical Performance of Injection-Molded Poly(propylene): Characterization and Modeling. Macromolecular Materials and Engineering 298 (2013). p. 348-358.

[10] M.J. Liu, et al.: Unique Slow Crack Growth Behavior of Isotactic Polypropylene: The Role of Shear Layer-Spherulites Layer Alternated Structure. Polymers 12 (2020). p. 12.

[11] J.C. Viana, A.M. Cunha, and N. Billon: The effect of the skin thickness and spherulite size on the mechanical properties of injection mouldings. Journal of Materials Science 36 (2001). p. 4411-4418.

[12] J.C. Viana: Structural interpretation of the strain-rate, temperature and morphology dependence of the yield stress of injection molded semicrystalline polymers. Polymer 46 (2005). p. 11773-11785.

[13] Y. Spoerer, R. Boldt, R. Androsch, and I. Kuehnert: Pressure- and Temperature-Dependent Crystallization Kinetics of Isotactic Polypropylene under Process Relevant Conditions. Crystals 11 (2021). p. 1138.
[14] Y. Zhang, P.Y. Ben Jar, S.F. Xue, and L. Li: Quantification of strain-induced damage in semi-crystalline polymers: a review. Journal of Materials Science 54 (2019). p. 62-82.

Ableitung flacher Probengeometrien zur Abbildung mehraxialer Spannungszustände in Clinchverbindungen unter zyklischer Beanspruchung

Derivation of flat specimen geometries for mapping multi-axial stress states in clinch joints under cyclic loading

L. Ewenz[1], S.Schöne[1], M. Zimmermann[1,2]
[1] Technische Universität Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft (IfWW), Dresden
[2] Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik (IWS), Kompetenzfeld Werkstoffcharakterisierung und -prüfung, Dresden

Kurzfassung – Mechanische Fügeverfahren, wie Clinchen oder Stanznieten, kommen in der Industrie zunehmend zur Anwendung, da diese Verfahren auch die Verbindung artfremder Werkstoffe ermöglichen. Aufgrund geometrischer und mikrostruktureller Materialveränderung während des Fügeprozesses können sich insbesondere für sicherheitsrelevante Bauteile wesentliche Nachteile ergeben. Wird das mittels Clinchen gefügte Bauteil mechanisch belastet, überlagern sich Belastungen, die in einem mehraxialen Spannungszustand resultieren. Diese Spannungszustände lassen sich durch herkömmlich ermittelte Ermüdungskennwerte nicht abbilden. In der vorgestellten Arbeit wird ein Konzept präsentiert, welches gestützt durch eine parametrisierte FE-Simulation den mehraxialen Spannungszustand einer unter Scherzug belasteten Clinchverbindung auf eine spezielle Flachprobe überträgt. Die so abgeleiteten Flachproben zeigen im Ermüdungsversuch vergleichbare Eigenschaften wie die gefügten Verbindungen.

Stichwörter: Clinchverbindungen, Ermüdung, mehraxiale Spannungszustände

Abstract – Mechanical joining processes, such as clinching or self-pierce riveting, are increasingly used in industry, since these processes among others allow the combination of dissimilar materials. However, the geometric and microstructural material changes may be significantly disadvantageous, especially for safety-relevant components. During application of clinched joint different loads are superimposed, resulting in a multiaxial stress state. Any such stress states cannot be represented by fatigue results determined by uniaxial testing. In this paper, a concept is presented that, supported by a parameterized FE simulation, transfers the multiaxial stress state of a clinch connection loaded under shear tension to a specially designed flat sample. These specimens show comparable fatigue properties to the clinched joints.

Keywords: Clinching, Fatigue, multiaxial stress states

1 Einleitung

Der Klimawandel und die steigenden Rohstoffpreise rücken Leichtbaukonzepte immer weiter in den Fokus der Wissenschaft und Industrie. Hierbei eignen sich besonders Hybridstrukturen, die leichte Materialien mit höherfesten Materialien kombinieren. Aufgrund der oft sehr unterschiedlichen Eigenschaften der Materialpartner lassen sich herkömmliche Fügeverfahren jedoch nur bedingt verwenden [1]. So treten beispielsweise beim Schweißen von Aluminium und Stahl spröde intermetallische Phasen auf, welche die Bauteilintegrität herabsetzen. Oft kommen daher mechanische Fügeverfahren zum Einsatz – wie das Clinchen [2]. Clinchen ist eine Fügetechnik bei der zwei, oder mehr überlappende Bleche durch den Einsatz eines Stempels und einer Matrize mechanisch verpresst werden, siehe **Bild 1**.

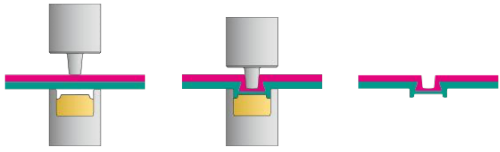


Bild 1: Schematische Darstellung des Clinchprozesses [TOX®]
Figure 1: Schematic of the clinching process [TOX®]

Durch den Umformprozess entsteht eine sowohl kraft- als auch formschlüssige Verbindung. Varis zeigt in seinem Übersichtsartikel [3] Ursachen auf, die bei der langfristigen Verwendung von Clinchverbindungen zu einem frühzeitigen Versagen führen können.

Der beim Clinchen erforderliche massive plastische Verformungseintrag kann durchaus als Vorschädigung des Werkstoffs interpretiert werden. Wird das gefügte Bauteil belastet, überlagern sich verschiedene Spannungen, die zu einem mehraxialen Spannungszustand führen. Diese Spannungszustände lassen sich durch herkömmlich (uniaxial) ermittelte Ermüdungskennwerte an Standardproben nicht hinreichend bewerten. In dieser Arbeit wird ein Konzept vorgestellt, welches gestützt durch eine parametrisierte FE-Simulation den mehraxigen Spannungszustand einer unter Scherzug belasteten Clinchverbindung auf eine Probengeometrie überträgt (**Bild 2**), deren geometrische Ausprägungen diesen Beanspruchungszustand auch in einer Flachprobe abbilden.

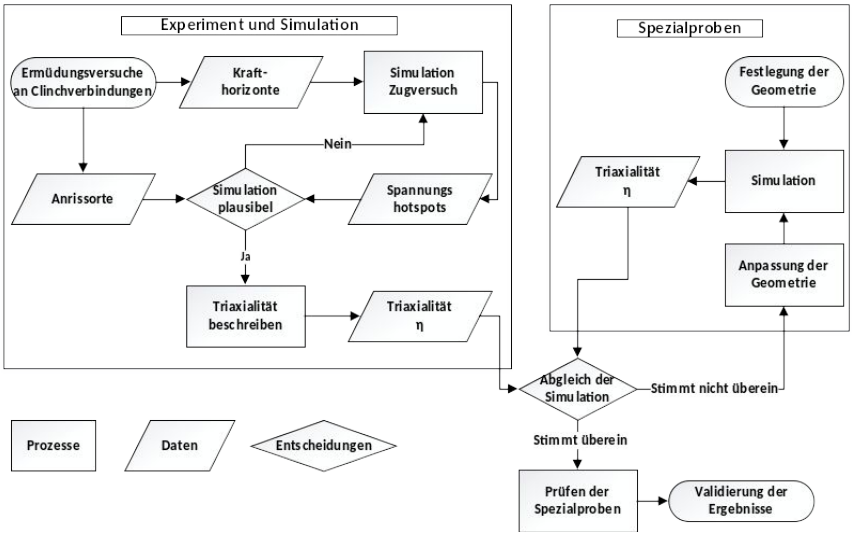


Bild 2: Schematische Darstellung des Entwicklungsprozesses flacher Probengeometrien zur Abbildung mehraxialer Spannungszustände in Clinchverbindungen unter zyklischer Beanspruchung
Figure 2: Schematic representation of the development process of flat specimen geometries for mapping multi-axial stress states in clinch joints under cyclic loading

Hierfür wurde die durch den Fügeprozess eingebrachte Plastizität mit einer Scherkraft überlagert und simuliert. Die Simulation des Fügeprozesses sowie der Scherzugbelastung stehen nicht im Fokus dieser Arbeit, die Beschreibung des Vorgehens sowie eine detaillierte Beschreibung der Ergebnisse ist in [4] und [5] beschrieben. Die in der Simulation auftretenden Spannungshotspots wurden den Ergebnissen der Clinchverbindungs-Kraft-Wöhlerlinien gegenübergestellt und auf Plausibilität überprüft. Anschließend wurde der mehraxige Spannungszustand berechnet, sodass dieser auf die Spezialproben übertragen werden kann. Als Grundlage für die Definition eines probenübergreifenden mehraxigen Spannungszustands dienen die drei Hauptspannungen, die in die sogenannte Triaxialität η münden. Die genannte Triaxialität ergibt sich aus dem Quotienten der mittleren Hauptnormalspannung (hydrostatischer Druck) σ_m und der von Mises Vergleichsspannung σ_{vm}, Gleichung (1).

$$\eta = \frac{\sigma_m}{\sigma_{vm}} \quad (1)$$

Übergreifendes Ziel dieser Vorgehensweise ist es, zukünftig die Wandlungsfähigkeit von Clinchverbindungen hinsichtlich Vorverformungsgrad und multiaxialer Beanspruchung anhand eines parametrisierbaren Flachprobenkonzepts verallgemeinerbar abzubilden und damit eine Bemessungsgrundlage zu schaffen, welche die Brücke zwischen den klassischen Werkstoffkennwerten und der tatsächlichen komplexen Belastung in Clinchverbindungen schlägt.

2 Material und Methoden

2.1 Material und zyklische Ermüdungsversuche an Clinchverbindungen

Zur Probenherstellung der Clinchverbindungen wurden 2 mm dicke Aluminiumbleche (EN AW-6014) verwendet. In **Bild 3** ist links ein repräsentativer Querschliff der Clinchverbindung mit den gemessenen geometrischen Kenngrößen und rechts die verwendete Probengeometrie für die Ermüdungsprüfung mit den eingeleiteten Kräften dargestellt. Für eine lineare Krafteinleitung wurden Ausgleichsbleche verwendet, diese sind in der Abbildung schwarz dargestellt. Die geometrischen Kenngrößen wurden aus Messwerten von sechs Querschliffen gemittelt. Die Proben wurden im Zustand T4 (Lösungsglühen + Kaltauslagern) weggeregelt geclincht und anschließend warmausgelagert (T6), um einen anwendungsrelevanten Zustand einzustellen. Hierfür wurden die Proben auf 185 °C aufgeheizt und im Anschluss langsam im Ofen abgekühlt. Dies führte zu einer Steigerung der Streckgrenze $R_{p0,2}$ von 130 MPa auf 180 MPa.

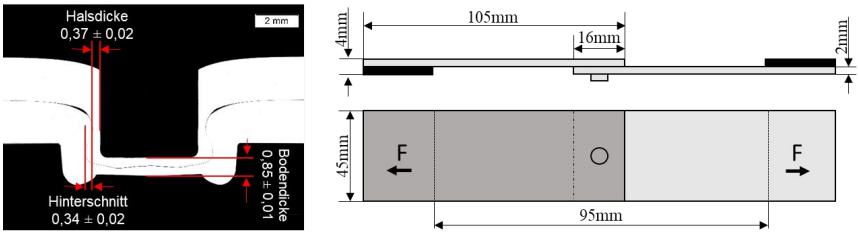


Bild 3: Repräsentativer Querschliff der Clinchverbindung mit den gemessenen Kenngrößen (links), Geometrie der Scherzugprobe (in schwarz: Ausgleichbleche) (rechts)

Figure 3: Representative cross-section of the clinch joint with the measured parameters (left), geometry of the shear tensile specimen (in black adjustment sheets) (right)

Die Schwingfestigkeitsuntersuchungen wurden an einem Resonanzpulsator des Typs Testronic der Firma Russenberger Prüfmaschinen AG nach dem Perlenschnurverfahren durchgeführt. Die Proben wurden im Bereich $N=10^5$-10^7 Lastwechseln mit einem Kraftverhältnis von R=0,1 geprüft, dabei lag die Prüffrequenz bei ca. 70 Hz. Ein Probenbruch wurde bei einer Frequenzänderung von 5 Hz definiert. Insgesamt wurden 13 Versuche durchgeführt.

2.2 Simulation

Eine detaillierte Beschreibung der Simulationen des Clinchprozesses und der daraus resultierenden plastischen Umformgrade bzw. „Eigendehnungen“ sowie deren Überlagerung mit einer Scherbelastung, wie sie im Einsatz der Fügeverbindung auftreten kann, wurde ausführlich in [4] und [5] beschrieben. Das in diesen Arbeiten beschriebene Vorgehen für die hier verwendeten Clinchgeometrien sowie die verwendeten Werkstoffe orientiert sich an diesen Arbeiten und erlaubt die simulationsgestützte Identifikation der lokalen Spannungsspitzen (hotspots). Die Scherbelastung wurde für zwei Lastfälle simuliert, einer maximalen

Scherkraft von F = 920 N und F = 1260 N. Dies entspricht einer Belastungsamplitude von F_a = 414 N und F_a = 567 N. Die Simulation zeigt, dass die Spannungshotspots (1. Hauptspannung) an freien Oberflächen liegen. **Bild 4** zeigt exemplarisch für eine Scherkraft von F = 920 N den Spannungshotspot (1. Hauptspannung) im Spalt zwischen dem stempel- und matrizenseitigen Blech. Dieser Spannungshotspot liegt somit an einer freien Oberfläche (wie auch der Spannungshotspot für die Scherkraft von F = 1260 N). Damit kann die 3. Hauptspannung zur Berechnung der Wirkrichtung der Kraft auf den Hotspot vernachlässigt werden, da diese an freien Oberflächen zu Null wird. Für die Hotspots wurden nun die Triaxialität η sowie die Richtung der wirkenden Kraft berechnet. Für die zwei simulierten Lastfälle ergaben sich Winkel von θ ≈ 75° zwischen der 2. und der 1.+ 2. Hauptspannung und eine Triaxialität von η = -0,47.

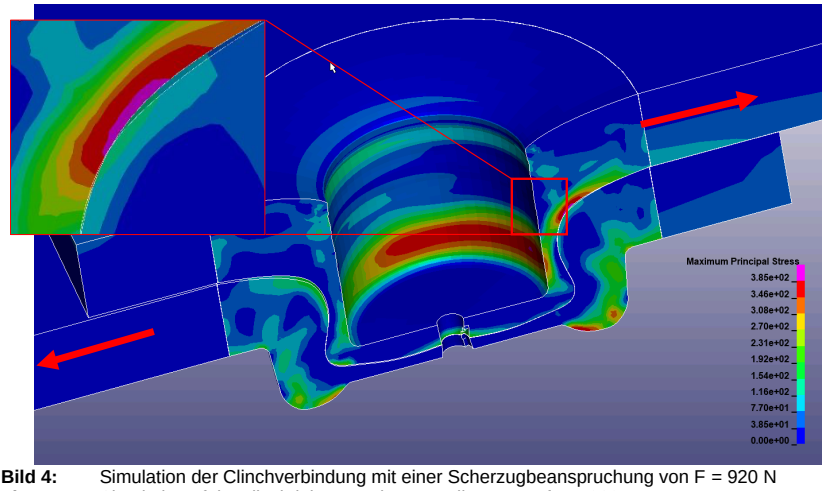


Bild 4: Simulation der Clinchverbindung mit einer Scherzugbeanspruchung von F = 920 N
Figure 4: Simulation of the clinch joint at a shear tensile stress of F = 920 N

Der Wert, welcher die Triaxialität beschreibt, wurde mittels parametrisierter FEM auf in **Bild 5** dargestellte gekerbte Flachprobe übertragen.

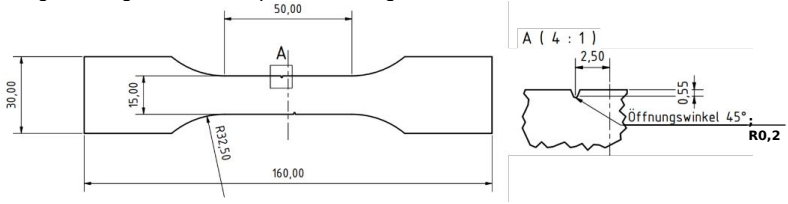


Bild 5: Abgeleitete gekerbte Flachprobengeometrie
Figure 5: Derived notched flat specimen geometry

Hierfür wurde die Software MATLAB verwendet und die Simulation wurde rein elastisch ('structual','static-solid') durchgeführt. Folgende Materialparameter wurden der Berechnung zugrunde gelegt: E = 71.000 MPa (E-Modul) und ν = 0,35 (Poissonzahl). Für die Simulation wurde eine Kraft von 1.500 N gewählt. Um einen ähnlichen Spannungszustand wie in der geclinchten Probe zu erreichen, wurde die Kerbgeometrie der Flachprobe in ihrer Größe, Lage sowie Richtung variiert. Ziel war es, einen Spannungszustand einzustellen, der mittels Hauptnormalspannungen für die speziell gekerbten Proben die nahezu identische Triaxialität in der Flachprobe herstellt. Die Besonderheit hierbei liegt in der Bewertung des Spannungs- bzw. Dehnungszustands nach einer monotonen Vorverformung und dem von außen aufge-

brachten anschließenden Belastungsniveau, wie es auch im Ermüdungsversuch aufgebracht wird. In **Bild 5** ist die so ermittelte gekerbte Flachprobe dargestellt. Mit der Geometrie wird ein Winkel von $\theta \approx 75{,}5°$ und einer Triaxialität von $\eta = -0{,}46$ erreicht.

3 Ergebnisse und Diskussion

In **Bild 6a** werden die Ermüdungsergebnisse der Flachproben denen der Clinchverbindungen (beide mit nahezu identischem Triaxialitätsfaktor) auf der Basis der erreichten Lastzyklen in Abhängigkeit der aufgebrachten Nennlast gegenübergestellt. Es ist zu erkennen, dass die gekerbten Flachproben deutlich erhöhte Ermüdungsfestigkeiten zeigen.

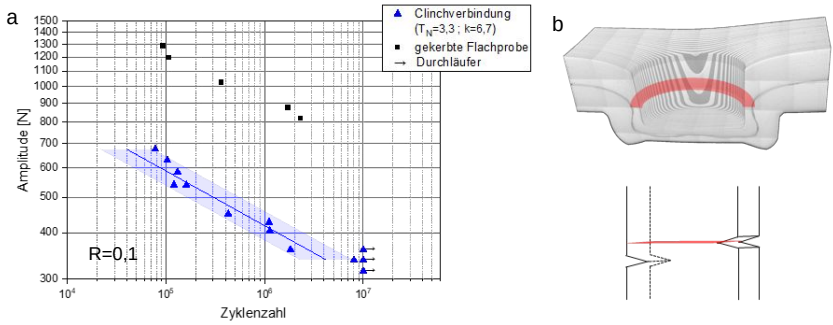


Bild 6: a) Gegenüberstellung der Ermüdungsdaten von Clinchverbindungen (blau) und gekerbten Flachproben (schwarz), b) Schematische Darstellung der beanspruchten Querschnittsflächen (rot)

Figure 6: Comparison of the fatigue curves of clinch joints (blue) and notched flat specimens (black), b) Schematic representation of the stressed cross-sectional areas (red)

Die Simulation zur Auslegung der Geometrie der Flachproben berücksichtigt bisher a) nicht die unterschiedliche Größe der beanspruchten Querschnittsflächen und b) auch nicht die durch die Werkstoffvorgeschichte im Material induzierte Verfestigung. Zur Berücksichtigung der unterschiedlichen Querschnittsflächen wird der Quotient der kleinsten Querschnittsfläche der Flachprobe A_F = 28,9 mm² und der halben Querschnittsfläche des Clinchpunkts im Halsbereich A_{CV} = 5,504 mm² berechnet (siehe **Bild 6b**). Letztere ergibt sich aus der Annahme, dass im Zugschwellbereich maximal die Hälfte der Kreisringfläche vom Halsbereich beansprucht wird. Für die Berücksichtigung der Werkstoffvorgeschichte wird die Verfestigung durch die Umformung sowie der Einfluss der Wärmebehandlung von Zustand T4 auf T6 berücksichtigt. Die Verfestigung durch die Umformung wurde mittels Fließkurve und anschließender Extrapolation (Hockett_Sherby) für einen Umformgrad von ~1,75 im höchstverformten Bereich der Clinchverbindung bestimmt. Die ermittelte Verfestigung ergab eine Steigerung der Streckgrenze von $R_{p0,2_0_T4}$ = 130 MPa auf $R_{p0,2_1,75_T4}$ = 365 MPa. Die Festigkeitssteigerung durch die Wärmebehandlung von T4 auf T6 wurde mittels Zugversuch ermittelt und betrug $\Delta R_{p0,2}$ = 50 MPa. Daraus ergibt sich eine maximale, statische Festigkeit für die Clinchverbindung von $R_{p0,2_1,75_T6}$ = 415 MPa und für die nicht verformte gekerbte Flachprobe von $R_{p0,2_0_T6}$ = 180 MPa. Unter Berücksichtigung aller genannter Faktoren ergibt sich aus Gleichung (2) ein Korrekturfaktor von K = 2,27.

$$K = \frac{A_F}{A_{CV}} \cdot \frac{R_{p0,20T6}}{R_{p0,21,75T6}} = 2{,}27 \qquad (2)$$

Werden die Lastniveaus der gekerbten Flachproben unter Berücksichtigung dieses Korrekturfaktors angepasst, zeigt sich für die Ermüdungsfestigkeiten eine gute Übereinstimmung, wie in **Bild 7** zu erkennen ist. Die Wahl des Korrekturfaktors beeinflusst die Lage der Wöhlerlinie enorm. Inwieweit sich die Wahl des Korrekturfaktors auf andere Clincheverbindungen übertragen lässt, soll in weiteren Arbeiten überprüft werden.

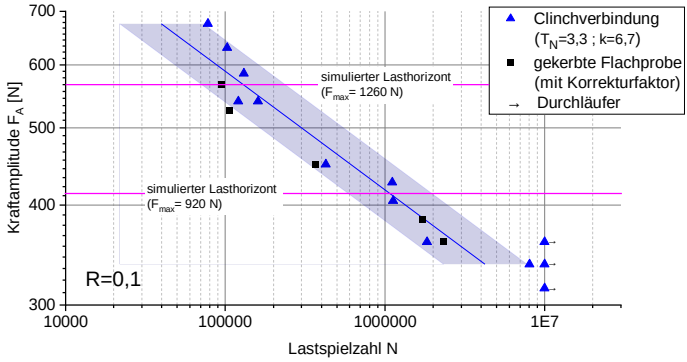


Bild 7: Vergleich der F-N-Kurven aus den Clinchverbindungen (blau) mit den angepassten Ergebnissen der gekerbten Flachproben (schwarz)

Figure 7: Comparison of the F-N curves from the clinch joints (blue) with the adjusted results of the notched flat specimens (black)

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Flache Probengeometrien zur Abbildung mehraxialer Spannungszustände in Clinchverbindungen unter zyklischer Beanspruchung konnten in dieser Arbeit mittels parametrisierter FE-Analyse erfolgreich für eine Aluminium-Aluminium Clinchverbindung abgeleitet werden. Unter Berücksichtigung der belasteten Flächen und Werkstoffvorgeschichte (Umformung und Wärmebehandlung) konnte durch einen geeigneten Korrekturfaktor eine gute Übereinstimmung der Wöhlerkurven erzielt werden. Diese Arbeit zeigt das Potential des Konzepts, welches sich auf die Annahme stützt, dass die Risse an freien Oberflächen entstehen, wodurch sich die ursprünglich angenommenen mehraxialer Spannungszustände auf ein 2-dimensionales Problem reduzieren lassen. Somit werden vereinfachte Prüfungen an Ersatzproben möglich. Hierbei ist jedoch eine genaue Kenntnis der vorliegenden Spannungen, der Werkstoffvorgeschichte sowie der belasteten Querschnitte erforderlich. Außerdem müssen ausreichend Kenntnisse über die versagenskritischen lokalen Beanspruchungsmaxima (hotspots) vorliegen und durch eine Simulation entsprechend vorhersagbar sein. Weiterführende Arbeiten zur Validierung des vorgestellten Konzepts sollen eine Übertragung auf weitere komplexe Fügeverbindungen, wie beispielsweise das Halbhohlstanznieten, ermöglichen.

Danksagung – Diese Arbeit wurde gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – Projektnummer 418701707 – TRR 285. Besonderer Dank gilt Herrn Ch.R. Bielak für die Bereitstellung der Simulationsergebnisse.

Literatur

[1] F. Lambiase, A. Di Ilio, Damage analysis in mechanical clinching: Experimental and numerical study, Journal of Materials Processing Technology 230 (2016) 109–120. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.11.013.

[2] A. Breda, S. Coppieters, D. Debruyne, Equivalent modelling strategy for a clinched joint using a simple calibration method, Thin-Walled Structures 113 (2017) 1–12. https://doi.org/10.1016/j.tws.2016.12.002.

[3] J. Varis, Ensuring the integrity in clinching process, Journal of Materials Processing Technology 174 (2006) 277–285. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.02.001

[4] Ch.R. Bielak, M. Böhnke, R. Beck, M. Bobbert, G. Meschut, Numerical analysis of the robustness of clinching process considering the pre-forming of the parts, Journal of Advanced Joining Processes 3 (2021) 1–11. https://doi.org/10.1016/j.jajp.2020.100038.

[5] L. Ewenz, C.R. Bielak, M. Otroshi, M. Bobbert, G. Meschut, M. Zimmermann, Numerical and experimental identification of fatigue crack initiation sites in clinched joints. Prod. Eng. 16 (2022) 305–313. https://doi.org/10.1007/s11740-022-01124-z

Auswertung mehrachsiger Schwingfestigkeitsversuche am Beispiel von Baustahl und Gusseisen mit Kugelgraphit

Evaluation of multi-axial fatigue tests using the example of structural steel and cast iron with spheroidal graphite

A. Linn, M. Wächter, A. Esderts
Institut für Maschinelle Anlagentechnik und Betriebsfestigkeit, TU Clausthal

Kurzfassung – Einige metallische Werkstoffe zeigen unter mehrachsig nichtproportionaler Beanspruchung ein verfestigendes Werkstoffverhalten. Die sogenannte nichtproportionale Verfestigung kann mit dem Ansatz von Socie und Marquis in einer Lebensdauerabschätzung berücksichtigt werden. Hierzu ist das nichtproportionale Verfestigungsvermögen des Werkstoffs im Versuch zu ermitteln. Für die Versuchsauswertung und die Ermittlung des Kennwerts α für die nichtproportionale Verfestigung existieren verschiedene Vorschläge, die in diesem Beitrag miteinander verglichen werden. Durch die Anwendung auf Beispieldatensätze kann gezeigt werden, dass die verschiedenen Auswertemethoden zu stark unterschiedlichen Ergebnissen führen.

Stichwörter: Nichtproportionale Verfestigung, Mehrachsigkeit, Baustahl, Eisenguss mit Kugelgraphit

Abstract – Some metallic materials show a hardening material behaviour under multiaxial non-proportional loading. The so-called non-proportional hardening can be taken into account in a fatigue life estimation using the approach of Socie and Marquis. For this purpose, the non-proportional hardening capacity of the material must be determined in the test. For the test evaluation and the determination of the characteristic value α for the non-proportional hardening, different proposals exist, which are compared with each other in this contribution. By applying them to sample data sets, it can be shown that the different evaluation methods lead to very different results.

Keywords: Nonproportional hardening, multiaxiality, structural steel, cast iron with spheroidal graphite

1 Einleitung

Die nichtproportionale Verfestigung ist ein Werkstoffeffekt, der bereits von Lamba [1] festgestellt wurde. Bei dehnungs- und schiebungsgeregelten (auch bekannt als gleitungs- oder verzerrungsgeregelt) Werkstoffversuchen wird bei nichtproportionaler Beanspruchung eine höhere Last benötigt, um die Dehnung und Schiebung zu erreichen im Vergleich zu proportionalen Beanspruchungen. Grund für diese Verfestigung ist das Beanspruchen unterschiedlicher Gleitebenen, die sich gegenseitig behindern. Diese Verfestigung ist abhängig von der Stapelfehlerenergie des Werkstoffs [2].

Analog zu zyklischen dehnungs- und schiebungsgeregelten Versuchen, bei denen sich der Werkstoff ver- bzw. entfestigt, benötigt die nichtproportionale Verfestigung einige Schwingspiele um sich auszubilden [3]. Um diesen Effekt anschaulich darzustellen, werden die Amplituden der stabilisierten Hysteresen zu Vergleichsspannungs- und Vergleichsdehnungsamplituden umgerechnet. Diese können in einem Vergleichsspannungs-Vergleichsdehnungs-Diagramm aufgetragen und anschließend eine Regression durchgeführt werden, wie in [4] und [5] beschrieben. In **Bild 1** sind schematisch die regressierten Spannungs-Dehnungs-Verläufe einer proportionalen und nichtproportionalen Beanspruchung aufgetragen.

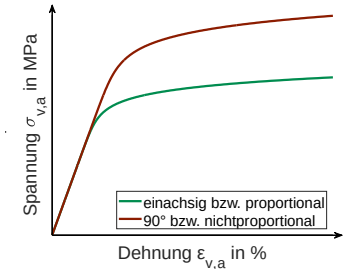


Bild 1: Proportionalen und nichtproportionalen Vergleichsspannung-Vergleichsdehnungs-Verläufe
Figure 1: Proportional and nonproportional equivalent stress and equivalent strain material behavior

Wie stark sich die nichtproportionale Verfestigung ausprägt, hängt vom Werkstoff ab und kann unter Verwendung des Ansatzes von Socie und Marquis, [6], **Gleichung (1)**, mit dem Kennwert α beschrieben werden, der ein Maß für das Verfestigungsvermögen des Werkstoffs darstellt. Zusätzlich wird die Nichtproportionalitätskennzahl f_{np} berücksichtigt, die je nach Grad der Nichtproportionalität einen Wert zwischen Null (proportional) und Eins (maximale Nichtproportionalität) annimmt. Maximale Nichtproportionalität wird i. d. R. bei 90° Phasenverschiebung zwischen Normal- und Schubbeanspruchung unterstellt, wobei auch das Verhältnis der Amplituden der Beanspruchungskomponenten zu berücksichtigen ist. Mit der Nichtproportionalitätskennzahl kann durch Anpassung des zyklischen Verfestigungskoeffizienten K‘ des Ramberg-Osgood-Ansatzes [7], **Gleichung (2)**, zwischen einachsigem bzw. proportionalem und nichtproportionalem Werkstoffverhalten interpoliert werden.

$$K'_{np} = K' \left(1 + \alpha \cdot f_{np}\right) \tag{1}$$

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma_a}{E} + \left(\frac{\sigma_a}{K'}\right)^{\frac{1}{n'}} \tag{2}$$

Zur Bestimmung des nichtproportionalen Verfestigungsvermögens α anhand von Experimenten existiert kein einheitliches Vorgehen. In der Literatur werden verschiedene Methoden aufgezeigt, die im Rahmen dieses Beitrags diskutiert und auf Beispieldatensätze angewendet werden.

2 Auswertemethoden

Im folgenden Abschnitt werden die existierenden Auswertemethoden zur Ermittlung des nichtproportionalen Verfestigungsvermögens aufgeführt und erläutert.

2.1 Auswertemethode nach Socie und Marquis

Socie und Marquis beschreiben in [6] einen Ansatz zur Bestimmung des nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten α. Definiert ist der Koeffizient als Verhältnis aus Spannung σ_{np} bei 90°-phasenverschobener Beanspruchung und Spannung σ bei proportionaler Beanspruchung an einer Stützstelle $\varepsilon_{p,stütz}$, die sich im Bereich hoher plastischer Dehnungen befindet, **Gleichung (3)**.

$$\alpha_{Socie} = \frac{\sigma_{np}\left(\varepsilon_{p,stütz}\right)}{\sigma_{\square}\left(\varepsilon_{p,stütz}\right)} - 1 \tag{3}$$

Dies hat zur Folge, dass **Gleichung (3)** nur gültig ist, wenn bei der Regression der zyklischen Kennwerte K‘ und n‘ der zyklische Verfestigungsexponenten n‘ konstant gehalten

wird, worüber in [6] allerdings keine Aussage getroffen wird. Zudem wird nicht erläutert, wie die Vergleichsspannungen und Vergleichsdehnungen bei 90°-phasenverschobener Beanspruchung berechnet werden. Aus den angegebenen Werten für den Koeffizienten α lässt sich schließen, dass die Amplituden bei 90°-phasenverschobener Beanspruchung zu Vergleichsgrößen umgerechnet werden, als würden sie wie im proportionalen Fall zeitgleich auftreten.

2.2 Auswertemethode nach Riess

Eine weitere Methode, die jedoch auf demselben Prinzip basiert, wird von Riess [8] beschrieben. Hier wird der Ansatz aus **Gleichung (1)** verwendet und der Koeffizient K‘ angepasst, bis eine ausreichende Übereinstimmung mit der nichtproportionalen Vergleichsspannungs-Vergleichsdehnungs-Kurve erzielt wird. Die Vergleichsamplituden werden in [8] mittels Hencky Gleichungen nach der Formulierung von Savaidis [9], **Gleichung (4)** und **(5),** berechnet. Dasselbe Vorgehen zur Berechnung der Vergleichsgrößen wird auch von Hanselka et al. zur Darstellung der Versuchsergebnisse ohne Auswertung des nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten verwendet [10]. Um die Vergleichsspannung σ_{va} und die Vergleichsdehnung ε_{va} berechnen zu können, werden die Normalspannungsamplitude $\sigma_a^{\square}$, die Schubspannungsamplitude $\tau_a^{\square}$, die Schiebungsamplitude γ_a, die Querkontraktionszahl ν und der Elastizitätsmodul E benötigt.

$$\sigma_{va} = \sqrt{\sigma_a^2 + 3 \cdot \tau_a^2} \tag{4}$$

$$\varepsilon_{va} = \left(\frac{\gamma_a}{2} + (0{,}5 - \nu) \frac{\tau_a}{E} \right) \frac{2\sigma_{va}}{3\tau_a} \tag{5}$$

Das von Riess beschriebene Vorgehen führt dazu, dass der nichtproportionale Verfestigungskennwert α mit den zyklischen Verfestigungskoeffizienten des proportionalen (K‘) und des 90°-phasenverschobenen Vergleichsspannungs-Vergleichsdehnungs-Diagramms (K'_{np}) nach **Gleichung (6)** bestimmt werden kann.

$$\alpha_{Riess} = \frac{K'_{np}}{K'} - 1 \tag{6}$$

Aus dem Kontext kann darauf geschlossen werden, dass der zyklische Verfestigungsexponent n‘ dem Wert des proportionalen Verlaufs entspricht.

Ein Aspekt, der in den beiden zuvor genannten Quellen nicht definiert wird, ist, wie Amplituden anhand der Hysteresen auszuwerten sind. Unter sinusförmiger, 90°-phasenverschobener Beanspruchung bilden sich abgerundete Hysteresen aus, **Bild 2**. Dies führt dazu, dass vier unterschiedliche Punkte zur Bestimmung der Amplitude in Frage kommen. Im Folgenden wird auf den Oberwert der jeweils betrachteten Größen eingegangen. Zur Bestimmung der Amplituden ist mit dem Unterwert analog zu verfahren. Zum einen ist es möglich, den Punkt der maximalen Dehnung der Hysterese (Punkt 1), den Punkt der maximalen Spannung (Punkt 2), den Punkt mit dem größten Abstand zur Hysteresenmitte (Punkt 3) oder einen Punkt außerhalb der Hysterese durch Verwenden der maximalen Spannung und maximalen Dehnung (Punkt 4) heranzuziehen.

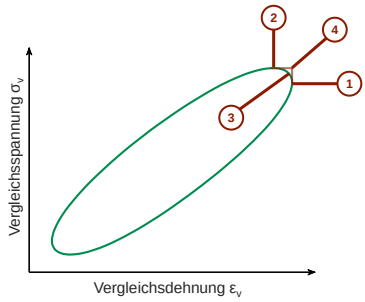


Bild 2: Ermittlung der Amplitude an einer Hysterese, die sich unter einer sinusförmigen Beanspruchung mit einer 90°-Phasenverschiebung ausbildet
Figure 2: Determination of the amplitude at a hysteresis that occurs under a sinusoidal load with a 90° phase shift

2.3 Auswertemethode nach Shamsaei, Fatemi und Socie

Shamsaei et al. [11] schlagen eine andere Variante zur Auswertung vor, bei der nicht die Amplituden der Hysterese, sondern der zeitliche Verlauf des Normalspannungs- und Schubspannungsverlaufs sowie die dazugehörigen Dehnungen und Schiebungen von Relevanz sind. Bei phasenverschoben beanspruchten Proben treten die Extrema (Normalspannung und Dehnung sowie Schubspannung und Schiebung) nicht zeitgleich auf, siehe beispielhaft für die Spannungen **Bild 3**. Aus diesem Grund wird die Vergleichsspannung und Vergleichsdehnung über eine Periode bzw. einer Hysterese gebildet.

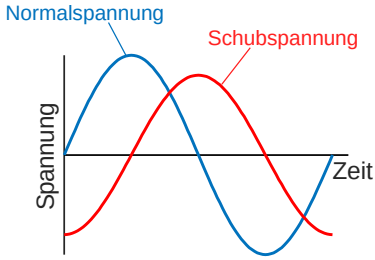


Bild 3: Beanspruchungen mit 90°-Phasenverschiebung
Figure 3: Stresses with 90°-phase shift

Zur Berechnung der Vergleichsspannungs- und Vergleichsdehnungsverläufe werden sowohl die Normalspannungs-Dehnungs-Hysterese als auch die Schubspannungs-Schiebungs-Hysterese eines Versuchs verwendet und für jeden zeitdiskreten Punkt wird die Vergleichsspannung und Vergleichsdehnung nach **Gleichung (7)** bzw. **(8)** berechnet.

$$\sigma_v = \sqrt{\sigma^2 + 3 \cdot \tau^2} \tag{7}$$

$$\varepsilon_v = \frac{1}{\sqrt{2}(1+\nu_{eq})} \sqrt{2\varepsilon^2(1+\nu_{eq}) + \frac{3}{2}\gamma^2} \tag{8}$$

mit $\nu_{eq} = \frac{\nu_e \varepsilon_e + \nu_p \varepsilon_p}{\varepsilon}$ (9)

Hierbei ist ν_{eq} die Vergleichs-Poisson-Zahl, ν_e die elastische Poisson-Zahl, ν_p die plastische Poisson-Zahl und ε_e der elastische und ε_p der plastische Anteil der Gesamtdehnung ε. Werden die so berechneten Vergleichsspannungs- und Vergleichsdehnungswerte im Vergleichsspannungs-Vergleichsdehnungs-Diagramm übereinander aufgetragen, ergeben sich Ellipsen, die in **Bild 4** abgebildet sind. Anhand dieser Ellipsen werden zwei Datenpunkte ausgewählt, die 180°-phasenverschoben zueinander und nahe der zeitlich auftretenden Maxima liegen. Anschließend erfolgt die Regression und die Bestimmung des Verfestigungsvermögens α bei einer Vergleichsdehnungsamplitude von ε_{va}=1%. Die darauffolgende Auswertung wird mit **Gleichung (3)** durchgeführt.

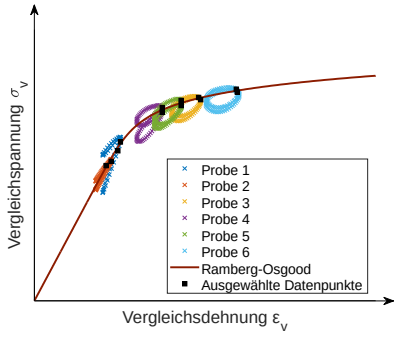


Bild 4: Auswertemethode nach [11] (schematisch)
Figure 4: Analysis method according to [11] (schematic)

2.4 Fazit

Die in diesem Beitrag vorgestellten Auswertemethoden zur Ermittlung des nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten α erfolgen im Detail nach unterschiedlichen Vorgehensweisen. An bestimmten Stellen dieser Vorgehensweisen ergeben sich Lücken. Um die Auswertung unmissverständlich und einheitlich durchzuführen, müssen folgende Punkte definiert werden:

- Berechnung der Vergleichsspannung
  (zeitliche Berechnung der Vergleichsspannung oder Berechnung der Vergleichsspannungsamplituden)
- Definition der Punkte der Hysteresen, an denen die Amplituden zu bestimmen sind
- Festlegung des zyklischen Verfestigungsexponenten n'
  (Wert des proportionalen σ-ε-Verlaufs oder Mittelwert aus proportionalem und nichtproportionalem Verlauf, etc.)

Außerdem ist auf einen weiteren Punkt hinzuweisen, der in keiner der genannten Quellen angesprochen wird:

- Festlegung der Nichtproportionalitätskennzahl im Hinblick auf die Versuchsdurchführung

Es existieren eine Vielzahl von Nichtproportionalitätskennzahlen [8, 12, 13, 14, 15]. Diese weisen unter sinusförmiger 90°-phasenverschobener Beanspruchung einen Wert von f_{np}=1 auf, allerdings nur bei einem spezifischen Amplitudenverhältnis [16]. Eine Beschreibung, bei welchem Amplitudenverhältnis die Versuche zur Ermittlung der nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten durchzuführen sind, ist nicht gegeben. Durch Umstellung von **Gleichung (1)** kann der Verfestigungskoeffizient in Abhängigkeit der Nichtproportionalitätskennzahl nach **Gleichung (10)** bestimmt werden.

$$\alpha(f_{np}) = \frac{\frac{K'_{np}}{K'} - 1}{f_{np}} \tag{10}$$

3 Auswertung von Beispieldatensätzen

Nachfolgend werden die Auswertemethoden an Versuchsergebnissen des Eisengusswerkstoffs mit Kugelgraphit EN-GJS-500-14 und des Baustahls S355 angewandt und die Ergebnisse diskutiert. Die Versuche werden an zylindrischen Hohlproben auf einem servohydraulischen Axial-Torsions-Prüfstand der Firma inova, der eine maximale Kraft von 100kN und ein maximales Drehmoment von 1000 Nm aufbringen kann, durchgeführt. Die Dehnung und Schiebung werden mit einem Dehnungs-Schiebungs-Aufnehmer der Firma MTS erfasst [4].

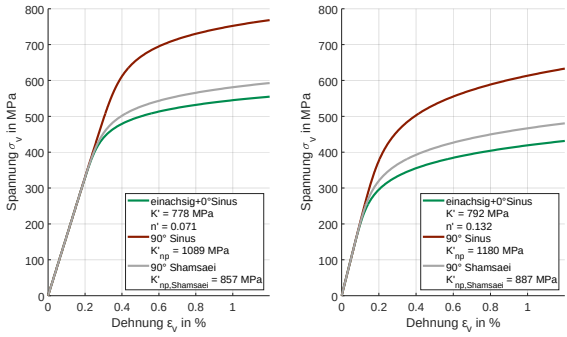
In **Tabelle 1** sind die nach den verschiedenen Vorgehensweisen ausgewerteten Werte des nichtproportionalen Verfestigungsvermögens α aufgeführt.

Tabelle 1 Nichtproportionale Verfestigungskoeffizienten, die sich aus verschiedenen Auswerteverfahren ergeben
Tabelle 1 Nonproportional hardening coefficients resulting from different analysis methods

Verfestigungsvermögen α		
Auswertemethode	**Werkstoff**	
	EN-GJS-500-14	**S355**
Socie Marquis [6] (bei 2%-Dehnung)	0,39	0,47
Riess [8]	0,40	0,49
Shamsaei, Fatemi, Socie [11] (bei 2%-Dehnung)	0,07	0,12

Die Unterschiede zwischen der Auswertemethode nach Socie und Marquis [6] und Riess [8] sind gering. Einen deutlichen Unterschied weist hingegen die Auswertemethode nach Shamsaei et al. [11] auf, bei der sich deutlich kleinere Werte für α ergeben.

Aus werkstoffmechanischer Sicht erscheint es sinnvoll, eine Vergleichsspannung zeitlich über den Verlauf einer Hysterese zu bilden, da die Maxima der Beanspruchungen unter Phasenverschiebung nicht zeitgleich auftreten. Der Unterschied der Auswertemethoden wird in **Bild 5** deutlich, bei dem die proportionalen Versuche in grün, die 90°-phasenverschobenen Versuche nach Socie et al. [6] und Riess [8] in rot und die Auswertemethode nach Shamsaei et al. [11] in grau dargestellt sind. Die Auswertemethode nach Shamsaei et al. [11] führt zu einer geringeren Verfestigung, was mit den zuvor ermittelten nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten, wie sie beispielsweise in [6, 17, 18] zusammengetragen sind, nicht übereinstimmt. Die in Shamsaei et al. [11] betrachteten Werkstoffe zeigen mit dieser Methode gänzlich unterschiedliche Verhalten, was zu starken Abweichungen des nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten führt. So zeigt ein untersuchter Austenitstahl (304L stainless steel) ein α von 0,55, wobei zuvor Austenitstähle im Bereich von $\alpha=1$ [6] eingeordnet wurden und der untersuchte Vergütungsstahl (1050 QT steel) sogar eine Entfestigung mit einem α von -0,04 zeigt.



a) b)

Bild 5: Spannungs-Dehnungs-Verläufe der unterschiedlichen Auswertemethoden
Figure 5: stress strain curve of different analysis methods

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

In diesem Beitrag wurden die verschiedenen Vorschläge zur Auswertung des nichtproportionalen Verfestigungskoeffizienten miteinander verglichen. Lücken in den einzelnen Vorgehensweisen wurden aufgezeigt.

Bei der Anwendung auf Versuchsergebnisse konnten deutliche Unterschiede für die sich ergebenden Verfestigungen festgestellt werden. Die Verfestigungskoeffizienten, die mit den verschiedenen Auswertemethoden bestimmt werden, können demnach nicht miteinander verglichen werden und der nichtproportionalen Verfestigung wird je nach Auswertemethode eine unterschiedliche Bedeutung beigemessen.

Welche der Methoden die Richtige ist, kann zum aktuellen Stand nicht beantwortet werden. Ziel der Auswertung muss es jedoch sein, das Verfestigungsverhalten des Werkstoffs so zu beschreiben, dass sich das Werkstoffverhalten zum einen bei der Anwendung von Werkstoffmodellen, die nichtproportionale Verfestigung berücksichtigen können, richtig reproduzieren lässt und zum anderen sich bei der Übertragung auf Bauteile in Verbindung mit einer rechnerischen Lebensdauerabschätzung treffsichere Ergebnisse ergeben. Beide Aspekte können zur Klärung der Frage nach der richtigen Auswertemethode für das nichtproportionale Verfestigungsvermögen beitragen und sollen bei zukünftigen Untersuchungen betrachtet werden.

Danksagung – Die Autoren bedanken sich beim BMWK für die Förderung im Rahmen der industriellen Gemeinschaftsforschung des IGF-Projektes Nr. 20613 N „Anwendungsgerechte Lebensdauerabschätzung für mehrachsig nichtproportional beanspruchte Bauteile auf Basis des Örtliche Konzepts“ des FKM.

Gefördert durch:

Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Literatur

[1] H. S. Lamba, O. M. Sidebottom: Cyclic Plasticity for nonproportional paths: Part1-Cyclic hardening, erasure of memory, and subsequent strain hardening experiments. Journal of Engineering Materials and Structures, ASME, 100 (1978), S. 69-103

[2] X. Li, A. Almazouzi: Deformation and microstructure of neutron irradiated stainless steels with different stacking fault energy, Journal of Nuclear Materials, 385(2), 2009, S. 329-333

[3] R. Döring: Zum Deformations- und Schädigungsverhalten metallischer Werkstoffe unter mehrachsig nichtproportionalen zyklischen Beanspruchungen, Dissertation, Institut für Stahlbau und Werkstoffmechanik, TU Darmstadt, 2006

[4] A. Linn, M. Wächter, A. Esderts: Mehrachsige Schwingfestigkeitskennwerte für Gusseisen mit Kugelgraphit, Tagungsband, Werkstoffprüfung, 2021, S. 331-336

[5] M. Wächter, A. Linn, R. Wuthenow, A. Esderts, C. Gaier, J. Kraft, C. Fällgren, M. Vormwald: On scaled normal stresses in multiaxial fatigue and their exemplary application to ductile cast iron, Applied Mechanics 3.1 (2022), S. 259-295

[6] D. F. Socie, G. B. Marquis: Multiaxial Fatigue, Society of Automotive Engineers Inc., Warrendale PA (USA), 2000, ISBN 0-7680-0453-5

[7] W. Ramberg, W. R. Osgood: Description of stress-strain curves by three parameters – Technical Note No. 902, National Advisory Committee for Aeronautics, Washington DC (USA), 1943

[8] C. Riess: Vereinfachte Ansätze zur Lebensdaueranalyse gekerbter Bauteile unter mehrachsiger und nichtproportionaler Beanspruchung, Dissertation, TU Darmstadt, 2019

[9] G. Savaidis: Berechnung der Bauteillebensdauer bei mehrachsigen proportionalen Beanspruchungen, Dissertation, Institut für Stahlbau und Werkstoffmechanik, TU Darmstadt, 1995

[10] H. Hanselka, R. Franz, P. Xin, A. Esderts: Verbesserung der Lebensdauerabschätzung für mehrachsig belastete Sicherheitsbauteile aus Schmiedestahl und Aluminiumguss durch Auswahl zutreffender Berechnungsalgorithmen, FKM-Abschlussbericht Vorhaben Nr. 291, VDMA Verlag GmbH, Heft 319, 2013

[11] N. Shamsaei, A. Fatemi, D. F. Socie: Multiaxial cyclic deformation and non-proportional hardening employing discriminating load paths, International Journal of Plasticity 26 (2010), S. 1680-1701

[12] J. E. Bishop: Characterizingthenon-proportional andout-of-phaseextent of tensor paths. In: Ftigue & Fracture of Engineering Materials and Structures 23.12 (Dez. 2000), S. 1019–1032

[13] M. A. Meggiolaro, J. T. P. de-Castro: An improved multiaxial rainflow algorithm for non-proportional stress or strain histories – Part I: Enclosing surface methods. In: International Journal of Fatigue 42 (Sep. 2012), S. 217–226

[14] M. A. Meggiolaro, J. T. P. de-Castro: Prediction of non-proportionality factors of multiaxial histories using the Moment Of Inertia method. In: International Journal of Fatigue 61 (Apr. 2014), S. 151–159

[15] C. Gaier, A. Lukacs, K. Hofwimmer: Investigations on a statistical measure of the non-proportionality of stresses. In: International Journal of Fatigue 26.4 (2004), S. 331–337

[16] A. Kern: Betriebsfestigkeitsnachweise bei nicht-proportionalen Lasten. Magisterarbeit, Institut für Stahlbau und Werkstoffmechanik, TU Darmstadt, 2019

[17] T. Itoh, T. Yang: Material dependence of multiaxial low cycle fatigue lives under non-proportional loading, International Journal of Fatigue 33.8 (2011), S. 1025-1031

[18] M. V. Borodii, S. M. Shukaev: Additional cyclic strain hardening and its relation to material structure, mechanical characteristics, and lifetime, International Journal of Fatigue, 29 (2007), S. 1184-1191

Auswirkung von Größeneinflüssen auf das zyklische Werkstoffverhalten von mischkristallverfestigtem GJS

Impact of size effects in the cyclic material behavior of solid solution strengthened GJS

J. Niewiadomski, C. Bleicher, H. Kaufmann
Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF

Kurzfassung – Für Großgusskomponenten aus Gusseisen mit Kugelgraphit, welche in der Windenergie häufig für hochbeanspruchte Bauteile wie Rotornaben oder Rotorwellen Anwendung finden, ist der Bedarf an einer Bauteiloptimierung hinsichtlich Leichtbaupotenzial und besserem Leistungsgewicht zur Erreichung der globalen Klimaziele unabdingbar. Eine Grundvoraussetzung hierfür ist eine vollumfängliche Kenntnis über die Festigkeitseigenschaften – wie z. B. das zyklische Werkstoffverhalten – der verwendeten Gusseisenlegierungen mit Betrachtung der lokalen Festigkeitseigenschaften, welche sich aus der Gießtechnologie aber auch aufgrund weiterer Größeneinflüsse ergeben. Für die mischkristallverfestigten GJS-Legierungen EN-GJS-450-18, EN-GJS-500-14 sowie EN-GJS-600-10 werden im Rahmen des Forschungsvorhabens SiGuphit-B³ die zyklischen Werkstoffeigenschaften umfassend erarbeitet und Erkenntnisse zur Auswirkung des statistischen, spannungsmechanischen sowie technologischen Größeneinflusses abgeleitet. In den vorliegenden Untersuchungen werden daher die Auswirkungen der Größeneinflüsse auf die zyklische Beanspruchbarkeit der sogenannten High-Si-GJS-Sorten eingehend untersucht.

Stichwörter: High-Si-GJS, Mischkristallverfestigung, Gusseisen, Schwingfestigkeit

Abstract – For large cast components made of spheroidal graphite cast iron, which are frequently used in wind energy for highly stressed components such as rotor hubs or rotor shafts, the need for component optimization in terms of lightweight potential and better power-to-weight ratio to achieve global climate targets is indispensable. A basic prerequisite for this is a full knowledge of the strength properties - such as cyclic material behavior - of the cast iron alloys used, with consideration of the local strength properties resulting from the casting technology but also due to other size effects. For the solid solution strengthened GJS-alloys EN-GJS-450-18, EN-GJS-500-14 as well as EN-GJS-600-10, the cyclic material behavior is is investigated within the research project SiGuphit-B³ and the findings on the impact of the statistical, stress-mechanical as well as technological size effect are derived. Therefore, in the present investigations, the impact of size effects on the cyclic material behavior of the so-called High-Si-GJS grades are investigated in detail.

Keywords: High-Si-GJS, solid solution strengthening, cast iron, fatigue strength

1 Einleitung

Im Zuge der Möglichkeiten zur Bauteiloptimierung, aber auch der Neukonstruktion von dickwandigen Großgusskomponenten hinsichtlich geringeren Gewichts auf der einen Seite und höherer Beanspruchbarkeit auf der anderen Seite, bedarf es einer optimierten Bauteilauslegung. Mischkristallverfestigtes Gusseisen (High-Si-GJS) weist gegenüber den gängigen ferritischen oder perlitischen Gusseisensorten eine höhere Zugfestigkeit bei gleichzeitig hoher Bruchdehnung auf [1] und bietet daher von Grund auf bereits ein höheres Leichtbaupotential. Um dieses in der Bauteilauslegung ausschöpfen zu können, müssen sowohl lokale Werkstoffkennwerte, aber auch die unterschiedlichen Größeneinflüsse nach [2], welche Einfluss auf die Schwingfestigkeit ausüben, miteinbezogen werden. Für High-Si-GJS sind die Größeneinflüsse jedoch bisher nicht umfassend bekannt. Im Zuge des Forschungsprojekts „SiGuphit-B³“ soll diese Lücke für die mischkristallverfestigten Gusseisenlegierungen EN-GJS-450-18, EN-GJS-500-14 und EN-GJS-600-10 geschlossen, auslegungsrelevante Werkstoffkennwerte abgeleitet und in einem Bemessungskonzept zusammengeführt werden.

Ausgehend von den in [2] genannten Größeneinflüssen auf die Bauteilbeanspruchbarkeit werden hier der statistische, der geometrische bzw. spannungsmechanische und der tech-

nologische Größeneinfluss betrachtet. Der technologische Größeneinfluss beschreibt den Einfluss der Gießtechnologie bzw. der Wandstärke, welche bspw. die Abkühlrate bedingen und damit zu einer unterschiedlichen Ausprägung der Mikrostruktur führt, was wiederum Auswirkung auf die lokale Beanspruchbarkeit hat. Über den geometrischen (spannungsmechanischen) Größeneinfluss wird die Stützwirkung bei inhomogener Spannungsverteilung bei unterschiedlicher Kerbschärfe oder auftretenden Spannungsgradienten betrachtet. Der statistische Größeneinfluss beschreibt den Einfluss eines höchstbeanspruchten Werkstoffvolumens. Mit zunehmender Probengröße erhöht sich das beanspruchte Werkstoffvolumen und damit gleichzeitig die Wahrscheinlichkeit, dass ein versagensrelevanter, statistisch im Gefüge verteilter Defekt angesprochen wird. Mit Hilfe des HBV-Konzepts nach [3] wird der Einfluss des statistischen und des spannungsmechanischen Größeneinflusses in einer graphischen Darstellung zusammengefasst und für die Bauteilbemessung anwendbar gemacht. Die Bauteilbemessung orientiert sich dabei an einer lokal ertragbaren Vergleichsspannung an beliebigen Bauteilbereichen auf Basis des höchstbeanspruchten Werkstoffvolumens (HBV).

Im Folgenden werden Ergebnisse der Schwingfestigkeitsuntersuchungen innerhalb des Forschungsprojekts „SiGuphit-B³“ vorgestellt und der Einfluss der genannten Größeneinflüsse auf das zyklische Werkstoffverhalten diskutiert.

2 Untersuchte Probengeometrien

Für die Schwingfestigkeitsuntersuchungen wurden Proben aus im Sandgießverfahren hergestellten Y-förmigen Versuchskörpern mit maßgebenden Wandstärken von 75 mm und 200 mm entnommen. Bei den Proben handelt sich um Rundproben mit einem Prüfdurchmesser von 6 sowie 15 mm im ungekerbten und gekerbten Zustand sowie um Flachproben mit einem Prüfquerschnitt von 20 x 40 mm². Durch die unterschiedliche Probengröße sowie Kerbgeometrien weisen die Proben ein unterschiedlich großes höchstbeanspruchtes Werkstoffvolumen auf. Beispielhaft zeigt **Bild 1** die Geometrien für die ungekerbten Proben.

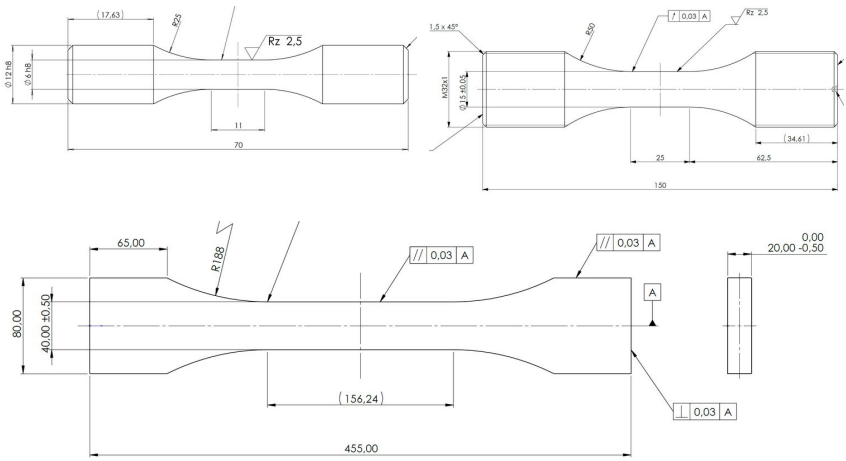


Bild 1: Geometrie der ungekerbten Schwingproben
Figure 1: Geometry of the unnotched specimens

3 Ermitteltes zyklisches Werkstoffverhalten

Tabelle 1: Probenkennwerte und ermittelte Schwingfestigkeit
Table 1: Specimens' characteristic values and determined fatigue strength

	Rundproben-Prüfdurchmesser / Flachproben-Prüfquerschnitt	Maßgebende Wandstärke	Kerbformzahl $K_{t,NH}$	Kerbwirkungszahl K_f	Stützziffer n	$HBV_{90\%,NH}$	Nennspannungsamplitude $\sigma_{a,n,NG,50\%}$ für R_σ = -1	Nennspannungsamplitude $\sigma_{a,n,NG,50\%}$ für R_σ = 0
	[mm]	[mm]	[-]	[-]	[-]	[mm³]	[MPa]	[MPa]
EN-GJS-500-14	6	75	1,04	-	-	445,00	234	198
	6	75	2,10	1,59	1,28	0,45	147	112
	6	200	1,04	-	-	445,00	182	126
	15	200	1,05	-	-	6.117,00	175	120
	15	200	1,52	1,15	1,32	31,94	152	113
	15	200	1,99	1,23	1,62	7,21	142	108
	15	200	2,78	1,52	1,83	1,84	115	87
	20x40	200	1,06	-	-	156.513,00	165	108
EN-GJS-450-18	6	75	1,04	-	-	445,00	214	145
	6	75	2,10	1,69	1,21	0,45	127	99
	6	200	1,04	-	-	445,00	167	105
	15	200	1,05	-	-	6.117,00	159	111
	15	200	1,52	1,09	1,39	31,94	146	109
	15	200	1,99	1,25	1,59	7,21	127	100
	15	200	2,78	1,35	2,06	1,84	118	79
	20x40	200	1,06	-	-	156.513,00	144	-
EN-GJS-	6	75	1,04	-	-	445,00	247	167
	15	200	1,05	-	-	6.117,00	194	-

Das zyklische Werkstoffverhalten der drei Werkstoffe wurde für die Spannungsverhältnisse $R_\sigma = -1$ und $R_\sigma = 0$ bei Umgebungstemperatur und an Luft auf elektro-magnetischen Resonanzprüfmaschinen ermittelt. Die Auswertung der einzelnen Versuchsergebnisse zur Ermittlung der Wöhlerlinienparameter erfolgte nach der Methode Maximum Likelihood [4]. In **Tabelle 1** sind neben der ermittelten Schwingfestigkeit $\sigma_{a,n,NG,50\%}$, angegeben als die Nennspannungsamplitude bei der Grenzschwingspielzahl $N_G = 1 \cdot 10^7$ für eine Überlebenswahrscheinlichkeit von $P_Ü = 50$ %, ebenfalls probenspezifische Kennwerte zusammengefasst. Die angegebene Kerbformzahl $K_{t,NH}$ der untersuchten Schwingproben wurde durch eine Analyse mittels Finite-Element-Methode auf Basis der maximalen Hauptnormalspannung abgeleitet. Gleichermaßen wurde für die Ermittlung des $HBV_{90\%,NH}$ vorgegangen. Das $HBV_{90\%,NH}$ beschreibt hierbei das Werkstoffvolumen, in dem die resultierende Hauptnormalspannung von 100 % auf 90 % abgefallen ist.

Die Schwingfestigkeit bei einer Wandstärke von 75 mm und bei $R_\sigma = -1$ nimmt vom EN-GJS-450-18 mit $\sigma_{a,n,NG,50\%} = 214$ MPa über den EN-GJS-500-14 mit $\sigma_{a,n,NG,50\%} = 234$ MPa bis zum EN-GJS-600-10 mit $\sigma_{a,n,NG,50\%} = 247$ MPa stetig zu. Die ermittelten Kennwerte beim 200 mm Abguss fallen aufgrund des technologischen Größeneinflusses jeweils geringer aus, da die größeren Versuchsblöcke eine deutlich höhere Erstarrungszeit und somit gröberes Werkstoffgefüge aufweisen. Es zeigt sich zudem, dass bei ähnlicher Kerbformzahl von $K_t \approx 2$ die Stützziffer der Rundproben mit einem Prüfdurchmesser von 15 mm des dickwandigen Abgusses größer ausfällt als bei den Rundproben mit 6 mm Prüfdurchmesser aus dem 75 mm Abguss. Der statistische Größeneinfluss macht sich durch eine geringere Schwingfestigkeit bei zunehmendem $HBV_{90\%}$ bemerkbar.

4 Auswirkung von Größeneinflüssen

4.1 Einfluss des HBV auf das zyklische Werkstoffverhalten

Die Auswirkungen des spannungs-mechanischen und statistischen Größeneinflusses der untersuchten Werkstoffe lassen sich übersichtlich im HBV-Diagramm darstellen. Dabei wird die örtlich ertragbare Spannungsamplitude $\sigma_{a,1}$ in Abhängigkeit des resultierenden, probenabhängigen höchstbeanspruchten Werkstoffvolumens $HBV_{90\%,NH}$ aufgetragen. In **Bild 2** sind die $HBV_{90\%}$-Diagramme für den EN-GJS-500-14 sowie für den EN-GJS-450-18 dargestellt. Da in beiden $HBV_{90\%}$-Diagrammen die Abgüsse mit maßgebender Wandstärke von 75 mm sowie 200 mm Wandstärke überlagert dargestellt sind, kann in diesem Fall ebenfalls der technologische Größeneinfluss abgelesen werden. Anhand der Ergebnisse der unterschiedlichen Proben der Wandstärke von 200 mm zeigt sich eine steilere Neigung im Bereich geringerer $HBV_{90\%}$-Werte und ein eher abflachender Effekt hin zu größeren HBV. Durch zusätzliche Versuchsreihen an ungekerbten Rundproben mit 6 mm Prüfdurchmesser, entnommen aus den Versuchskörpern mit 200 mm Wandstärke, konnte der abflachende Effekt im Vergleich zu [5] deutlicher herausgestellt und damit die Sättigungswirkung bestätigt werden. Dass dieser Sättigungseffekt kein Einzelfall ist, zeigen Untersuchungen in [6]. Dort konnte für den im Kokillengießverfahren abgegossenen ferritischen EN-GJS-400-18-LT und den perlitischen EN-GJS-600-3 ein noch deutlicherer Sättigungseffekt bei hohen HBV beobachtet werden, bei dem die Schwingfestigkeit nicht weiter abnimmt.

Auffällig ist jedoch, dass die HBV-Linie des 200 mm Abgusses an einem gewissen Punkt die HBV-Linie des 75 mm Abgusses schneidet. Damit weisen die scharf gekerbten Proben mit 15 mm Prüfdurchmesser trotz höherem $HBV_{90\%,NH}$ sowie höherer maßgebender Wandstärke eine höhere lokal ertragbare Spannungsamplitude auf, was die bereits festgestellt höhere Stützwirkung bestätigt. Durch die Miteinbeziehung des spannungsmechanischen Größeneinflusses in Form der abgeleiteten Kerbwirkungszahlen bzw. Stützziffern, scheint der Effekt der höheren Stützwirkung die schwingfestigkeitsmindernden Einflüsse des statistischen und technologischen Größeneinflusses deutlich zu übersteigen. Es ist zu vermuten, dass die höheren, die Kerbe umgebenden Probenvolumina entgegengesetzt dem statistischen Größeneinfluss wirken könnten.

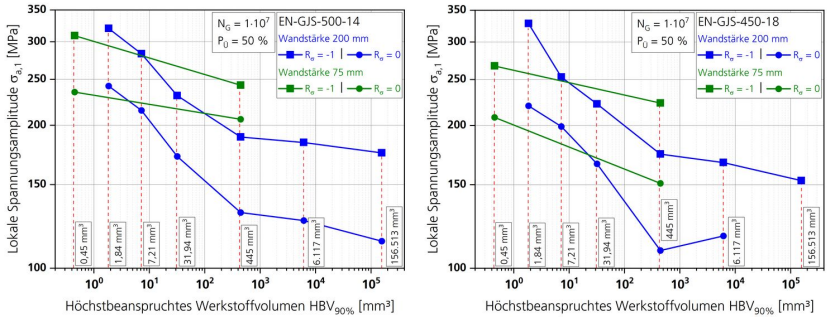


Bild 2: $HBV_{90\%}$-Diagramm für den EN-GJS-500-14 (links) und den EN-GJS-450-18 (rechts)
Figure 2: $HBV_{90\%}$-diagram of the EN-GJS-500-14 (left) and of the EN-GJS-450-18 (right)

4.2 Einfluss von Mittelspannungen auf das zyklische Werkstoffverhalten

In **Bild 3** sind die Haigh-Diagramme für die Werkstoffe EN-GJS-500-14 und EN-GJS-450-18 dargestellt.

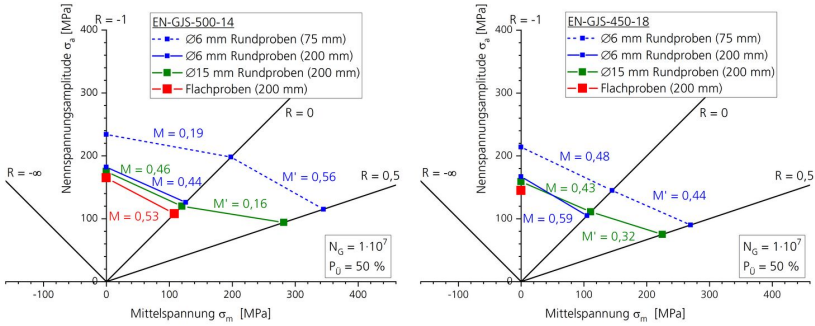


Bild 3: Haigh-Diagramm der ungekerbten Proben des EN-GJS-500-14 (links) und des EN-GJS-450-18 (rechts)
Figure 3: Haigh-diagram of the unnotched specimens of the EN-GJS-500-14 (left) and of the EN-GJS-450-18 (right)

Da die Mittelspannungsempfindlichkeit M für ungekerbte Werkstoffproben angegeben wird, können im Haigh-Diagramm nur Auswirkungen des statistischen und technologischen Größeneinflusses betrachtet werden. Für den EN-GJS-500-14 fällt die Mittelspannungsempfindlichkeit der Proben aus 75 mm Wandstärke mit M = 0,19 vergleichsweise gering aus, wobei der Einfluss einer höheren Mittelspannung zu R_σ = 0,5 wiederum mit M‘ = 0,56 deutlich zunimmt. Entgegen dessen ist beim dickwandigen Abguss für die Ø15 mm Proben der Einfluss der Mittelspannung mit M = 0,46 zunächst höher und nimmt mit M‘ = 0,16 anschließend deutlich ab. Beim EN-GJS-450-18 ist mit M = 0,48 kein signifikanter Unterschied zur Mittelspannungsempfindlichkeit beim entsprechenden dickwandigeren Abguss zu verzeichnen. Der Einfluss einer höheren Mittelspannung bleibt mit M‘ = 0,44 für den 75 mm Abguss annähernd gleich, sinkt für den 200 mm Abguss jedoch von M = 0,43 auf M‘ = 0,32 etwas ab. Für den EN-GJS-600-10 konnte ebenfalls eine Mittelspannungsempfindlichkeit von M = 0,48 für den 75 mm Abguss ermittelt werden. Beim EN-GJS-500-14 konnte eine leichte Tendenz festgestellt werden, bei der die Mittelspannungsempfindlichkeit mit steigendem $HBV_{90\%}$ leicht steigt. Dies steht im Gegensatz zu dem in [6] für den EN-GJS-400-18-LT und EN-GJS-600-3

festgestellten Einfluss des statistischen Größeneinflusses auf die Mittelspannungsempfindlichkeit. Die Abnahme des Einflusses einer höheren Mittelspannungsempfindlichkeit in Bezug auf M‘ für den EN-GJS-450-18 und den EN-GJS-500-14 für die Proben aus der Wandstärke 200 mm steht ebenfalls im Gegensatz zu den in [6] erzielten Erkenntnissen am Kokillenguss.

Die Ergebnisse zeigen auf, dass die Mittelspannungsempfindlichkeit werkstoffabhängig ist sowie von weiteren Größeneinflüssen abhängt, die zu ermitteln und beschreiben sind. Dies steht entgegen der Annahme in [7], in der für GJS-Werkstoffe eine konstante Mittelspannungsempfindlichkeit M = 0,4 vorgeschlagen wird.

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

In den vorliegenden Untersuchungen wurden umfassende zyklische Werkstoffkennwerte für die beiden mischkristallverfestigten GJS-Sorten EN-GJS-500-14 und EN-GJS-450-18 ermittelt. Der Einfluss der Größeneinflüsse auf das zyklische Werkstoffverhalten wurde ermittelt und sowohl im HBV- als auch im Haigh-Diagramm graphisch dargestellt. Dabei konnte festgestellt werden, dass der spannungsmechanische Größeneinfluss eine deutliche Wechselwirkung mit den übrigen Größeneinflüssen aufzuzeigen scheint. In weiteren Untersuchungen sollen diesbezüglich Stützzifferdiagramme unter Einbeziehung der Spannungsgradienten abgeleitet werden, um dessen Einfluss, vor allem im Unterschied von großen zu kleinen Werkstoffproben, weitergehend beschreiben zu können. Die ermittelten Kennwerte und Zusammenhänge bilden eine vielversprechende Basis zur Ableitung von Bemessungsansätzen für die Auslegung von dickwandigen Komponenten aus mischkristallverfestigtem GJS.

Im nächsten Schritt werden die Kennwerte des EN-GJS-600-10 ermittelt, die Aufschlüsse darüber geben, ob die hier festgestellten Zusammenhänge und Auswirkungen von Größeneinflüssen auf das zyklische Werkstoffverhalten auch auf diesen Werkstoff übertragbar sind. Weiterhin werden begleitende Gefügeuntersuchungen durchgeführt, um die ermittelten Kennwerte den vorliegenden Gefügeparametern zuzuordnen.

Danksagung – Dieser Beitrag zeigt Ergebnisse des laufenden Forschungsvorhabens „Si-Guphit-B³“. An dieser Stelle sei dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) für die Förderung des Forschungsvorhabens (Förderkennzeichen 03EE2007A) gedankt, ebenso wie allen beteiligten Projektpartnern, welche durch ihre tatkräftige Unterstützung zum Erfolg des Projekts beitragen.

Literatur

[1] DIN EN 1563:2019-04 Gießereiwesen – Gusseisen mit Kugelgraphit, Deutsche Fassung EN 1563:2018

[2] K.-H. Kloos: Einfluss des Oberflächenzustandes und der Probengröße auf die Schwingfestigkeits-eigenschaften. VDI-Berichte Nr. 268 (1976), Darmstadt, S. 63-76

[3] R. Kuguel: A relation between theoretical stress concentration factor and fatigue notch factor de-duced from the concept of highly stressed volume. ASTM Proceedings (1961), S. 732-744

[4] K. Störzel, J. Baumgartner: Statistical evaluation of fatigue tests using maximum likelihood. Materials Testing 63 (2021) 8, S. 714-720

[5] J. Niewiadomski, C. Bleicher, H. Kaufmann: Auswirkung von Größeneinflüssen auf das zyklische Werkstoffverhalten von dickwandigem GJS. Tagung Werkstoffprüfung 2021, Stahlinstitut VDEH Düsseldorf, online, 2.-3. Dezember 2021

[6] J. Niewiadomski, C. Bleicher, H. Kaufmann: Influence of the Chill Casting Process on the Cyclic Material Behavior of Nodular Cast Iron. ISOPE, Proceedings of the Thirty-first (2021) International Ocean and Polar Engineering Conference Rhodes, Greece, June 20-25, 2021, S. 2404-2411

[7] Forschungskuratorium Maschinenbau (FKM): FKM-Richtlinie – Rechnerischer Festigkeitsnachweis für Maschinenbauteile. 7. Überarbeitete Ausgabe, VDMA Verlag, Frankfurt, 2020

Beurteilung des Einflusses von Strahlprozessen auf das zyklische Werkstoffverhalten von Gusseisen

Evaluation of the influence of shot peening processes on the cyclic material behavior of cast iron

J. Weichert, Fachgebiet Systemzuverlässigkeit, Adaptronik und Maschinenakustik SAM, Technische Universität Darmstadt
C. Bleicher, Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF

Kurzfassung – Im Rahmen des AiF-Forschungsvorhabens „Gusshaut“ wurde das Schwingfestigkeitsverhalten von Gusshautrandzonen an Biegeschwingproben aus Gusseisen mit Kugelgraphit (GJS) eingehend untersucht. In den Schwingfestigkeitsversuchen wurden zusätzlich Versuche an energiearm und energiereich gestrahlten Biegeproben durchgeführt, um in einem ersten Schritt das Potential des Strahlens auf die Schwingfestigkeit abschätzen zu können. Die Ergebnisse für die energiereich gestrahlten Proben legen dar, dass die Langzeitschwingfestigkeit für Wechselbeanspruchung ca. 40 % und für Zug-Schwellbeanspruchung um 26 % gesteigert werden konnte. Sogar das energiearme Strahlen konnte die Langzeitfestigkeit um jeweils 18 % und 16 % steigern. Auf Grundlage dieser Voruntersuchungen wurde das AiF-Forschungsvorhaben „StrahlGuss“ ins Leben gerufen, bei dem die Einflüsse unterschiedlicher Strahlverfahren und Strahlparameter auf die Reinigungs- und Verfestigungswirkung und das zyklische Verhalten von Bauteilen aus EN-GJS-400-15 sowie EN-GJL-250 zielgerichtet untersucht werden. Analog zum Vorhaben „Gusshaut“ werden auch bei „StrahlGuss“ verschiedene Oberflächenzustände beim Abguss gezielt eingestellt, um jetzt den zusätzlichen Einfluss einer gestrahlten Randzone mit in die Lebensdauerbewertung aufzunehmen. Parallel zu den Versuchen werden Eigenspannungstiefenverläufe an den gestrahlten Schwingproben erfasst, die weitere wertvolle Erkenntnisse über die Strahlprozesse liefern.

Stichwörter: Eisenguss, Strahlverfahren, Verfestigung, Eigenspannungen

Abstract – As part of the AiF research project "Gusshaut", the fatigue behavior of bending specimens with cast skin surface layers was investigated in detail. In the fatigue tests, additional tests were carried out on low and high intensity peened bending specimens in order to be able to estimate the potential of the blasting on the fatigue strength. The results for the high-intensity peened specimens indicate that the long cycle fatigue strength could be increased by about 40% for alternating stress and by 26% for tension-swell stress. Even low-intensity peening could increase the long cycle strength by 18% and 16%, respectively. On the basis of these investigations, the AiF research project "StrahlGuss" was initiated, in which the cleaning and hardening effects of shot peening processes and peening parameters are being investigated on components made of EN-GJS-400-15 and EN-GJL-250. The cyclic behavior is of special interest because residual stresses are being induced under the surface during the peening process which lead to considerably extensions of lifetime. Analogous to the "Gusshaut" project, different surface conditions are also set to include the additional influence of a blasted edge zone in the service life evaluation.

Keywords: cast iron, shot peening, hardening, residual stresses

1 Einleitung

In der industriellen Praxis gliedert sich im Gießereiablauf an das Entpacken der erstarrten Gussbauteile das Reinigungsstrahlen an, bei dem anhaftende Formstoffreste entfernt werden. Mitunter wird ein zusätzliches und definiertes Verfestigungsstrahlen nachgeschaltet. Die für die Strahlverfahren relevanten Maschinen- und Prozessparameter sind sehr zahlreich und damit auch die individuellen Parametereinstellungen, wie z. B. Strahldauer, Strahlintensität und Abwurfgeschwindigkeit. Diese beeinflussen die Randzoneneigenschaften des Bauteils, wie die Oberflächentopografie bzw. -textur, die Härte und den Eigenspannungszustand [1].

Während des Strahlprozesses werden die im Bauteil vorliegenden Zugeigenspannungen durch die Überlagerung der randnahen induzierten Druckeigenspannungen in das Innere des Bauteils verlagert [2]. Die Druckeigenspannungen entstehen aufgrund der Wechselwirkung zwischen den lokalen plastischen Verformungen der Randschicht, hervorgerufen durch das Kugelstrahlen, und den tieferliegenden, unbeeinflussten Bereichen. Der Verfestigungseffekt geht mit einer Steigerung der Schwingfestigkeit einher [3].

Im abgeschlossenen Forschungsvorhaben „Gusshaut“ (IGF Nr. 18976 N) [6] wurde die Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens von Gusshautrandzonen an Biegeschwingproben aus Gusseisen mit Kugelgraphit (GJS) untersucht. In den Schwingfestigkeitsversuchen wurden zudem Versuche an energiearm und energiereich gestrahlten Biegeproben durchgeführt, um den Einfluss des Strahlens auf die Festigkeit abschätzen zu können. In den Auswertungen konnte gezeigt werden, dass sich die Strahlprozesse im Vergleich zu den ungestrahlten Zuständen deutlich schwingfestigkeitssteigernd auswirken. Aufbauend zu diesen Voruntersuchungen wurde das Forschungsvorhaben „StrahlGuss“ ins Leben gerufen, in dem das Potential variierender Strahlparameter systematisch auf die Ermüdungsfestigkeit von Gusseisen mit Kugel- und Lamellengraphit eingehend untersucht wird. Analog zum abgeschlossenen „Gusshaut“ Vorhaben werden auch bei „StrahlGuss“ an den Versuchskörpern gezielt Randzonenzustände eingestellt, die in der industriellen Praxis typischerweise zur Anwendung kommen. Diese werden bei der Fertigung der Schwingproben berücksichtigt und im Strahlprozess gezielt verfestigt.

2 Voruntersuchungen

Zunächst wurde in Zusammenarbeit mit den teilnehmenden Unternehmen eine Feldstudie zu den eingesetzten Strahlbedingungen in der Praxis durchgeführt. Hierbei wurden in den Gießereien industrietypische Schleuderrad-Strahlverfahren im Hinblick auf das Reinigungsstrahlen auf ihre prozessbedingten Strahlparameter untersucht. Um die prozessbedingten Schwankungen der Strahlbehandlungen festzustellen, wurden nach DIN EN 1563 genormte Standard-Y_{IV}-Versuchskörper aus EN-GJS-400-15 und EN-GJL-250 hergestellt, vgl. **Bild 1**.

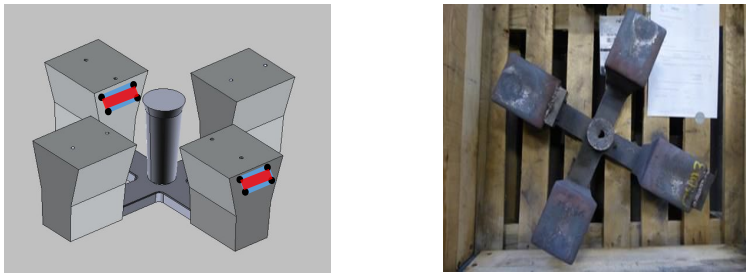


Bild 1: (links) CAD-Modell des Y_{IV} – Versuchskörpers, (rechts) Experimentell hergestellter Y_{IV} – Versuchskörper
Figure 1: (left) CAD model of the Y_{IV} – cast sample, (right) Experimentally manufactured Y_{IV} – cast sample

Durch die Verwendung eines konstanten Furanharz-Formstoffsystems und gleichbleibender Gießparameter, konnte beim Abguss eine einheitliche Gusshautrandzone eingestellt werden. An den Versuchskörpern wurden Almenplättchen-Halter angebracht, an denen normierte Almen-Teststreifen des Typs N mit 0,79 mm Dicke eingesetzt wurden. Im Strahldurchlauf stellt sich bei den Teststreifen eine Durchbiegung ein, die mit einer Almen-Messuhr bestimmt wird. Diese Verformung stellt ein Maß für die Strahlintensität dar, die wiederum verschiedene Parameter des Strahlprozesses, wie Auftreffwinkel sowie kinetische Energie und Härte des Strahlmittels, umfasst [5]. Gemäß der Literatur [2, 4] wirkt sich die Strahlin-

tensität auf die maximale Druckeigenspannung (DES) im Material aus, wohingegen die Strahldauer die DES in die Tiefe verlagert. **Tabelle 1** fasst die Prozessparametersätze der fünf unterschiedlichen Schleuderrad-Strahlanlagen der teilnehmenden Unternehmen zusammen. Die Varianten (Var) beziehen sich auf die betriebsinternen Maschineneinstellungen, mit denen standardgemäß verfahren wird.

Tabelle 1: Standardparametersätze der Schleuderrad-Strahlanlagen der teilnehmenden Unternehmen
Table 1: Sets of standard parameters of blast-wheel-systems of the project participants

Prozessparameter	**Einheit**	**Var 1**	**Var 2**	**Var 3**	**Var 4**	**Var 5**
Anzahl Schleuderräder	-	3	3	4	2	2
Antriebsleistung je Schleuderrad	kW	7,5	45	110	15	45
Drehzahl	U/min	2950	2450	2380	2800	3000
Strahlmitteldurchsatz je Schleuderrad	kg/min	124	600	871	130	360
Abwurfgeschwindigkeit	m/s	70	70	80	80	98
Strahlzeit	s	600	150	300	300	250

Nach den Voruntersuchungen in den Gießereien wurden die gestrahlten Y_{IV}-Versuchskörper wie auch die Almenplättchen weiter untersucht. Hierzu zählte beispielsweise die taktile Messung der Oberflächenrauheiten vor und nach dem Strahlen mit einem Hommel-Tester T8000. An jeweils einem Y_{IV}-Versuchskörper der Varianten wurden an vier Flächen insgesamt 40 Einzelmessungen durchgeführt. Die Messwerte wurden gemittelt, um einen repräsentativen Rauheitswert festzustellen. Die effektive Messtrecke betrug L_t=10 mm. **Tabelle 2** fasst die Messwerte zusammen, die an den gestrahlten Versuchskörpern erhoben wurden. Die Variante 0 kennzeichnet den ungestrahlten Rohgusszustand.

Tabelle 2: An gestrahlten Gusskörpern ermittelte Messwerte
Table 2: Measured values obtained on the blasted castings

Messwerte	**Einheit**	**Var 0**	**Var 1**	**Var 2**	**Var 3**	**Var 4**	**Var 5**
Mittlere Rauheit Rz	µm	190	93	92	84	82	91
Standardabweichung mittlere Rauheit	µm	37	16,4	19,2	18	12,8	10,6
Strahlintensität	mm(Al)	-	0,45	0,75	0,59	0,6	0,23
Mittlere Kornhärte des Strahlguts	HV1	-	410	410	490	540	410
Druckeigenspannung bei x = 0 mm	N/mm^2	-	-144	-123	-165	-104	-90
Druckeigenspannung bei x = 0,3 mm	N/mm^2	-	-369	-332	-235	-383	-211

Die Standardabweichungen der mittleren Rauheiten aller Varianten legt dar, dass sich die Abweichung der Messwerte auf einen geringen Bereich beschränkt. Dieses Ergebnis verdeutlicht, dass alle Seiten der Versuchskörper gleichmäßig bestrahlt wurden und der Strahlprozess weitestgehend homogen abgelaufen ist. Die mittleren Rauheiten sind im Vergleich zum Rohgusszustand im Mittel um mehr als 50 % gesunken.

Die Strahlintensität wurde über den Mittelwert beider Almen-Werte eines Versuchskörpers bestimmt. Die Strahlprozesse, die Almenwerte > 0,45 mm(Al) aufweisen, lassen sich in der industriellen Praxis als energiereich einordnen. Zur Bestimmung der Druckeigenspannungen 1. Art wurde jeweils ein Y_{IV}-Versuchskörper aller Varianten herangezogen. Die Messtiefen 0, 10, 25, 50, 100 und 300 µm wurden durch elektrolytische Materialabtragung an der Stirnfläche der Keile erzeugt. Über Röntgendiffraktion wurden das Eigenspannungstiefenprofil für die Längs- und Querrichtung (0° und 90°) bestimmt und gemittelt. In der **Tabelle 2** sind jeweils die DES an der Oberfläche und bei 0,3 mm Tiefe dargestellt. Bei allen Varianten wurde bei 0,3 mm die maximale DES gemessen. Hierbei werden DES in Höhe von bis zu -383 MPa für Untersuchungsvariante 4 ermittelt.

3 Schwingfestigkeitsversuche

Im Forschungsvorhaben „Gusshaut“ wurden Schwingfestigkeitsversuche an kugelgestrahlten Biegeproben mit Oberflächenrauheit durchgeführt, um das Potential des Strahlens auf die Festigkeit abzuschätzen. Hierfür wurden jeweils zwei Versuchsreihen im Schleuderradverfahren energiearm und energiereich gestrahlt, die anschließend unter den Spannungsverhältnissen $R_\sigma = -1$ und $R_\sigma = 0$ geprüft wurden. Die Strahlvorhaben wurden durch einen Projektpartner am Anlagentyp TIM mit einem Schleuderrad des Typs U70x500 durchgeführt. **Tabelle 3** zeigt die zugehörigen Strahlparameter für das definierte energiearme Strahlen mit einer gemessenen Strahlintensität von 0,2 mm(Al) und einem energiereichen Strahlen mit einer sehr hohen Intensität von 0,6 mm(Al).

Tabelle 3: Parametersätze für energiearmes und energiereiches Strahlen der Biegeschwingproben
Table 3: Parameter sets for low-energy and high-energy shot peening of bending specimens

Strahlparameter	Einheit	Energiearm	Energiereich
Gemessene Almenintensität	mm(Al)	0,2	0,6
Drehzahl	U/min	1500	2100
Strahlmitteldurchsatz	kg/min	254	254
Abwurfgeschwindigkeit	m/s	52	73
Strahlzeit	s	20	44

Bild 3 zeigt rechts den Versuchsaufbau, der in einer servohydraulischen 10 kN Prüfmaschine realisiert wurde. Links ist die verwendete Biegeprobengeometrie dargestellt. Die Krafteinleitung an der Biegevorrichtung wird über einen Hebelarm eingestellt, der effektiv von der Mitte des Kugelkopfes bis in die neutrale Faser der Probe läuft. Dieser wurde so bemessen, dass sich das Versagen auf der glatten Seite der Probe einstellt, auf der sich die Gusshautrandzone befindet. Die lokalen Beanspruchungen auf halber Probenhöhe liegen auf der glatten Seite um ca. 10 % höher als auf der gegenüberliegenden Seite. Die Beanspruchungsdifferenz wurde in einem Testdurchlauf mit unterschiedlichen Versuchsfrequenzen und Lastniveaus an einer mit DMS beklebten Probe bestätigt.

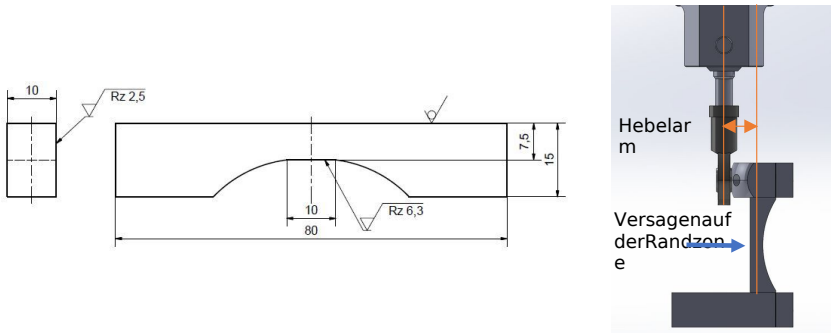


Bild 3: (links) Technische Zeichnung der Biegeprobe, (rechts) Biegevorrichtung
Figure 3: (left) CAD drawing of bending specimen, (right) Experimental setup

Bild 4 zeigt vier Wöhlerlinien aus kraftgeregelten Schwingfestigkeitsuntersuchungen unter Wechselbeanspruchung $R_\sigma = -1$ für eine Überlebenswahrscheinlichkeit von 50 %. Die Steigungen nach dem Abknickpunkt bei $N_\kappa = 10^6$ betragen $k^* = 98$. Die Versuche wurden an Biegeproben aus EN-GJS-400-15 aus den Variationen Grundwerkstoff, mit Rauheit, energiearm und energiereich gestrahlt durchgeführt. Es wird ersichtlich, dass die Schwingfestigkeit gegenüber den Biegeproben mit Oberflächenrauheit sowohl durch das energiearme wie auch energiereiche Strahlen deutlich angehoben wird. Bei dem energiearmen Strahlen kommt es zu einer Steigerung der Festigkeit um 18 % wohingegen bei dem energiereichen

Strahlen sogar eine Steigerung der Biegewechselfestigkeit von 41 % erreicht werden konnte. Bei den Schwingfestigkeitsversuchen unter Zug-Schwellbeanspruchung R_σ = 0 geht das energiearme Strahlen mit einer Festigkeitssteigerung von 16 % einher. Das energiereiche Strahlen hingegen erreicht eine Steigerung von 26 % [6].

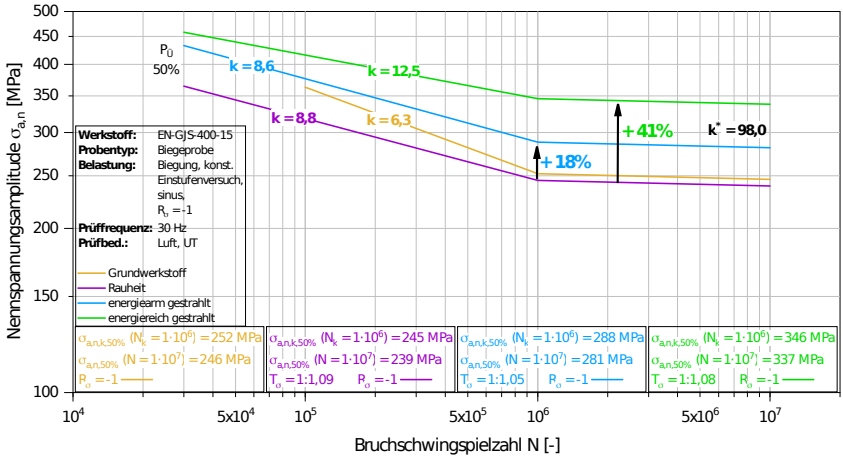


Bild 4: Wöhlerlinien aus kraftgeregelten Schwingfestigkeitsversuchen R_σ = -1von Biegeproben aus EN-GJS-400-15 Grundwerkstoff, mit Rauheit, energiearm und energiereich gestrahlt

Figure 4: Woehler curves of force-controlled fatigue tests R_σ = 1-of bending specimens made of EN-GJS-400-15 base material, with roughness, low and high energy shot peened

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Im Rahmen von Voruntersuchungen zum Forschungsvorhaben „StrahlGuss“ konnte eine Übersicht über industrietypische Schleuderrad-Reinigungsstrahlverfahren in den Gießereien gewonnen und diese gegeneinander eingeordnet werden. Die Zusammenhänge zwischen Maschinen- und Prozessparametern gemäß [2] konnten aufgrund der geringen Versuchsdaten und der hohen Streuung nicht nachgewiesen werden. Zudem sind die Strahlprozesse untereinander nur bedingt vergleichbar, da sowohl der Maschinentyp als auch die Maschineneinstellungen deutlich variierten. Diese Abweichungen werden Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

Im bereits abgeschlossenen Forschungsvorhaben „Gusshaut“ konnte nachgewiesen werden, dass der Einfluss der Strahlprozesse mit den Strahlintensitäten von 0,2 mm(Al) und 0,6 mm(Al) die Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Kugelgraphit maßgeblich erhöhen kann. Für die wechselbeanspruchten Biegeproben konnte die Festigkeit für den energiearm und den energiereich gestrahlten Zustand um 18 % bzw. 41 % gesteigert werden. Bei der Zug-Schwellbelastung konnte ein Zuwachs von 16 % und 26 % erzielt werden. Die Ergebnisse verdeutlichen, dass die an der Schleuderrad-Strahlanlage eingestellten Strahlintensitäten mit den Langzeitschwingfestigkeiten korrelieren und höhere Strahlintensitäten auch zu einer höheren Schwingfestigkeit führen. In weiteren systematischen Untersuchungen sollen nun umfangreichere Erkenntnisse zum Potential von Strahlprozessen auf die Ermüdungsfestigkeit von Gussbauteilen untersucht werden. Ziel der Schwingfestigkeitsuntersuchungen ist es, optimale Strahlparametersätze zu identifizieren, die maßgeblich zur Steigerung der Schwingfestigkeit beitragen. Hierzu wurden an den in den Gießereien gestrahlten Versuchskörpern Eigenspannungsverläufe über die Tiefenausdehnung ermittelt, um diese beispielsweise in die numerische Bauteilbewertung mit einfließen zu lassen. Darunter ist der Spitzenwert der Druckeigenspannung (DES) unter der Bauteiloberfläche zu zählen, der nach [2] po-

sitiv mit der Strahlintensität korreliert. Weiter korreliert die Strahldauer mit der Verschiebung des Spitzenwerts der DES in das Bauteilinnere. Diese Wechselbeziehungen zu bestätigen wird Gegenstand weiterer Strahl- sowie Schwingfestigkeitsuntersuchungen an Biegeproben mit unterschiedlichen Gusshautrandzonen sein.

In folgenden Arbeitsschritten werden nun, analog zum Vorhaben „Gusshaut“ bei „StrahlGuss“ Randschichtzustände an abgegossenen Versuchskörpern eingestellt, die in der industriellen Praxis üblich sind. Dabei werden unterschiedliche Oberflächenrauheiten, lokale Drosseinschlüsse, Penetrationen und Graphitentartungen berücksichtigt. In **Tabelle 4** ist eine Übersicht der geplanten Versuchsreihen für unterschiedlich stark ausgeprägte Rauheiten für den EN-GJS-400-15 Werkstoff dargestellt. Im ersten Schritt werden Schwingfestigkeitsversuche an allseitig bearbeiteten und anschließend gestrahlten Biegeproben ohne Randzoneneinfluss durchgeführt. Um zusätzlich den statistischen Größeneinfluss abzudecken, sind auch Versuche an mittleren und großen Proben vorgesehen. Da ein Strahlprozess von vielen Parametern abhängt, ergeben sich zahlreiche Parameterkonfigurationen. Die optimalen Strahlparametersätze für die abgearbeitete Randzone werden iterativ an bis zu 18 Versuchsreihen bestimmt. Diese werden anschließend für die weiteren Versuche mit Randzoneneinfluss verwendet.

Tabelle 4: Übersicht der geplanten Versuchsreihen für EN-GJS-400-15
Table 4: Overview of planned test series for EN-GJS-400-15

Randzone	Formgrund-stoff	Spannungs-verhältnis	Probengröße	Anzahl Versuchsreihen
Abgearbeitet	F32 (mittel)	R = -1	klein, mittel, groß	18
Mittlere Rauheit	F32 (mittel)	R = -1, R = 0	klein	2
Niedrige Rauheit	H00006 (fein)	R = -1, R = 0	klein	2
Hohe Rauheit	H00002 (grob)	R = -1, R = 0	klein	2

Den Abschluss des Forschungsvorhaben „StrahlGuss“ bildet die Entwicklung eines Bemessungskonzepts, in das die Ergebnisse der Schwingfestigkeitsversuche, der Gefügeuntersuchungen und der Eigenspannungen eingehen, um schließlich beliebige kugelgestrahlte Bauteile aus Gusseisen zu bemessen.

Danksagung – An dieser Stelle sei der AiF für die Förderung dieses Forschungsprojektes „Gusshaut“ (Förderkennzeichen 18976 N) und „StrahlGuss“ (Förderkennzeichen 21834 N) im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK, Berlin) gedankt.

Literatur

[1] Cherif, A.: Analyse und Beurteilung gekoppelter thermisch-mechanischer Prozesse zur Randschichtverfestigung. (Reihe: Forschungsberichte aus dem Institut für Werkstofftechnik, Metallische Werkstoffe der Universität Kassel, 12). Aufl. Kassel: Kassel Univ. Press, 2011

[2] OSK Kiefer GmbH Oberflächen- & Strahltechnik: Einflüsse auf Werkstoff und Bauteil durch Verfestigungsstrahlen

[3] Habschied, M.; Graaff, B. de; Klumpp, A.; Schulze, V.: Fertigung und Eigenspannungen*. In: HTM Journal of Heat Treatment and Materials, 70. Jg., 2015, Nr. 3, S. 111–121

[4] Schneidau, V.: Strahlen von Stahl. Reihe: Merkblatt 212 (2010)

[5] Horowitz, J.: Oberflächenbehandlung mittels Strahlmitteln: neue Schleuderradtypen. In: 1981

[6] Wagner, R.; Bleicher, C.; Kutz, A.: Charakterisierung variierter Randzonenzustände an Gusseisenbauteilen und Bewertung des Einflusses auf die Ermüdungsfestigkeit, Schlussbericht zu IGF-Vorhaben Nr. 18976 N

Bewertung der Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Lamellengraphit (GJL) anhand der Graphitmorphologie

Evaluation of the fatigue strength of lamellar graphite iron based on graphite morphology

A. Kansy[1], M. Kaynak[2], C. Bleicher[1], H. Kaufmann[1]
[1] Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt
[2] Gießerei-Institut, RWTH Aachen

Kurzfassung: Gusseisen mit Lamellengraphit (GJL) ist einer der wichtigsten Werkstoffe für zahlreiche Bauteile in PKW-, Nutzfahrzeug- und Schiffsmotoren, Energieerzeugungsaggregaten, Hydraulik- und Getriebegehäusen sowie Maschinenbetten. Die Eigenschaften des Werkstoffs werden maßgeblich durch die Graphitmorphologie bestimmt, die von der chemischen Zusammensetzung, der metallurgischen Prozessroute und den lokalen Abkühlbedingungen am Bauteil beeinflusst werden. Die fehlende Kenntnis über den Einfluss der lokalen Gefügeausbildung, insbesondere in Bezug auf die Graphitmorphologie, erschwert die Bemessung zyklisch beanspruchter Bauteile aus GJL und erschwert die konsequente Umsetzung des Leichtbaus durch eine erhöhte Werkstoffausnutzung. Um die Bauteilbemessung zu optimieren, muss es daher das Ziel sein, anhand geeigneter Parameter zur Beschreibung der Graphitmorphologie eine Abschätzung der lokalen, zyklischen Werkstoff- bzw. Bauteilbeanspruchbarkeit vorzunehmen. Für die Untersuchung werden Versuchskörper aus GJL mit der Graphitanordnung A abgegossen. Durch die Zugabe von Chrom und Kupfer wird innerhalb der Versuchskörper die Graphitpartikelgröße variiert. Zur Bestimmung der Schwingfestigkeit werden Rundproben aus den Versuchskörpern entnommen und kraftgeregelte Ermüdungsversuche durchgeführt. Mit einer digitalen Bildanalyse an metallographischen Schliffen, entnommen aus Ermüdungsproben, werden relevante Parameter zur Beschreibung der Graphitmorphologie von GJL ermittelt. Unter Verwendung statistischer Methoden wird anhand der gewonnenen Daten ein Bewertungskonzept entwickelt, das eine Abschätzung der lokalen Schwingfestigkeit des Bauteils in Abhängigkeit der Graphitmorphologie ermöglicht.

Stichwörter: Gusseisen mit Lamellengraphit, Schwingfestigkeit, Graphitmorphologie, Lamellenlänge

Abstract: Lamellar graphite iron (LGI) is one of the most important materials for numerous components in car, commercial vehicle and ship engines, power generation units, hydraulic and gearbox housings, and machine beds. The properties of the material are largely determined by the graphite morphology, which is influenced by the chemical composition, the metallurgical process route and the local cooling conditions on the component. The lack of knowledge about the influence of the local microstructure formation, especially regarding the graphite morphology, complicates the design of cyclically stressed components made of LGI and prevents the consistent implementation of lightweight design by increased material utilization. In order to optimize the component design, the aim must therefore be to estimate the local cyclic material and component strength using suitable parameters to describe the graphite morphology. For the investigation, blocks are cast from LGI with the graphite arrangement type A. The graphite particle size is varied within the blocks by adding either chromium or copper. To determine the fatigue strength, round specimens are removed from the blocks and stress-controlled fatigue tests are carried out. Digital image analyses on metallographic sections removed from fatigue specimens are used to determine relevant parameters for describing the graphite morphology of LGI. Using statistical methods, an evaluation concept is developed based on the data obtained, which enables the local fatigue strength of the component to be estimated as a function of the graphite morphology.

Keywords: grey cast iron, lamellar graphite iron, fatigue strength, graphite structure, lamella length

1 Einleitung

Die Bewertung der Schwingfestigkeit erfolgt in der Praxis meist nach der Zugfestigkeit gemäß der FKM Richtlinie [1]. Dazu werden Probekörper verwendet, die im Durchmesser der Wanddicke des Gussteils entsprechen, um vergleichbare Abkühlbedingungen zu

gewährleisten. In komplexen Gussbauteilen liegen meist unterschiedliche Wanddicken vor, wodurch die Abkühlgeschwindigkeiten lokal variieren, die wiederum maßgeblich die Graphitausprägung und somit die lokalen mechanischen Eigenschaften, insbesondere die zyklischen Eigenschaften, beeinflussen [2].

Ziel dieser Untersuchung ist es, anhand geeigneter Parameter zur Beschreibung der Graphitmorphologie die Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Lamellengraphit zu bewerten. Mit Bewertungskonzept soll es Konstrukteuren möglich sein, an großen Bauteilen mit unterschiedlichen Abkühlbedingungen durch Auswertung von leicht zu entnehmenden Metallographieproben die lokale Schwingfestigkeit zu beurteilen.

In früheren Untersuchungen wurde festgestellt, dass eine Korrelation der Schwingfestigkeit mit der durchschnittlichen Lamellenlängen besteht [3, 4]. Willidal [5] charakterisierte das Gefüge anhand der eutektischen Kornzahl, wodurch weitere entscheidende Gefügeparameter, wie die längste Sehnenlänge der Lamellen und die Teilchendichte indirekt mitberücksichtigt wurden. Eine Verringerung der Abkühlzeit durch Abgüsse von Versuchskörpern unterschiedlicher Wanddicke erhöhte deutlich die eutektische Kornzahl, wodurch die Zugfestigkeit und die Wechselfestigkeit stiegen. Buthmann [6] charakterisierte die Lamellenmorphologie anhand der Lamellendichte, wobei ein deutlicher Zusammenhang zur Abkühlgeschwindigkeit festgestellt wurde. Ein Zusammenhang zwischen der Lamellendichte und der auf die Zugfestigkeit normierten Wechselfestigkeit konnte nicht festgestellt werden.

2 Experimentelle Durchführung

Der Werkstoff EN-GJL-250 wurde in der Lamellenanordnung A durch Modifikation der chemischen Zusammensetzung in zwei Varianten hergestellt, die sich in der Feinheit der Graphitlamellen unterscheiden. Gemäß der Norm DIN EN 1563 wurden Gussproben in Form von Y4-Keilen mit einer Wanddicke von 75 mm in einem Abstand d von 160 mm mit Hilfe eines Mittelfrequenz-Induktionsofen gegossen (**Bild 1**).

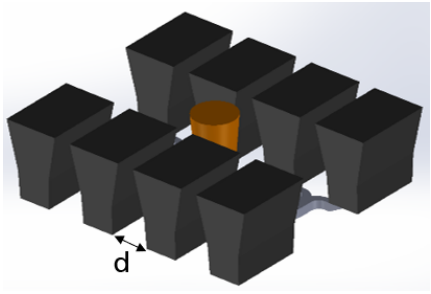


Bild 1: Gießsystem zur Einstellung von A-Graphit im GJL
Figure 1: Casting system for setting type A graphite in LGI

Um die Keimbildungsvoraussetzungen zu verbessern, wurde ein Mn/S-Verhältnis von ca. 4,3 gewählt. Zur Variation der beiden Versuchsreihen wurden den Schmelzen Chrom bzw. Kupfer zugegeben. Auf diese Weise kann die Graphitpartikelgröße des A-Graphits verändert werden, wodurch eine Feinung des Graphits durch Chrom [7] und eine Vergröberung durch Kupfer [8] hervorgerufen wird. Die Erzeugung von A-Graphit wurde durch eine Impfmittelmenge von 0,4 Gew.-% sichergestellt, wobei das Impfmittel unmittelbar vor dem Gießprozess in die Schmelze eingerührt wurde. Die chemische Zusammensetzung der beiden Versuchsreihen ist in **Tabelle 1** dargestellt.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung der untersuchten Versuchskörper
Table 1 Chemical composition of the examined cast samples

[Gew.-%]	C	Si	Mn	S	Sn	Cr	Cu
A-Graphit, fein (AF)	3,08	2,07	0,56	0,14	0,16	0,33	0,08
A-Graphit, grob (AG)	3,07	2,13	0,54	0,03	0,15	0,05	0,46

Die Entnahme der Proben aus den Versuchskörpern erfolgte gemäß des Entnahmeplans in **Bild 2**. Bei den entnommenen Schwingproben handelt es sich um ungekerbte Axialrundproben (Kerbfaktor K_t = 1,06) mit einem Durchmesser im Einspannbereich von 12 mm und einem Durchmesser im Prüfquerschnitt von 6 mm.

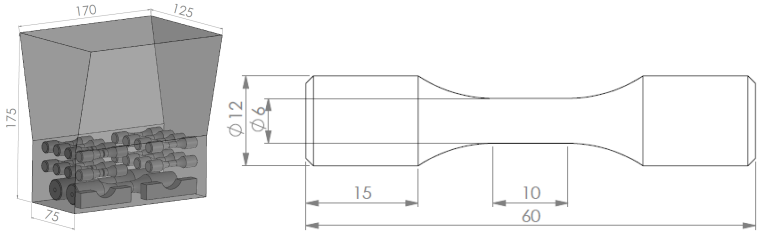


Bild 2: Links: Probenentnahmeposition; rechts: Probengeometrie der ungekerbten Rundprobe
Figure 2: Left: Sampling position; right: Specimen geometry of the unnotched round specimen

Die kraftgeregelten Schwingfestigkeitsuntersuchungen wurden auf elektrischen Resonanzprüfmaschinen bei Prüffrequenzen f zwischen 135 und 142 Hz und bei Raumtemperatur unter wechselnder Beanspruchung (R_σ = -1) bis zur Grenzschwingspielzahl $N_G = 1 \cdot 10^7$ durchgeführt. Bei Erreichen von N_G ohne Versagen gilt die Probe als Durchläufer, die anschließend mit einer erhöhten Spannungsamplitude beansprucht wird. Die Untersuchungsergebnisse wurden anschließend zur Ermittlung der zyklischen Werkstoffkennwerte ausgewertet und als Wöhlerlinien dargestellt. Die Auswertung erfolgte auf Basis der Maximum-Likelihood Methode [9]. Weiterhin wurde aufgrund geringer Probenanzahl für den Lebensdauerbereich nach dem Abknickpunkt in Anlehnung an [10] eine Neigung der Wöhlerlinie von k* = 44,9 für diesen Bereich angenommen, welche einem Spannungsabfall von 5 % pro Dekade entspricht.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Wöhlerversuche

Bild 3 zeigt die Wöhlerlinien der untersuchten Werkstoffvarianten A-Graphit, fein (AF) und A-Graphit, grob (AG). Je Variante wurden 18 Proben ermüdet.

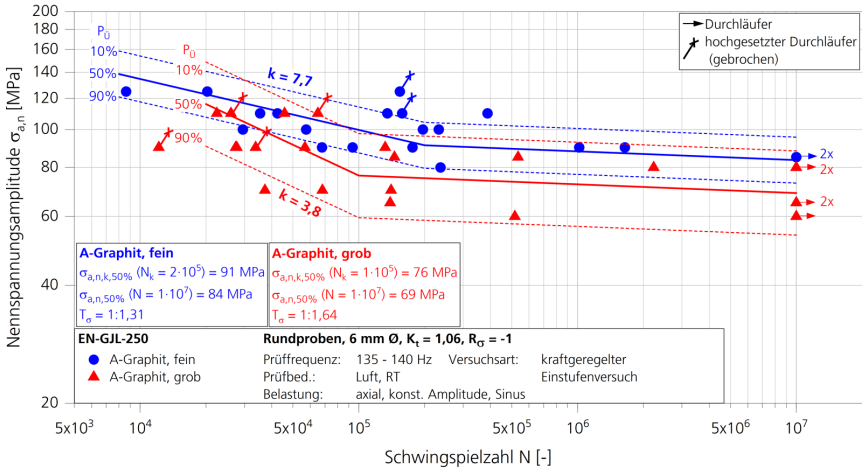


Bild 3: Wöhlerlinie A-Graphit, fein (blau) und A-Graphit, grob (rot) für R_σ = -1 und K_t = 1,06
Figure 3: S-N curve A-graphite, fine (blue) and A-graphite, coarse (red) for R_σ = -1 and K_t = 1,06

Das Streumaß für AF mit T_σ = 1:1,31 fällt deutlich geringer aus als das Streumaß für AG mit T_σ = 1:1,64. Die ermittelten Spannungsamplituden von AF liegen mit $\sigma_a(10^7)$ = 84 MPa ca. 20 % höher gegenüber denen von AG mit $\sigma_a(10^7)$ = 69 MPa. Darüber hinaus fällt die Wöhlerlinie von AG mit einer Neigung k von 3,8 deutlich stärker ab als AF mit einer Neigung k von 7,7. Die Abknickpunkte N_k liegen vergleichbar. Sowohl die höhere Streuung, die geringere Neigung als auch die geringere Spannungsamplitude von AG sind auf die variierte Graphitmorphologie zurückzuführen. Literaturwerte zu Spannungsamplituden bei R_σ = -1 aus [5] für Wanddicken von 40 mm und Probendurchmessern im Prüfbereich von 5 mm bei K_t = 1 betragen $\sigma_a(10^7)$ = 78 MPa und sind vergleichbar mit den hier erzielten Ergebnissen von A-Graphit, fein mit $\sigma_a(10^7)$ = 84 MPa.

Tabelle 2 stellt die Auswertung der Schwingfestigkeitsuntersuchungen zusammen.

Tabelle 2 Ergebnisübersicht der Wöhlerversuche bei einer Überlebenswahrscheinlich von $P_Ü$ = 50 %
Table 2 Result overview of the Woehler tests with a survival probability of $P_Ü$ = 50 %

Versuchsreihe	Lastverhältnis	Wöhlerlinienparameter				
		k	N_k	$\sigma_a(N_k)$ [MPa]	$\sigma_a(10^7)$ [MPa]	T_σ
A-Graphit, fein (AF)	R_σ = -1	7,7	$2 \cdot 10^5$	91	84	1,31
A-Graphit, grob (AG)		3,8	$1 \cdot 10^5$	76	69	1,64

Um die Ergebnisse der einzelnen Wöhlerversuche miteinander vergleichen zu können, werden die ermittelten Spannungsamplituden mit Formel (1) sowie der ermittelten Neigung k für $N_1 = 10^7$ berechnet. Für Werte im Zeitfestigkeitsbereich ($N<N_k$) wird zunächst die Spannungsamplitude bei N_k mit der Neigung k ermittelt und im nächsten Schritt mit k* der Wert für N_1 bestimmt:

$$\frac{N_2}{N_1} = \left(\frac{\sigma_{a,n,1}}{\sigma_{a,n,2}}\right)^k \quad \rightarrow \quad \sigma_{a,n,1} = \left(\frac{N_2}{N_1}\right)^{1/k} \cdot \sigma_{a,n,2} \qquad (1)$$

3.2 Gefügeauswertung

Proben zur metallographischen Untersuchung wurden aus den ermüdeten Schwingproben nahe der Bruchfläche entnommen und im Lichtmikroskop analysiert. **Bild 4** zeigt den Vergleich repräsentativer Gefüge der untersuchten Werkstoffvarianten. Die Bestimmung der Lamellenanordnung erfolgte gemäß EN ISO 945 [11] durch Vergleich mit Referenzbildern (s. **Bild 5**).

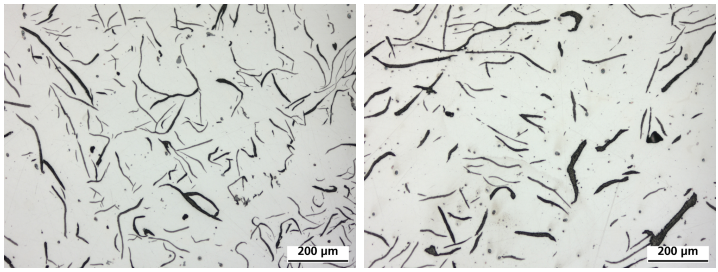


Bild 4: Lichtmikroskopische Gefügeanalyse; links: A-Graphit, fein; rechts: A-Graphit, grob
Figure 4: Light microscopic microstructural analysis; left: A-graphite, fine; right: A-graphite, coarse

Für die automatisierte Bildanalyse wurden 24 Proben (AF und AG je 12) verwendet. Für jede Probe wurden 10 Bilder bei 100-facher Vergrößerung aufgenommen und in Matlab mit einem entwickelten Tool anhand von 20 Parametern ausgewertet. Die verwendeten Parameter beschreiben Form und Größe der Graphitlamellen.



Bild 5: Lamellenanordnungen A bis E gemäß der EN ISO 945 [3]
Figure 5: Flake graphite configurations A to E according to EN ISO 945 [3]

3.3 Bewertungskonzept

Um die lokalen Schwingfestigkeiten anhand der Graphitmorphologie bewerten zu können, wurde ein Bewertungskonzept mit multipler linearer Regression unter Verwendung der ermittelten Gefügeparameter und den berechneten Spannungsamplituden bei $N = 10^7$ Schwingspielen erstellt. Hierfür wurden zunächst Lamellen mit einer Gesamtlänge kleiner als 10 µm herausgefiltert und dann die Mittelwerte der jeweiligen Parameter ermittelt. Die Ermittlung der relevanten Parameter erfolgte durch Ausschluss nichtsignifikanter Parameter (p-Wert <0,05) bei gleichzeitiger Maximierung des adjustierten Bestimmtheitsmaßes. Folgende Parameter wurden für das Bewertungskonzept verwendet:

- Quotient aus Gesamtlänge und der durchschnittlichen Lamellendicke (Länge/Dicke)
- minimaler Feret Durchmesser

Formel (2) beschreibt die ermittelte Regression zur Bewertung der Nennspannungsamplitude bei 10^7 Schwingspielen $\sigma_a(10^7)$ unter Verwendung der Gefügeparameter x_n und der Koeffizienten a_n, die in **Tabelle 3** hinterlegt sind.

$$\sigma_a(10^7) = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 \quad (2)$$

Tabelle 3: Ergebnis der Regressionsanalyse
Table 3: Result of the regression analysis

Bestimmtheitsmaß	**Adj. Bestimmtheitsmaß**	**Standardabweichung**	**Signifikanz**
0,70	0,68	±6,34	<0,001
Parameter	**Abschnitt**	**Länge/Dicke**	**Min. Feret Dm.**
	a_0	a_1	a_2
Koeffizient a_n	185,130	-3,104	-3,567
Standardabweichung	±24,142	±0,527	±1,396
Standardisierter Koeff.		-0,716	-0,310
p-Wert	<0,001	<0,001	0,018

Die Regressionsgleichung weist ein Bestimmtheitsmaß von 0,70 bzw. ein adjustiertes Bestimmtheitsmaß von 0,68 auf, was eine gute Bewertung der Schwingfestigkeit ermöglicht. Durch Einbeziehung weiterer Daten könnte das Bestimmtheitsmaß erhöht und die Genauigkeit des Konzepts verbessert werden. Die Standardabweichung für das Modell beträgt ±6,34 MPa. Die Signifikanz des Modells, bzw. der p-Wert der Koeffizienten gibt mit einem Wert zwischen 0 und 1 an, wie statistisch signifikant die Assoziation mit der Schwingfestigkeit ist, wobei die ermittelten niedrigen Werte für eine hohe Signifikanz stehen. Anhand des standardisierten Koeffizienten kann der Einfluss des jeweiligen Parameters auf das Ergebnis beurteilt werden. Der Parameter Länge/Dicke hat daher einen höheren Einfluss auf die ermittelte Schwingfestigkeit als min. Feret Durchmesser. Beide Parameter gehen mit einem negativen Vorzeichen in das Modell ein, was bedeutet, dass ein geringer Wert von Länge/Dicke und ein geringer min. Feret Durchmesser mit einer hohen Schwingfestigkeit einhergehen.

Zur Verifizierung der Regressionsanalyse wurden Untersuchungen an vier Proben aus einem Getriebegehäuse aus EN-GJL-250 mit reinem A-Graphit durchgeführt und die Ergebnisse mit der ermittelten Regressionsgleichung ausgewertet. Die Entnahme der Ermüdungsproben erfolgte aus einem Bereich mit einer Wanddicke von 18 mm. Die chemische Zusammensetzung sowie die Graphitausprägung unterscheiden sich teilweise deutlich von den Versuchskörpern. Neben der durch das Bewertungskonzept ermittelten Schwingfestigkeit wird die Schwingfestigkeit nach FKM-Richtlinie [1] mit der Formel

$$\sigma_{a,n} = 0{,}34 \cdot R_m \quad (3)$$

anhand der Zugfestigkeit abgeschätzt. Die Zugfestigkeit wurde durch vier Zugversuche bestimmt. Die Ergebnisse der Verifizierung sind in **Tabelle 4** dargestellt.

Tabelle 4: Verifizierung des Konzepts an einem Realbauteil
Table 4: Verification of the concept on a part

	Probe					
	V01	**V02**	**V03**	**V04**	**Mittelwert**	**Abweichung**
Versuchsergebnis $\sigma_a(10^7)$ [MPa]	87	82	90	103	91	
Bewertungskonzept $\sigma_a(10^7)$ [MPa]	98	79	99	102	94	+ 3 %
FKM [MPa]					94	+ 3 %

Das Bewertungskonzept zeigt bei V01 und V03 Abweichungen von 13 % bzw. 10 %, jedoch können der niedrige Wert von V02 und der hohe Wert von V04 sehr gut anhand der Graphitmorphologie bewertet werden. Der Mittelwert der Ergebnisse stimmt überein mit der Abschätzung gemäß der FKM-Richtline unter Verwendung der Zugfestigkeit.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Untersuchung wurde die Schwingfestigkeit von EN-GJL-250 (A-Graphit) anhand gegossener Versuchskörper bestimmt und der Zusammenhang mit der Graphitmorphologie hergestellt. Durch multiple lineare Regression wurde ein Bewertungskonzept für Gusseisen mit Lamellengraphit mit der Graphitanordnung A entwickelt, das die Bewertung der lokalen Schwingfestigkeit anhand der Gefügeparameter Länge/Dicke und min. Feret Durchmesser ermöglicht. Zur Optimierung des Bewertungskonzepts sind weitere Untersuchungen an Gefügen notwendig, die sich in der Größe und Form der Graphitpartikel unterscheiden.

Literatur

[1] FKM-Richtlinie, 2020

[2] W. Bauer: Gusseisen mit Lamellengraphit: Metallurgie, Gefüge- und Werkstoffkunde von Grauguss für Anwender, Österreichisches Gießereiinstitut, Leoben, 2013

[3] A. Kansy, et al.: Untersuchung des zyklischen Werkstoffverhaltens von Gusseisen mit Lamellengraphit in Abhängigkeit der prozessbedingten Graphitmorphologie. In: Langer, J.B., Wächter, M. (Hrsg.): Werkstoffe und Bauteile auf dem Prüfstand. Prüftechnik - Kennwertermittlung - Schadensvermeidung, Tagungsband Werkstoffprüfung 2020, DVM e.V., Berlin 2020, S. 99-104

[4] A. Kansy, et al.: Correlation of Graphite Morphology and Mechanical Properties in Grey Cast Iron. SPCI-XII, Muroran, 2021

[5] T. Willidal: Spannungs-/Dehnungs-Verhalten und Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Lamellengraphit, Österreichisches Gießereiinstitut, Leoben, 2007

[6] S. Buthmann: Quantifizierung des statistischen und technologischen Größeneinflusses auf die Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Lamellengraphit. Schlussbericht AiF-Projekt 16631 N, Aachen, 2014

[7] M. Soinski, et al.: Einfluss von Aluminium und Chrom auf die mechanischen und physikalischen Eigenschaften von Gusseisen mit Lamellengraphit. Giessereitechnik (1987)

[8] H. Cornelius: Kupfer im technischen Eisen, Springer Berlin Heidelberg, 1940, S. 218-219

[9] K. Störzel, J. Baumgartner: Statistical evaluation of fatigue tests using maximum likelihood. Materials Testing 63 (2021), S. 714-720

[10] C. M. Sonsino: Dauerfestigkeit – Eine Fiktion. Konstruktion 4 (2005), S. 87-92

[11] DIN EN ISO 945-1, Mikrostruktur von Gusseisen – Teil 1: Graphitklassifizierung durch visuelle Auswertung (ISO 945-1:2008 + Cor. 1:2010)

Bewertung des Einflusses von Reparaturschweißungen auf das zyklische Werkstoffverhalten von dickwandigem Gusseisen mit Kugelgraphit

Evaluation of the influence of repair welds on the cyclic material behavior of thick-walled nodular cast iron

C. Bleicher, S. Schönborn, Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF

Kurzfassung – Große Gussbauteile aus Gusseisen mit Kugelgraphit für Windenergieanlagen und die Schwerindustrie sind in der Regel nicht völlig frei von lokalen Werkstoffungänzen. Dabei wirken sich insbesondere lokale Ungänzen an der Bauteiloberfläche negativ auf die Lebensdauer aus, wenn hohe Beanspruchungen an der Oberfläche und scharfe Kerben oder Spannungsgradienten aus den Ungänzen resultieren bzw. mit diesen interagieren. Die Gießereien sind bestrebt, ihren Bauteilausschuss zu reduzieren, insbesondere, wenn es sich um Windenergiekomponenten mit Massen bis zu mehreren 10 Tonnen handelt. Eine Maßnahme hierzu besteht darin, die Ungänzen und deren Auswirkungen auf die Bauteillebensdauer durch ein definiertes Ausarbeiten und anschließendes Reparaturschweißen zu beseitigen. Im Rahmen des Forschungsprojektes „nodularWELD“ werden daher die Möglichkeiten des Schweißens von EN-GJS-400-18LT sowie EN-GJS-450-18 untersucht. Nach einem Schweißprozess mit verschiedenen Schweißelektroden an großen Gussblöcken mit Ungänzen wird das zyklische Werkstoffverhalten des Grundwerkstoffs, der Wärmeeinflusszone und des Schweißnahtwerkstoffs ermittelt. Zusätzlich werden integrale Proben untersucht, die quer über den Grundwerkstoff, die Wärmeeinflusszone und den Schweißnahtwerkstoff entnommen wurden. Die Ergebnisse dienen dazu, das zyklische Materialverhalten des Gussbauteils zu bestimmen und im weiteren Verlauf des Projekts ein Konzept zur Lebensdauerbewertung für die Praxis zu erarbeiten.

Stichwörter: Reparaturschweißung, Gusseisen mit Kugelgraphit, Windenergie, Großguss

Abstract – Large cast components made of nodular cast iron for wind turbines and heavy industry are generally not completely free of local material defects. In particular, local discontinuities on the component surface have a negative effect on lifetime if high stresses on the surface and sharp notches or stress gradients result from the discontinuities. Foundries are striving to reduce their component scrap, especially when it comes to wind energy components with masses of up to several 10 tons. One measure to achieve this is to eliminate the discontinuities and their effects on component service life by means of defined machining and subsequent repair welding. Therefore, the research project "nodularWELD" investigates the possibilities of welding EN-GJS-400-18LT as well as EN-GJS-450-18. After a welding process with different welding electrodes on large cast blocks with discontinuities, the cyclic material behavior of the base material, the heat affected zone and the filler metal will be determined. In addition, integral specimens removed across the base metal, the heat transfer zone and the filler metal are investigated. The results will be used to determine the cyclic material behavior of the cast component and, in the further course of the project, to develop a lifetime assessment concept for practical use.

Keywords: Repair welding, nodular cast iron, wind energy, thick-walled castings

1 Einleitung

Für den Einsatz in der Windkraftindustrie zeichnet sich Gusseisen mit Kugelgraphit (GJS) insbesondere durch die hohen vergießbaren Wanddicken, die große Spanne an Werkstofffestigkeiten und die gute Gießbarkeit aus. Allerdings treten auch hier lokal immer wieder Ungänzen im Gefüge auf, die bei randnaher Lage zur Reduktion der Bauteilbeanspruchbarkeit führen. Zertifizierungsorgane fordern daher in aller Regel das Ausarbeiten entsprechender Ungänzenbereiche, auch wenn dies mit einem hohen Nacharbeitsaufwand verbunden ist. Dabei führt dieses Vorgehen dazu, dass häufig Wandmindeststärken unterschritten werden und die lokal teilweise nur wenige cm großen, ausgearbeiteten Bereiche zum Ausschuss des Bauteils führen. Eine Möglichkeit dies zu umgehend bietet das arteigene und

artfremde Schweißen dieser Bauteilbereiche. Da das Schweißen von Gusseisen mit Kugelgraphit zwar technisch möglich ist, jedoch bisher nicht durch Abnahmerichtlinien der Zertifizierungsorgane geduldet wird, wurde im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen sowohl die Schweißbarkeit als auch die resultierende Werkstofffestigkeit für die GJS-Werkstoffe EN-GJS-400-18LT sowie EN-GJS-450-18 eingehend untersucht. Ziel der Untersuchungen ist es, je Werkstoff ein geeignetes Schweißverfahren zu identifizieren, das insbesondere in Gießereien und ggf. auf Baustellen für Windkraftanlagen Anwendung finden kann, die quasistatische sowie zyklische Beanspruchbarkeit der geschweißten Bereiche zu bewerten und zudem die Grundlagen für eine einfache Bemessung von Bauteilbereichen mit Schweißungen zu schaffen.

2 Werkstoffe und Schweißungen

Im Rahmen der Untersuchungen wurden mehrere Gussplatten mit einer Wanddicke von 200 mm durch die beteiligten Gießereien aus EN-GJS-400-18LT sowie EN-GJS-450-18 abgegossen. Hieraus wurden Schwingproben ohne Schweißung zur Ermittlung der Festigkeit des Grundwerkstoffs als Referenz für die weiteren Untersuchungen entnommen, **Bild 1**. An weiteren Gussplatten wurden Nuten eingefräst, die die in der Serie herausgearbeitete Ungänzenbereiche repräsentieren, die anschließend zugeschweißt wurden, **Bild 1**. Um die Schweißungen zu realisieren, wurden zunächst mit Projektpartnern quasi-statische Werkstoff-Voruntersuchungen an Proben mit Schweißungen durchgeführt, um die geeigneten Schweißzusatzwerkstoffe zu identifizieren. Dabei wurde gezielt auf das Elektrodenschweißen mit Warm- und Kaltschweißverfahren zurückgegriffen, da insbesondere die Kaltschweißung sehr einfach und nahezu überall durchgeführt werden kann. Bei den Voruntersuchungen an unterschiedlichen warm und kalt verschweißten Zusatzwerkstoffen zeigte sich, dass insbesondere bei den Kaltschweißverfahren mit den Elektroden CastoMag 45640 Ti (EN-GJS-400-18LT) sowie EnDo Tec Do 23 (EN-GJS-450-18) sehr gute Ergebnisse erzielt wurden, sodass mit diesen die weiteren Untersuchungen durchgeführt werden konnten. Nach den Schweißungen wurden Axialschwingproben aus den geschweißten Bereichen entnommen, **Bild 2**. Dabei wurden die Schwingproben sowohl in Länge der Schweißnaht aus der Schweißnaht (Schweißnahtwerkstoff), der Wärmeeinflusszone, aus dem Grundwerkstoff neben der Schweißnaht sowie auch als integrale Schwingproben quer über die Schweißnaht entnommen. Letztere umfassen damit im Prüfbereich der Schwingproben sowohl den Grundwerkstoff, die Wärmeeinflusszone wie auch den Schweißnahtwerkstoff, **Bild 2**.

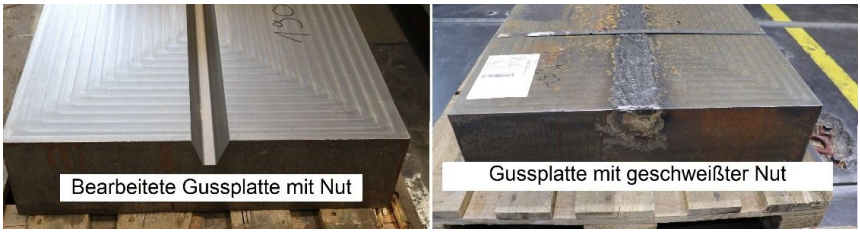


Bild 1: Links: Gussplatte mit vorbereiteter, gefräster Nut für die Reparaturschweißung; rechts: Gussplatte geschweißt vor der Probenentnahme
Figure 1: Left: Cast plate with milled groove for welding; right: cast plate welded before specimen removal

Nach der Entnahme der Schwingproben wurden diese zunächst radiographisch untersucht, um auftretende Ungänzen im Bereich der Schweißung zu identifizieren. In **Bild 3** ist beispielhaft ein digitalisiertes Röntgenbild dargestellt, das teilweise Poren im Bereich der Schweißnaht zeigt. Zudem zeigt **Bild 3** eine gebrochene Schwingprobe mit einer solchen Pore im Prüfquerschnitt der Schwingprobe.

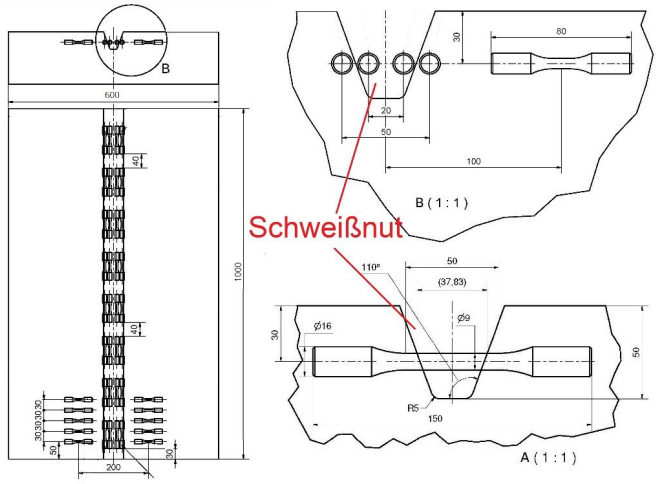


Bild 2: Links: Probenlage der Axialproben; rechts, oben: Entnahmesituation der Axialproben aus Grundwerkstoff, Wärmeeinflusszone und Schweißnahtwerkstoff; rechts, unten: Entnahmesituation der axialen Integralschwingproben

Figure 2: Left: Removal plan of axial specimens; right, upper: removal situation of axial specimens from base material, heat affected zone and welding filler; right, lower: removal situation of axial integral specimens

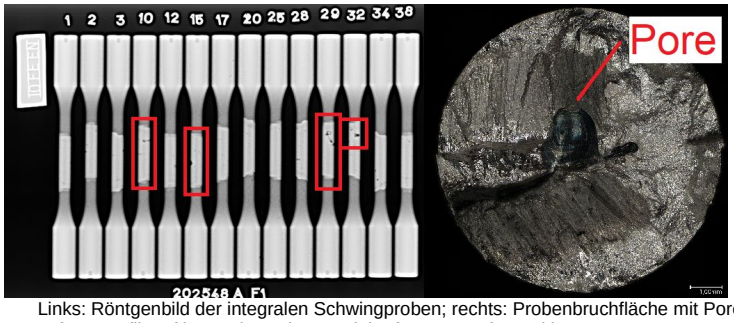


Bild 3: Links: Röntgenbild der integralen Schwingproben; rechts: Probenbruchfläche mit Pore

Figure 3: Left: X-ray film of integral specimens; right: fracture surface with pore

3 Schwingfestigkeitsuntersuchungen

Nachfolgend wurden spannungs- und dehnungsgeregelte Schwingfestigkeitsuntersuchungen bei den Lastverhältnissen R_σ = -1, R_σ = 0 und R_ε = -1 auf elektrischen sowie servohydrau-lischen Schwingprüfmaschinen bis zu einer Grenzschwingspielzahl $N_G = 1 \cdot 10^7$ oder bis zum Anriss der Proben durchgeführt. Die Auswertung der dehnungsgeregelten Schwingfestigkeitsuntersuchungen erfolgte anhand [1, 2, 3, 4, 5, 6] sowie diejenigen der spannungsgeregelten nach [7]. Beispielhaft zeigt **Bild 4** die Spannungswöhlerlinien für die Integralschwingproben beim Spannungsverhältnis R_σ = -1. Eine Zusammenfassung der ermittelten Schwingfestigkeitskennwerte unter Spannungsregelung für alle durchgeführten Werkstoffuntersuchungen zeigt **Tabelle 1**. Es zeigt sich, dass insbesondere durch die Schweißung die Schwingfestigkeit, ermittelt an den Integralschwingproben, deutlich gegenüber der des Grundwerkstoffs absinkt. Dies betrifft beide Werkstoffe sowie Spannungsverhältnisse. So re-

duziert sich die zyklische Beanspruchbarkeit im integralen Werkstoffzustand für den EN-GJS-400-18LT auf nur noch 63 % bei R_σ = -1 sowie 68 % bei R_σ = 0. Für den EN-GJS-450-18 (Wöhlerlinie nicht dargestellt) reduzieren sich die zyklischen Beanspruchbarkeiten sogar auf lediglich 27 % bei R_σ = -1 sowie 23 % bei R_σ = 0 bei jeweils N_G. Gleichzeitig verlaufen die Neigungen k im Bereich der Zeitfestigkeit für beide geschweißte Werkstoffzustände unter Wechselbeanspruchung, R_σ = -1, deutlich steiler, was auch auf den erhöhten Anteil an Poren und damit innere Kerben zurückzuführen ist. Parallel dazu steigt das Streumaß T_σ durch die vorliegenden Ungänzen deutlich an. So überschreitet der integrale Werkstoffzustand das für die Bemessung von dickwandigem Eisenguss typische Streumaß von T_σ = 1:1,30 deutlich, **Tabelle 1**.

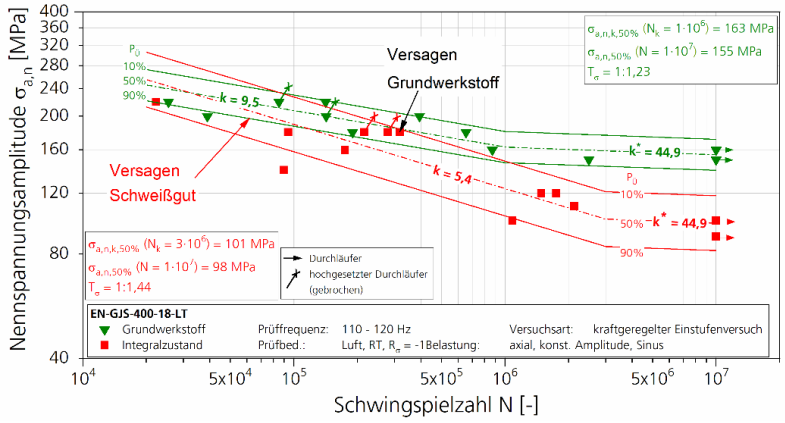


Bild 4: Schwingfestigkeit des EN-GJS-400-18LT für den Grundwerkstoff sowie den integralen Werkstoffzustand
Figure 4: Fatigue strength of EN-GJS-400-18LT for the base and integral material state

Tabelle 1 Ermittelte Schwingfestigkeiten
Table 1 Determined fatigue strength

Werkstoff	Zustand	Lastverhältnis R_σ	Neigung k	Abknickpunkt (×10⁵)	Nennspannungsamplitude bei N_G für $P_Ü$ = 50 %	Streumaß T_σ
EN-GJS-400-18LT	Grundwerkstoff	-1	9,5	10	155	1:1,23
		0	5,6	3	99	1:1,13
	Integralzustand	-1	5,4	3	98	1:1,44
		0	5,8	10	67	1:1,37
EN-GJS-450-18	Grundwerkstoff	-1	9,4	20	171	1:1,18
		0	14,7	20	125	1:1,20
	Integralzustand	-1	5,8	10	46	1:1,29
		0	8,5	20	29	1:1,36

Im Rahmen der dehnungsgeregelten Schwingfestigkeitsversuche wurden sowohl die Axialschwingproben aus dem Schweißnahtwerkstoff, dem Grundwerkstoff und der Wärmeeinflusszone sowie die Integralschwingproben im Hinblick auf das elasto-plastische und transiente Werkstoffverhalten untersucht.

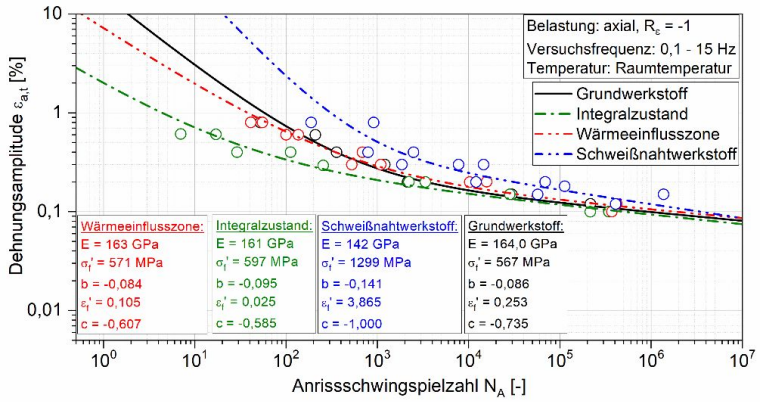


Bild 5: Ermittelte Dehnungswöhlerlinien des EN-GJS-400-18LT
Figure 5: Determined strain-life curves of the EN-GJS-400-18LT

Tabelle 2 Ermittelte Kennwerte aus den dehnungsgeregelten Schwingfestigkeitsuntersuchungen
Table 2 Determined parameters from the strain controlled fatigue tests

Zustand	E-Modul [GPa]	quasi-statische Streckgrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	zyklische Streckgrenze $R_{p0,2}'$[MPa]	Verfestigungskoeffizient K'[MPa]	Verfestigungsexponent n'[-]	zyklischer Spannungskoeffizient σ_f'[MPa]	zyklischer Dehnungskoeffizient ε_f'[-]	zyklischer Spannungsexponent b [-]	zyklischer Dehnungsexponent c [-]
	EN-GJS-400-18LT								
Grundwerkstoff	164	245	316	621	0,109	567	0,253	-0,086	-0,735
Wärmeeinflusszone	163	243	327	469	0,058	571	0,105	-0,084	-0,607
Schweißnahtwerkstoff	142	400	420	823	0,108	1299	3,865	-0,141	-1,000
Integralzustand	161	290	375	656	0,090	597	0,025	-0,095	-0,585
	EN-GJS-450-18								
Grundwerkstoff	168	278	403	625	0,071	704	0,128	-0,089	-0,655
Wärmeeinflusszone	168	305	406	769	0,103	791	2,102	-0,098	-1,027
Schweißnahtwerkstoff	148	380	405	586	0,060	1188	0,291	-0,127	-0,630

Bild 5 fasst die ermittelten Dehnungswöhlerlinien für die untersuchten Werkstoffzustände zusammen. Es zeigt sich, dass sowohl im Bereich der Kurz- bis hin zur Langzeitfestigkeit die Schwingfestigkeit des Werkstoffes der Wärmeeinflusszone vergleichbar ist zu der des Grundwerkstoffes. Jedoch weicht insbesondere der integrale Werkstoffzustand im Bereich der Kurzzeitfestigkeit deutlich in Richtung kürzerer Lebensdauern ab, während der Schweißnahtwerkstoff durchweg die höchste Schwingfestigkeit zeigt.

Die Zusammenfassung der ermittelten dehnungsbasierten Werkstoffkennwerte für beide Werkstoffe, ohne die des Integralzustandes des EN-GJS-450-18, zeigt **Tabelle 2**. Auffällig

ist hierbei insbesondere die meist sehr deutliche zyklische Verfestigung, die sich aus der Gegenüberstellung der Kennwerte der quasi-statischen und zyklischen Streckgrenzen ergibt. Ebenso interessant ist der deutlich reduzierte Elastizitätsmodul E, der sich im Bereich des Schweißnahtwerkstoffes in beiden Schweißzuständen ergibt. So ist dieser gegenüber dem nominellen Elastizitätsmodul E von 164 bzw. 168 GPa des Grundwerkstoffs auf 142 bzw. 148 GPa für den mit CastoMag 45640 Ti geschweißten EN-GJS-400-18LT bzw. EnDo Tec Do 23 geschweißten EN-GJS-450-18 reduziert. Dies ist in Anlehnung an Ergebnisse aus [6] mit dem Vorhandensein von lokalen Schweißungänzen, also Poren und Lunkern, erklärbar, die die Steifigkeit des Werkstoffes herabsetzen. Grundsätzlich zeigen jedoch beide Schweißnahtwerkstoffe gefolgt vom integralen Werkstoffzustand die höchsten Festigkeiten anhand der zyklischen Spannungs-Dehnungskurven im Vergleich zu Grundwerkstoff und Wärmeeinflusszone.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die gezeigten Untersuchungen geben einen ersten Eindruck von der Festigkeit zyklisch beanspruchter, geschweißter Bauteilbereiche im dickwandigen Eisenguss. Dabei zeigt sich, dass grundsätzlich mit geeigneten Verfahren dickwandiger GJS geschweißt werden kann, wobei sich in der Schweißnaht Poren und Lunker bilden, die die Schwingfestigkeit lokal reduzieren. Dabei kann für den EN-GJS-400-18LT mit einer hohen Schwingfestigkeit im integralen Werkstoffzustand sowie mit einer hohen Festigkeit (Spannungs-Dehnungskurve) im Bereich des Schweißnahtwerkstoffes gerechnet werden.

Mit den abgeleiteten, zyklischen Werkstoffkennwerten kann im Fall einer lokal aufgetretenen und durch Schweißen reparierten großen Ungänze am Bauteil eine lokale Bauteilbeanspruchbarkeit numerisch bewertet werden. Sowohl für einen spannungs- wie auch dehnungsbasierten Ansatz liegen damit entsprechende Kennwerte vor. In weiteren Schritten wird nun noch ein rein perlitischer EN-GJS-700-2 geschweißt und den komplementären Untersuchungen zugeführt. Anschließend wird ein Bauteilbewertungskonzept erarbeitet, um anhand der gewonnenen Ergebnisse aus nodularWELD eine Bemessung beliebiger, geschweißter Bauteilbereiche zu ermöglichen.

Danksagung – An dieser Stelle sei dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die Förderung des Forschungsprojekts „nodularWELD“ (Förderkennzeichen 020E-100499573 und 0324273A) gedankt. Ein Dank geht ebenso an die beteiligten Projektpartner, die durch ihre Teilnahme und tatkräftige Unterstützung zum Erfolg des Projektes beitragen.

Literatur

[1] L. A. Coffin: A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. Trans. ASME, Nr. 76, 1954, S. 931 – 950

[2] S. S. Manson: Fatigue: A complex subject – some simple approximations. Experimental Mechanics, 5, Nr. 7, 1965, S. 45 – 87

[3] O. H. Basquin: The exponentional law of endurance tests. American Society Test, Materials Proceedings, Nr. 10, 1910, S. 625 – 630

[4] J. D. Morrow: Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals, ASTM STP 378, American Society for Testing and Materials, 1965, S. 45 – 87

[5] W. Ramberg, W. R. Osgood: Description of stress–strain curves by three parameters. NACA Techn. Rep. 902, NACA, 1943

[6] C. Bleicher: Ein Beitrag zur Beurteilung der Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Kugelgraphit mit besonderer Berücksichtigung der Auswirkungen von Lunkern auf die Bauteillebensdauer, Dissertation, Technische Universität Darmstadt, Fraunhofer LBF, Darmstadt, LBF-Bericht FB-246, 2016, ISBN 978-3-8396-1048-0.

[7] K. Störzel, J. Baumgartner: Statistical evaluation of fatigue tests using maximum likelihood. Materials Testing 63 (2021) 8, S. 714-720

Bewertung von Einflussgrößen auf die Streuung der Schwingfestigkeit

Evaluation of influencing variables on the scatter of fatigue strength

M. Jensen[1], M. Wächter[1], P. Yadegari[2], A. Esderts[1]
[1]Institut für Maschinelle Anlagentechnik und Betriebsfestigkeit, TU Clausthal
[2]Institut für Stahlbau und Werkstoffmechanik, TU Darmstadt

Kurzfassung – In diesem Beitrag wird eine Methodik zur Simulation der Schwingfestigkeit und ihrer Streuung vorgestellt. Für die rechnerische Bestimmung der Streuung der Langzeitfestigkeit wird ein vorhandenes Berechnungsmodell analysiert und hinsichtlich ihrer Eingabegrößen ausgewertet. Den Eingabegrößen, die eine Streuungen aufweisen können, werden Verteilungen zugeordnet. Mit Hilfe einer Monte-Carlo-Simulation können basierend auf den Verteilungen der Eingangsparameter synthetische Bauteile erstellt werden, die zu unterschiedlichen Wöhlerlinien führen. Die rechnerisch bestimmte Langzeitfestigkeit wird auf ihre Verteilung und Streuung untersucht und mit einer Versuchsdatenbank mit 192 Versuchen im Langzeitfestigkeitsbereich validiert. Die Langzeitfestigkeit als auch deren Streuung kann mit geringen Abweichungen zum Experiment rechnerisch ermittelt werden.

Stichwörter: Monte-Carlo-Simulation, Rechnerische Schwingfestigkeit, Schwingfestigkeitsstreuung

Abstract – This paper presents a methodology for the simulation of the fatigue strength and its scatter. For the computational determination of the scatter of the fatigue strength, a existing calculation model is analysed and evaluated with regard to their input variables. Distributions are assigned to the input variables that can exhibit scatter. With the help of a Monte Carlo simulation, synthetic components can be created based on the distributions of the input parameters, which lead to different Wöhler curves. The mathematically determined fatigue strength is examined for its distribution and scatter and compared with a test database of 192 tests in the fatigue strength range. The fatigue strength as well as its scatter can be determined mathematically with small deviations from the experiment.

Keywords: Monte Carlo simulation, analytical fatigue strength, scatter of fatigue strength

1 Einleitung

Die Schwingfestigkeit zyklisch belasteter Bauteile unterliegt einer erheblichen Streuung [Müll 15, Haib 06, Aden 01]. Diese wird durch Streuungen in Geometrie, Material und Belastung des Bauteils hervorgerufen [Hück 83]. Um ein Bauteil sicher auslegen zu können, muss diese Streuung bekannt sein. Da die experimentelle Belegung der Streuung von Schwingfestigkeitskennwerten im Vergleich zu deren Mittelwert nur mit extremen Stichprobenumfängen mit ausreichender Zuverlässigkeit gültig ist [DIN 50100], wird häufig auf eigene Erfahrungen mit einem Bauteil oder auf Literaturwerte [Haib 06, Aden 01] zurückgegriffen. Es muss jedoch davon ausgegangen werden, dass in Literaturwerten nicht alle, ein individuelles Bauteil betreffenden, Einflüsse auf die Streuung enthalten sind. Vielmehr stellen diese Literaturwerte im Mittel treffende Kenngrößen für eine größere Gruppe von Bauteilen einer bestimmten Ausprägung (z. B. geschweißte Bauteile aus Stahl) dar. Neben der Bauteilauslegung ist die Kenntnis der Streuung eines Bauteils auch für die Versuchsplanung von entscheidendem Interesse. Daher wird in diesem Beitrag eine Methode zur rechnerischen Simulation der Schwingfestigkeit sowie ihrer Streuung vorgestellt. Ein ähnliches Vorgehen ist in [Vett 22] zu finden. Mit Hilfe der entwickelten Methode können auf Basis vorhandener Berechnungsmodelle für die rechnerische Schwingfestigkeit, beispielsweise [Renn 20], auch deren Streuung anhand der Streuungen in Material und Geometrie bestimmt werden.

2 Rechnerische Bestimmung der Schwingfestigkeit

Zur Berechnung der Schwingfestigkeit wird ein Berechnungsmodell in Anlehnung an dem Ermüdungsfestigkeitsnachweis der FKM-Richtlinie [Renn 20] mit örtlichen Spannungen aufgebaut. Der Ablauf zur Berechnung der Schwingfestigkeit ist in **Abbildung 1** dargestellt. Zudem sind dort die Eingabewerte für die Berechnung der Bauteilwechselfestigkeit angegeben. Aus der Zugfestigkeit wird die Werkstoffwechselfestigkeit berechnet. Diese ist gültig für den Werkstoff und muss für das vorliegende Bauteil angepasst werden. Zu berücksichtigende Einflussgrößen in der FKM-Richtlinie [Renn 20] auf die Bauteilwechselfestigkeit sind die Stützwirkung, hervorgerufen durch Bauteilgeometrie, und die Oberflächenrauheit des Bauteils. Zur Berechnung der Stützwirkung wird das werkstoffmechanische Stützwirkungskonzept [Häne 10] verwendet. Die Berechnung der Schwingfestigkeit erfolgt ohne Sicherheitsfaktoren und mit mittleren Eingangsparameter. Dies sorgt für eine im Mittel treffsichere Berechnung der Langzeitfestigkeit. Die Zeitfestigkeitsgerade wird mit Hilfe einer konstanten Neigung k=5 und einer konstanten Ecklastschwingspielzahl $N_D=10^6$ vervollständigt. Das Ergebnis ist eine 50 %-Wöhlerlinie bei 50 %-Eingabewerten.

Die Eingabewerte für die Berechnung lassen sich in zwei Kategorien einteilen. Zum einen in Materialkenngrößen, bestimmt aus Zugversuchen. Zum anderen in die Geometrie und geometrieabhängige Eingangsparameter. Zu den geometrieabhängigen Parametern gehören die bezogenen Spannungsgradienten $G_{\sigma i}$ für die jeweiligen Spannungskomponenten und die hochbeanspruchte Oberfläche $A_{\sigma,st}$.

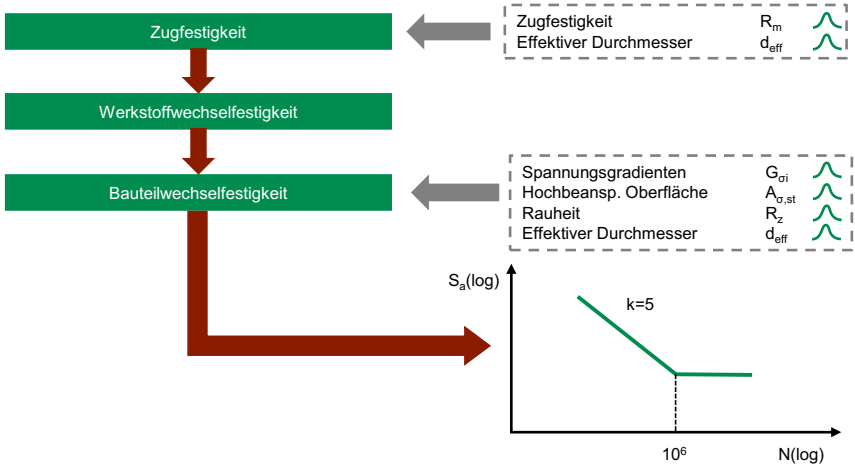


Abbildung 1: Schematischer Ablauf der Schwingfestigkeitsberechnung mit der FKM-Richtlinie
Figure 1: Schematic sequence of the fatigue strength calculation with the FKM guideline

3 Simulation der Streuung der Schwingfestigkeit

Um die Streuung der Schwingfestigkeit zu simulieren, wird eine Monte-Carlo-Simulation durchgeführt [Behr 13]. Für die Simulation werden den Eingangsparametern für die Schwingfestigkeitsberechnung eine Verteilung zugewiesen. Die eigentliche Simulation erfolgt durch zufälliges Ziehen von Bauteileigenschaften (Eingabegrößen). Mit Hilfe dieser Bauteileigenschaften kann die Schwingfestigkeit berechnet werden. Wird dieses Vorgehen häufig wiederholt, kann die Streuung der Schwingfestigkeit bestimmt werden, siehe **Abbildung 2**. Um eine Aussage über die Streuung der Schwingfestigkeit zu erhalten, werden die simulierten Langzeitfestigkeiten mit dem Anderson-Darling-Test [Ande 54] auf ihre Verteilung getestet. Für

eine hinreichend genaue Bestimmung des Form- und Lageparameters der Langzeitfestigkeitsverteilung werden 10^6 Simulationen durchgeführt. Für die korrekte Simulation der Langzeitfestigkeit müssen zudem Korrelationen in den Eingabeparametern berücksichtigt werden. Diese liegen zwischen Geometrieparameter und geometrieabhängigen Parametern vor. Um diese Korrelationen abzubilden, wird der Restricted-Pairing-Algorithmus angewendet [Voig 10]. Benötigt wird hierbei die Zielkorrelationsmatrix, die den Zusammenhang zwischen Geometrie und geometrieabhängige Parameter beschreibt. Da die geometrieabhängigen Parameter mit einer linear-elastischen Finite-Elemente-Simulation bestimmt werden, muss eine Variantenrechnung mit streuender Bauteilgeometrie durchgeführt werden. Aus der sich ergebenden linearen Korrelation (Spearman) [Hart 09] kann die Zielkorrelationsmatrix aufgebaut werden, **Abbildung 3**.



Abbildung 2: Simulationsablauf zur Bestimmung der Streuung der Schwingfestigkeit
Figure 2: Simulation procedure for determining the scatter of the fatigue strength

Es ist zu erkennen, dass die Spannungsgradienten $G_{\sigma i}$ und die hochbeanspruchte Oberfläche $A_{\sigma,st}$ eine lineare Korrelation zum Kerbradius r aufweisen.

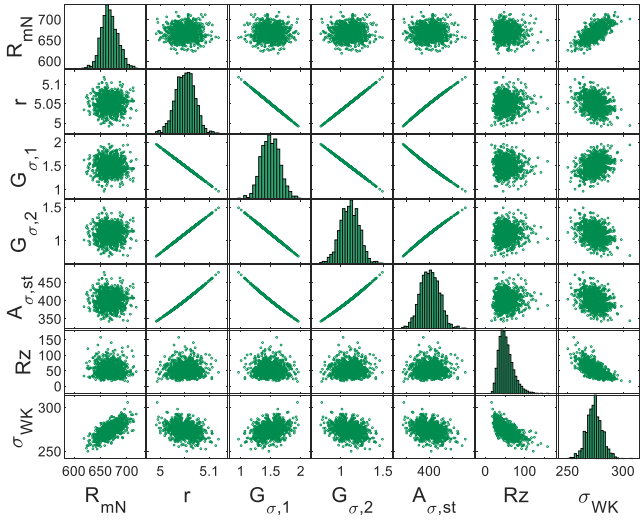
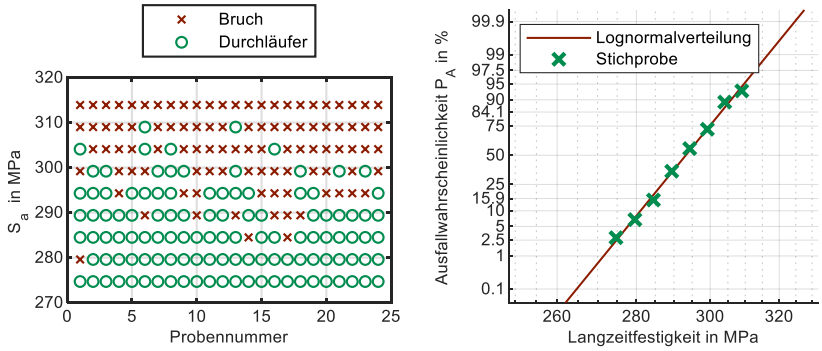


Abbildung 3: Korrelationen zwischen den Berechnungsparametern für die Langzeitfestigkeit
Figure 3: Correlations between the calculation parameters for fatigue strength

Schlussendlich lassen sich die Korrelationen auch in der berechneten Langzeitfestigkeit σ_{WK} nachweisen. Es zeigt sich bekanntermaßen, dass Zugfestigkeit und Rauheit eine hohe Korrelation auf die berechnete Langzeitfestigkeit haben. Die Geometrie und die geometrieabhängigen Parameter zeigen in Hinblick auf die Korrelation eher einen untergeordneten Einfluss.

4 Vergleich von Simulation und Experiment

Für die Untersuchung der Treffsicherheit der zuvor vorgestellten Methode wird eine Versuchsdatenbank [Maen 66] ausgewertet. Diese umfasst 284 Versuche im Zeitfestigkeitsbereich und 192 Versuche im Langzeitfestigkeitsbereich. Es handelt sich bei den verwendeten Werkstoffproben um ungekerbte Proben mit der Formzahl K_t=1. Für die Bewertung der vorgestellten Methode werden die Versuche im Langzeitfestigkeitsbereich nach dem Probit-Verfahren [Mauc 99] ausgewertet, siehe **Abbildung 4**. Es ergibt sich eine mittlere Langzeitfestigkeit von σ_{WK}=293 MPa mit einer log. Standardabweichung s_{log}=0,0143.



(a) (b)

Abbildung 4: Probit-Verfahren zur Bestimmung der Ermüdungsfestigkeit [Maen 66] (a), Auswertung der Langzeitfestigkeit im Wahrscheinlichkeitsnetz [Maen 66] (b)

Figure 4: Probit method for determining the fatigue strength [Maen 66] (a), Evaluation of the fatigue strength in a probplot [Maen 66] (b)

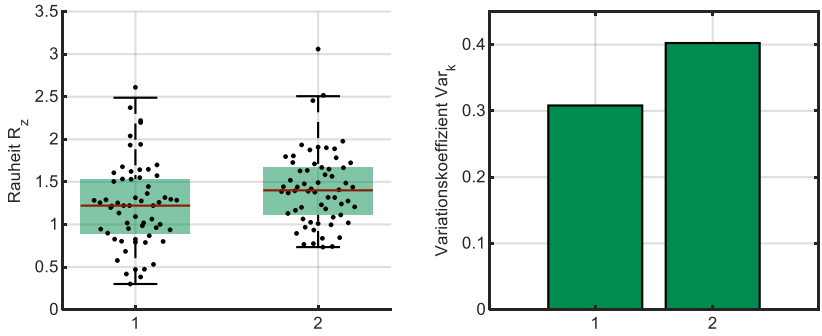
Um die Langzeitfestigkeit und deren Streuung zu simulieren, werden Verteilung sowie Lage und Formparameter für Material- und Geometriekenngrößen benötigt. Neben dem hohen Versuchsumfang im Langzeitfestigkeitsbereich wurde ebenfalls ein hoher Stichprobenumfang für die Materialcharakterisierung in [Maen 66] verwendet. Aus 63 Zugversuchen konnten folgende Parameter für die Materialkennwerte bestimmt werden, siehe **Tabelle 1**.

Tabelle 1: Verteilungsparameter für die Materialkennwerte
Table 1: Distribution parameters for the material parameters

Kennwert	Verteilung	Mittelwert μ	Log. Standardabweichung s_{log}
Zugfestigkeit R_m	Lognormal	666,85 MPa	0,0235

Die Stützwirkung wird vernachlässigt, da das werkstoffmechanische Stützwirkungskonzept [Häne 10] hier in diesem Beispiel zu einer erhöhten Schwingfestigkeit bei ungekerbten Werkstoffproben führt. Wird diese dennoch berücksichtigt, lässt sich kein Unterschied in der simulierten Streuung der Langzeitfestigkeit erkennen. Werden stärker gekerbte Bauteile betrachtet, sollte die Stützwirkung weiterhin berücksichtigt werden und mit in die Schwingfestigkeitsberechnung eingehen.

Zusätzlich wird in [Renn 20] ein Rauheitseinfluss berücksichtigt. In [Maen 66] wird für die verwendeten Proben eine Rautiefe von R_z=0,5 µm angegeben, jedoch kein Streuparameter für die Rautiefe. Basierend auf Rauheitsmessungen im FKM-Forschungsvorhaben „Rauheit und Randschicht“ FKM-Nr. 616, siehe **Abbildung 5**, kann ein pauschaler Variationskoeffizient angenommen werden. Für die Berechnung dieses pauschalen Variationskoeffizienten wurden je 62 Proben in zwei Probenformen vermessen. Diese Messungen geben die Fertigungsstreuung einer Werkstoffprobe im etwa selben Bereich der Rauheit wieder und führen zu einem mittleren Variationskoeffizienten Var_k=0,355, welcher in der Simulation verwendet wird. Aus dem Variationskoeffizienten kann die log. Standardabweichung bestimmt werden.



(a) (b)

Abbildung 5: Ergebnisse der Rauheitsmessungen (a), Variationskoeffizienten der Versuchsreihen (b)
Figure 5: Results of the roughness measurements (a), Coefficients of variation of the test series (b)

Vergleicht man nun die Streuung zwischen rechnerisch und experimentell bestimmter Langzeitfestigkeit, ergibt sich das Ergebnis in **Tabelle 2**.

Tabelle 2: Vergleich zwischen Simulation und Versuch
Table 2: Comparison between simulation and experiment

Parameter	Versuch	Simulation	Abweichung
Mittelwert	293 MPa	310 MPa	5,86 %
Log. Standardabweichung	0,0143	0,0129	9,96 %

Die Langzeitfestigkeit wird durch die Simulation um ca. 6 % überschätzt und die Streuung der Langzeitfestigkeit um ca. 10 % unterschätzt.

5 Fazit

Basierend auf einem Berechnungsmodell für die Langzeitfestigkeit in Anlehnung an die FKM-Richtlinie, wurden streuende Eingangsgrößen identifiziert und mit einer Verteilung beschrieben. Mit Hilfe einer Monte-Carlo-Simulation konnte die Langzeitfestigkeit und ihre Streuung probabilistisch aus einem Berechnungsmodell bestimmt werden. Im Vergleich zur experimentellen Bestimmung der Langzeitfestigkeit [Maen 66] kann die Langzeitfestigkeit und ihre Streuung in dem hier gezeigten Beispiel mit geringen Abweichungen bestimmt werden. Gründe für die Abweichung der simulierten Streuung zur experimentellen Streuung können vielfältig sein. Es kann beispielsweise die Streuung der Beanspruchung durch Regelfehler im Versuch nicht

im derzeitigen Ansatz berücksichtigt werden. Diese kann zu einer höheren Streuung in den Versuchsergebnissen führen und somit zu einer Abweichung in der Simulation der Streuung.

6 Ausblick

Die gezeigte Methodik konnte bei ungekerbten Werkstoffproben angewendet werden. Bisher fehlt jedoch die Anwendung auf gekerbte Bauteile. Hierfür soll in Zukunft eine Versuchsdatenbank mit gekerbten Werkstoffproben ausgewertet und mit der Simulation verglichen werden. Auf Basis einer größeren Datenbank kann beispielsweise eine Korrektur der simulierten Streuung erfolgen, die zu einem erwartungstreueren Ergebnis führt.

7 Danksagung

Die Autoren bedanken sich beim Bundeswirtschaftsministerium für Wirtschaft und Klimaschutz im Rahmen des Verbundprojektes HBDV - Auslegung hochbelasteter Drehverbindungen: Entwicklung eines Zuverlässigkeitsmodells für hochbelastete Drehverbindungen (FKZ: 0324303B)

Gefördert durch:
Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

8 Literatur

[Aden 01] Adenstedt, R.: *Streuung der Schwingfestigkeit.* Clausthal-Zellerfeld, TU Clausthal. Dissertation 2001

[Ande 54] Anderson, T.; Darling, D.: *A Test of Goodness of Fit.* In: *Journal of the American Statistical Association* 49 (1954-268), S. 765

[Behr 13] Behrends, E.: *Elementare Stochastik : Ein Lernbuch - von Studierenden mitentwickelt* Wiesbaden : Vieweg+Teubner Verlag, 2013

[Haib 06] Haibach, E.: *Betriebsfestigkeit : Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung.* 3., korrigierte und erg. Aufl. Berlin : Springer, 2006

[Häne 10] Hänel; Kullig; Vormwald; Versch; Hertel; Esderts; Hinkelmann; Siegele; Hohe: *Verbessertes Berechnungskonzept FKM- Richlinie.* Vorhaben Nr.282, Heft 306 Frankfurt/Main, 2010

[Hück 83] Hück, M.; Thrainer, L.; Schütz, W.: *Berechnung von Wöhlerlinien für Bauteile aus Stahl, Stahlguß und Grauguß : synthetische Wöhlerlinien.* Bericht 1983

[Maen 66] Maenning, W.: *Untersuchung zur Planung und Auswertung von Dauerschwingversuchen an Stahl in den Bereichen der Zeit- und der Dauerfestigkeit.* Berlin, Technische Universität Berlin. Dissertation 1966

[Mauc 99] Mauch, H.: *Statistische Methoden zur Beurteilung von Bauteillebensdauer und Zuverlässigkeit und ihre beispielhafte Anwendung auf Zahnräder : FVA 304* Frankfurt/Main : FVA, 1999

[Müll 15] Müller, C.: *Zur statistischen Auswertung experimenteller Wöhlerlinien.* Zugl.: Clausthal-Zellerfeld, Techn. Univ., Diss Clausthal-Zellerfeld : Universitätsbibliothek Clausthal, 2015

[Renn 20] Rennert, R.; Kullig, E.; Vormwald, M.; Esderts, A.; Luke, M.: *FKM-Richtlinie Rechnerischer Festigkeitsnachweis für Maschinenbauteile.* 7. überarbeitete Ausgabe 2021. 7. Aufl. Frankfurt am Main, 2020

[Vett 22] Vetter, S.; Leidich, E.; Hasse, A.: *Probabilistische Methode zur Ermittlung der Streuung der Schwingfestigkeit von Wellen und Achsen im HCF-Bereich.* Deutscher Verband für Materialforschung und –prüfung e.V, 2022

[Voig 10] Voigt, M.: *Probabilistische Simulation des strukturmechanischen Verhaltens von Turbinenschaufeln.* Zugl.: Dresden, Techn. Univ., Diss., 2009 Dresden : TUDpress Verl. der Wiss, 2010

Charakterisierung des LCF-Ermüdungsverhaltens des in kerntechnischen Komponenten eingesetzten austenitischen Stahls X6CrNiNb18-10

LCF behavior of metastable austenitic steel X6CrNiNb18-10 used in nuclear components

K. Donnerbauer[1]*, T. Bill[2], P. Starke[2], R. Acosta[3], C. Boller[3], J. Arndt[4], K. Heckmann[4], J. Sievers[4], T. Schopf[5], F. Walther[1]
[1] Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund
[2] Hochschule Kaiserslautern, Fachgebiet Werkstoffkunde & Werkstoffprüfung (WWHK), Kaiserslautern
[3] Universität des Saarlandes, Lehrstuhl für Zerstörungsfreie Prüfung und Qualitätssicherung (LZfPQ), Saarbrücken
[4] Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit (GRS), Köln
[5] Universität Stuttgart, Materialprüfungsanstalt (MPA), Stuttgart
*kai.donnerbauer@tu-dortmund.de

Kurzfassung – In Kernkraftwerken eingesetzte Komponenten unterliegen komplexen Beanspruchungszuständen. Eine Überwachung und insbesondere eine Lebensdauervorhersage gealterter Komponenten sind für die Zuverlässigkeit und Wirtschaftlichkeit vieler Anlagen wünschenswert. Der Artikel beschäftigt sich mit dem Kurzzeitberechnungsverfahren StrainLife und der zerstörungsfreien Prüfung von Werkstoffen und Komponenten aus dem metastabilen austenitischen Stahl X6CrNiNb18-10. Zwei magnetische Prüfverfahren, deren Funktionsprinzip auf der Induktion und dem Hall-Effekt basieren, wurden in totaldehnungskontrollierten Ermüdungsversuchen appliziert.

Stichwörter: Ermüdung, X6CrNiNb18-10, zerstörungsfreie Prüfung, Kerntechnik, Kurzzeitverfahren

Abstract – Components used in nuclear power plants are subjected to complex loading conditions. Monitoring and especially lifetime prediction of aged components are desirable for reliability and economy of many plants. This paper deals with short-time evaluation procedure StrainLife and non-destructive testing of materials and components made of metastable austenitic steel X6CrNiNb18-10. Two magnetic testing methods, whose operating principles are based on induction and Hall effect, were applied in strain-controlled fatigue tests.

Keywords: Fatigue, X6CrNiNb18-10, nondestructive testing, nuclear engineering, short-time evaluation procedure

1 Einleitung

Die Betrachtung der Energieversorgung deutscher Nachbarstaaten zeigt, dass der zuverlässigen Beurteilung des Zustands der in Kernkraftwerken (KKW) eingesetzten Komponenten auch zukünftig eine wichtige Rolle zukommen wird. Die Komponenten werden häufig durch vielfältige Beanspruchungszustände aus mechanischen, thermischen und korrosiven Einflüssen belastet. Die zuverlässige Charakterisierung durch zerstörungsfreie Prüfverfahren (zfP) und eine darauf aufbauende Lebensdauerabschätzung würden einen Zugewinn an Zuverlässigkeit und damit auch Wirtschaftlichkeit für den Betrieb von KKW bedeuten [1]. In deutschen Kernkraftwerken kommt der metastabile Austenit X6CrNiNb18-10 (1.4550, AISI 347) u.a. als Werkstoff für Rohrleitungen zum Einsatz. Das von der Gesellschaft für Anlagen- und Reaktorsicherheit (GRS) geförderte Projekt „Mikrostrukturbasierte Ermittlung der maximalen Einsatzdauer für korrosionsermüdungsbeanspruchte Werkstoffe und Komponenten der Kernenergie“ evaluiert am Beispiel dieses Stahls verschiedene zfP-Messgrößen und das Kurzzeitberechnungsverfahren StrainLife.

Es werden ein kommerzielles und ein projektseitig entwickeltes magnetisches Prüfverfahren in instrumentierten Ermüdungsversuchen appliziert und die darauf basierenden StrainLife-Berechnungen vorgestellt. Dabei werden Versuche in Luft und destilliertem Wasser betrachtet. Ergänzend wurden rasterelektronenmikroskopische Analysen zur Charakterisierung der Austenitstabilität und Phasenumwandlung des paramagnetischen Austenits in ferromagnetischen α'-Martensit vorgenommen.

2 Werkstoff und Versuchsdurchführung

2.1 Werkstoff und Wärmebehandlung

Die chemische Zusammensetzung laut Prüfzeugnis (**Tabelle 1**) entspricht den Vorgaben der DIN EN 10088-1. Es handelt sich um einen zur Vermeidung von interkristalliner Korrosion mit Niob stabilisierten nichtrostenden austenitischen Stahl. Die Gehalte der austenitstabilisierenden Elemente Nickel, Mangan und Kohlenstoff sind vergleichsweise gering. Die Wärmebehandlung wurde angelehnt an DIN EN 10088-3 bei 1060 °C, einer Haltezeit von 30 min und anschließendem Abschrecken in Wasser durchgeführt.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung von X6CrNiNb18-10 und Vergleich mit DIN EN 10088-1
Table 1 Chemical composition of AISI 347 and comparison with DIN EN 10088-1

Gew.%	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	S	P	Nb
Min.	/	/	/	9,00	17,00	/	/	/	/	/
Max.	0,08	1,00	2,00	12,00	19,00	/	/	0,015	0,045	1,00
Anteil	0,05	0,41	0,71	9,12	17,17	0,38	0,48	0,003	0,029	0,547

In **Bild 1a** ist das Gefüge des verwendeten Stangenmaterials im Querschliff gezeigt. Der schwarze Kreis repräsentiert die Position des späteren Prüfquerschnitts der Probengeometrie. Von Interesse ist das bereits makroskopisch mehrphasig erscheinende Gefüge. **Bild 1b** und **1c** sind in der Mitte des Stangenmaterials aufgenommen. Zu erkennen ist in der EBSD-Analyse (engl. electron backscatter diffraction), dass bereits im Ausgangszustand kubisch raumzentrierte (krz) Körner vorliegen. Die Nickel K_α-EDX-Map (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy) in **Bild 1c** zeigt, dass Nickel in interdendritische Bereiche segregiert ist und bei der Herstellung des Stangenmaterials entweder der Umformgrad, die Temperatur oder beides zu niedrig waren, um eine Auflösung des dendritischen Gefüges und damit eine Homogenisierung der Elementverteilung zu erreichen. Die aufgrund der bereits global niedrigen Kohlenstoff-, Mangan- und insbesondere Nickelgehalte niedrige Austenitstabilität ist daher insbesondere lokal in dendritischen Bereichen noch niedriger. Aufgrund des Gefügegradienten von außen nach innen (**Bild 1a**) ist davon auszugehen, dass neben dieser Mikrosegregation auch eine Makrosegregation von austenitstabilisierenden Elementen über den Stangenquerschnitt vorliegt. Auch bei Wärmebehandlungen mit höheren Temperaturen bis 1120 °C nach DIN EN 10088-3, ergab sich keine Homogenisierung des Gefüges über den Querschnitt.

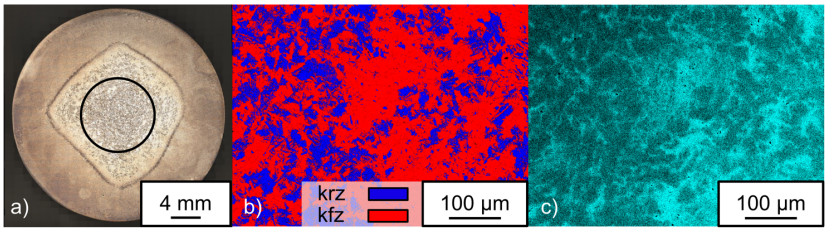


Bild 1: a) Makroschliff, b) EBSD- und c) Nickel K_α-EDX-Mappings aus der Mitte des Stangenmaterials
Figure 1: a) Macroscopic cross section, b) EBSD- and c) Nickel K_α-EDX Mappings from center of bar material

2.2 Instrumentierte Ermüdungsprüfstände

Die Ermüdungsversuche wurden mit einem servohydraulischen Schwingprüfsystem der Fa. Instron Typ 8802 mit Controller Typ 8800 unter Totaldehnungskontrolle mit einem Dehnungsverhältnis von R = -1 (Wechselbereich) durchgeführt. Dabei wurde keine konstante Frequenz, sondern eine konstante Dehnrate von $\dot{\varepsilon} = 4 \cdot 10^{-3}\ s^{-1}$ genutzt, um einen möglichen Einfluss auf die Phasenumwandlung auszuschließen. Untersucht wurde die Kurzzeitfestigkeit (engl. LCF) bis $2 \cdot 10^5$ Lastspiele. In **Bild 2a** ist der Prüfstand für Versuche an Luft und in **2b** für Versuche in destilliertem Wasser gezeigt. In Versuchen an Luft kommt ein Feritscope FMP30 der Fa. Helmut Fischer zum Einsatz, das durch eine magnetinduktive Messung den magnetisierbaren Phasengehalt bestimmt. Außerdem werden die Temperatur- und elektrische Widerstandsänderungen gemessen. Zur Dehnungskontrolle können Extensometer mit Ausgangsmesslängen l_o = 10 mm und l_o = 88 mm genutzt werden. Die Versuche im Medium (**Bild 2b**) können nur über das 88 mm-Extensometer geregelt werden. Um die Vergleichbarkeit der Versuche in Luft und destilliertem Wasser zu gewährleisten, wurde eine Korrelation der beiden Dehnungsaufnehmer in Mehrstufenversuchen aufgestellt. Außerdem wird das Feritscope durch einen auf dem Hall-Effekt basierenden wasserdichten Sensor ausgetauscht. Ziel der Versuche in destilliertem Wasser ist nicht einen korrosiven Angriff zu überlagern, sondern elektrochemische Messungen als Eingangsgröße für Lebensdauerberechnungen zu qualifizieren. Verwendet wird ein Drei-Elektroden-Aufbau mit einer Kohlenstoffelektrode als Gegenelektrode, Silber/Silberchloridelektrode als Referenzelektrode und der Probe als Arbeitselektrode.

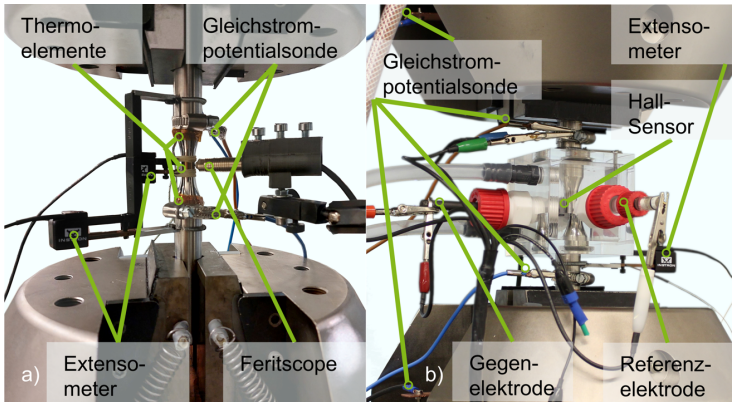


Bild 2: Instrumentierte Prüfstande; a) Versuche in Luft, b) Versuche in destilliertem Wasser
Figure 2: Instrumented testing setups; a) tests in air, b) tests in distilled water

3 Ergebnisse der Ermüdungsversuche und StrainLife Berechnungen

In **Bild 3** sind die Ergebnisse für einen Mehr- und Einstufenversuch (ESV) (Bruchlastspielzahl N_B = 648) bei Raumtemperatur in Luft dargestellt. Die mit dem 10 mm-Extensometer kontrollierte Totaldehnungsamplitude $\varepsilon_{a,t}$ ist in schwarz, die Spannungsamplitude σ_a in grün und die Feritscope-Messung ξ in orange abgebildet. Die Stufenlänge des Mehrstufenversuchs beträgt 1800 s, die Ausgangstotaldehnungsamplitude $\varepsilon_{a,s}$ und die Stufenhöhe $\Delta\varepsilon_{a,t}$ $0{,}05 \cdot 10^{-2}$. Bis zur Totaldehnungsamplitude $\varepsilon_{a,t} = 0{,}3 \cdot 10^{-2}$ wurde die Stufenhöhe $\Delta\varepsilon_{a,t}$ auf $0{,}025 \cdot 10^{-2}$ verringert, um mehr Daten im elastischen Bereich zu generieren. Der Werkstoff zeigt im Mehrstufenversuch ab $\varepsilon_{a,t} = 0{,}3 \cdot 10^{-2}$ eine ausgeprägte zyklische Verfestigung. Diese ist an beiden Werkstoffreaktionsgrößen gut zu erkennen. Die Spannungsamplitude nimmt innerhalb einer Stufe um bis zu 60 MPa zu. Mit der Verfestigung einhergehend steigt der α'-Martensit-Phasenanteil laut Feritscope-Messung. Mit Einsetzen des Makrorisswachstums bei εa,t = 0,8·10-2 fällt die

Spannungsamplitude ab. Dieser Abfall spiegelt sich auch im Feritscope-Signal wider. Aufgrund der Sensitivität des Feritscopes für den Lastzustand der Probe, stellt sich bei zyklischer Beanspruchung eine Amplitude im mikromagnetischen Signal ein. Der Effekt ist ausgeprägter bei höheren Beanspruchungen und größerem ferromagnetischem Phasenanteil und nimmt daher mit der Versuchszeit bzw. Lastspielzahl zu. Der Einstufenversuch ist in drei Bereiche unterteilbar: bis ca. 200 Lastspiele sehr starke Verfestigung, bis ca. 550 Lastspiele schwache Verfestigung, gefolgt von Makrorisswachstum bis zum Versagen bei 648 Lastspielen. Die Feritscope-Messung zeigt, dass in diesen Bereichen zunächst viel α'-Martensit entsteht, kurz vor N = 550 nähert sich das Signal der Sättigung bis das Risswachstum durch eine Zunahme der Streuung abgebildet wird.

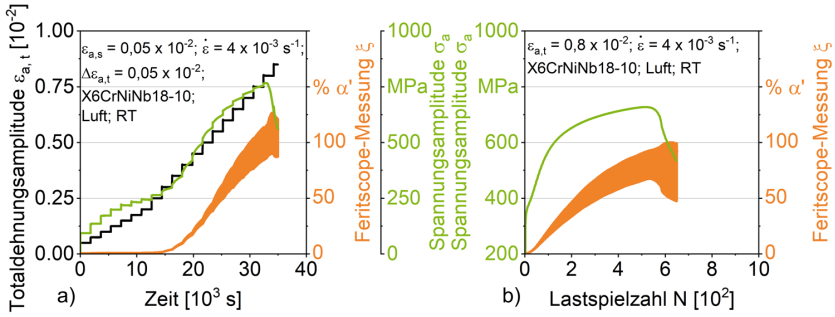


Bild 3: Instrumentierte Ermüdungsversuche bei Raumtemperatur in Luft; a) Mehrstufenversuch, b) Einstufenversuch bei $\varepsilon_{a,t} = 0{,}8 \cdot 10^{-2}$

Figure 3: Instrumented fatigue tests at room temperature in air; a) Strain increase test, b) Constant amplitude test with $\varepsilon_{a,t} = 0.8 \cdot 10^{-2}$

Bild 4 zeigt die gleichen Versuche wie **Bild 3**, jedoch in destilliertem Wasser. Dementsprechend wurden die Versuche mit dem 88 mm-Extensometer durchgeführt und es ist die korrelierte Totaldehnungsamplitude $\varepsilon_{a,c}$ abgebildet [2]. Die Feritscope-Messung ist durch die Hall-Spannung HS in blau ersetzt. Der Mehrstufenversuch zeigt ein ähnliches Verhalten wie in Luft. Die Hall-Spannung reagiert zu Beginn der Verfestigung stärker, dafür wird früher eine Signalsättigung erreicht und das Makrorisswachstum ist mit dieser Instrumentierung nicht erkennbar. Auch im Einstufenversuch mit $\varepsilon_{a,c} = 0{,}8 \cdot 10^{-2}$ (N_B = 660) ist der Abfall der Spannungsamplitude nicht in der Hall-Spannung ersichtlich, dafür steigt das Signal zu Versuchsbeginn schneller. Über den Hall-Effekt kann auch der Lastzustand der Probe aufgelöst werden, weshalb mit zunehmender Versuchsdauer die Streuung zunimmt.

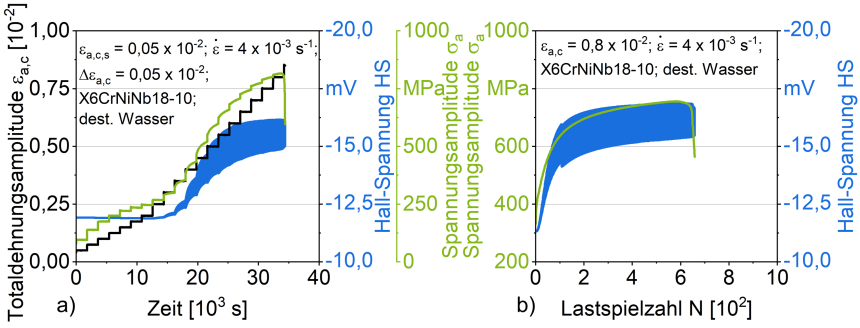


Bild 4: Instrumentierte Ermüdungsversuche bei 20 °C in destilliertem Wasser; a) Mehrstufenversuch, b) Einstufenversuch bei $\varepsilon_{a,c} = 0{,}8 \cdot 10^{-2}$

Figure 4: Instrumented fatigue tests at 20 °C in distilled water; a) Strain increase test, b) Constant amplitude test with $\varepsilon_{a,c} = 0.8 \cdot 10^{-2}$

Aus den Ergebnissen in **Bild 3** und **4** lassen sich zusammen mit je einem zweiten Einstufenversuch bei einer niedrigeren Totaldehnungsamplitude in Luft bzw. destilliertem Wasser Dehnungs-Wöhlerlinien nach dem Kurzzeitberechnungsverfahren StrainLife ermitteln. Sie werden nach Gleichung 1 berechnet. Es gehen die Ansätze von Morrow [3], Manson-Coffin [4, 5] und Basquin ein [6]. Das Vorgehen wird detaillierter in Bill et al. sowie Acosta et al. beschrieben [7, 8].

$$\varepsilon_{a,t} = B \cdot (2N_B)^{\frac{-n_{M,e}}{5 \cdot n_{M,e}+1}} + C \cdot (2N_B)^{\frac{-1}{5 \cdot n_{M,p}+1}} \qquad (1)$$

Die Steigungen B und C des elastischen und plastischen Anteils der Totaldehnungs-Wöhlerlinie nach Basquin (elastisch) bzw. Manson-Coffin (plastisch) können aus den beiden Einstufenversuchen errechnet werden. Die Exponenten $n_{M,e}$ und $n_{M,p}$ sind angelehnt an Morrow, üblicherweise zur Beschreibung der Spannungsamplitude als Funktion der plastischen Dehnungsamplitude und werden aus einem Mehrstufenversuch bestimmt. Dabei ist hervorzuheben, dass diese bei StrainLife auch aus einer zfP-Messgröße ermittelt werden können. Die Totaldehnungs-Wöhlerlinien basierend auf Spannungsamplitude, Hall-Spannung und Feritscopesignal der vorgestellten Ergebnisse und je einem weiteren Einstufenversuch bei $\varepsilon_{a,t\,/\,c} = 0{,}4 \cdot 10^{-2}$ sind in **Bild 5** zu sehen.

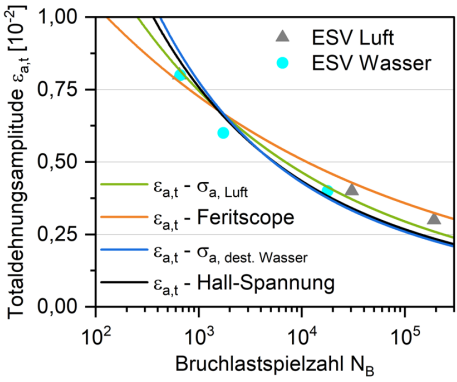


Bild 5: Vergleich der Lebensdauerberechnungen aus mechanischen und magnetischen Parametern

Figure 5: Comparison of life time evaluations using mechanical and magnetic parameters

Die errechneten Dehnungs-Wöhlerlinien aus Spannungsamplituden und Hall-Spannung liegen in guter Übereinstimmung zueinander und zu den Daten aus den ESV. In destilliertem Wasser liegt die errechnete Kurzzeitfestigkeit im Bereich unter 2000 Lastspielen tendenziell höher als in Luft. Bei höheren Lastspielzahlen verhält es sich umgekehrt. Die Berechnung aus den Feritscope-Messungen zeigt dieses Verhalten besonders ausgeprägt und weicht insbesondere bei niedrigen Lastspielzahlen von den anderen Berechnungen ab. Die auf dem Hall-Effekt beruhende Instrumentierung scheint bei niedrigen Lastspielzahlen besser für StrainLife geeignet. Ein möglicher Grund liegt in der stärkeren Signaländerung zu Versuchsbeginn im Vergleich zur magnetinduktiven Messung mit dem Feritscope. Insbesondere im Bereich bis ca. 500 Zyklen müssen mehr ESV durchgeführt werden, um StrainLife für diesen Werkstoff weiter zu validieren.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Aus der zerstörungsfreien Prüfung abgeleitete Messgrößen sind im Betrieb meist einfacher zugänglich als mechanische Größen. Neben den üblicherweise für Lebensdauerbestimmungen genutzten Parametern wie Last, Spannung und Dehnung, konnten zwei magnetische Prüfverfahren für Berechnungen im Bereich der Kurzzeitfestigkeit qualifiziert werden. Die Ergebnisse liegen in guter Übereinstimmung zu den zur Verfügung stehenden Daten aus Einstufenversuchen. Bei sehr niedrigen Lastspielzahlen sollten zum einen mehr ESV durchgeführt, aber auch weitere Parameter erprobt werden, die nicht von der Phasenumwandlung abhängig sind. Von Interesse ist neben dem absoluten Betrag der Messwerte auch die Änderung innerhalb eines Lastspiels, um eine Aussage über die mechanische Belastung zu ermöglichen.

Um den zukünftigen Einsatz der Messgrößen für eine Beurteilung von Komponenten zu nutzen, werden die vorgestellten Ergebnisse an real belasteten Bauteilen validiert. Dazu sind Versuche an einem ursprünglich für den Kraftwerksbetrieb vorgesehenen Rohr in einem Fluid-Struktur-Interaktion-Versuchskreislauf geplant. Bei diesen werden die vorgestellten Verfahren instrumentiert, um mit den Daten den Übertrag auf die Restlebensdauerberechnung von Komponenten zu unterstützen.

Danksagung – Die Autoren danken dem Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz, nukleare Sicherheit und Verbraucherschutz für die Förderung des Verbundprojekts "Mikrostrukturbasierte Ermittlung der maximalen Einsatzdauer für korrosionsermüdungsbeanspruchte Werkstoffe und Komponenten der Kerntechnik" mit den Förderkennzeichnungen 1501610A, 1501610B, 1501610C, 1501610D and RS1594E.
Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) und dem Ministerium für Kultur und Wissenschaft des Landes Nordrhein-Westfalen (MKW, NRW) für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Förderprogramms Forschungsgroßgeräte (FIB-REM Zeiss XB550 L, 386509496, INST 212/402-1).

Literatur

[1] BMWi. Forschungsförderung zur nuklearen Sicherheit (2021), S. 1–52.

[2] M. Klein, P. Starke, D. Nowak, C. Boller, and F. Walther. Separation of surface, subsurface and volume fatigue damage effects in AISI 348 steel for power plant applications. MP 58, 7-8 (2016), S. 601–607.

[3] J. Morrow. Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. Internal Friction, Damping and Cyclic Plasticity, STP 378 (1964), S. 45-87.

[4] S. S. Manson. Behavior of materials under conditions of thermal stress. Heat Transfer Symposium (1953), S. 9–75.

[5] L. F. Coffin. A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. Journal of Fluids Engineering 76, 6 (1954), S. 931–949.

[6] O. H. Basquin. The exponential law on endurance tests. Proceedings of the 13th Annual Meeting, 10 (1910), S. 625–630.

[7] T. Bill, R. Acosta, C. Boller, K. Donnerbauer, L. Lücker, F. Walther, K. Heckmann, J. Sievers, T. Schopf, S. Weihe, and P. Starke. A short-time approach for fatigue life evaluation of AISI 347 steel for nuclear power energy applications. Applied Sciences 11, 23 (2021), S. 1–19.

[8] R. Acosta, K. Heckmann, J. Sievers, T. Schopf, T. Bill, P. Starke, K. Donnerbauer, L. Lücker, F. Walther, and C. Boller. Microstructure-based lifetime assessment of austenitic steel AISI 347 in view of fatigue, environmental conditions and NDT. Applied Sciences 11, 23 (2021), S. 1–21.

Charakterisierung des legierungs- und mikrostruktur-abhängigen Korrosionsermüdungsverhaltens gelöteter X2CrNi18-9/NiCrSiB-Verbindungen

Characterization of alloy and microstructure dependent corrosion fatigue behavior of brazed AISI 304L/NiCrSiB joints

J. L. Otto, T. Henkel, A. Kalenborn, F. Walther
Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund

Kurzfassung – Das Hochtemperaturlöten unter Vakuum mittels Nickelbasisloten findet zum stoffschlüssigen Fügen von Edelstählen z. B. in Wärmetauschern oder Spritzgusswerkzeugen Anwendung. Die gelöteten Komponenten sind im Betrieb oftmals mechanischen zyklischen Beanspruchungen unter korrosiven Umgebungen ausgesetzt, wobei die Lebensdauer dabei maßgeblich von der erzielten Mikrostruktur abhängt. Daher wurden drei Nickelbasislote mit unterschiedlichen Chrom- und Molybdänanteilen hergestellt und mit zwei Haltezeiten zum Löten von zylindrischen Stumpfverbindungen eingesetzt, um verschiedene Mikrostrukturen der Lötnähte zu erzeugen. Diese wurden zunächst analysiert und anschließend in Korrosionsermüdungsversuchen an einem Schwingprüfsystem in einer in-situ-Korrosionszelle geprüft. Anhand fraktografischer Untersuchungen wurden die Versagensmechanismen identifiziert.

Stichwörter: Hochtemperatur-Lötverbindungen, Nickelbasislote, Struktur-Eigenschaft-Beziehungen

Abstract – Vacuum brazing under high temperatures using nickel-based brazing alloys is used for joining stainless steels, such as in heat exchangers or injection molds. During operation, the brazed components are often subjected to mechanical cyclic loading in corrosive environments, whereby the service life depends largely on the microstructure achieved. For this reason, three nickel-based filler metals with different chromium and molybdenum contents were produced and used with two holding times to braze cylindrical butt joints to generate different microstructures of the brazed seams. These were first analyzed and then tested in corrosion fatigue tests on a fatigue testing system in an in situ corrosion cell. Fractographic investigations were used to identify failure mechanisms.

Keywords: High-temperature brazed joints, nickel-based filler metals, structure-property-relationships

1 Einleitung

Die Charakterisierung der Ermüdungslebensdauer von Lötverbindungen in korrosiver Umgebung ist für viele industrielle Anwendungen, wie z. B. Turbinenkomponenten oder Abgaswärmetauscher, von Bedeutung und trägt zur Verbesserung des zuverlässigen und wirtschaftlichen Betriebs bei. In [1] wurde für Lötverbindungen gezeigt, dass Ermüdungsversuche unter korrosiver Umgebung zu einem stärkeren Abfall der Wöhlerkurve führen, als Ermüdungsversuche an vorkorrodierten Proben. Aufgrund des komplexen Zusammenspiels verschiedener Einflussfaktoren, die sich werkstoffseitig aus der Legierungsauswahl und den Prozessparametern sowie prüfseitig aus der mechanischen Beanspruchung und der korrosiven Umgebung ergeben, stellt die Separierung und Bewertung der wesentlichen Korrosionsermüdungsmechanismen eine besondere Herausforderung dar. Die Mikrostruktur einer Lötnaht stellt dabei einen der wichtigsten Einflussfaktoren dar, der die mechanischen und korrosiven Eigenschaften beeinflusst, insofern nicht Geometrieeinflüsse, Poren oder Anbindungsfehler die Schädigungsevolution dominieren [2,3]. Lote auf Nickelbasis erfordern zwar hohe Löttemperaturen, sind aber für ihre hervorragende Korrosionsbeständigkeit und ihre Fähigkeit, hohen Betriebstemperaturen standzuhalten, bekannt [4]. Bislang wurde das Korrosionsermüdungsverhalten von gelöteten Edelstahlverbindungen auf Nickelbasis nur in wenigen Studien untersucht, wobei der Einfluss der Legierungselemente nicht berücksichtigt wurde. Daher konzentriert sich diese Arbeit auf die Elemente Molybdän und Chrom und deren Einfluss auf die Diffusion bei unterschiedlichen Haltezeiten. Es ist bekannt, dass Chrom die Korrosionsbeständigkeit vieler

Legierungen erhöhen kann, aber auch Molybdän hat gezeigt, dass es in geringen Konzentrationen die Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit verbessern kann [5].

2 Werkstoffe

2.1 Lote und Lötprozess

Ausführliche Beschreibungen der Verfahren zur Herstellung der Lotwerkstoffe und des Lötprozesses sind in [6,7] zu finden. Es wurden zunächst Barren aus den Elementen Eisen, Nickel, Chrom, Molybdän sowie Silizium- und Borlegierungen gegossen und fünfmal wieder aufgeschmolzen, um drei experimentelle Lote gemäß der Zusammensetzung in **Tabelle 1** herzustellen. In Anlehnung an die Industriequalität „STEMET®“ [8] wurden die Folien kurz als „ST“ bezeichnet, gefolgt von ihrem Chrom-Gewichtsprozent. Durch das schnelle Erstarren einer Flachstrahlschmelze mit einer Abkühlgeschwindigkeit von 10^4 bis 10^6 K/s auf einer rotierenden Kupferscheibe wurden Folien mit einer Dicke von 45 ± 5 µm hergestellt. Diese Lotfolien wurden zum Vakuumlöten von zylindrischen Stumpfverbindungen aus dem metastabilen Austenit X2CrNi18-9 (AISI 304L, 1.4307) verwendet. Zur Probenherstellung wurden X2CrNi18-9-Stäbe mit einem Durchmesser von 16 mm in Stücke von 80 mm Höhe geschnitten und die Stirnflächen geschliffen. Das Lot wurde zwischen den Stäben platziert und während des Lötprozesses eine geringe Last von 0,5 kg auf jede Probe zur Fixierung aufgebracht.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung des Grundwerkstoffes und der experimentellen Lote in Gew.-% sowie deren Liquidustemperaturen in °C
Table 1 Chemical composition of base material and experimental filler metals in wt.-% and their liquidus temperatures in °C

Legierung	Fe	Ni	Cr	C	Si	Mn	Mo	B	T_L
X2CrNi18-9	bal.	8,03	18,14	0,023	0,30	1,54	0,34	-	~ 1450
Lot - ST20	4,0	bal.	**20,0**	-	7,5	-	**4,0**	1,5	1125
Lot - ST15	4,0	bal.	**15,0**	-	7,5	-	**4,0**	1,5	1116
Lot - ST07	4,0	bal.	**7,0**	-	7,5	-	**-**	1,5	1111

Die beiden Zeit-Temperatur-Kurven des Lötprozesses können wie folgt beschrieben werden: mit einer Aufheizrate von 20 K/min wurde die Temperatur auf 900 °C erhöht und für 15 min gehalten, um eine homogene Wärmeverteilung zu gewährleisten. Danach wurde mit einer Aufheizrate von 40 K/min die Löttemperatur von 1160 °C eingestellt, die somit für alle Lote über der Liquidustemperatur lag. Die Löttemperatur wurde mit zwei Haltezeiten von 15 und 40 min gehalten, bevor das Abkühlen durch Abschalten des Ofens im Vakuum erfolgte.

2.2 Mikrostruktur

Bild 1a zeigt die lichtmikroskopische Aufnahme eines polierten Querschliffes der Variante $ST20_{40min}$. Eine Übersicht aller Mikrostrukturen mittels Rasterelektronenmikroskopie kann [6] entnommen werden. Alle Mikrostrukturen können neben dem Grundwerkstoff (GW) grob in drei Bereiche gegliedert werden. Im Zentrum ist die isothermale Erstarrungszone (ISZ) zu erkennen, die größtenteils aus dem jeweiligen Lot besteht. Die athermale Erstarrungszone (ASZ) besteht aus vereinzelten Körnern, die sich innerhalb der ISZ befinden. Im Fall von ST20 sind dies Boride und Silizide, die sich als eutektische Phasen während des Erstarrungsprozesses durch Anreicherung mit niedrigschmelzenden Elementen gebildet haben. Die Diffusionszone (DZ) ist gekennzeichnet durch (Chrom-) Boride auf den Korngrenzen des Grundwerkstoffes, da Bor durch den geringen Atomradius die höchste Diffusionsrate aufweist und daher tief in den Grundwerkstoff eindiffundieren kann. Durch instrumentierte Eindringprüfungen nach Vickers mit sehr kleiner Prüfkraft (HV0.001) konnten die einzelnen Phasen genauer untersucht werden. Die Boride und Silizide zeigen ein äußerst sprödes Verhalten, wohingegen sich die ISZ und der Grundwerkstoff ähneln und eine deutlich höhere Duktilität aufweisen.

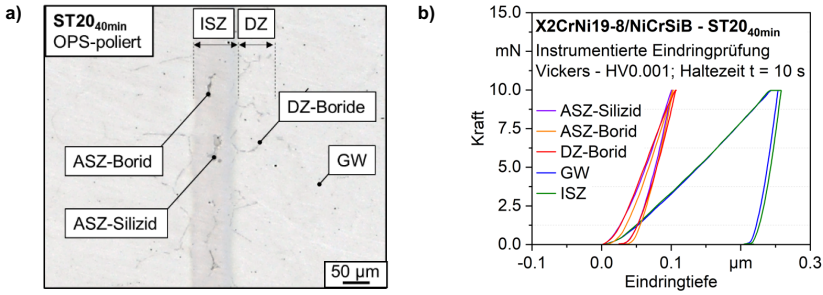


Bild 1: Lichtmikroskopische Aufnahme der Mikrostruktur $ST20_{40min}$ (a) und die Eindringkurven verschiedener Sprödphasen und Bereiche mit HV0.001 (b)

Figure 1: Light micrograph of the microstructure $ST20_{40min}$ (a) and the indentation curves of different brittle phases and areas with HV0.001 (b)

3 Experimentelle Verfahren

Die gelöteten Proben wurden zunächst auf die in **Bild 2a** dargestellte Geometrie abgedreht und der Prüfbereich poliert, um Kerbwirkungen und rauhigkeitsbedingte Korrosionseinflüsse zu reduzieren. Als Korrosionsmedium für die Korrosionsermüdungsversuche wurde das synthetische Abgaskondensat K2.2 nach VDA 230-214 [9] gewählt, welches ein moderates organisches System mit einem pH-Wert 3,5 darstellt. Es enthält Essigsäure, Ameisensäure und NaCl in geringen Konzentrationen und wurde während der Versuche auf 22 °C temperiert. Alle Versuche wurden spannungskontrolliert im Zugschwellbereich mit dem Spannungsverhältnis R = 0,1 auf einem servohydraulischen Schwingprüfsystem (Instron 8801, F_{max} = ±100 kN) durchgeführt. In effizienten Mehrstufenversuchen wurde die Oberspannung schrittweise mit $\Delta\sigma_{max}$ = 5 MPa nach jeweils $\Delta N = 10^4$ Zyklen erhöht, ausgehend von $\Delta\sigma_{max,start}$ = 50 MPa. **Bild 2b** zeigt den Korrosionsermüdungsaufbau mit der kontinuierlich durchströmten, eigenentwickelten Korrosionszelle, die eine lokale Dehnungsmessung innerhalb der Korrosionszelle mit einer möglichst lokalen Ausgangsmesslänge von L_0 = 5 mm und außerhalb der Zelle mit L_0 = 63 mm ermöglicht. Durch die Messung des elektrochemischen Ruhepotentials E_{OCP} konnten Durchbrüche und Repassivierungsvorgänge der Passivschicht sowie rissöffnende Mechanismen, die die aktive Materialoberfläche der Lösung aussetzten, detektiert werden. Zu diesem Zweck wurde ein Standard-Drei-Elektroden-System mit einer Ag/AgCl-Referenzelektrode verwendet.

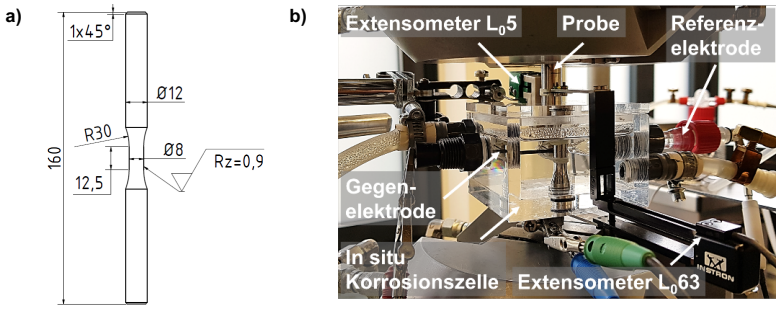


Bild 2: Probengeometrie mit Abmessungen in mm (a) und Aufbau der Korrosionsermüdungsprüfung (b) [7]

Figure 2: Specimen geometry with dimensions in mm (a) and corrosion fatigue test setup (b) [7]

Da K2.2 ein moderates Korrosionsmedium darstellt, wurde die Korrosionsbeständigkeit verschiedener Lötverbindungen durch beschleunigte interkristalline Korrosionsversuche in [10] bestimmt, wobei ein aggressives Medium bestehend aus 25 Vol.-% Schwefelsäure und 50 g l-1 Kupfer(II)-sulfat verwendet wurde und die Proben in dem Medium 8 Stunden lang bei 110 °C erhitzt wurden. Anschließend wurden Querschliffe angefertigt, um die Korrosionsschädigungstiefen rasterelektronenmikroskopisch analysieren zu können.

4 Ergebnisse und Diskussion

In den Mehrstufenversuchen erreichten die ST07-Varianten die höchsten Spannungsamplituden bis zum Versagen und die ST20-Varianten die niedrigsten, wobei innerhalb der Lot-Varianten die Haltezeiten von 40 min immer zu einem besseren Ergebnis führten. **Bild 3** zeigt den Versuchsverlauf einer $ST20_{40min}$-Probe mit einem Versagen bei $\sigma_{max,f}$ = 280 MPa mit $N_B = 46{,}2 \cdot 10^4$ Lastspielen. Vergleicht man den Verlauf der Gesamtmitteldehnungswerte $\varepsilon_{m,t}$ aller Varianten, so zeigt sich bei den längeren Haltezeiten von 40 min generell ein früher Anstieg und die höchsten Gesamtmitteldehnungswerte vor dem Versagen, was auf zyklisches Kriechen und damit auf eine höhere plastische Verformbarkeit hinweist, die sich auch in leicht eingeschnürten Bruchflächen widerspiegelt. Darüber hinaus konnten an der Probenoberfläche Intrusionen und Extrusionen beobachtet werden. Die Gesamtdehnungsamplitude $\varepsilon_{a,t}$ verläuft in **Bild 3** bis zu 195 MPa fast identisch mit der Oberspannung, gefolgt von einem überproportionalen Anstieg bis zum Bruch. Dieser Effekt deutet auf mikrostrukturelle Entfestigungsmechanismen im Bereich hoher Spannungsamplituden hin. Das elektrochemische Ruhepotential E_{OCP} misst die Leitfähigkeit des Mediums, die durch die Bildung von Korrosionsprodukten beeinflusst wird und Rückschlüsse auf Korrosionsmechanismen zulässt [11]. Der E_{OCP}-Verlauf ist durch die wiederkehrende Schädigung der Passivschicht, die hauptsächlich durch die Bildung von Intrusionen und Extrusionen verursacht wird, und deren anschließende Repassivierung gekennzeichnet. Ähnlich wie bei $\varepsilon_{a,t}$ sind bis etwa 195 MPa kaum Veränderungen festzustellen, bevor die Verformungsmechanismen die Fähigkeit zur Repassivierung übersteigen, was zu einem Abfall von E_{OCP} führt. Darüber hinaus legen Mikrorisse und nachfolgende Makrorisse die aktive Werkstoffoberfläche frei, wodurch weitere Korrosionsangriffsflächen und somit Korrosionsprodukte entstehen.

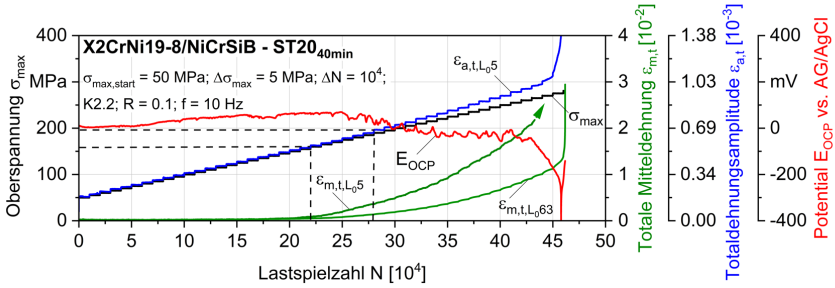


Bild 3: Mehrstufenversuch der Variante $ST20_{40min}$ in K2.2
Figure 3: Multiple amplitude test of $ST20_{40min}$ in K2.2

Da Korrosion ein zeitabhängiger Prozess ist und sowohl K2.2 ein moderates Medium ist, als auch die hergestellten Lote eine insgesamt gute Korrosionsbeständigkeit aufweisen, führen Prüfzeiten kleiner 24 Stunden dazu, dass bei Korrosionsermüdung die mechanischen Eigenschaften gegenüber den korrosiven Eigenschaften dominieren. Daher erzielen die ST07-Varianten die besten Ergebnisse, auch wenn sie die schlechteste Korrosionsbeständigkeit aufweisen, wie in **Bild 4** zu erkennen ist. Die höchste Korrosionsresistenz konnte für die ST15-Varianten festgestellt werden, d. h. dass einer erhöhter Chromgehalt nicht automatisch zu besseren Korrosionseigenschaften führt. Vielmehr muss die Sprödphasenbildung beachtet werden, die bei ST20 in Form von ASZ-Phasen am deutlichsten ausgeprägt war, was in erster

Linie aber die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflusste. Eine ausgeprägte Bildung von DZ-Boriden ist dagegen für die schlechten Korrosionseigenschaften der ST07-Varianten verantwortlich.

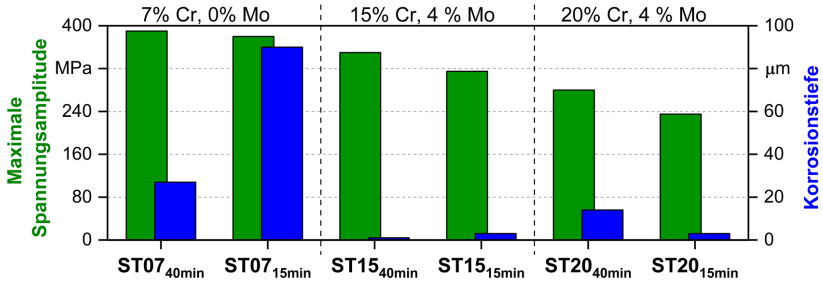


Bild 4: Ergebnisse der Mehrstufenversuche und beschleunigten Korrosionstests
Figure 4: Results of multiple amplitude tests and accelerated corrosion tests

Untersuchungen des Rissverlaufes der angerissenen $ST07_{40min}$-Proben aus Mehrstufenversuchen am Rasterelektronenmikroskop mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD) belegen verschiedene Bruchmechanismen. **Bild 5a** zeigt zu Beginn im Ermüdungsbruchbereich innerhalb der ISZ einen eindeutig transkristallinen Bruch, während **Bild 5b** im späteren Gewaltbruchbereich einen trans- und interkristallinen Mischbruch zeigt, der überwiegend im Übergang von der ISZ zur DZ verläuft und vermutlich durch DZ-Boride begünstigt wird, wobei auch Sprünge quer durch die ISZ erkennbar sind. Als Ursache für diesen Wechsel der Bruchmechanismen kann die Erhöhung der realen Spannung durch die Reduktion des lasttragenden Querschnitts im Zuge des Bruchverlaufs und die erhöhte Rissausbreitungsgeschwindigkeit angenommen werden. Ein Wechsel der Bruchmechanismen konnte auch in Versuchen mit konstanter Spannungsamplitude in Abhängigkeit der gewählten Oberspannung beobachtet werden, was mit einem sprunghaften Anstieg der Wöhlerkurven einhergeht. Dies verdeutlicht zudem, dass die Ergebnislage quasistatischer Versuche zur Abschätzung der Leistungsfähigkeit und Lebensdauer von Lötverbindungen ungeeignet ist.

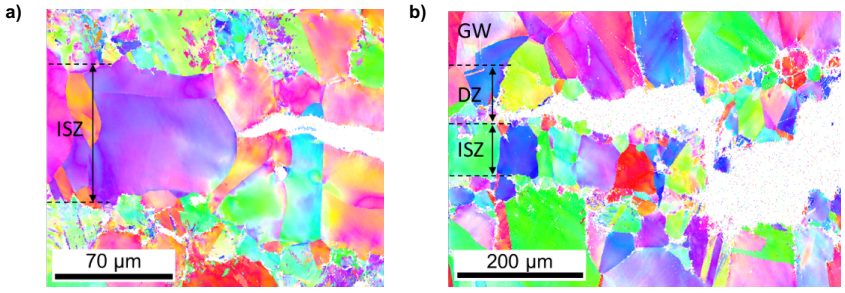


Bild 5: EBSD-Untersuchung des Rissverlaufes im Ermüdungsbruchbereich (a) und des Gewaltbruchbereiches (b) der Variante $ST07_{40min}$
Figure 5: EBSD investigation of the crack propagation in the fatigue fracture area (a) and the forced fracture area (b) of $ST07_{40min}$

5 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Bei allen untersuchten Loten führte eine längere Haltezeit im Lötprozesses zu einer homogeneren Elementverteilung und einer Verringerung der intermetallischen Sprödphasen in der Mitte der Lötnaht, was die Korrosions- und Korrosionsermüdungseigenschaften insgesamt

verbesserte, jedoch auch zyklisches Kriechen begünstige. Lokale Chromverarmungen aufgrund der Bildung von Chromboriden in der Diffusionszone (DZ) und der athermalen Erstarrungszone (ASZ) können als wichtige Ursachen für hohe Korrosionsanfälligkeit gesehen werden. Die Legierungsanteile von 20 % Chrom und 4 % Molybdän (ST20) trugen zu einer verstärkten Bildung von ASZ-Boriden und -Siliziden bei. Die Homogenisierung würde wahrscheinlich eine längere Haltezeit erfordern, als in dieser Studie untersucht wurde. Die Anteile von 15 % Chrom und 4 % Molybdän (ST15) zeigten die beste Korrosionsbeständigkeit aufgrund eines ausreichend hohen Chromgehalts und einer geringen Neigung zur Bildung von intermetallischen ASZ-Phasen. Das Vorhandensein von nur 7 % Chrom ohne Molybdän (ST07) führte zu einem homogenen Gefüge und dem duktilsten Werkstoffverhalten, was zu den besten Ermüdungseigenschaften aber gleichzeitig zu den schlechtesten Korrosionseigenschaften führte. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass sich die Bruchmechanismen im Verlauf des Bruches ändern und somit beanspruchungsabhängig sind.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung des Projekts „Legierungs- und mikrostrukturbasierte Charakterisierung und Vorhersage der Ermüdungslebensdauer von vakuumgelöteten AISI 304L/NiFeCrSiB-Verbindungen in korrosiven Umgebungen“ (Nr. 408904168). Teile der vorgestellten Ergebnisse entstanden in Kooperation mit M. Penyaz, A. Ivannikov und B. Kalin im Zeitraum 2020-2021.

Literatur

[1] A. Schmiedt-Kalenborn, A. L. Lingnau, M. Manka, W. Tillmann, F. Walther: Fatigue and corrosion fatigue behaviour of brazed stainless steel joints AISI 304L/BAu-4 in synthetic exhaust gas condensate. Materials 12, 7 (2019), S. 1040–1054

[2] S. Mirzaei, B. Binesh: Microstructure evolution mechanism and corrosion behavior of transient liquid phase bonded 304L stainless steel. Met. Mater. Int. 27, 9 (2020), S. 3417–3431

[3] B. Binesh: Diffusion brazing of IN718/AISI 316L dissimilar joint: Microstructure evolution and mechanical properties. J. Manuf. Proc. 57 (2020), S. 196–208

[4] M. Way, J. Willingham, R. Goodall: Brazing filler metals. Int. Mater. Rev. 65, 5 (2020), S. 257–285

[5] H. Li, X. Zhang, O. Mårs, X. Zhao, Q. Lu, Z. Chen: The effect of iron-based filler metal element on the properties of brazed stainless steel joints for EGR cooler applications. Weld. World 63 (2019), S. 263–275

[6] J. L. Otto, M. Penyaz, K. Möhring, L. Gerdes, T. Schaum, A. Ivannikov, A. Schmiedt-Kalenborn, B. Kalin, F. Walther: Microstructure, residual stresses, and strain-rate-dependent deformation and fracture behavior of AISI 304L joints brazed with NiCrSiB filler metals. Metals 11, 4 (2021), S. 1–23

[7] J. L. Otto, M. Penyaz, A. Schmiedt-Kalenborn, M. Knyazeva, A. Ivannikov, B. Kalin, F. Walther: Effect of phase formation due to holding time of vacuum brazed AISI 304L/NiCrSiB joints on corrosion fatigue properties. J. Mater. Res. Technol. 9, 5 (2020), S. 10550–10558

[8] O. N. Sevryukov, A. N. Suchkov, E. V. Guseva, E.: Brazing of modern engineering materials with STEMET® amorphous brazing filler metals. Non-Ferrous Met. 1 (2015), S. 45–49

[9] VDA recommendation 230-214: Resistance of metallic materials to condensate corrosion in exhaust-gas-carrying components (2018) Berlin, Germany

[10] M. Penyaz, J. L. Otto, N. Popov, A. Ivannikov, A. Schmiedt-Kalenborn, F. Walther, B. Kalin: Microstructure influence on corrosion resistance of brazed AISI 304 L/NiCrSiB joints. Met. Mater. Int. 27 (2021), S. 4142–4151

[11] A. Nazarov, V. Vivier, F. Vucko, D. Thierry: Effect of tensile stress on the passivity breakdown and re-passivation of AISI 304 stainless steel: A scanning Kelvin probe and scanning electrochemical microscopy study. J. Electrochem. Soc. 166, 11 (2019), S. 3207–3219

Die Ermittlung des Druckeigenspannungszuwachses beim Spannungsstrahlen von Parabelfedern gegenüber konventionellem Kugelstrahlen

Determination of the residual stress increase caused by stress peening of parabolic leaf springs compared to conventional shot peening

E. Müller, Steinbeis-Transferzentrum für Federntechnologie, Bauteileverhalten u. Prozess und Hochschule Bochum

Kurzfassung – Blatt-Parabelfedern werden heute zum großen Teil unter Zugvorspannung kugelgestrahlt (Spannungsstrahlen). Dieser Prozess erhöht die induzierte Druckeigenspannung bis an die Grenze, welche durch den Werkstoff und die Festigkeit gegeben ist. Gleichzeitig wird die Tiefenwirkung erhöht, sodass Tiefen von 400 µm ohne Probleme erreicht werden. Dieser Prozess wird durch die Entkohlung der Oberfläche überschattet. Die Güte des Spannungsstrahlens kann durch den erreichten Zuwachs an Druckeigenspannungen gegenüber normalem Strahlen beurteilt werden. In diesem Beitrag wird gezeigt, wie dieses an derselben Feder möglich ist.

Stichwörter: Druckeigenspannung, Parabelfeder, Spannungsstrahlen

Abstract – Today, most of the parabolic leaf springs were shot peened under tensile load stress (stress peening). This process increases the induced compressive residual stress up to the limit caused by the material and the tensile strength. At the same time, the penetration depth goes up to 400 µm without any problems. The process is overshadowed by the decarburization of the surface. The process of stress peening can be good evaluated by the amount of the increased compressive residual stresses compared to normal peening. In this paper is shown how the increase can be determined at the same spring.

Keywords: compressive residual stress, parabolic spring, stress peening

1 Einleitung

Fahrzeugtragfedern werden heute alle kugelgestrahlt. Viele der Federn werden auch spannungsgestrahlt (Definition s. u.). Insbesondere bei Blatt-Parabelfedern ist dieses der Fall. Die Höhe und Tiefe der Druckeigenspannung ist ein entscheidender Faktor für die dynamische Lebensdauer [1]. Federstahl (52 Cr V 4) wird teilweise nur mit hoher Oberflächenentkohlung geliefert. Daher wird die Wirksamkeit des Kugelstrahlens herabgesetzt. Deshalb ist es um so wichtiger, den Spannungsstrahlprozess zu kontrollieren. Neben dem Almentest, der nur die Intensität monitort, ist durch die (röntgenografische) Bestimmung des Eigenspannungsprofils in die Tiefe eine differenzierte Beurteilung möglich. Dazu spielt der Unterschied zwischen „normal“ kugelgestrahlt und spannungsgestrahlt eine wichtige Größe.

2 Grundlagen

2.1 Blatt-Parabelfedern

Blatt-Parabelfedern haben im Gegensatz zu „normalen“ Blattfedern einen parabelförmigen Dickenverlauf entlang des Blattes. Das bewirkt im Gegensatz zu einer konventionellen Blattfeder (= Biegebalken) einen konstanten Verlauf der Lastspannung entlang des einzelnen Blattes und dadurch eine bessere Materialausnutzung [1, 2]. Eine hochbelastbare, gewichtsoptimierte Parabelfeder zeigt **Bild 1**.

2.2 Spannungsstrahlen

Für die Grundlagen des normalen Strahlens, die hier nicht erläutert werden, siehe z. B. [3]. Für das sogenannte Spannungsstrahlen wird das Bauteil in späterer Belastungsrichtung vorgespannt, dann mit den gleichen Parametern wie beim konventionellen Strahlen kugelgestrahlt. Dann wird das Bauteil entlastet und eine Druckeigenspannungserhöhung tritt auf. Die Höhe der induzierte Druckeigenspannung unter der Vorspannung des Bauteils ist vor dem Entlasten unabhängig von der aufgebrachten Lastspannung [4]. Dadurch ergibt sich immer die volle Wirksamkeit des Spannungsstrahlen.



Bild 1: Blatt-Parabelfeder aus nur einem Blatt
Figure 1: Parabolic leaf spring with only one leaf

2.3 Röntgenografische Spannungsanalyse

Durch Röntgendiffraktometrie werden heute häufig Eigenspannungen bestimmt. Da die Eindringtiefe sehr gering ist (8 – 10 µm), muss man, um ein Tiefenprofil zu bekommen, das Material am Messfleck elektrolytisch abtragen. Bei der Messung wird üblicherweise das $\sin^2\psi$-2θ-Verfahren eingesetzt. Hier wird stattdessen das Cos-α-Verfahren benutzt, was einen ganzen Debye-Scherrer-Ring auswertet, siehe z. B. [5, 6].

3 Durchführung des Versuchs

3.1 Blatt-Parabelfeder-Proben

Es wurden zwei unterschiedliche Lagen (Blätter) aus Parabelfedern untersucht (siehe **Bild 2**). Die Blätter wurden unter Produktionsbedingungen hergestellt. Es war eine Einblatt-Parabelfeder und eine zweite Lage aus einer Zweitblatt-Parabelfeder. Beide Federn sind aus 52 Cr V 4. Das Einzelblatt hatte ein Zugfestigkeit R_m = 1665 MPa und die zweite Lage von 1800 MPa. Es wurde kein besonders präpariertes Material benutzt, sondern war ganz „normaler" Federstahl vom Lieferanten, der auch in der Produktion eingesetzt wird. Die Einblattparabelfeder hatte nur reduzierten Schwefel- und Phosphorgehalt.

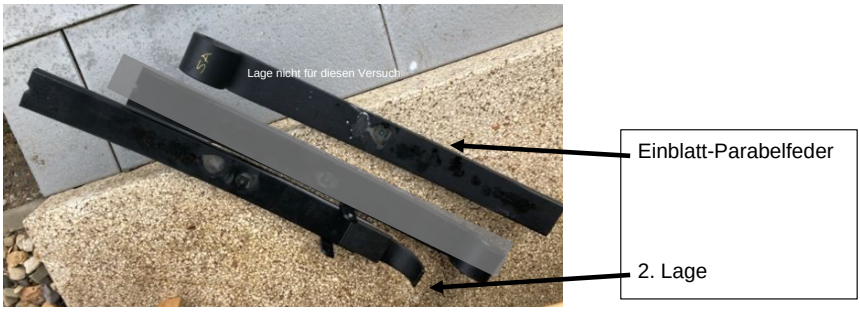


Bild 2: Proben (halbe Lagen)
Figure 2: Samples (half leafs)

3.2 Strahlbedingungen

Die Federlagen wurden unter einer Zug-Vorspannung σ_{vor} = 1750 MPa gestrahlt. Es wurde die Einblattparabelfeder mit Steel Shot WS 390 und die 2. Lage mit WS 460 gestrahlt. Anschließend wurden die Proben produktionsmäßig beschichtet.

3.3 Bestimmung der Eigenspannungen

Die Eigenspannungen wurden längs und quer zum Blatt bestimmt. Da die Vorspannung nur längs des Blattes erfolgt, ist quer zum Blatt der Spannungszustand des normalen Kugelstrahlens vorhanden. Dieses ist nur möglich, da Kugelstrahlen eine rotationsymmetrischen Eigenspannungszustand erzeugt [4]. Gleichzeitig wurde die Halbwertsbreite (HWB oder FWHM) der reflektierten Röntgenstrahlung gemessen. Dieses ist die Breite der reflektierten Intensitätsverteilung in halber Höhe des Maximums der reflektieren Strahlung. Je mehr Versetzungen vorhanden sind, desto mehr ist das Gitter verzerrt und die Streuung erfolgt unter mehr unterschiedlichen Winkeln, was eine Vergrößerung der HWB zur Folge hat. Es wurde ein Tiefenprofil der Eigenspannungen bestimmt, um die Wechselwirkungstiefe des Kugelstrahlens zu sehen.

4 Ergebnisse

4.1 Einblatt-Parabelfeder

Das **Bild 3** zeigt den Verlauf der Eigenspannung über die Tiefe der Einblatt-Parabelfeder.

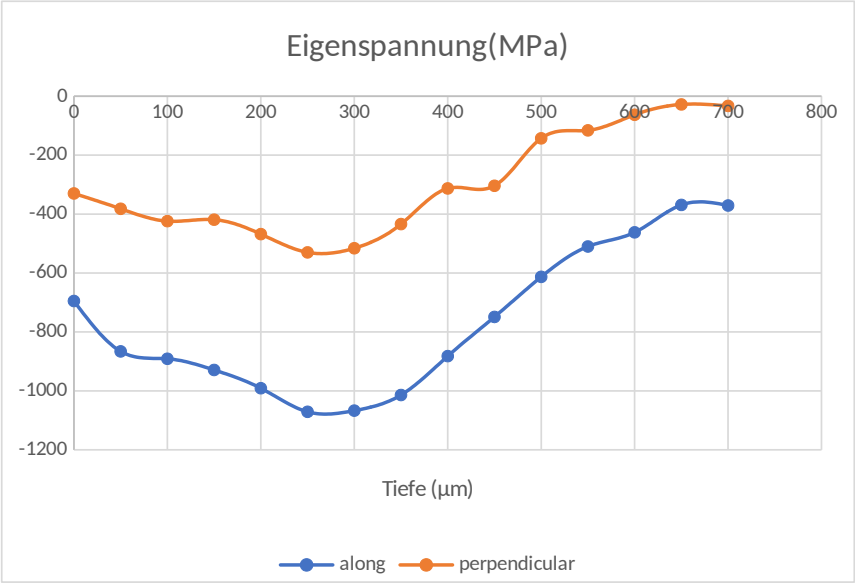


Bild 3: Verlauf der Eigenspannung über die Tiefe (rot = quer zum Blatt, blau = längs)
Figure 3: Development of the residual stress in dependence on the depth

Es ist der typische Verlauf der Eigenspannung nach dem Kugelstrahlen von hochfestem Material (rote Kuve), welcher durch Hertz'sche Pressung als grundlegenden Mechanismus erzeugt wird [7]. Allerdings ist das Druckeigenspannungsmaximun tiefer als bei den Strahlbedingungen zu erwarten. Dieses liegt an der relativ hohen Oberflächenentkohlung, mit welcher das Rohmaterial angeliefert wird. Zu erwarten wäre das Maximum der Druckeigenspannung bei ca. 200 µm. Dadurch, dass der Federstahl in den oberflächennahen Schichten eine geringere Zugfestigkeit hat, kann sich weniger Druckeigenspannung durch das Kugelstrahlen ausbilden [4].

Durch das Entspannen der Federlagen nach dem Strahlen steigt die Druckeigenspannung entsprechend in allen gemessenen Tiefen an (blaue Kurve). Im Mittel liegt der Anstieg bei 600 MPa Druckspannung bis in eine Tiefe von 400 µm. Selbst bei 700 µm Tiefe ist noch eine verminderte Wirkung des Spannungsstrahlens zu sehen. Auch in der entkohlten Zone ist ein deutlicher Anstieg zu verzeichnen.

In **Bild 4** ist der Verlauf der Halbwertsbreite gezeigt, der auch typisch für hochfestes Material ist. In der Hauptwechselwirkungszone ist die Halbwertsbreite am niedrigsten. Dieses ist durch die Wanderung von Versetzungen an die Korngrenzen bedingt, da hier der Hauptteil der kinetischen Energie des Strahlkorns deponiert wird. Man sieht, dass durch das Entlasten nach dem Spannungsstrahlen die Halbwertsbreite wieder ansteigt, um die zusätzlichen Druckeigenspannungen im Korn zu verarbeiten bzw. zu deponieren.

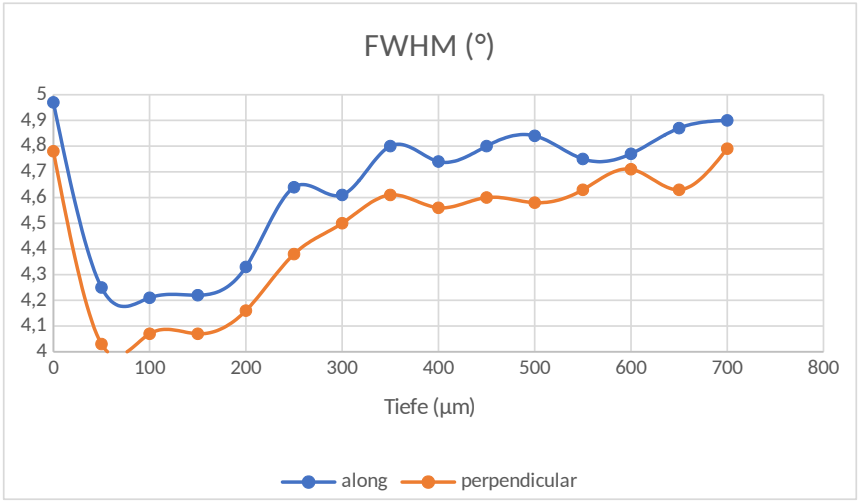


Bild 4: Verlauf der Halbwertsbreite über die Tiefe bei der Einblatt-Parabelfeder
Figure 4: Development of the FWHM in dependence on the depth at the single leaf spring

4.2 Zweites Federblatt

Bei dieser Probe (**Bild 5**) zeigen sich die gleichen charakteristischen Verläufe. Allerdings ist die Entkohlung, verglichen mit der anderen Probe, noch höher, da die an der Oberfläche induzierte Eigenspannung nur bei -200 MPa liegt. Bei entkohlungsfreier Oberfläche ist mehr als der doppelte Wert vorhanden. Die Zunahme der Druckeigenspannung durch das Spannungsstrahlen ist ähnlich. Zwischen 300 µm und 400 µm sieht man einen konstanten Verlauf der Druckeigenspannung. Hier ist die Grenze der möglichen Druckeigenspannung erreicht. Sie liegt bei 2/3 R_m [4]. Die Halbwertsbreiten (**Bild 6**) verhalten sich wie bei der anderen Feder.

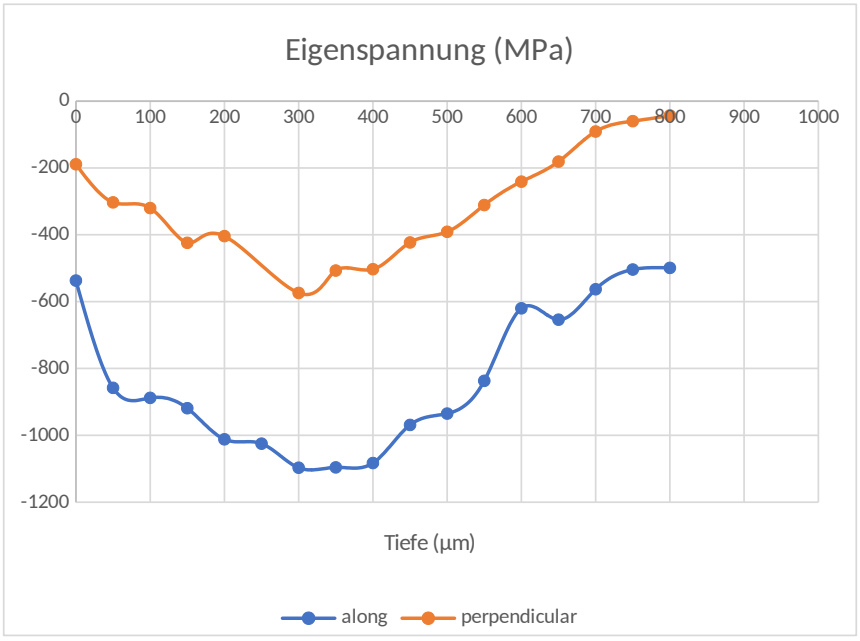


Bild 5: Verlauf der Halbwertsbreite über die Tiefe bei dem zweiten Blatt
Figure 5: Development of the FWHM in dependence on the depth at the second leaf

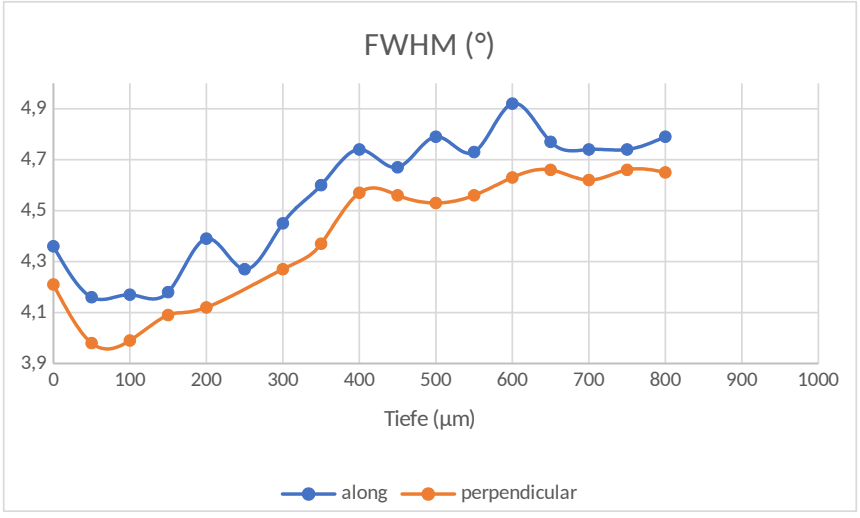


Bild 6: Verlauf der Halbwertsbreite über die Tiefe bei dem zweiten Blatt
Figure 6: Development of the FWHM in dependence on the depth at the second leaf

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Es zeigt sich, dass durch Spannungsstrahlen Druckeigenspannungen induziert werden können, die bis an die Grenze des Möglichen gehen. Durch mikroplastische Verformungen ist diese deutlich unter der Steckgrenze $R_{p02} \approx 0{,}9\ R_m$ [8], da keine Verfestigung des Materials durch Kugelstrahlen mehr stattfindet, sondern alleine eine Einbringung von Druckeigenspannungen. Des Weiteren hat Spannungsstrahlen eine höhere Tiefenwirkung. Man sieht deutlich, dass bei 700 µm Tiefe noch Druckeigenspannungen vorliegen, wo sonst die Druckeigenspannungen nahe Null wären. Eine weitere Steigerung der Druckeigenspannung ist durch eine weitere Erhöhung der Festigkeit und somit der Grenze der maximalen Druckeigenspannung möglich. Allerdings müssen dann Si-Stähle eingesetzt werden, da bei 52 Cr V 4 der Sprödbruchbereich anfängt.

Danksagung – Diese Ergebnisse sind ein Teil aus dem Projekt LIGHTTEC. Dieses Projekt erhielt Gelder vom Research Fund for Coal and Steel unter grant agreement No 799787. Der Autor dankt der Unterstützung dieses Projekts durch Research Fund Coal and Steel der EU.

Literatur

[1] S. Baiker (Hrsg.): Shot Peening, MFN, Wetzikon, 2017, (6. Auflage) S. 131

[2] E. Müller: The Performance of Leaf Springs at an End or are there Future Potentials? Proceedings SCT 2022, https://m.sct-2022.com/programs/proceedings (Zugriff: 20. 6. 22)

[3] S. Baiker (Hrsg.): Shot Peening, MFN, Wetzikon, 2017, (6. Auflage) S. 126–129

[4] E. Müller: The Development of Residual Stress at Bending Specimens under the Influence of Setting and Stress Peening. In Nakonieczny, A. (Hrsg.): Proceedings zur 7. Internationalen Kugelstrahlkonferenz 1999, Institute of Precision Mechanics, Warschau, 1999, S. 88 -95

[5] E. Müller: Die Bestimmung von Eigenspannungen an Großbauteilen mittels Röntgendiffraktometrie mit Hilfe des Cos-α-Verfahrens. In Vormwald, M. (Hrsg.): Bruchmechanische Werkstoff- und Bauteilbewertung: Bericht 254, DVM, Berlin, 2022, S. 83-92, https://doi.org/10.48447/Br-2022-BB

[6] T. Sasaki, R. Mizuno, S. Takago, Y. Mishima: Standardization of Cosα Method for X-Ray Stress Measurement. Materials Science Forum, Vol. 1016 (2021), S. 1240-1245, https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.1016.1240

[7] H. Hertz: Ueber die Berührung fester elastischer Körper. Journal für die reine und angewandte Mathematik, Vol. 1882/92, (1882), S. 156-171, https://doi.org/10.1515/crll.1882.92.156

[8] F. Fischer, H. Vondracek: Warmgeformte Federn, Hoesch Hohenlimburg AG, Hagen, 1987, S. 203

Elektrische Widerstandsmessung zur effizienten Ermittlung von Bauteilwöhlerkurven

Determining the Wöhler curves of components using the measurement of the change in electrical resistance

B. Blinn, B. Jost, D. Eifler, T. Beck, Lehrstuhl für Werkstoffkunde (WKK), TU Kaiserslautern
M. Klein, Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt, Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde, TU Darmstadt
C. Stelter, Car Chassis Technology, ZF Friedrichshafen Group

Kurzfassung – Zur Analyse des Ermüdungsverhaltens von Bauteilen bietet die Messung der Änderung des elektrischen Widerstands ein hohes Potenzial, da sie die gezielte Untersuchung relativ kleiner Werkstoffvolumina erlaubt und zudem im lastfreien Zustand erfolgen kann. Um die Übertragbarkeit der für Messungen an Ermüdungsproben etablierten Methodik auf Bauteilgeometrien zu eruieren, wurde in der vorliegenden Arbeit eine Sensorik zur Erfassung des elektrischen Widerstands in der versagenskritischen Schweißnaht einer Fahrwerkskomponente entwickelt. Mit dieser Sensorik konnten reproduzierbar und valide die ermüdungsbedingten Änderungen des elektrischen Widerstands in Ermüdungsversuchen erfasst werden. Auf Basis der hiermit ermittelten Messwertverläufe konnte ferner mit Hilfe der physikalisch basierten Lebensdauerberechnungsmethode PhyBaL$_{LIT}$ die Wöhlerkurve des Bauteils ermittelt werden, die eine hohe Übereinstimmung mit den zur Validierung durchgeführten Einstufenversuchen aufweist. Es wurde gezeigt, dass mit der elektrischen Widerstandsmessung die Bewertung des Bauteilermüdungsverhaltens möglich ist, woraus ein hohes Anwendungspotenzial abgeleitet werden kann.

Stichwörter: Ermüdungsverhalten metallischer Komponenten, Laststeigerungsversuche, PhyBaL$_{LIT}$, Structural Health Monitoring.

Abstract – The measurement of the change in the electrical resistance has a high potential to analyze the fatigue behavior of components, since it can be determined in the load-free state and can be used to locally investigate small volumes. However, this measurement technique is only established to characterize the fatigue behavior of specimens. To proof the transferability of this technique on more complex component geometries, a sensor system was developed, which enables the detection of the electrical resistance of a weld seam in a structural chassis component. Using this sensor system, the fatigue-induced changes in the electrical resistance were determined reproducibly. Based on the changes in electrical resistance obtained in the fatigue tests, the Wöhler curve of the component was determined by means of the physically based lifetime calculation method PhyBaL$_{LIT}$. This Wöhler curve corresponds well to the lifetime data obtained in additional constant amplitude tests, which underlines the applicability of the sensor system. Consequently, it was shown that the measurement of the electrical resistance enables a valid analysis of a component's fatigue behavior, and thus, has a high potential for technical application.

Keywords: Fatigue behavior of metallic components, load increase tests, PhyBaL$_{LIT}$, structural health monitoring.

1 Einleitung

Zur Auslegung und Optimierung zyklisch beanspruchter Strukturkomponenten ist ein grundlegendes Verständnis der Ermüdungseigenschaften unabdingbar. Hierzu ist eine Analyse des Ermüdungsverhaltens und der beanspruchungsbedingten Veränderungen der Werkstoffeigenschaften von hoher Relevanz. Die Detektion betriebsbedingter Veränderungen der Werkstoffeigenschaften spielt im Zusammenhang mit der Überwachung des Bauteilzustands eine erhebliche Rolle, was für gezielte Instandsetzungsmaßnahmen, wie z. B. dem Austausch von Wälzlagern in Windkraftanlagen, von zunehmender Bedeutung ist.

Hierfür ist es zwingend erforderlich, die Änderungen der Werkstoffeigenschaften infolge zyklischer Beanspruchungen zu erfassen, wozu an einfachen Probekörpern bereits zahlreiche Messgrößen erfolgreich genutzt werden [1–7]. Hierzu zählen insbesondere die Erfassung der

mechanischen Spannung-Dehnung-Hysterese und die hieraus bestimmte plastische Dehnungsamplitude $\varepsilon_{a,p}$, sowie die verformungsinduzierte Temperaturänderung ΔT, die direkt mit der geleisteten plastischen Verformungsarbeit, und folglich mit der von der Spannung-Dehnung-Hysterese eingeschlossenen Fläche, korreliert [5]. Mit den Messgrößen $\varepsilon_{a,p}$ und ΔT kann zwar das Wechselverformungsverhalten des Werkstoffs bewertet werden, allerdings ist deren Verwendung für die lokale Analyse kritischer Werkstoffbereiche oftmals nicht zielführend. Während geometriebedingt die Dehnung, und somit auch $\varepsilon_{a,p}$, nicht immer bestimmt werden kann, ist eine Analyse kleiner Volumina auf Basis von ΔT kaum möglich. Da das kritisch beanspruchte Volumen in der Regel verhältnismäßig klein und die hieraus resultierende verformungsinduzierte Wärmemenge gering ist, können die entsprechenden ΔT-Werte nicht hinreichend für eine valide Analyse erfasst werden. Zusätzlich zu diesen etablierten Messmethoden kann auch mit Hilfe der Änderung des elektrischen Widerstands R [1,3,5,8] und der magnetischen Eigenschaften [4,7] das Ermüdungsverhalten erfolgreich beschrieben werden. Die Änderungen dieser physikalischen Eigenschaften können zudem auch im lastfreien Zustand erfasst werden [3,9], wohingegen $\varepsilon_{a,p}$ und ΔT nur während der Beanspruchung bestimmt werden können. Im Vergleich zur Detektion der ermüdungsbedingten Änderung des elektrischen Widerstands ΔR ist bei der Messung der magnetischen Eigenschaften zu berücksichtigen, dass für diese Methode deutlich weniger Erfahrungen vorliegen und sie bei paramagnetischen Werkstoffen, wie z. B. Aluminiumlegierungen, nicht ohne weiteres eingesetzt werden kann. Zusammenfassend ist die Detektion der Veränderungen des elektrischen Widerstands prädestiniert zur Analyse ermüdungsbedingter Veränderungen der Werkstoffeigenschaften von zyklisch beanspruchten Bauteilen. Auch wenn diese Messmethode eine hohe Anwendungsrelevanz besitzt, ist ihr Einsatz zur Erfassung des Ermüdungszustands bisher lediglich für einfache Ermüdungsproben etabliert.

Dementsprechend wurde in der vorliegenden Arbeit anhand einer Fahrwerkskomponente aus einem vergüteten Stahl die Anwendbarkeit der elektrischen Widerstandsmessung zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens von Bauteilen eruiert. Hierzu war zunächst eine Sensorik zur Erfassung des elektrischen Widerstands der lebensdauerbestimmenden Schweißnaht inklusive ihrer Wärmeeinflusszone zu entwickeln. In Laststeigerungsversuchen (LSV) mit ansteigender Lastamplitude und Einstufenversuchen (ESV) mit konstanter Beanspruchungsamplitude wurde zunächst validiert, dass mit Hilfe der Sensorik ermüdungsbedingte Änderungen der Werkstoffeigenschaften detektiert werden können. Anschließend wurde mit Hilfe der aufgezeichneten Messwertverläufe überprüft, ob die Bauteilwöhlerkurve unter Verwendung der physikalisch basierten Lebensdauerberechnungsmethode $\mathrm{PhyBaL}_{\mathrm{LIT}}$ hinreichend genau abgeschätzt werden kann.

2 Untersuchtes Bauteil und Versuchsmethodik

Das in der vorliegenden Arbeit untersuchte Bauteil ist eine in hoher Stückzahl produzierte Fahrwerkskomponente der ZF Friedrichhafen AG, die eine große Bedeutung für die Fahrwerksstabilität hat und somit sicherheitsrelevant ist. Diese Komponente wird mit Hilfe eines Pressschweißverfahrens hergestellt und liegt abschließend in einem bainitischen Zustand vor. Die Schweißnaht sowie ihre Wärmeeinflusszone (WEZ) führen zu einer geometrischen und mikrostrukturellen Kerbwirkung, weshalb die Ermüdungsfestigkeit des Bauteils maßgeblich durch die Schweißnaht und somit vom Pressschweißprozess bestimmt wird.

Bei der Nutzung der elektrischen Widerstandsmessung zur Analyse des Ermüdungsverhaltens ist zu berücksichtigen, dass sich R aus der Kombination der Geometrie des elektrischen Leiters (Länge l und Querschnittsfläche A) und dem spezifischen elektrischen Widerstand des Werkstoffs ρ ergibt (siehe Gl. (1)) [5]. Während in Rissausbreitungsversuchen mit dieser Messmethodik insbesondere die Veränderung des Leiterquerschnitts betrachtet wird [10,11], steht in dieser Arbeit die ermüdungsbedingte Änderung von ρ im Fokus, die auf Mikrostrukturveränderungen zurückzuführen ist [5]. Hierbei sind insbesondere die Anzahl und die Anordnung der Versetzungen von Bedeutung.

$$R = \rho \cdot {}^{l}\!/_{A} \qquad (1)$$

Um die Anwendbarkeit der elektrischen Widerstandsmessung zur Erfassung des Ermüdungsverhaltens anhand des vorliegenden Bauteils zu eruieren, ist es Grundvoraussetzung, die Eigenschaften lokal in der Schweißnaht zu detektieren, da das Werkstoffvolumen der Schweißnaht inklusive ihrer WEZ lebensdauerbestimmend ist. Dazu wurde zunächst eine Sensorik entwickelt, mit deren Hilfe nahezu ausschließlich der elektrische Widerstand dieses Werkstoffvolumens bestimmt werden kann. Hierzu wurde an das gesamte Bauteil ein konstanter Gleichstrom mit der Stromstärke I angelegt und mit Hilfe zweier Kontaktstifte die Spannung U_{Mess} im Schweißnahtvolumen und der WEZ erfasst (siehe **Bild 1**). Unter Einbeziehung der konstanten Stromstärke I lässt sich hieraus der elektrische Widerstand R dieses Werkstoffvolumens berechnen.

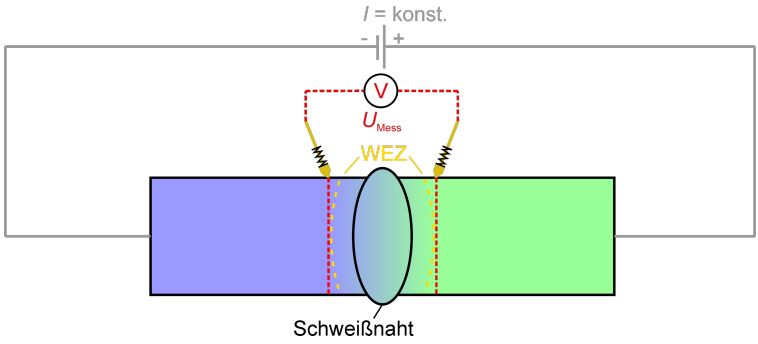


Bild 1: Schematische Darstellung der Sensorik sowie deren Positionierung an der Bauteilschweißnaht.
Figure 1: Schematic illustration of the sensor system and its position at the weld seam of the component.

Anstatt eines Wechselstroms wurde bewusst ein konstanter Gleichstrom verwendet, da mit diesem eine homogene Betrachtung des Schweißnahtvolumens ermöglicht wird und nicht nur Randeffekte untersucht werden. Zur Kontaktierung wurden gefederte Kontaktstifte verwendet, um trotz der Wegänderungen im Ermüdungsversuch eine kontinuierliche Kontaktierung zu gewährleisten. Durch die Verwendung einer Vierleitermessung konnte zudem der Einfluss der leicht variierenden Kontaktierungsbedingungen minimiert werden.

Neben der konstruktiven Umsetzung war ferner die Höhe der verwendeten Stromstärke I zu erarbeiten. Hierbei führen höhere I zwar zu größeren U_{Mess} und somit zu einer gesteigerten Auflösung ermüdungsbedingter Änderungen. Allerdings resultieren zu hohe Stromstärken in einer unerwünschten Erwärmung des Bauteils, was zu vermeiden ist. Folglich wurden unterschiedliche Stromstärken in stationären Versuchen untersucht und die größte Stromstärke, die zu einer Bauteiltemperatur von maximal 30°C geführt hat, für die Messungen verwendet.

3 Versuchsergebnisse und Diskussion

Zunächst wurde die Anwendbarkeit der entwickelten Sensorik zur Erfassung des Ermüdungsverhaltens des Bauteils validiert. Hierzu wurden kraftkontrollierte Laststeigerungsversuche (LSV) bei einem Lastverhältnis von R = -1 und einer Frequenz von f = 5 Hz durchgeführt, in denen die Kraftamplitude F_a stufenweise gesteigert wurde. Zu Beginn wurde eine sehr geringe F_a weit unterhalb der zu erwartenden Dauerfestigkeit gewählt, die nach einer definierten Zyklenzahl ΔN um ein definiertes Intervall ΔF_a gesteigert wurde. Mit identischen Intervallen ΔN und ΔF_a wurde die Last in den LSV bis zum Bauteilversagen erhöht (siehe **Bild 2a**). Wie in **Bild 2a** zu erkennen ist, folgt einem initialen Anstieg von ΔR ein Sättigungsbereich, in dem

nahezu keine Änderungen von ΔR auftreten. An diesen Bereich schließt sich ab einer hinreichend hohen F_a ein progressiver Anstieg von ΔR an, der auf beginnende Ermüdungsvorgänge zurückzuführen ist. Insgesamt kann aus dem LSV abgeleitet werden, dass mit Hilfe der konstruierten Sensorik die ermüdungsbedingten Mikrostrukturveränderungen innerhalb der Schweißnaht erfasst werden können. Hieraus kann eine prinzipielle Anwendbarkeit der Sensorik für die Charakterisierung des Bauteilermüdungsverhaltens abgeleitet werden.

Basierend auf den Erkenntnissen des LSV wurde anschließend überprüft, ob die ermittelten Kennwerte hinreichend genau sind, um mittels der physikalisch basierten Lebensdauerberechnungsmethode PhyBaL$_{LIT}$ die Wöhlerkurve des Bauteils zu ermitteln. Die Vorgehensweise bei dieser Methodik ist detailliert in [1,12] erläutert und im Folgenden knapp dargestellt. Die Basis hierfür ist der von Morrow [13] erarbeitete Zusammenhang zwischen der Steigung der zyklischen Spannung-Dehnung (ZSD)-Kurve, die als zyklischer Verfestigungsexponent n' bezeichnet wird, und der Steigung der Wöhlerlinie im High Cycle Fatigue (HCF)-Bereich (siehe Gl. (2)), repräsentiert durch den Ermüdungsfestigkeitsexponenten b.

$$b = \frac{n'}{-5n' + 1} \tag{2}$$

Mit Hilfe der Informationen aus einem LSV lässt sich eine ZSD-Kurve ableiten, da hierbei unterschiedliche Beanspruchungsamplituden aufgebracht und die dazugehörigen Werkstoffreaktionen bestimmt werden. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass Gl. (2) nur für einstufige Beanspruchungen gilt und die in den höheren Laststufen des LSV ermittelten Kennwerte durch die vorangehende Beanspruchung beeinflusst werden können. Dementsprechend ist eine Umwertung auf einstufige Beanspruchung notwendig, wofür zusätzlich zwei ESV durchgeführt werden. Diese erfolgen auf dem Niveau der höchsten, vollständig durchlaufenen Laststufe (oberer ESV) und dem Niveau der Laststufe, in der erste signifikante Ermüdungsreaktionen zu erkennen sind (unterer ESV). In den ESV erfolgt die Kennwertentnahme üblicherweise im Sättigungsbereich oder bei halber Bruchlastspielzahl N_B [14]. Mit Hilfe der so ermittelten ZSD-Kurve können anschließend n' und folglich aus Gl. (2) b bestimmt werden. Zur Bestimmung der Lage der Wöhlerkurve wird das Wertepaar aus Beanspruchung und N_B eines ESV verwendet, wozu der obere ESV genutzt wird, da hier kleinere Lebensdauerstreuungen zu erwarten sind.

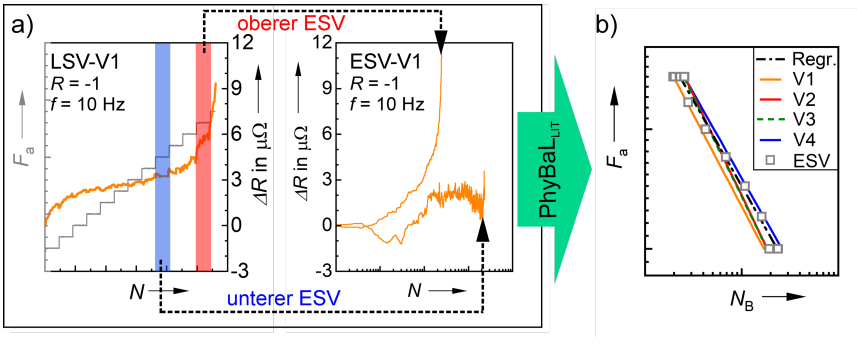


Bild 2: a) Schematische Darstellung der Ableitung des oberen und unteren ESV aus einem LSV anhand der Ergebnisse aus Versuchsreihe V1 sowie b) die basierend auf diesen Daten mittels PhyBaL$_{LIT}$ ermittelten Wöhlerkurven der vier Versuchsreihen.

Figure 2: a) Schematic illustration of the relation of the load increase test and the upper as well as lower constant amplitude tests based on the results of the test series V1 and b) the Wöhler curves of the four test series determined based on these kind of experiments by means of PhyBaL$_{LIT}$.

Entsprechend der Ausführungen in [1] kann äquivalent zur ZSD-Kurve eine zyklische Spannung-ΔR-Kurve zur Wöhlerkurvenermittlung genutzt werden. Da in [1] die Spannungsamplitude die Regelungsgröße darstellte, werden in der vorliegenden Arbeit F_a-ΔR-Kurven betrachtet.

In den Messgrößenverläufen der anhand des LSV definierten oberen und unteren ESV sind beanspruchungsbedingte Unterschiede zu erkennen. Während der untere ESV einen stationären Bereich aufweist, der den Großteil der Lebensdauer ausmacht, ist beim oberen ESV über die gesamte Lebensdauer ein kontinuierlicher Anstieg von ΔR zu verzeichnen. Dementsprechend wurde beim oberen ESV bei ca. 0,5 N_B und beim unteren ESV zu Beginn des stationären Niveaus der Kennwert entnommen (vgl. **Bild 3b**). Basierend auf den Messgrößenverläufen in **Bild 2a** wurde die entsprechende F_a-ΔR-Kurve ermittelt, woraus anschließend die in **Bild 2b** dargestellte Wöhlerlinie (V1) berechnet wurde. Zur Validierung der ermittelten Wöhlerkurve wurden zusätzliche ESV bei verschiedenen F_a durchgeführt. Die hieraus resultierenden Datenpunkte sowie deren Regressionskurve zeigen eine hohe Übereinstimmung mit der mittels PhyBaL$_{LIT}$ bestimmten Wöhlerkurve. Folglich konnte nachgewiesen werden, dass auf Basis der konstruierten Sensorik und der hiermit erfassten ΔR-Kennwerte die Bauteilwöhlerkurve unter Verwendung von PhyBaL$_{LIT}$ zuverlässig abgeschätzt werden kann.

Um die mit der ersten Versuchsreihe V1 gewonnen Resultate hinsichtlich der Reproduzierbarkeit zu validieren sowie die Zuverlässigkeit der gewonnen Messwertermittlung zu prüfen, wurden drei weitere Versuchsreihen V2-V4, die jeweils einen LSV sowie einen oberen und unteren ESV umfassen, durchgeführt. Bei Betrachtung der LSV in **Bild 3a** kann eine sehr hohe Reproduzierbarkeit der Messwertverläufe festgestellt werden. Zudem ist zu beobachten, dass die Messwertverläufe der oberen und unteren ESV ebenfalls eine hohe Übereinstimmung zueinander aufweisen (siehe **Bild 3b**). In den unteren ESV wird bei allen Versuchen ungefähr bei gleicher Lastspielzahl der Sättigungsbereich erreicht, weshalb die Kennwertentnahme zu Beginn dieses Übergangs festgelegt wurde (siehe **Bild 3b**). Da aus dem unteren ESV lediglich ΔR als Kennwert benötigt wird, kann der Versuch für eine schnellere Kennwertermittlung nach Erreichen des Sättigungszustands bzw. des entsprechenden Lastwechselbereichs abgebrochen werden, was die Versuchszeit deutlich reduziert. Die deutliche Zeitersparnis durch dieses Vorgehen wird durch die verkürzte Darstellung der Kennwertverläufe der unteren ESV der Versuchsreihen V2-V4, die bis zur Kennwertentnahme abgebildet sind, in **Bild 3b** verdeutlicht.

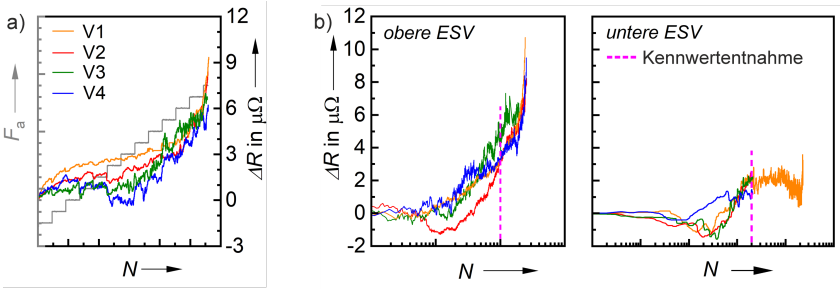


Bild 3: Vergleich der elektrischen Widerstandsänderungen (ΔR) in a) den LSV sowie b) oberen und unteren ESV der vier Versuchsreihen.
Figure 3: Comparison of the change in electrical resistance (ΔR) obtained in the a) load increase tests as well as b) upper and lower constant amplitude tests performed in the four test series.

In den in **Bild 2b** gezeigten, mittels PhyBaL$_{LIT}$ bestimmten Wöhlerkurven ist zudem zu erkennen, dass alle Versuchsreihen zu validen Abschätzungen der Lebensdauer und zu vergleichbaren Resultaten führen. Hieraus ist eine hohe Reproduzierbarkeit der Wöhlerkurvenermittlung abzuleiten, was die zuverlässige Anwendbarkeit der elektrischen Widerstandsmessung für eine Bauteilcharakterisierung belegt.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit konnte mit Hilfe einer auf das Bauteil angepassten Sensorik die ermüdungsbedingte Änderung des elektrischen Widerstands ΔR in der lebensdauerbestimmenden Schweißnaht einer Fahrwerkskomponente erfasst und somit das Ermüdungsverhalten charakterisiert werden. Zudem wurde gezeigt, dass auf Basis dieser Messwerte eine effiziente Ermittlung der Bauteilwöhlerkurve mittels $\mathrm{PhyBaL_{LIT}}$ möglich ist.

Darüber hinaus belegen die vorgestellten Ergebnisse, dass die Messung von ΔR eine Analyse des Ermüdungsverhaltens von kleinen, schwer zugänglichen und versagenskritischen Bauteilbereichen erlaubt. Weiterhin zeigen die Resultate in [3], dass für Ermüdungsproben auf Basis der elektrischen Widerstandsmessung die Erfassung des aus Betriebslastfolgen resultierenden Ermüdungsverhaltens möglich ist. Da zusätzlich mit dieser Methodik auch im lastfreien Zustand ermüdungsbedingte Werkstoffveränderungen detektiert werden können [3], besitzt das Verfahren ein enormes Potenzial für den Einsatz im Sinne des Structural Health Monitoring von wartungsintensiven, sicherheitsrelevanten Komponenten bzw. hochbeanspruchten Bauteilbereichen, was in weiterführenden Arbeiten betrachtet werden soll.

Literatur

[1] P. Starke, F. Walther, D. Eifler: “PHYBAL” a Short-Time Procedure for a Reliable Fatigue Life Calculation. Advanced Engineering Materials 12/4 (2010), S. 276–282.

[2] B. Jost, M. Klein, T. Beck, D. Eifler: Temperature dependent cyclic deformation and fatigue life of EN-GJS-600 (ASTM 80-55-06) ductile cast iron. International Journal of Fatigue 96 (2017), S. 102–113.

[3] B. Blinn, T. Beck, B. Jost, M. Klein, D. Eifler: $\mathrm{PhyBaL_{SL}}$ – Short-time procedure for the determination of the fatigue lifetime of metallic materials under service loading. International Journal of Fatigue 144 (2021), 106060.

[4] M. Smaga, D. Eifler: Fatigue Life Calculation of Metastable Austenitic Stainless Steels on the Basis of Magnetic Measurements. Materials Testing 51/6 (2009), S. 370–375.

[5] G. Biallas, A. Piotrowski, D. Eifler: Cyclis stress-strain, stress-temperature and stress-electrical resistance response of NiCuMo alloyed sintered steel. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 18/5 (1995), S. 605–615.

[6] H. X. Zhang, G. H. Wu, Z. F. Yan, S. F. Guo, P. D. Chen, W. X. Wang: An experimental analysis of fatigue behavior of AZ31B magnesium alloy welded joint based on infrared thermography. Materials & Design 55 (2014), S. 785–791.

[7] S. Deldar, M. Smaga, T. Beck: On the influence of cyclic loadings on the magnetic permeability of ferritic-pearlitic AISI 1045 steel. International Journal of Fatigue 159 (2022), 106650.

[8] F. Stern, J. Tenkamp, F. Walther: Non-destructive characterization of process-induced defects and their effect on the fatigue behavior of austenitic steel 316L made by laser-powder bed fusion. Progress in Additive Manufacturing 5/3 (2020), 287–294.

[9] M. Smaga, A. Boemke, T. Daniel, R. Skorupski, A. Sorich, T. Beck: Fatigue Behavior of Metastable Austenitic Stainless Steels in LCF, HCF and VHCF Regimes at Ambient and Elevated Temperatures. Metals 9/6 (2019), 704.

[10] I. Černý: The use of DCPD method for measurement of growth of cracks in large components at normal and elevated temperatures. Engineering Fracture Mechanics 71/4-6 (2004): S. 837–848.

[11] K. van Minnebruggen, S. Hertelé, M. A. Verstraete, W. de Waele: Crack growth characterization in single-edge notched tension testing by means of direct current potential drop measurement. International Journal of Pressure Vessels and Piping 156 (2017), S. 68–78.

[12] B. Blinn, M. Ley, N. Buschhorn, R. Teutsch, T. Beck: Investigation of the anisotropic fatigue behavior of additively manufactured structures made of AISI 316L with short-time procedures $\mathrm{PhyBaL_{LIT}}$ and $\mathrm{PhyBaL_{CHT}}$. International Journal of Fatigue 124 (2019), S. 389–399.

[13] J. Morrow: Cyclic Plastic Strain Energy and Fatigue of Metals. ASTM International (1964), 45-87.

[14] D. Eifler, E. Macherauch: Microstructure and cyclic deformation behaviour of plain carbon and low-alloyed steels. International Journal of Fatigue 12/3 (1990), S. 165–174.

Ermüdungseigenschaften von thermohydrogen erzeugten Gefügegradienten in Ti-6Al-4V

Fatigue properties of microstructural gradients in Ti-6Al-4V generated with thermohydrogen treatment

C. D. Schmidt, H.-J. Christ und A. von Hehl, Institut für Werkstofftechnik, Universität Siegen

Kurzfassung – Technische Bauteile sind wachsenden Anforderungen bezüglich ihrer Lebensdauer ausgesetzt. Daher ist die Entwicklung thermochemischer Prozesse zur gezielten Gefügeeinstellung nötig. Titanlegierungen erlauben eine Wärmebehandlung unter temporärer Wasserstoff(H)-Beladung (Thermohydrogen Treatment: *THT*). Das hier beschriebene Vorhaben evaluiert die mechanischen Eigenschaften von Gefügezuständen, die aus einer lokalen Gefügeanpassung an Ti-6Al-4V mittels *THT* durch Veränderung der Verteilung und Morphologie von festigkeitssteigernden Ausscheidungen sowie der Korngröße in Abhängigkeit vom Abstand zur Oberfläche (Gefügeradient) hervorgehen. Dazu wurden Versuche an einer Miniaturprüfmaschine, welche die *in situ* Beobachtung der Ermüdungsrissentstehung und -ausbreitung an einem Lasermikroskop ermöglicht, Wechselverformungsversuche zur Bestimmung der Ermüdungslebensdauer in Abhängigkeit von der Spannungsamplitude sowie Zugversuche durchgeführt. Die Untersuchung zeigt, dass eine 550°C-Auslagerung im Anschluss an die *THT*-induzierte Gefügegradierung die Ermüdungseigenschaften im Vergleich zu einem homogenen Referenzgefüge verbessert.

Stichwörter: Ermüdung, thermohydrogene Behandlung, Gefügegradient

Abstract – Technical components are subject to increasing demands regarding durability and reliability, which makes the development of thermochemical processes auspicious. Titanium alloys allow temporary hydrogen charging (thermo-hydrogen treatment: *THT*). The investigation presented evaluates the resulting mechanical properties, which arise from the realization of a local microstructure adaptation of Ti-6Al-4V by *THT*. The microstructural adaptation evokes a change of the distribution and morphology of strengthening precipitates as well as the grain size which both depend on the distance to the surface (microstructural gradient). For this purpose, tests with a miniature testing machine, which allows in-situ observation of crack initiation and propagation under cyclic loading by means of a confocal laser microscope, were carried out. Furthermore, cyclic deformation tests for determining the fatigue life as a function of the stress amplitude and tensile tests were conducted. The investigation shows that an ageing at 550°C following the *THT*-induced microstructural gradient generation significantly improves the fatigue properties in comparison to a homogeneous reference microstructure.

Keywords: fatigue, thermohydrogen treatment, microstructural gradient

1 Einleitung

Titanlegierungen werden nach der β-Phasenstabilität in die Legierungsklassen α(hex)-, (α+β)- und β(krz)-Ti-Legierungen eingeteilt. Aufgrund der hohen Gaslöslichkeit der β-Phase und der vollständigen Reversibilität der Metall-Gas-Reaktion ist das temporäre Legieren mit atomarem Wasserstoff (H) als Bestandteil einer thermischen Behandlung, die sogenannte thermohydrogene Behandlung (*THT*), möglich. *THT* besteht in der Regel aus der Prozessfolge Lösungsglühung, diffusionskontrollierter H-Aufnahme (H-Beladung), H-Entgasung und Auslagerung. Die H-Effekte, die das Gefüge beeinflussen, können einen positiven Effekt auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs haben. Sie lassen sich durch zwei Hauptphänomene beschreiben: Zum einen ist H ein stark β-stabilisierendes Element in Ti-Legierungen, senkt die β-Transustemperatur T_β auf $T_\beta(H)$ und reduziert somit, im Vergleich zur konventionellen Wärmebehandlung (Lösungsglühen und Auslagern) von Ti-Legierungen, das Kornwachstum während der Lösungsglühung. Zum anderen ruft H bei Überschreiten der maximalen H-Löslichkeit eine Hydridbildung hervor, die mit einer lokalen Volumenexpansion verbunden ist. Nach der Auflösung der Hydride werden im Gefüge Versetzungen und Leerstellen hinterlassen, welche eine erhöhte Keimbildungsdichte für die Entwicklung der Ausscheidungsmorphologie bei der Auslagerung (und damit eine homogenere und sehr feine Ausscheidungsmorphologie) oder eine Rekristallisation (und damit eine geringe Korngröße) bei einer nachgeschalteten Glühung verursachen. Frühere Arbeiten über *THT* führten durch Erzeugung eines

homogenen und feinen Gefüges zu einer, im Vergleich zu konventionell eingestellten Ti-Gefügen, erhöhten Festigkeit bei zyklischer und statischer Belastung [1]. Ziel der Untersuchung ist die Realisierung einer Mikrostruktur, welche in Abhängigkeit vom Oberflächenabstand einen Gefügegradient aufweist, der die für die Anwendung von zyklisch beanspruchten Bauteilen relevanten Eigenschaften verbessert. In [2] wurden Gradientengefüge mittels *THT* ohne Auslagerung eingestellt, die im Vergleich zu einem homogenen Gefüge im Randbereich durch eine feinere und globulare Morphologie beschrieben werden. Die Gefügegradierung durch *THT* erfolgte anhand von zwei unterschiedlichen Konzepten (Pfad A und Pfad B), nach denen jeweils ein H-Konzentrationsgradient nach der Lösungsglühung durch eine gezielte H-Beladung etabliert wurde und die sich hinsichtlich der maximalen, in Randnähe der Probe erzielten H-Konzentration (bei Pfad B größer als bei Pfad A) bzw. der Tiefe des durch H beeinflussten Gefüges (bei Pfad A größer als bei Pfad B) unterscheiden. Zur Auswahl des geeigneten *THT*-Pfades, der noch keine Auslagerung beinhaltet, wird in diesem Beitrag das Kurzrisswachstumsverhalten beider Zustände gegenübergestellt und die mechanischen Eigenschaften unter statischer und zyklischer Beanspruchung mit einem ausgelagerten *THT*- und einem Referenzzustand verglichen.

2 Untersuchungsmethoden zur Evaluation der mechanischen Eigenschaften von durch *THT* erzeugten Gradientengefügezuständen

Die Versuche wurden an der (α+β)-Ti-Legierung Ti-6Al-4V durchgeführt. Zur thermohydrogenen Erzeugung der in [2] beschriebenen Gradientengefüge mit einem lamellaren Ausgangsgefüge (α-Lamellenbreite: 10-80 µm, gemittelt 30 µm; α-Lamellenpaketbreite: 600-800 µm) erfolgten H-Beladungs- und -Entgasungsversuche an Miniatur-, Zug- und Ermüdungsproben in einer Horizontalglühapparatur (Probenpräparation siehe [1]) unter Zufuhr eines He/H_2-Gasgemisches mit 10% H_2 (H-Beladung) oder im Vakuum ($p = 2 \cdot 10^{-5}$ mbar, H-Entgasung). Die Lösungsglüh-, H-Beladungs- und -Entgasungstemperatur wurde in den vorangegangenen Arbeiten experimentell ermittelt. Die Festlegung der H-Beladungsdauern basiert auf den Ergebnissen aus [2]. Die H-Konzentration nach den H-Beladungsexperimenten wurden mit Heißgasschmelzextraktion (Typ *H 836* der Fa. *Leco*) validiert. Die Auswahl der Auslagerungsparameter (550°C, 6 h) wurde auf Grundlage der Ergebnisse von Paramore et al. getroffen [3]. **Bild 1** fasst die Prozessführung der untersuchten Zustände unter Angabe der erzielten gemittelten H-Konzentrationen für die drei verwendeten Probengeometrien zusammen.

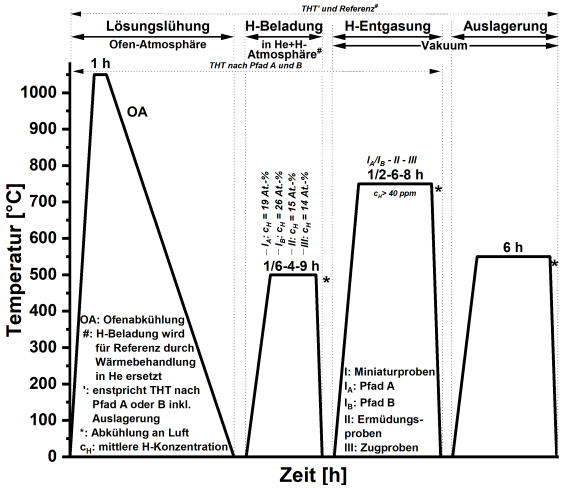


Bild 1: Temperatur-Zeitverlauf-Schema zur Erzeugung des *THT*- und des Referenz-Zustands
Figure 1: Schematic temperature-time curve for the generation of the *THT* and the reference condition

Der Referenzzustand wurde durch eine Wärmebehandlung eingestellt, deren Parameter in allen Prozessschritten mit denen des finalen *THT*-Prozesses (inkl. Auslagerung) identisch sind, mit der Ausnahme, dass der zweite Schritt (Pendant zu H-Beladung bei *THT*) unter Helium erfolgte. Zur Bestimmung der aus *THT*-Pfad A und B resultierenden mechanischen Eigenschaften unter schwingender Beanspruchung wurden Ermüdungsversuche mit der in [4] beschriebenen piezoangetriebene Miniaturprüfmaschine für uniaxiale Zug-Druck-Belastung bei einer Frequenz f=10 Hz und einem Spannungsverhältnis R=-1 spannungskontrolliert durchgeführt. Zu diesem Zweck wurden nach definierten Zyklusintervallen Bilder mit einem konfokalen Laser-Mikroskops des Typs *LEXT OLS4000* der *Fa. Olympus* aufgenommen und hinsichtlich der Oberflächenermüdungsschädigung ausgewertet. Die Geometrie und Präparationsmethode der Miniaturprobe kann aus [4] entnommen werden. Die mechanischen Eigenschaften des (ausgelagerten) *THT*- und des Referenzzustandes unter quasistatischer, uniaxialer Last wurden mittels Zugversuch nach DIN EN ISO 6892-1 an einer spindelgetriebenen Universalprüfmaschine der Fa. *Zwick GmbH & Co KG* mit einer max. Prüflast von 200 kN (Probengeometrie: DIN 50125 – B6 x 30) evaluiert. Das entsprechende Ermüdungsverhalten wurde durch Schwingfestigkeitsversuche in Anlehnung an DIN 50100:2016-12 untersucht. Zu diesem Zwecke kam eine servohydraulische Prüfmaschine der Fa. *Carl Schenk AG* mit einer maximalen Prüflast von 160 kN unter Verwendung eines *Teststar 2 S* Reglers der Fa. *MTS* zum Einsatz. Die verwendete Probengeometrie (Prüf-Ø: 3,3 mm, Prüflänge: 8 mm) kann aus [1] entnommen werden. Die Proben wurden nach mechanischem Oberflächenpolieren bei R=-1 und f=30 Hz geprüft. Außerdem wurden die stereologischen Gefügeparameter durch REM-BSE-Aufnahmen von Querschliffen mithilfe eines Dual-Beam-Systems von *FEI* (Typ *Helios Nano-Lab 600*) und der Bildbearbeitungssoftware *Lince* sowie die ortsaufgelösten Härte nach Vickers durch ein universelles Härteprüfsystem der Fa. *Struers* (Typ *Duramin*, Prüfkraft: 2 kp, Haltezeit: 10 s) bestimmt.

3 Ergebnisse

Bild 2 zeigt die Ergebnisse der mit der Miniaturprüfmaschine durchgeführten Ermüdungsversuche, indem für beide *THT*-Pfade die Rissdichte ρ_{CD} über der Zyklenzahl N bei konstanter Spannungsamplituden $\Delta\sigma/2$ von (a) 100 MPa und (b) 150 MPa aufgetragen ist. ρ_{CD} entspricht dabei dem Verhältnis zwischen der kumulierten Risslänge aller detektierten Risse und der betrachteten Oberfläche. **Bild 2 b** zeigt zudem exemplarische Lasermikroskop-Aufnahmen beider Zustände nach definierter Zyklenzahl nach Prüfung unter $\Delta\sigma/2$=150 MPa.

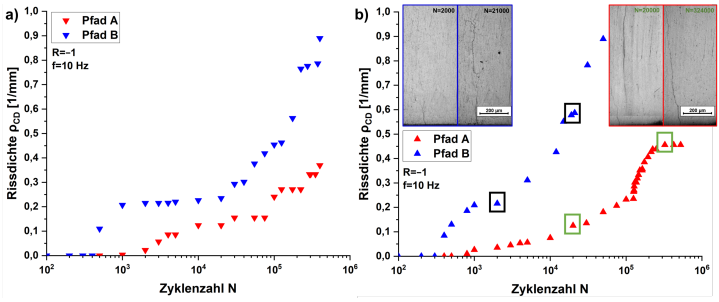


Bild 2: In situ ermittelte Rissdichte von Miniaturproben vorbehandelt nach den beiden *THT*-Konzepte (Pfad A und Pfad B) ohne Auslagerung in Abhängigkeit von der Zyklenzahl für eine Spannungsamplitude von 100 MPa (a) und 150 MPa (b)

Figure 2: In-situ determined crack density on the surface of miniature specimens pretreated according the two *THT* concepts (path A and path B) without ageing as a function of the number of cycles for a stress amplitude of 100 MPa (a) and 150 MPa (b)

Die Ergebnisse zeigen eine Zunahme der Rissdichte mit steigender Zyklenzahl (**Bild 2 a** und **Bild 2 b**). Die Ermüdungsschädigung des Zustands gemäß Pfad A ist bei gleicher Zyklenzahl

jeweils unterhalb des Niveaus des Zustands gemäß Pfad B. Für Pfad B sind Ermüdungserscheinungen nach N=500 (bei $\Delta\sigma/2$=100 MPa) bzw. nach N=400 (bei $\Delta\sigma/2$=150 MPa) beobachtbar, während diese für Pfad A erst nach N=2000 bzw. nach N=800 sichtbar sind. **Bild 2** zeigt weiterhin, dass die Rissdichte besonders für Pfad B bei $N>3\cdot0^4$ bzw. $N>2\cdot10^4$ sprunghaft ansteigt. Diese Beobachtung weist auf einen Übergang vom Wachstum kurzer auf das langer Risse hin, der für Pfad A deutlich später einsetzt ($N>9\cdot10^4$ bzw. $N>1\cdot10^5$). Dieser Übergang erfolgt mit zunehmender Spannung bei geringeren Zyklenzahlen. Darüber hinaus fällt auf, dass für die Pfad B-Probe die Rissdichte (s. **Bild 2 b**) im Bereich von 1000<N<20000 stagniert. Dies kann auf eine den Rissfortschritt hemmende Ausscheidung im Risspfad hinweisen. Aufgrund des im Vergleich zu Pfad B höheren Widerstands gegen Kurzrisswachstum wird für ein *THT* nach Pfad A eine höhere Lebensdauer im Schwingfestigkeitsversuch im Kurzzeit- und Zeitfestigkeitsbereich erwartet. **Bild 3 a** und **b** zeigen die Gefügebilder des Referenz- und des ausgelagerten Pfad A-Zustands (im Folgendem als A‘-Zustand bezeichnet). Die Spannungs-Dehnungs-Diagramme aus dem Zugversuch für die *THT*-Zustände gemäß Pfad A und Pfad A‘ sowie für den Referenzzustand sind in **Bild 3 c** dargestellt.

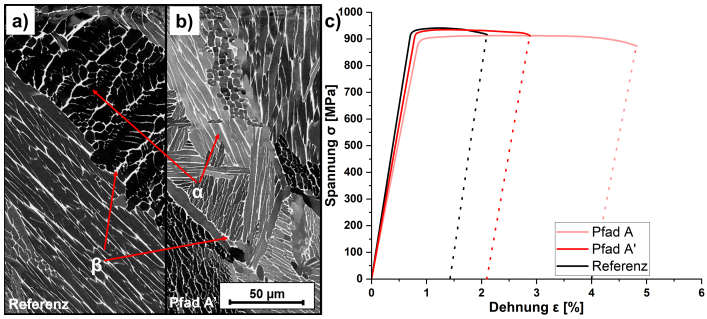


Bild 3: a) BSE-REM-Gefügebilder nach der Referenzwärmebehandlung (a) und nach *THT* gemäß Pfad A‘ (b); in Zugversuchen ermittelte Spannungs-Dehnungs-Diagramme (c)
Figure 3: BSE-SEM micrographs after reference heat treatment (a) and *THT* according to path A' (b); stress-strain diagrams determined in tensile tests (c)

Die Gefügebilder des ausgelagerten *THT*-Zustandes und des Referenzzustandes (**Bild 3 a** und **Bild 3 b**) zeigen jeweils ein zweiphasiges (α+β)-Gefüge. Das Gefüge nach Pfad A‘ weist Bereiche mit globularer Morphologie auf, während das Referenzgefüge homogen und lamellar ist. Die gemittelte α-Lamellenbreite (8 µm in Randnähe und 15 µm im Probeninneren) und die α-Lamellenpaketbreite (120 µm in Randnähe und 350 µm im Probeninneren) des Pfad A‘-Zustands verringern sich mit abnehmendem Abstand zur Oberfläche und sind deutlich geringer als für das homogene Gefüge des Referenzzustands (α-Lamellenbreite: 24 µm, α-Lamellenpaketbreite 460 µm). Der in [2] beobachtete Gefügegradient für Pfad A bzgl. der α-Partikelgröße und β-Phasenanteile wurde durch die Auslagerung nicht verändert. Die Ergebnisse des Zugversuchs zeigen drei σ-ε-Kurven ohne ausgeprägte Streckgrenze (**Bild 3 c**). **Tabelle 1** zeigt die Kennwerte, die aus dem σ-ε-Diagramm abgeleitet werden können.

Tabelle 1 In Zugversuchen ermittelte mechanische Eigenschaften der drei Gefügezustände (Anzahl der Versuche pro Zustand: 3)
Table 1 Mechanical properties determined in tensile tests on three microstructural conditions (number of tests per condition: 3)

Gefügezustand	E-Modul [GPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	Streckgrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Bruchdehnung A_5 [%]
Pfad A	111 ± 5	908 ± 20	875 ± 5	7,6 ± 3,6
Pfad A‘	123 ± 4	913 ± 9	883 ± 18	1,8 ± 0,2
Referenz	125 ± 2	910 ± 12	896 ± 14	1,5 ± 0,4

Im Vergleich zu Pfad A weist Pfad A‘ einen Anstieg des E-Moduls um 10 - 11 % auf. Eine Veränderung des E-Moduls durch *THT* wurde auch in [1] festgestellt und kann darauf zurückgeführt werden, dass die mit der Auslagerung einhergehende Veränderung des Volumenanteils der β-Phase und der chemischen Zusammensetzung der Matrix sowie die Ausscheidung der Phase α_s die Steifigkeit erhöhen. Die Zugfestigkeit und die Streckgrenze sind um 0,6 bzw. 1,0 % erhöht, wohingegen die Bruchdehnung um 76 % reduziert ist. Dies war zu erwarten, weil die Auslagerung den Volumenbruchteil der festigkeitssteigernden Ausscheidungen und die Festigkeit auf Kosten der Duktilität erhöhen sollte. Im Vergleich des Pfad A‘-Zustandes mit der Referenz werden vernachlässigbar kleine Unterschiede bezüglich E-Modul, R_m, $R_{p0,2}$ und A_5 festgestellt. Daraus folgt, dass die hier erfolgte Gefügegradierung mittels *THT* die anwendungsrelevanten mechanischen Eigenschaften unter quasi-statischer Beanspruchung nicht signifikant verbessert. Vielmehr scheint die Auslagerung einen größeren Einfluss auf R_m und $R_{p0,2}$ zu haben als *THT*. Die ermittelten Ermüdungslebensdauerdaten aus dem Schwingfestigkeitsversuch sind in **Bild 4** dargestellt.

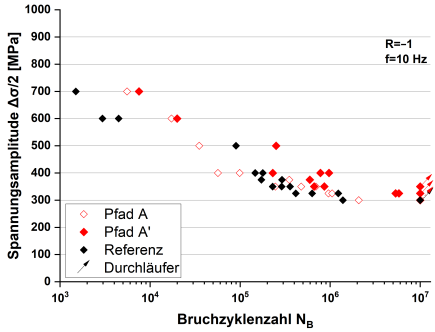


Bild 4: Ermüdungslebensdauerdaten aus den zyklischen Verformungsversuchen der beiden thermohydrogenen Behandlungs- und des Referenzzustands bei R=-1

Figure 4: Fatigue life data from cyclic deformation tests on the two thermohydrogen treated and the reference conditions at R=-1

Der Zustand gemäß Pfad A‘ weist für alle untersuchten Spannungsamplituden im Mittel eine im Vergleich zu den anderen Zuständen höhere Lebensdauer auf (**Bild 4**). Besonders im Bereich von 300 MPa bis 500 MPa ($N_B>3\cdot10^4$) ruft die Auslagerung des *THT*-Zustandes eine Zunahme der Lebensdauer (140 % - 850 %, bei $N_B<3\cdot10^4$ um 15 % - 35 %) hervor. Diese Beobachtung führt zu der Vermutung, dass die Auslagerung die Phase der Rissbildung verlangsamt, welche die Lebensdauer im HCF-Bereich bestimmt. Als möglicher Grund kann ein erhöhter Volumenbruchteil der α_S-Phase im Randbereich und eine damit einhergehende Randschichtverfestigung genannt werden. Die Grenzlastspielzahl N_G von 10^7 für Pfad A‘-Proben wird bei einer maximalen Spannungsamplitude (im Weiteren als Dauerfestigkeit bezeichnet) von 350 MPa, für Referenz- und Pfad A-Proben bei maximal 300 MPa überschritten. Im Vergleich zu vorangegangenen Arbeiten ist die Dauerfestigkeit geringer (500 MPa in [5]), was mit der größeren α-Lamellenbreite (15-24 µm statt 3-6 µm) und α-Lamellenpaketbreite (350-460 µm i. Vgl. zu 100 µm) der hier untersuchten Gefügezustände begründet werden kann. Der Vergleich der Ermüdungsdaten zwischen Pfad A‘ und der Referenz zeigt im Kurzzeit- ($N_B<5\cdot10^4$: Faktor 5) und Zeitfestigkeitsbereich ($5\cdot10^4<N_B\cdot10^7$: Faktor 3-6) eine Zunahme der Lebensdauer. Diese Beobachtungen lassen darauf schließen, dass die Ermüdungsrissausbreitung als der vorherrschende Mechanismus bei der Schädigungsentwicklung im Kurzzeitfestigkeitsbereich infolge der *THT*-induzierten Gefügegradierung stärker gehemmt wird als durch die Referenzwärmebehandlung. Gleichzeitig scheint der Randbereich des Pfad A‘-Zustandes eine höhere Festigkeitssteigerung erfahren zu haben und dadurch im Dauerfestigkeitsbereich die lebensdauerbestimmende Phase der Rissinitiierung stärker zu hemmen. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass Pfad A‘ eine geringere Lamellenbreite als die Referenzmikrostruktur aufweist (siehe **Bild 3 b** und **Bild 3 c**).

Ein weiterer möglicher Grund dafür kann die Auslagerung des Pfad A-Zustandes sein, die infolge eines durch *THT* erhöhten α_S-Ausscheidungsdrucks zu einer stärkeren Ausscheidungshärtung des Randbereichs führt [1]. Der Probenkern scheint das duktile, weniger ausscheidungsgehärtete und lamellare Gefüge, welches bereits nach der H-Entgasung vorliegt, beizubehalten, während die Referenz im Gegensatz dazu eine homogen über den Querschnitt verteilte Festigkeitssteigerung erfährt, die mit einer Duktilitätsreduktion einhergeht und den Widerstand gegen Rissausbreitung reduziert. Härtemessungen in Randnähe (Pfad A‘: 412 HV2; Referenz: 388 HV2; Pfad A: 383 HV2) und im Kern (Pfad A‘: 340 HV2; Referenz: 361 HV2; Pfad A: 332 HV2) der Probe stützen diese Vermutung, die allerdings durch Untersuchungen zur Phasenzusammensetzung validiert werden muss.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Zur Evaluation der mechanischen Eigenschaften von einer an Ti-6Al-4V mittels *THT* erfolgten Gefügegradierung wurden Wechselverformungsversuche zur Charakterisierung der Ermüdungsrissentstehung und zur Ermittlung der Wöhlerlinien sowie Zugversuche durchgeführt. Die Untersuchung zeigt, dass der Widerstand gegen Kurzrisswachstum, gemessen als Zyklenzahl bis zur Rissinitiierung um den Faktor 2-4 und bis zum Übergang vom kurzen zum langen Ermüdungsrisse um den Faktor 3-5 durch die THT-induzierte Gefügegradierung erhöht werden kann. Die mechanischen Festigkeitswerte Streckgrenze und Zugfestigkeit unter quasistatischer Beanspruchung werden durch *THT* weder ohne noch mit anschließender Auslagerung signifikant beeinflusst. Allerdings zeigt die Anwendung von *THT* eine positive Wirkung auf die Bruchdehnung. Die Ermüdungslebensdauer kann durch *THT* mit Auslagerungsbehandlung deutlich erhöht werden. Die Bruchzyklenzahlen im Kurzzeitfestigkeitsgebiet steigen um den Faktor 5, im Zeitfestigkeitsbereich um einen Faktor zwischen 3 und 6, und auch die Dauerfestigkeit lässt sich um 16 % erhöhen. Als Ursache für die positive Wirkung einer gezielten Wärmebehandlung unter Einsatz von H wird eine selektive Randschichthärtung, hervorgerufen durch einen α_S-Ausscheidungsgradienten, erachtet. Zur Verifikation und Mechanismenaufklärung dieses Effekts sollen Röntgenfeinstruktur- und TEM-Untersuchungen zur Quantifizierung und Charakterisierung der lokalen Mikrostrukturen, die für die Verbesserung der Ermüdungseigenschaften verantwortlich sind, folgen. Darüber hinaus soll *THT* nach dem entwickelten Pfad A‘ auf einen bauteilnahen Demonstrator übertragen werden, um die Anwendbarkeit des *THT* auf komplexe Geometrien nachzuweisen.

Danksagung – Besonderer Dank gilt den Firmen Otto Fuchs KG, Macdermid Enthone GmbH und Atotech Deutschland GmbH für die kostenlose Bereitstellung von Proben- bzw. Verbrauchsmaterial sowie dem Gerätezentrum für Mikro- und Nanoanalytik der Universität Siegen für die Unterstützung bei der Materialcharakterisierung.

Literatur

[1] P. Schmidt: Optimierung der mechanischen Eigenschaften von Beta-Titanlegierungen durch die Verwendung von Wasserstoff als temporäres Legierungselement. Dissertation, Universität Siegen, 2019, erschienen in: Christ, H.-J. (Hrsg.): Siegener werkstoffkundliche Berichte, Band 24, 2020

[2] C. D. Schmidt, H.-J. Christ, A. von Hehl: Hydrogen as a temporary alloying element for establishing specific microstructural gradients in Ti-6Al-4V. Metals 12/8 (2022), S. 1267

[3] J. D. Paramore, Z. Z. Fang, M. Dunstan, P. Sun, B. G. Butler: Hydrogen-enabled microstructure and fatigue strength engineering of titanium alloys. Scientific Reports 7/1 (2017), S. 41444

[4] A. Wildeis, H.-J. Christ, R. Brandt, M. Thimm, C.-P. Fritzen: Characterizing the fatigue damage in a martensitic spring steel. Steel Research International 92/12 (2021), S. 2100260

[5] J. A. Hines, G. Lütjering: Propagation of microcracks at stress amplitudes below the conventional fatigue limit in Ti–6Al–4V. Fatigue Fracture of Engineering Materials and Structures 22/8 (1999), S. 657

Isolierte Betrachtung des Rauheitseinflusses im Schwingversuch

Isolated analysis of the influence of the surface roughness in cyclic testing

M. Hupka, A. Esderts, M. Wächter
Institut für Maschinelle Anlagentechnik und Betriebsfestigkeit, TU Clausthal

Kurzfassung – Dieser Beitrag beschäftigt sich mit dem Einfluss der Oberflächenrauheit auf die Schwingfestigkeit über alle Lebensdauerbereiche. Es wird aufgezeigt, wie der Rauheitseinfluss experimentell isoliert von anderen Bauteileigenschaften mithilfe dehnungsgeregelter Versuche an ungekerbten Werkstoffproben untersucht werden kann. An den experimentellen Ergebnissen zweier Werkstoffzuständen des Stahls 42CrMo4 wird der Rauheitseinfluss auf die Schwingfestigkeit über den gesamten Lebensdauerbereich aufgezeigt und qualitativ bewertet. Dabei werden zwei Stufen erhöhter Rauheit betrachtet und mit dem Referenzzustand der polierten Probenoberfläche verglichen.

Stichwörter: Oberflächenrauheit, dehnungsgeregelte Versuche, Örtliches Konzept

Abstract – This contribution deals with the influence of the surface roughness on the fatigue strength over all fatigue life regimes. Since the influence of the roughness always interacts with other component-related properties, this paper shows the possibility of isolating the influence in the fatigue test with the use of unnotched specimens in strain-controlled tests. The influence of the surface roughness on the fatigue strength is rated qualitatively. Therefore, two material conditions of steel 42CrMo4 with different static strengths and two degrees of increased surface roughness are investigated and compared to the reference condition of a polished surface.

Keywords: surface roughness, strain-controlled testing, local strain approach

1 Einleitung

Bei Bauteilen herrscht die höchste Beanspruchung häufig an der Bauteiloberfläche. Aus diesem Grund haben die Oberflächeneigenschaften des Bauteils einen entscheidenden Einfluss auf die Bauteilfestigkeit. Dabei wird z. B. die Oberflächenfeingestalt immer durch die gewählten Fertigungsverfahren beeinflusst. Die Oberflächenfeingestalt kann in der Form der Oberflächenrauheit beschrieben werden, die bspw. mit Hilfe der mittleren Rautiefe Rz charakterisiert wird. Eine Erhöhung der Oberflächenrauheit eines Bauteils reduziert dabei die Bauteilfestigkeit.

Diese Festigkeitsminderung wirkt sich jedoch nicht bei allen Bauteilen gleich aus, da andere Bauteileigenschaften den Einfluss der Oberflächenrauheit überlagern. So hat zum einen die Festigkeit des verwendeten Werkstoffs einen Einfluss auf den Rauheitseinfluss, je höher die Werkstofffestigkeit ist, desto stärker wirkt sich die Oberflächenrauheit mindernd auf die Bauteilfestigkeit aus. Zum anderen hat auch die vorhandene Makrokerbe des Bauteils einen Einfluss auf die Festigkeitsminderung durch die Rauheit, die als Mikrokerben auf der Bauteiloberfläche verstanden werden kann. So schwächt eine höhere, und damit dominante, Kerbwirkung der Makrokerbe den Rauheitseinfluss auf die Bauteilfestigkeit ab, [1]. Die bauteilabhängigen Einflussgrößen von dem Rauheitseinfluss zu lösen ist dabei nicht trivial.

Die Festigkeitsminderung durch die Bauteiloberfläche muss auch in rechnerischen Festigkeitsnachweisen, z. B. der FKM-Richtlinie nichtlinear, [2], berücksichtigt werden. Dazu wird dort ein Rauheitsfaktor genutzt, der die Werkstoffwöhlerlinie in Festigkeitsrichtung in Abhängigkeit der Werkstofffestigkeit und der Oberflächenrauheit des Bauteils verschiebt. Grundlage des verwendeten Rauheitsfaktors sind die Untersuchungen von Siebel und Gaier aus den 1950er-Jahren, [3]. Diese haben den festigkeitsmindernden Rauheitseinfluss auf die Dauerfestigkeit für verschiedene quasistatische Werkstofffestigkeiten untersucht. Die so festgestellte Festigkeitsminderung im Dauerfestigkeitsbereich wurde bei der Erstellung der

FKM-Richtlinie nichtlinear, aus Mangel an Alternativen, übernommen und auf den Zeitfestigkeitsbereich übertragen, sodass dort die gesamte Wöhlerlinie für raue Oberflächen in doppellogarithmischer Darstellung parallel abgesenkt wird.

Untersuchungen zum Rauheitseinfluss in diesem Lebensdauerbereich und isoliert von anderen Bauteileinflüssen sind in der Literatur selten bis gar nicht vertreten. Die in diesem Beitrag vorgestellte Methodik bietet dagegen die Möglichkeit, den Rauheitseinfluss losgelöst von anderen bauteilabhängigen Einflussgrößen, z. B. einer Makrokerbe, im Kurzzeit- und Zeitfestigkeitsbereich zu untersuchen. Es wird die experimentelle Vorgehensweise vorgestellt. Zusätzlich werden experimentelle Versuchsergebnisse an Proben mit definierter Oberflächenrauheit vorgestellt, um den Rauheitseinfluss über den gesamten Lebensdauerbereich isoliert von anderen Bauteileigenschaften zu bewerten.

2 Experimentelle Untersuchungen

Für die Werkstoffcharakterisierung im Rahmen des Örtlichen Konzepts werden dehnungsgeregelte Einstufenversuche bei wechselndem Dehnungsverhältnis $R_{eps} = -1$ an ungekerbten und polierten Werkstoffproben durchgeführt. Diese Versuche ermöglichen die Charakterisierung des Werkstoffs bezüglich des zyklischen Verformungs- und Festigkeitsverhalten isoliert von geometrischen und fertigungsbedingten Einflüssen.

Das Verformungsverhalten wird grafisch durch die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve dargestellt. Diese wird mathematisch mit dem Ansatz nach Ramberg und Osgood, [4], beschrieben. Der die werkstoffabhängigen Eingabeparameter des E-Moduls E, dem zyklischen Verfestigungskoeffizienten K‘ sowie -exponenten n’ benötigt, **Bild 1a**

Aus dem dehnungsgeregelten Versuch kann die Werkstofffestigkeit mit der Dehnungswöhlerlinie dargestellt werden, die die ertragbare Dehnungsamplitude ε_a über der Ansrisschwingspielzahl N_A darstellt.

In rechnerischen Festigkeitsnachweisen kommen jedoch Schädigungsparameter zum Einsatz, da die Dehnungswöhlerlinie lediglich für die Einstufenbeanspruchung mit einem Dehnungsverhältnis $R_\varepsilon = -1$ und ein Spannungsverhältnis $R_\sigma \approx -1$ gilt. In der o.g. FKM-Richtlinie nichtlinear kommt dazu u.a. der Schädigungsparameter P_{RAM} zum Einsatz, [2]. Dieser basiert auf dem Schädigungsparameter nach Smith, Watson und Topper mit der Erweiterung nach Bergmann, [2]. Er berechnet sich nach Gleichung (1) aus der Spannungsamplitude σ_a, der vorliegenden Mittelspannung σ_m, der Dehnungsamplitude ε_a und dem E-Modul E.

$$P_{RAM} = \sqrt{(\sigma_a + k \cdot \sigma_m) \cdot \varepsilon_a \cdot E} \tag{1}$$

Der schematische Aufbau der P_{RAM}-Wöhlerlinie nach [2] mit den Stützstellen im Zeit- (Index „Z“) und Dauerfestigkeitsbereich (Index „D“) sowie den zugehörigen Neigungen d_1 und d_2 ist in **Bild 1b** gezeigt.

Vor dem Hintergrund, den Rauheitseinfluss für die Anwendung in rechnerischen Festigkeitsnachweisen zu untersuchen, ist eine Betrachtung von Schädigungsparametern allerdings sinnvoller. Aus diesem Grund wird im Nachfolgenden die Festigkeit mit dem Schädigungsparameter P_{RAM} dargestellt.

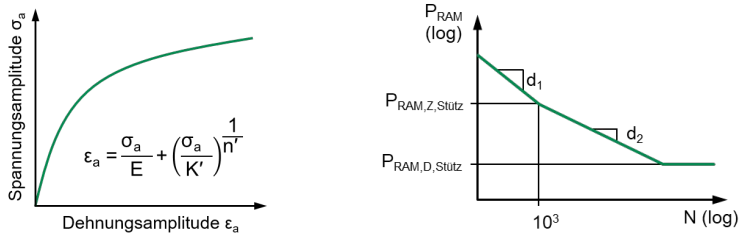


Bild 1: Schematischer Aufbau der Spannungs-Dehnungs-Kurve (a) und der P_{RAM}-Wöhlerlinie (b)
Figure 1: Schematic structure of the cyclic stress-strain-curve (left) and the damage parameter P_{RAM}-N-curve (right)

Die Versuchsdurchführung zur Ermittlung der zyklischen Werkstoffkennwerte soll auch bei der Untersuchung des Einflusses der Oberflächenrauigkeit auf die Schwingfestigkeit zum Einsatz kommen, da diese einige Vorteile mit sich bringt: Der dehnungsgeregelte Versuch ermöglicht den Rauheitseinfluss auch im Kurzzeitfestigkeitsbereich zu untersuchen, wobei der Rauheitseinfluss auf die Schwingfestigkeit zudem isoliert abgebildet werden kann.

Die Makrokerbwirkung, die sich mindernd auf den Rauheitseinfluss auf die Bauteilfestigkeit auswirkt, ist durch die verwendeten ungekerbten Proben nicht vorhanden. Ebenso wird durch den fehlenden Spannungsgradienten in der Probe sichergestellt, dass eine homogene Beanspruchung über den gesamten Prüfquerschnitt vorliegt und somit der Versuch von den Werkstoffeigenschaften abhängt. Alle anderen bauteilabhängigen Einflussgrößen auf die Schwingfestigkeit können so experimentell ausgeklammert werden.

2.1 Prüftechnik und Probengeometrie

Die dehnungsgeregelten Versuche werden auf einem servohydraulischen Prüfstand durchgeführt. Es kommt dabei ein Linearzylinder mit einer maximalen Prüfkraft von 60 kN der Firma Inova zum Einsatz. Geregelt wird der Versuch mit einem Regler des Typs „Flextest“ der Firma MTS, der Messverstärker, Messwerterfassung und Ventiltreiber enthält.

Pro Versuchsreihe werden 12 wertbare Versuche an ungekerbte Proben mit einem Durchmesser im Prüfquerschnitt von d = 4 mm durchgeführt, **Bild 2**.

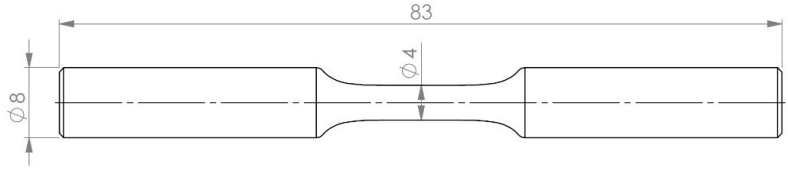


Bild 2: Technische Zeichnung der verwendeten Probengeometrie mit wesentlichen Maßen
Figure 2: Technical drawing of the used specimen with important dimensions

Die aufgebrachte Dehnung wird während des Versuchs über einen Dehnungsaufnehmer der Firma Sandner mit einer Messlänge von 10 mm aufgenommen.

2.2 Untersuchte Werkstoffe und Rauheiten

Der Rauheitseinfluss auf die Schwingfestigkeit wird an dem Werkstoff 42CrMo4 im vorvergüteten und induktiv gehärteten Zustand untersucht. Die Werkstoffzustände unterscheiden

sich dabei in ihren quasistatischen Eigenschaften, **Tabelle 1**.

Tabelle 1: Betrachtete Werkstoffzustände des 42CrMo4 mit quasistatischen Kennwerten

Table 1: Investigated material conditions of the 42CrMo4 with static material parameters

Werkstoff	Werkstoffzustand	Streckgrenze $R_{p0,2}$ in MPa	Zugfestigkeit R_m in MPa	Bruchdehnung A in %
42CrMo4	Vorvergütet	942	1132	11,0
	Induktiv gehärtet	1774	1936	8,0

Als Referenz für den Rauheitseinfluss werden die Ergebnisse der dehnungsgeregelten Versuche an Proben mit polierter Oberfläche (Rz ≈ 1 µm) genutzt, die auch der zyklischen Werkstoffcharakterisierung dienen. Es werden zwei weitere Oberflächenrauheiten betrachtet, um den Rauheitseinfluss auf diese zyklischen Werkstoffeigenschaften zu untersuchen. Gewählt wird eine leicht erhöhte Oberflächenrauheit von Rz ≈ 10 µm und eine stärker erhöhte Oberflächenrauheit von Rz ≈ 50 µm. Die Oberflächenrauheiten werden gezielt mittels Hartdrehen im Prüfbereich eingestellt.

Wie zur Werkstoffcharakterisierung, werden für die Untersuchung des Rauheitseinflusses auf die Werkstofffestigkeit pro Rauheitsstufe zwölf gültige dehnungsgeregelte Versuche durchgeführt.

3 Ergebnisse der Untersuchungen

Dieser Abschnitt gibt einen Überblick über die Ergebnisse der dehnungsgeregelten Versuche. Es wird sich hierbei auf die Ergebnisse des induktiv gehärteten Werkstoffzustands beschränkt, da diese auf den vorvergüteten Zustand übertragbar sind.

Zunächst sollen die Versuchsergebnisse zum Rauheitseinfluss auf das zyklische Verformungsverhalten betrachtet werden. Dazu werden die Ergebnisse aller Versuchsreihen in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt, **Bild 3**.

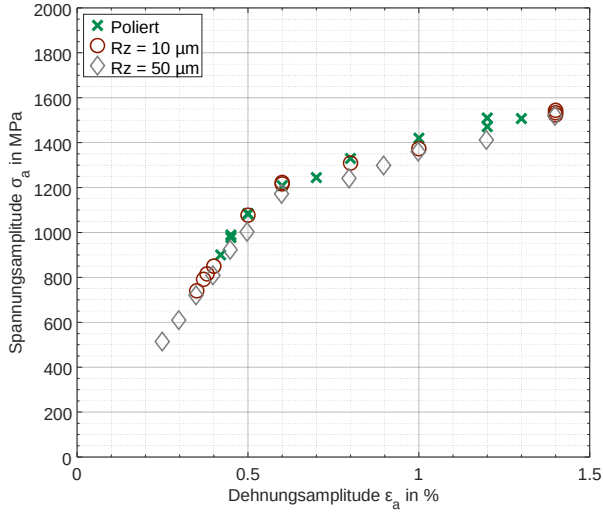


Bild 3: Versuchsergebnisse im Spannungs-Dehnungs-Diagramm für die drei Rauheitsstufen
Figure 3: Experimental results in the stress-strain diagram for three surface roughness's

Alle Versuchspunkte liegen in einem Streuband und zeigen demnach keinen Einfluss der Rauheit auf das zyklische Verformungsverhalten der Proben. Der ausbleibende Rauheitseinfluss auf das zyklische Verformungsverhalten der Proben ist zu erwarten, da dies durch die homogene Beanspruchung des Probenquerschnittes durch den Werkstoff bestimmt wird und die Rauheit keine Werkstoffeigenschaft ist.

Bei der Betrachtung der Festigkeit zeigt sich ein Einfluss der Oberflächenrauheit, **Bild 4**. Dargestellt sind die Ergebnisse für den Schädigungsparameter P_{RAM}.

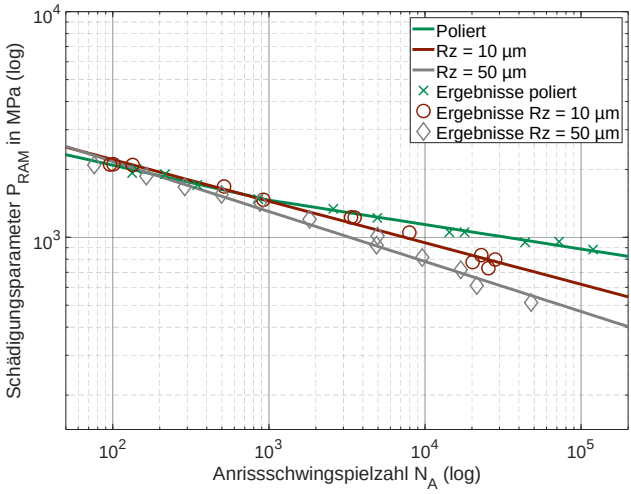


Bild 4: P_{RAM}-Wöhlerlinien und Einzelversuchsergebnisse der dehnungsgeregelten Versuche
Figure 4: P_{RAM}-life-curves with experimental results from the strain-controlled tests

Der Fokus für die qualitative Interpretation soll auf dem mit Einzelversuchsergebnissen belegten Lebensdauerbereich liegen. Dieser liegt zwischen etwa 10^2 und 10^5 Schwingspielen.

Die Einzelversuche zeigen, dass der Rauheitseinfluss auf die Festigkeit nicht über den gesamten betrachteten Lebensdauerbereich konstant ist. Im Bereich $N < 10^3$ Schwingspiele ist kein nennenswerter Einfluss der Rauheit auf die Festigkeit bei beiden betrachteten Rauheiten zu erkennen. Erst bei höheren Lebensdauern ist eine Festigkeitsminderung der Proben mit rauer Oberfläche gegenüber den Proben mit polierter Oberfläche zu beobachten. Der Rauheitseinfluss steigt mit steigender Versagensschwingspielzahl der Proben. Der Einfluss der Rauheit auf die Festigkeit ist somit im Bereich der Dauerfestigkeit am größten ausgeprägt. Beschreiben lässt sich der beobachtete, lebensdauerabhängige Effekt mit einem Auffächern der P-Wöhlerlinien ab einer Versagensschwingspielzahl von $N = 10^3$.

Aus den Versuchsergebnissen ist zu schließen, dass die Annahme bei der Erstellung der FKM-Richtlinie nichtlinear, zumindest für den untersuchten Werkstoff, nicht anwendbar ist. Die Untersuchungen von Siebel und Gaier, [3], im Langzeitfestigkeitsbereich lassen sich nicht auf den Zeit- und Kurzzeitfestigkeitsbereich übertragen. Stattdessen scheint eine lebensdauerbereichsabhängige Berücksichtigung des Rauheitseinflusses sinnvoller.

Bereits frühere Untersuchungen haben eine Abhängigkeit des Rauheitseinflusses auf die Festigkeit nahegelegt, [5-8]. So untersucht Dittmann, [5], den Einfluss von Schnittkanten auf die zyklischen Werkstoffeigenschaften. Hierbei werden die beiden Einflussparameter der Aufhärtung und -rauhung der Schnittkante durch den Schneidprozess untersucht. Bei Proben, die quasi keine Aufhärtung gezeigt haben, konnte eine ebensolche Annäherung Festigkeiten im Kurzzeitfestigkeitsbereich gezeigt werden.

Hollmann, [9], führt dies auf zwei Effekte unter elastisch-plastischer Beanspruchung zurück. Zum einen würden die Mikrokerben der Oberflächenrauheit „eingeformt“, [9], wodurch eine angenommene Mikrokerbwirkung sinkt. Zum anderen nehmen durch die zunehmende Plastifizierung des Prüfquerschnittes die Gleitebenen im Gefüge zu, sodass ein Kerbeinfluss der Mikrokerben der Oberflächenrauheit abgeschwächt wird.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Der Beitrag zeigt auf, wie der Rauheitseinfluss auf die Schwingfestigkeit isoliert von anderen bauteilabhängigen Einflussgrößen, z. B. der Makrokerbe, experimentell untersucht werden kann. Hierzu werden dehnungsgeregelte Versuche an ungekerbten Proben genutzt, die auch der zyklischen Werkstoffcharakterisierung im Örtlichen Konzept dienen. Durch eine gezielte Einstellung der Oberflächenrauheit der verwendeten Rundproben wird der Rauheitseinfluss für drei Rauheitsstufen untersucht ($Rz \approx 1$ µm (poliert), ≈ 10 µm und ≈ 50 µm). Als Referenz dienen dabei die polierten Proben. Hierbei zeigt sich eine Abhängigkeit des Rauheitseinflusses von der Versagensschwingspielzahl. Bis $N = 10^3$ Schwingspielen zeigen die Versuchsergebnisse keinen Einfluss einer erhöhten Oberflächenrauheit im Vergleich zum Referenzzustand. Ab diesem Punkt zeigt sich ein Auffächern der P-Wöhlerlinie. Dies bedeutet einen stetig steigenden Rauheitseinfluss auf die Schwingfestigkeit, wodurch dieser in der Nähe der Dauerfestigkeit am höchsten ist. Diese Beobachtungen decken sich mit anderen Untersuchungen, [5–8].

Zu bedenken ist, dass für eine quantitative Bewertung des Rauheitseinflusses auf die Schwingfestigkeit auch im Kurzzeit- bzw. Zeitfestigkeitsbereich eine zu geringe Datenbasis besteht. In zukünftigen Untersuchungen gilt es daher weitere Festigkeiten und Rauheiten zu untersuchen, um eine ausreichend große Datenbasis für eine Rauheitsbewertung für alle Lebensdauerbereiche zu schaffen.

Danksagung – Das IGF-Vorhaben 20745 N „Rauheit und Randschicht“ der Forschungsvereinigung FKM wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriel-

len Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Literatur

[1] Hänel, B., Wirthgen, G., Zenner, H., Seeger, T.: Rechnerischer Festigkeitsnachweis für Maschinenbauteile. Richtlinie. FKM-Vorhaben Nr. 154. FKM-Forschungshefte Nr. 183-1. VDMA-Verlag, Frankfurt am Main, 1994.

[2] Fiedler M.; Wächter, M.; Varfolomeev, I.; Vormwald, M.; Esderts, A.: Richtlinie Nichtlinear. Rechnerischer Festigkeitsnachweis unter expliziter Erfassung nichtlinearen Werkstoffverhaltens. VDMA Verlag, Frankfurt, 2019.
ISBN: 978-3-8163-0729-7

[3] Siebel, E.; Gaier. M.: Untersuchungen über den Einfluß der Oberflächenbeschaffenheit auf die Dauerfestigkeit metallischer Bauteile. In: VDI-Z. 98 (1956), S. 1751-1774.

[4] Ramberg, W.; Osgood, W. R.: Description of stress-strain curves by three parameters. Technical Note No. 902, National Advisory Committee for Aeronautics, 1943.

[5] Dittmann, F.: Rechnerische Lebensdauervorhersage von Strukturen aus Feinblech mit dem Örtlichen Konzept. Dissertation TU Darmstadt, 2021. DOI: 10.26083/tuprints-00019725

[6] Bergmann, J.: Zur Betriebsfestigkeitsbemessung gekerbter Bauteile auf der Grundlage der örtlichen Beanspruchungen. Veröffentlichungen d. Inst. F. Stahlbau und Werkstoffmechanik der TH Darmstadt, Heft 37, 1983.

[7] Boller, C.: Einfluss der Probengröße und Oberflächenrauhigkeit auf Lebensdauerabschätzungen bei Betrachtung der örtlichen Beanspruchungen. Veröffentlichungen d. Inst. F. Stahlbau und Werkstoffmechanik der TH Darmstadt, Heft 46, 1988.

[8] Fessenmayer, W.: Oberflächenrauhigkeit. FKM-Vorhaben 156, FKM-Forschungshefte Nr. 196, VDMA-Verlag, Frankfurt am Main, 1995.

[9] Hollmann, C.: Die Übertragbarkeit von Schwingfestigkeits-Eigenschaften im Örtlichen Konzept. Dissertation TU Dresden, 2004.

Rissinitiierungsort von Elektroband in Abhängigkeit der plastischen Verformung

Crack initiation location of electrical steel as a function of plastic deformation

P. Schwarz, P. Häfele, Hochschule Esslingen Fakultät für Mobilität und Technik Labor Werkstoff- und Fügetechnik

Kurzfassung – Bei der Prüfung von Elektrobändern in der Zeitfestigkeit zeigt sich, dass Lasten, die plastische Verformung auslösen, einen großen Bereich abbilden. Das Ziel der Untersuchung ist es den Einfluss des Kantenzustandes auf die Elektrobänder NO30-15 und NO30-19 zu bewerteten. Dabei soll mit Hilfe fraktographischer Analysen sowie Kantencharakterisierung der Einfluss der plastischen Verformung auf den Kantenzustand berücksichtigt werden. Die Ergebnisse zeigen, dass bei NO30-15 mit zunehmender plastischer Verformung sich der Anrissort bei Laser- und Stanzkanten ändert. Bei schergeschnittenem NO30-19 stellt sich keine Last abhängige Änderung der Rissinitialisierung ein.

Stichwörter: Elektroband, zyklische Ermüdung, Kanteneinfluss, plastische Verformung, Rissinitiierung

Abstract – When testing electrical steel strips in fatigue strength, it is shown that loads that trigger plastic deformation cover a wide range. The aim of the study is to evaluate the influence of the edge condition on the electrical steel strips NO30-15 and NO30-19. The influence of plastic deformation on the edge condition is taken into account with the help of fractographic analyses and edge characterisation. The results show that for NO30-15, as plastic deformation increases, the location of the incipient crack changes for laser and punched edges. For shear-cut NO30-19, there is no load-dependent change in crack initiation.

Keywords: Electrical steel, cyclic fatigue, edge influence, plastic deformation, crack initiation

1 Einleitung

Nicht kornorientierte Elektrobänder dienen zur Steigerung der Effizienz von elektrischen Maschinen. Bei dieser Werkstoffgruppe stehen die elektromagnetischen Eigenschaften im Vordergrund. Zur Minimierung von Wirbelstromverlusten sind Blechstärken $t < 1$ mm bis hin zu $t = 0{,}1$ mm Stand der Technik. Besondere Merkmale sind die grobkörnige Struktur mit Korngrößen zwischen 20 µm und 200 µm und ein Siliziumgehalt von 1 % bis 4,5 % [4]. Zur Gewährleistung der Verfügbarkeit des Elektromotors während der gesamten Auslegungslebensdauer ist ein Lebensdauernachweis erforderlich. Neben den magnetischen Eigenschaften erfordert dies detaillierte Kenntnisse über das Schwingfestigkeitsverhalten von Elektroband. Sowohl bei der Prüfung von E-Band [5] als auch im betrieblichen Einsatz ist mit plastischen Verformungen an den hochbeanspruchten Stellen zu rechnen. Diese überelastische Verformung ändern die mechanischen und die topologischen Eigenschaften des Werkstoffs. Die Änderungen der mikroskopischen Feingestalt beeinflussen die Rissinitiierung unter zyklischer Beanspruchung [6]. Gegenstand der Untersuchung ist der Einfluss des Kantenzustands auf die Lebensdauer bis Schwingbruchversagen und die Korrelation mit dem Rissausgangsort.

2 Experimentelle Details

2.1 Material und Proben

Die Untersuchungen beziehen sich auf die Elektrobänder NO30-15 und NO30-19 mit einer Dicke von 0,3 mm. Die mechanisch-technologischen Kennwerte sind in Tabelle 1 zusammengestellt. Für die Schwingfestigkeitsversuche wurden ungekerbte Proben in Anlehnung

an SEP-1240 [13] verwendet. Die Probenherstellung erfolgte durch Fräsen und Polieren nach SEP-1240, Laserschneiden und Scherschneiden mit einem Schneidspalt u = 8 %. Die mechanisch-technologischen Kennwerte der Werkstoffe sind in **Tabelle 1** einzusehen.

Tabelle 1 Mechanisch-technologische Kennwerte von NO30-15 und NO30-19 längs zur Walzrichtung nach DIN EN ISO 6892: 2020-6 und mittlere Korngröße nach DIN EN ISO 643:2020-06 Mittelwert aus fünf Versuchen

Werkstoff	Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	Zugfestigkeit R_m [MPa]	Gleichmaßdehnung A_g [%]	Bruchdehnung A_{50} [%]	mittlere Korngröße d_k [mm]
NO30-15	439	570	14,5	21,2	0,085
NO30-19	334	464	15,0	20,3	0,117

2.2 Zyklische Versuche

Die spannungsgeregelten Schwingfestigkeitsversuche werden als Einstufenversuch bei Raumtemperatur unter zugschwellender Beanspruchung (R = 0,1) an einer servoelektrischen Prüfmaschine mit einer Prüffrequenz von 50 Hz durchgeführt. Die Orientierung der Prüflast ist längs zur Walzrichtung der Proben. Vor Versuchsbeginn wird jede Probe einmalig mit der entsprechenden Oberlast vorgedehnt. Als Abbruchkriterium wird eine Wegzunahme von 0,5 mm bzw. das Erreichen der Grenzschwingspielzahl 10^7 verwendet. Pro Versuchsreihe werden mindestens 20 Proben geprüft. Die Auswertung der Versuche erfolgt nach DIN 50100:2016. Jeder Bruch wird fraktographisch im REM untersucht.

2.3 Kantencharakterisierung vor und nach zyklischer Belastung

Die geometrische Kantencharakterisierung erfolgt im Querschiff. Polierte Proben werden nach dem in der SEP 1240: 2006 beschriebenen Kantenradius bewertet. Die Kategorisierung der schergeschnittenen Proben erfolgt nach VDI 2906 Blatt 2 [14]. Die Charakterisierung der lasergeschnittenen Proben wird nach DIN EN ISO 9013:2017-05 durchgeführt. Die Oberflächenrauheit wird nach DIN EN ISO 4288:1998-04 mit einem taktilen Tastverfahren an den Probenkanten und an der Walzoberfläche vor und nach der zyklischen Belastung ermittelt. Die zyklische Vorbelastung erfolgt im Einstufenversuch bei Raumtemperatur unter zugschwellender Belastung (R = 0,1) bis zum Abbruchkriterium. Dies ist das Erreichen der Hälfte der Schwingspiele der 50 %-Ausfallwahrscheinlichkeit. Für die Härteverteilung in der Umgebung der Probenkante werden HV 0,01 Messungen mit einem 10 x 10 Härteraster durchgeführt. Der Mindestabstand zwischen Probenoberfläche und Härteeindruck beträgt 27 µm.

3 Ergebnisse

3.1 Ergebnisse der Kanten Charakterisierung der unbelasteten Proben

Die metallographischen Untersuchungen der polierten Kanten von NO30-15 zeigen homogene Kantenradien von ca. 0,06 mm. Die Kanten sind orthogonal zur Walzoberfläche. Lasergeschnittene Proben besitzen homogene Rillen unabhängig vom betrachteten Bereich. Die Rillentiefe ist o = 0,003 mm mit einer Breite von m = 0,032 mm. Die geringe Neigungstoleranz von u = 0,006 mm stellt die orthogonale Lage der Kante zur Walzoberfläche dar. NO30-15 Proben mit schergeschnittener Kante besitzen eine hohe Variation in ihrer geometrischen Ausprägung. Die Glattschnitthöhe ist h_g = 0,13 mm und die Bruchhöhe h_b = 0,124 mm. Polierte Proben von NO30-19 weisen einen Kantenradius von ca. 0,07 mm (s = 0,04 mm) auf und sind vergleichbar mit der NO30-15 poliert. Die schergeschnitten Varianten besitzen dieselbe Varianz in der Kantengeometrie wie die Proben aus NO30-15.

Die Rauheitsmessungen der unterschiedlichen Kantenbearbeitungen erzielen vergleichbare Ergebnisse bei beiden Werkstoffen. Die polierten Kanten besitzen die geringste mittlere Rautiefe (NO30-15 R_z = 0,6 µm, NO30-19 R_z = 0,4 µm). Die Walzoberflächen weisen eine Rautiefe von ca. 2 µm auf und sind geringer als die Laserkante von NO30-15 (R_z = 6,3 µm). Obwohl die Scherkanten eine hohe Streuung in der Rauheit aufweisen, besitzt der Bruchanteil eine signifikant höhere Rauheit (NO30-15 R_z = 28,3 µm, NO30-19 R_z = 31,4 µm). Die Streuung des Glattschnittanteils erzeugt keinen signifikanten Unterschied zwischen den beiden Werkstoffen (NO30-15 R_z = 8,2 µm, NO30-19 R_z = 7,5 µm).

Die Ergebnisse des Härtemappings von NO30-15 der Kantenzustände poliert und lasergeschnitten zeigen keine verfestigte Randzone. Die Härte des Werkstoffes ist 235 HV 0,01. Die homogene Härte der Laserkante wird über den geringen Kohlenstoffgehalt des Werkstoffes erklärt [5]. Bei den Stanzkanten von NO30-15 ist eine verfestigte Randschicht zu beobachten. Es lässt sich der Härteverlauf in zwei Bereiche unterteilen, zum einem der Bruchanteil mit einer Aufhärtung von ca. 30 % und der Glattschnittanteil mit einer Aufhärtung von ca. 22 %. Die Schereinflusszone reicht hierbei ca. 0,15 mm bis 0,19 mm ins Probeninnere. Bei NO30-19 ist bei den polierten Kanten ebenfalls keine Aufhärtung in der Randschicht zu beobachten. Das Material besitzt eine Härte von 200 HV 0,01. Bei den schergeschnittenen Proben kann kein signifikanter Unterschied in der Härte von Bruch- und Glattschnittbereich ermittelt werden. Die Aufhärtung beträgt maximal 22 % und reicht bis in eine Tiefe von ca. 0,08 mm.

3.2 Ergebnisse der zyklischen Versuche

Die in **Bild 1** dargestellten Wöhlerlinien zeigen einen signifikanten Einfluss des Kantenzustands auf das Schwingfestigkeitsverhalten im Zeit- und im Dauerfestigkeitsbereich.

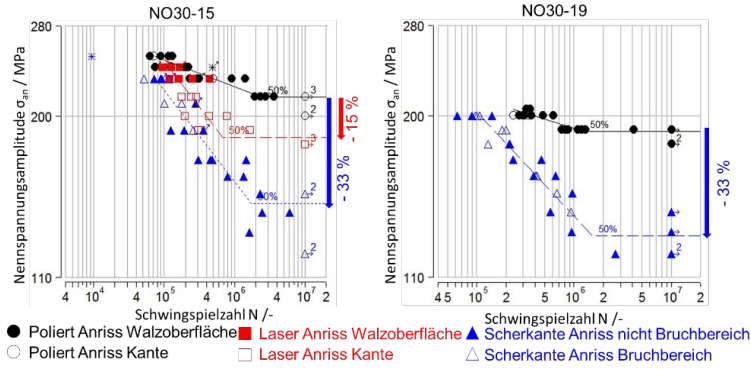


Bild 1: Ergebnisse der Wöhlerversuche mit unterschiedlichen Kantenzuständen an ungekerbten Proben, R = 0,1 längs zur Walzrichtung für P_A = 50 %. Links: NO30-15. Rechts: NO30-19

Figure 1: Results of Wöhler tests with different edge conditions for unnotched specimen, R = 0.1 along the rolling direction for P_F = 50 %. Left: NO30-15. Right: NO30-19

Gegenüber den polierten Kanten mit einem Neigungsexponenten von k ≈ 20 führt eine gelaserte und schergeschnittene Kante unabhängig vom Werkstoff zu einem deutlich steileren Wöhlerlinienverlauf mit k ≈ 6,5. Der für makroskopisch ungekerbte Proben ungewöhnlich steile Wöhlerlinienverlauf deutet auf eine hohe Kerbwirkung an der Rissinitiierungsstelle hin. Die Langzeitfestigkeit der schergeschnittenen Proben ist für beide Werkstoffe etwa 33 % ge-

ringer als bei dem polierten Referenzzustand. Der Abfall der Langzeitfestigkeit bei den Proben aus NO30-15 mit gelaserter Kante ist mit etwa 15 % geringer als beim Scherschneiden.

3.3 Ergebnisse der Bruchflächenanalyse

Die Bruchflächen von NO30-15 und NO30-19 unterteilen sich in drei Bereiche: bei transkristallinen Rissen in eine Initiierungszone, kristalline Zone und duktile Zone [3]. Die Initiierungszone wird mit der Phase der Rissinitialisierung gleichgesetzt und besitzt eine raue Oberfläche, deren strahlenförmige Struktur auf den Rissausgang deuten. Die kristalline Zone wird der Phase des stabilen Risswachstums zugeordnet. Die Oberfläche ist geprägt von Spaltbrüchen, die fächerförmige Schleifen oder Flussmuster aufweisen. Dieser Sprödbruch ist annähernd senkrecht zur Richtung der größten Normalspannung orientiert, die kristallografischen Orientierungen spielen eine untergeordnete Rolle [1, 3]. Zwar wird in der Phase des instabilen Risswachstums in [3] von einer duktilen Zone gesprochen, doch weist der Restgewaltbruch ebenso Bereiche mit hoher plastischer Verformung mit Wabenmuster auf, aber auch Körner mit sprödem Spaltbruch. Letzteres ist von seiner Ausprägung nicht von der kristallinen Zone zu unterscheiden. Interkristalline Brüche können nur in den ersten beiden Zonen detektiert werden. Bei einem interkristallinen Anriss wird die Bruchoberfläche in zwei Bereiche unterteilt. Eine raue Initiierungsfläche, die auf den Rissausgang hindeutet und eine andere Orientierung als die Korngrenze aufweist. Mit Ausnahme dieser Initiierungsfläche kann von der Struktur des Bruches nicht zwischen Anriss und Risswachstum unterschieden werden. Die interkristalline Bruchfläche ist glatt mit vereinzelten Anhaftungen des Nachbarkorns. Beispiele für die Bruchzonen sind in **Bild 2** dargestellt.

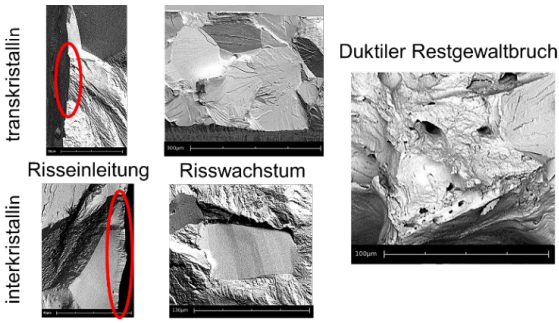


Bild 2: Darstellung der Stadien des Ermüdungsversagens von NO30-15

Figure 2: Illustration of the stages of fatigue failure of NO30-15

Der Ort der Risseinleitung bei polierten Proben aus NO30-15 ist überwiegend die Walzoberfläche. Ca. 25 % der Anrisse sind interkristallin. Die lasergeschnittenen Proben von NO30-15 weisen bei ca. 50 % der Ausfälle einen interkristallinen Anriss auf. Interkristalline Anrisse zeigen keine Auffälligkeit bei den ertragenen Lastwechseln. Ab einer Spannungsamplitude von σ_a = 230 MPa entsteht eine Häufung von Brüchen an der Walzoberfläche. Unterhalb dieser Spannung ist der Risseinleitungsort die Laserkante. Schergeschnittene Kanten weisen keinen interkristallinen Anriss auf. Die Lage des Rissortes ist von der Höhe der Spannungsamplitude abhängig. Unterhalb von σ_{an} = 190 MPa versagen die Proben ausgehend vom Glattschnittanteil der Kante. Oberhalb dieser Spannung fallen 50 % der Versuche ausgehend vom Scherbruchanteil aus. Diese Brüche erzeugen ebenfalls keine Auffälligkeiten in der Anzahl der ertragenen Lastwechsel. Die Risseinleitung von NO30-19 poliert findet an der Walzoberfläche statt. Interkristalline Risse treten seltener (ca. 15 %) auf als bei NO30-15 und entstehen für Spannungsamplituden größer 190 MPa. Bei schergeschnittenen Proben aus NO30-19 besitzen ca. 8 % der Proben einen interkristallinen Anriss. Es ist kein Zu-

sammenhang mit der Beanspruchungshöhe feststellbar. Der häufigste Rissausgang ist die Oberfläche des Bruchanteils der Kante (ca. 50 %). Ca. 22 % der Brüche fallen nicht über die Kante, sondern an Korngrenzen in kantennahen Bereichen aus. Die restlichen Ausfälle entstehen über den Glattschnittanteil der Kante, den Übergang zwischen Glattschnitt und Bruch sowie dem Grat am Stanzaustritt. Bei keinem der Ausfallorte kann ein Zusammenhang mit der Beanspruchungshöhe oder den ertragenen Lastzyklen festgestellt werden.

3.4 Kantencharakterisierung vorbelasteter Proben

Die Ergebnisse der Rauheits- und Härtemessungen nach Belastung sind in **Bild 3** dargestellt

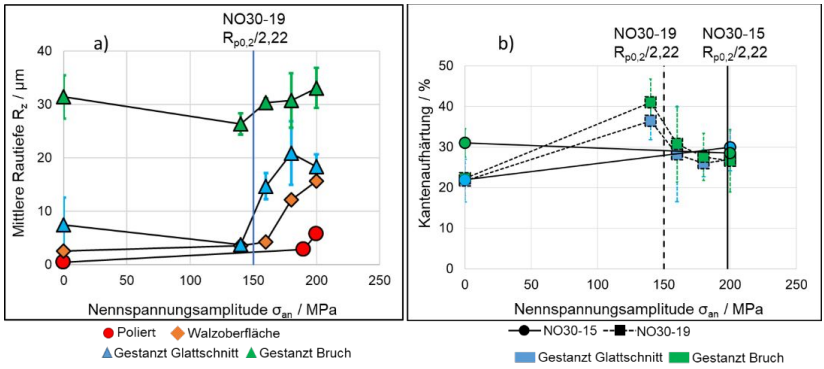


Bild 3: Ergebnisse der Messungen von schwingend vorbelasteten Proben. a) NO30-19 Rauheit über der Spannungsamplitude. b) Kantenaufhärtung schergeschnittener Proben NO30-15 und NO30-19 über der Spannungsamplitude

Figure 3: Results of measurements of cyclically pre-stressed specimens. a) NO30-19 roughness versus stress amplitude. b) Edge hardening of shear-cut specimens NO30-15 and NO30-19 versus stress amplitude.

Die Rauheitsmessungen der polierten Proben aus NO30-19 zeigen eine Zunahme der Kantenrauheit und der Rauheit der Walzoberfläche mit zunehmender Lastamplitude. Die Streuung der Messungen sind kleiner als s = 1 µm. Die Messungen im Glattschnittanteil erzeugen keinen signifikanten Unterschied in der Rauheit, sobald die Oberlast die Streckgrenze übersteigt. Die Rauheit des Bruchanteils ist weitestgehend unabhängig von der Beanspruchungshöhe.

An unbelasteten schergeschnittenen Proben aus NO30-15 sind die Aufhärtungen im Glattschnitt- und im Scherbruchbereich deutlich unterschiedlich, **Bild 3b**. Bei Vorbelastungen oberhalb der Streckgrenze des Werkstoffes entsteht eine Homogenisierung der beiden Bereiche. Bei den schergeschnittenen Proben aus NO30-19 sind keine unterschiedlichen Bereiche der Härte vorhanden. Die zyklische Vorbelastung erzeugt keine Separierung der Bereiche und keine signifikante Änderung der Härte der Kante bezogen auf das Grundmaterial.

4 Diskussion

Die Risseinleitung an der Walzoberfläche bei Proben mit polierten Kanten aus NO30-15 zeigt, dass die Walzstruktur eine höhere Schädigung besitzt als die Kante. Dies wird über die höhere Rauheit begründet. Die Rauheitsmessungen an zyklisch vorbelasteten Proben aus NO30-19 zeigen eine Zunahme der Rauheit der Kante und der Walzoberfläche mit der

Beanspru-chungshöhe. Die Rauheitszunahme an der Walzoberfläche ist dabei deutlich ausgeprägter. Die Aufrauhung der Walzoberfläche entsteht über die Bildung einer Orangenhautstruktur. Die Körner in der Oberfläche können sich entsprechend ihrer plastischen Anisotropie ungehinderter deformieren, da ihre Deformation an der Walzoberflache nicht von angrenzenden Körnern behindert werden [8].

Die Änderung des Rissinitiierungsortes der lasergeschnittenen Proben wird mit dem Abbau der Mikrokerbwirkung erklärt. Bei Beanspruchungen unterhalb der Streckgrenze entstehen die Schwingungsanrisse an der Laserkante. Mit zunehmender plastischer Verformung treten vermehrt Anrisse ausgehend von der Walzoberfläche auf.

Die interkristallinen Anrisse können über eine Anisotropie in der Deformation der Körner erklärt werden. Durch die Kompensation der unterschiedlichen Deformationen zweier benachbarter Körner kommt es zu einer Erhöhung der Spannungskonzentration an den Korngrenzen [9]. Die in [3] beschriebene Abhängigkeit der interkristallinen Brüche zur Belastungshöhe kann nicht bestätigt werden. Die geringe Duktilität der Korngrenze stellt eine weitere Ursache für ein interkristallines Versagen dar [10]. Eine unterschiedliche Duktilität von Korngrenzen und Matrix begünstigt die Spannungskonzentration an den Grenzflächen. Dies erklärt das fehlende Auftreten von interkristallinen Anrissen an der Stanzkante. Während des Scherschneidens führt die hohe plastische Verformung der Kante zu einer Steigerung der Versetzungsdichte und somit zu einer Versprödung der Randzone [2,10]. Die Differenz zwischen der Duktilität des Korns und der Korngrenze ist weniger ausgeprägt, was zu geringeren Spannungsspitzen an den Korngrenzen und zu einer höheren Wahrscheinlichkeit für transkristalline Anrisse führt.

Die Anrissorte der schergeschnittenen Proben aus NO30-15 hängen von der Beanspruchungshöhe ab. Bei Belastungen oberhalb der Streckgrenze liegt der Rissinitiierungsort bei etwa 50 % der Proben im Scherbruchanteil der Stanzkanten. Der ausschließliche Anriss im Glattschnittanteil bei Belastungen unterhalb der Streckgrenze ist aufgrund der geringeren Rauheit untypisch [11]. Bei Vernachlässigung von Eigenspannungen und Rauheiten ergeben die beiden Bereiche mit unterschiedlicher Härte an der Probenkante zwei Zonen unterschiedlicher Dauerfestigkeit. Der Bereich mit der geringeren Härtedefiniert bei linear-elastischer Last die Risseinleitung. Durch die zyklische Verfestigung des Werkstoffes [12] entsteht mit einer zyklischen plastischen Verformung eine Zunahme der Versetzungsdichte. Dies führt zu einer Homogenisierung der Härten der beiden Kantenbereiche bei Lasten oberhalb der Streckgrenze. Das zufällige Auftreten von Anrissen im Bruch- und Glattschnittbereich bei plastischer Verformung ist ein Indikator für den geringen Einfluss der Rauheit. Eine separate Auswertung der Anrisse im Glattschnitt- und im Bruchbereich zeigt keine signifikanten Unterschiede hinsichtlich der Anrisslebensdauer. Dies deutet auf einen Abbau der rauheitsinduzierten Spannungsspitzen hin. Die kürzere Lebenserwartung der schergeschnittenen Proben im Vergleich zu den Laserproben wird über das höhere Restverformungsvermögen und geringeren Rauheit der Laserkante und Walzoberfläche erklärt.

Die Ergebnisse der schergeschnittenen Proben aus NO30-19 zeigen einen geringen Einfluss der plastischen Verformung auf die Kanteneigenschaften. Unabhängig von der Beanspruchungshöhe geht die Rissinitiierung überwiegend vom Scherbruchanteil aus. Der Glattschnitt- und der Bruchanteil weisen vergleichbare Härtewerte auf. Das Verhältnis der Härten ändert sich während der zyklischen Belastung nicht. Unabhängig von der Beanspruchungshöhe ist die Rauheit im Scherbruchbereich stets höher als im Glattschnittbereich. Ebenfalls zeigt sich, dass der Abbau der Mikrokerbwirkung bei NO30-19 nicht so stark ausgeprägt ist wie bei NO30-15, da eine Risseinleitung in den Bereichen mit der höchsten Rauheit entsteht.

5 Zusammenfassung

Die Schwingfestigkeitsversuche sowie die Bruchflächenanalyse von NO30-15 zeigen einen deutlichen Einfluss der plastischen Verformung auf den Ort der Rissinitiierung. Im unteren Zeitfestigkeitsgebiet wird der Ausfall über das Verhältnis zwischen Festigkeit und Mikrokerbwirkung bestimmt. Im oberen Zeitfestigkeitsbereich mit Oberspannungen über der (zügigen) Streckgrenze werden Spannungsspitzen der Kantenrauheit abgebaut und eine Änderung des Rissausgansortes entsteht. Die Änderung des Kantenzustands bei NO30-19 wirkt sich geringer auf die Ergebnisse aus. Schergeschnittene Kanten besitzen im unbelasteten Zustand eine homogenere Härte in der Randschicht. Der Abbau der rauheitsinduzierten Kerbspannungen ist geringer als bei NO30-15, was sich in den lastunabhängigen Anrissorten der Kante äußert.

Literatur

[1] C. Schayes, J. Vogt und J. Bouquerel: Cyclic plasticity mechanism of the M330-35A steel, International Journal of Fatigue, Bd. 82, pp. 530-539, 2016

[2] H. Dehmani, C. Brugger, T. Palin-Luc, C. Mareau und S. Koechlin: Experimental study of the impact of punching operations on the high cycle fatigue strength of Fe–Si thin sheets, International Journal of Fatigue Bd. 82, pp. 721-729, 2016.

[3] H. Dehmani, C. Brugger, T. Palin-Luc, C. Mareau und S. Koechlin: High Cycle Fatigue Strength of Punched Thin Fe-Si Steel Sheets, Materials Performance and Characterization, Bd. 5, Nr. 3, pp. 1-15, 2016.

[4] C.-D. Wupperman: Elektroband und -blech Merkblatt 401, Wirtschaftsvereinigung Stahl, Krefeld, 2017.

[5] B. Bode: Zum Verformungs- und Ermüdungsverhalten von Elektroblech??, Kassel: Kassel University Press GmbH, 2019

[6] D. Radaj, M. Vormwald: Ermüdungsfestigkeit, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2007 (3. Aufl.).

[7] T. Fritschle: Untersuchungen zum Einfluss des Kantenzustands auf das Schwingfestigkeitsverhalten von Elektroband für Rotoren, Bachelorarbeit, Hochschule Esslingen, Fakultät Fahrzeugtechnik, Esslingen, 2021.

[8] R. Bürgel, H. A. Richard und A. Riemer: Werkstoffmechanik Bauteile sicher beurteilen und Werkstoffe richtig einsetzen, Paderborn: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014.

[9] W. Schäf: Über die Wechselwirkung kurzer Ermüdungsrisse mit Korngrenzen - Systematische Experimente mit Focused Ion Beam Microscope und mikrostruktureller Tomographie, Saarbrücken: Naturwissenschaftlich- Technischen Fakultät III Chemie, Pharmazie, Bio- und Werkstoffwissenschaften der Universität des Saarlandes, 2010.

[10] H.-J. Bargel und S. G. Schulze:Werkstoffkunde 12. Auflage, Berlin: Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2012.

[11] F. Dittmann, I. Pätzold: FAT 306, Einfluss der Kantenbearbeitung auf die Festigkeitseigenschaften von Stahl-Feinblech unter quasistatischer und schwingender Beanspruchung, Forschungsvereinigung Automobiltechnik e.V., Berlin, 2018.

[12] M. Thum: Betriebsfestigkeit E-Band Entwicklung eines einheitlichen und aussagekräftigen Prüfverfahrens zur Bestimmung der Betriebsfestigkeit von Elektroband, Forschungsvorhaben Nr. 807 I, Forschungsvereinigung Antriebstechnik e.V., Frankfurt am Main, 2019.

[13] Stahlinstitut VDEh Unterausschuss für Feinblech: Prüf- und Dokumentationsrichtlinie für die experimentelle Ermittlung mechanischer Kennwerte von Feinblechen aus Stahl für die CAE-Berechnung, Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, 2006.

[14] VDI-Gesellschaft Produktionstechnik (ADB): VDI 2906 Blatt 2 Schnittflächenqualität beim Schneiden, Beschneiden und Lochen von Werkstücken aus Metall Scherschneiden, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1994.

Schwingfestigkeitsverhalten von GJS-Werkstoffen mit unterschiedlichen Graphitdegenerationen

Cyclic behavior of SGI materials containing different graphite degenerations

T. Steingräber, P. Hoffmann, C. Bleicher, H. Kaufmann
Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Darmstadt

Kurzfassung – Gusseisen mit Kugelgraphit (GJS) findet breite Verwendung im Großmaschinenbau und in der Windenergie. Hohe Anforderungen an die Bauteilfestigkeit und die Erschließung von Einsparpotentialen durch Gewichtsreduzierung verlangen dabei eine genaue Kenntnis über das Werkstoffverhalten unter zyklischer Belastung. Neben dem Matrixgefüge spielen vor allem die Ausprägung des Graphits im Hinblick auf seine Morphologie sowie die Interaktion mit Materialungänzen, wie Lunkern und anderen Gussfehlern, eine große Rolle. Mit zunehmenden Wandstärken wird das homogene Einstellen des gewünschten Zustandes aufgrund langer Abkühlzeiten und großer Volumina immer schwieriger. Dies führt zu unvermeidbaren Kompromissen zwischen Prozessführung und Gussqualität, welche unter anderem das Tolerieren gewisser Graphitformabweichungen und Ungänzen nötig machen. Die genaue Kenntnis über die Auswirkungen der verschiedenen Graphitformabweichungen und Gussungänzen auf die zyklische Beanspruchbarkeit ist von zentraler Bedeutung für die Abschätzung der Bauteillebensdauer. Daher werden in den vorliegenden Untersuchungen GJS-Werkstoffe mit unterschiedlichen Graphitausprägungen und -formabweichungen hinsichtlich deren quasi-statischem und zyklischem Verhalten untereinander sowie mit GJS ohne Graphitformabweichungen sowohl spannungs- als auch dehnungsbasiert verglichen.

Stichwörter: Gusseisen mit Kugelgraphit, Graphitentartung, Chunky-Graphit, Schwingfestigkeit

Abstract – Spheroidal graphite cast iron (SGI) is widely used in large-scale mechanical engineering and wind energy. High requirements on component strength and the exploitation of savings potential through weight reduction require precise knowledge of the material behavior under cyclic loading. In addition to the matrix structure, the morphology of the graphite and the interaction with material imperfections such as shrinkages and other casting defects play a major role. With increasing wall thicknesses, homoge-neous setting of the desired condition becomes increasingly difficult due to long cooling times and large volumes. This leads to unavoidable compromises between process control and casting quality, resulting in the need to tolerate certain graphite deviations as well as imperfections. Accurate knowledge of the effects of the various graphite deviations and casting defects on the cyclic behavior is of central importance for estimating the component lifetime. Therefore, in the present investigations, SGI materials with different graphite forms and degenerations are compared with each other and with graphite degene-ration-free SGI materials in terms of their quasi-static and cyclic behavior, both stress- and strain-based.

Keywords: Spheroidal graphite cast iron, graphite degeneration, chunky graphite, fatigue strength

1 Einleitung

Gusseisen mit Kugelgraphit kommt aufgrund seiner vielen positiven Eigenschaften, wie hohe Festigkeit bei vergleichsweise hoher Bruchdehnung, eine wichtige Rolle in der Industrie zu. Aufgrund der weiten Verbreitung ist das Einsparpotenzial durch eine zutreffende Bemessung und Bauteilauslegung zur Leichtbauoptimierung in Hinblick auf Produktion, Transport und Nutzung enorm. Für die Umsetzung dieser Ziele ist nicht nur die Kenntnis der quasi-statischen und zyklischen Werkstofffestigkeit des ungestörten Materialzustandes erforderlich, sondern auch die Möglichkeit, die Auswirkungen von Graphitformabweichungen und lokal auftretenden Entartungen auf das Werkstoffverhalten abzuschätzen. Hierzu zählen Chunky- (CHG) und Spiky-Graphit sowie Graphitformabweichungen, von idealerweise kugelförmigen Graphit (Form VI und V), hin zu einer vermicularen Graphitform (Form III) [1]. Ist der Einfluss von Graphitentartungen und Formabweichungen auf das zyklische und quasi-statische Werkstoffverhalten bekannt, kann nicht nur Ausschuss in der Produktion vermieden, sondern auch die angestrebten Optimierungen durch eine zuverlässige Bauteilausle-

gung umgesetzt werden. Aus diesem Grund wird anhand von quasi-statischen und zyklischen Untersuchungen an EN-GJS-400-18LT und EN-GJS-450-18 mit unterschiedlichen Anteilen an Graphitentartungen und Graphitformabweichungen deren Einfluss auf die Werkstoffkennwerte quantifiziert. Dafür wird das zyklische Werkstoffverhalten anhand von Spannungswöhlerlinien sowie Spannungs-Dehnungskurven und Dehnungswöhlerlinien abgeleitet und der Einfluss von Graphitformabweichungen und Graphitentartungen auf die Beanspruchbarkeit experimentell quantifiziert.

2 Werkstoffe, Probenentnahme und Versuchsdurchführung

Aufbauend auf den in [2] beschriebenen Untersuchungen wurden zwei Y2-Gussblöcke als Versuchskörper aus EN-GJS-400-18LT mit einem gezielt hervorgerufenen, größeren Anteil an Graphitform III nach DIN EN ISO 945 [1] (Bild 1**a**) sowie zwei Segmente eines Flansches einer Windenergieanlage aus EN-GJS-450-18 mit Chunky-Graphit (Bild 1**b**) untersucht. Um einen Vergleich der Werkstoffbeanspruchbarkeit für die untersuchten Werkstoffe herzustellen, wurden die erzielten Ergebnisse dem ungestörten Werkstoffverhalten für den EN-GJS-400-18U-LT (Bild 1**c**) und EN-GJS-450-18 als Vergleichswerkstoffe (VW) gegenübergestellt.

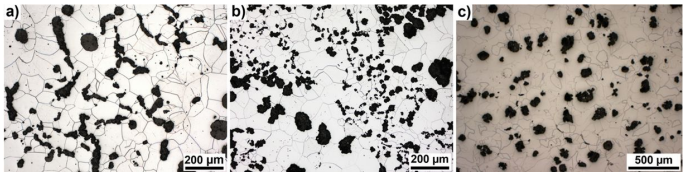


Bild 1: Vergleich der Gefügeausprägung des EN-GJS-400-18LT mit Form III (a), des EN-GJS-450-18 mit Chunky-Graphit (b) und des EN-GJS-400-18U-LT mit Form V und VI aus [3] (c).

Figure 1: Comparison of microstructure of EN-GJS-400-18LT with Form III (a), EN-GJS-450-18 with chunky graphite (b) and EN-GJS-400-18U-LT with form V and VI from [3] (c).

Die in den Untersuchungen verwendeten Zugproben sowie ungekerbten und gekerbten Rundproben wurden aus den Versuchskörpern und Segmenten gemäß Bild 2 entnommen. Anschließend wurden Zugversuche sowie kraftgeregelte und dehnungsgeregelte Schwingfestigkeitsversuche durchgeführt. Die zyklischen Werkstoffuntersuchungen wurden unter Spannungsregelung bei R_σ = -1, R_σ = 0 und R_σ = 0,5 auf elektrischen Resonanzprüfmaschinen durchgeführt. Für die dehnungsgeregelten Untersuchungen bei R_ε = -1 kam eine servo-hydraulische Prüfmaschine zum Einsatz. Des Weiteren fanden metallographische und fraktographische Untersuchungen statt. Für die Auswertung des Chunky-Graphit-Anteils (CGA) wurde aufgrund fehlender Möglichkeiten bei kommerzieller Bildauswertungssoftware die in [4] beschriebene Bildauswertung verwendet.

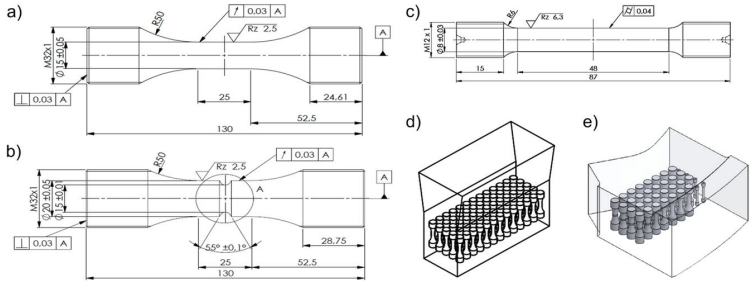


Bild 2: Probengeometrien der ungekerbten (a) und gekerbten (b) Schwingproben, der Zugproben (c) sowie schematischer Probenentnahmeplan aus dem Y2-Block (d) und dem Segment (e).

Figure 2: Specimen geometry of the unnotched (a), notched (b) und tensile specimen (c) and specimen removal plan from the Y2-Block (d) and the segment of the flange (e).

3 Gefügeuntersuchung und Bruchflächenanalyse

In der Gefügeanalyse wurde beim EN-GJS-400-18LT in [2] über die computergestützte Quantifizierung eine homogene Gefügeausprägung mit fast vollständig ferritischer Matrix und einem Anteil an der Graphitform III von 30 - 45 % ermittelt. Beim EN-GJS-450-18 wird der CGA gemäß [4] zu 5 - 10 % bestimmt (Bild 3). Die Matrix ist ebenfalls fast vollständig ferritisch. Die fraktographischen Analysen zeigen zudem, dass bei einigen Proben beider Werkstoffe größere Lunker in der Bruchfläche vorliegen.

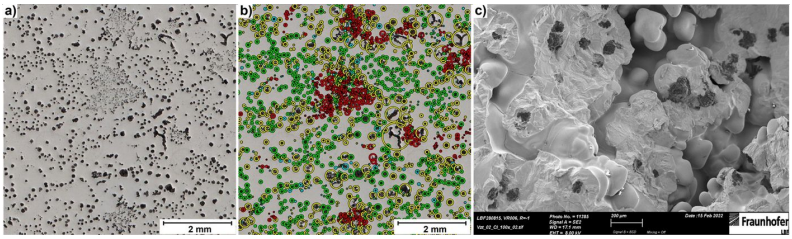


Bild 3: Übersichtsschliffbild (a), Bewertung der Graphitpartikel mit Kugelgraphit (grün und cyan), Chunky-Graphit (rot) und weiterem Graphit (gelb) (b) und REM-Aufnahme eines Lunkers in der Bruchfläche (c) einer Probe aus EN-GJS-450-18.

Figure 3: Overview micrograph (a), assessment of the graphite particles with spheroidal graphite (green and cyan), chunky graphite (red) and other graphite (yellow) (b) and SEM picture of a shrinkage in the fracture surface (c) of a specimen of EN-GJS-450-18.

4 Quasi-statische Werkstoffuntersuchungen

Die Ergebnisse der quasi-statischen Werkstoffuntersuchungen des EN-GJS-400-18LT sowie des EN-GJS-450-18 sind in Tabelle 1 den Kennwerten der Vergleichswerkstoffe ohne Entartungen aus [3] gegenübergestellt. Auffallend ist die deutlich geringere Bruchdehnung A_5 des EN-GJS-450-18 gegenüber dem entsprechenden Vergleichswerkstoff (72 %) sowie dem EN-GJS-400-18LT (53 %), welche damit deutlich von der in der Norm DIN EN 1563 [5] aufgeführten Anforderung an diese Güte abweicht. Beide untersuchten Werkstoffe weisen eine hohe Streuung, insbesondere bei der Zugfestigkeit R_m und der Bruchdehnung A_5, auf.

Tabelle 1 Quasi-statische Kennwerte der untersuchten Werkstoffe und Vergleichswerkstoffe.
Table 1 Quasi-static properties of the examined and reference materials.

Werkstoff	**EN-GJS-400-18LT**		**EN-GJS-450-18**	
	mit Form III	aus [3] (VW)	mit CHG	aus [3] (VW)
Elastizitätsmodul E [GPa]	151 ± 4	168	155 ± 8	167
Zugfestigkeit R_m [MPa]	339 ± 15	352	391 ± 11	437
0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	243 ± 2	233	334 ± 2	322
Bruchdehnung A_5 [%]	11,3 ± 2,1	15,8	5,3 ± 1,3	18,6

5 Zyklische Werkstoffuntersuchungen

Die resultierenden Spannungswöhlerlinien der ungekerbten und gekerbten Proben des EN-GJS-450-18 sind in Bild 4 zusammen mit den Wöhlerlinien des Vergleichswerkstoffes aus [3] für eine Überlebenswahrscheinlichkeit von $P_Ü = 50$ % dargestellt. Im Bereich der Langzeitfes-tigkeit sind die ertragbaren Spannungsamplituden für Wechsel- und Zugschwellbean-

spruchung bei dem untersuchten Werkstoff geringer als für den Vergleichswerkstoff. Im Zeitfestig-keitsbereich weist der untersuchte Werkstoff bei Zugschwellbeanspruchung mit k = 8,8 eine deutlich steilere Neigung auf als der VW mit k = 11,3, wohingegen bei Wechselbeanspruchung für die ungekerbten und gekerbten Proben sowie für den VW eine ähnliche Neigung k vorliegt.

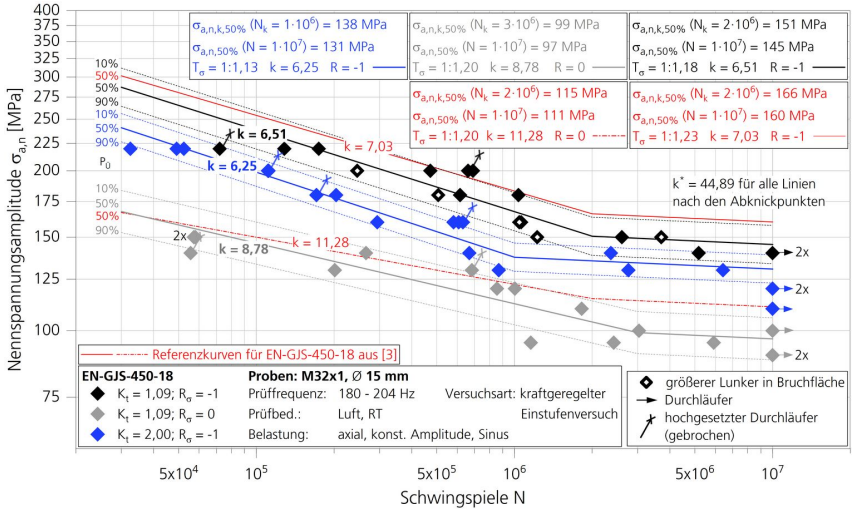


Bild 4: Wöhlerlinien der ungekerbten Proben bei R_σ = -1 und R_σ = 0 im Vergleich zu den $P_Ü$ = 50 %-Linien des Vergleichswerkstoffs [3] (hellrot) sowie für die gekerbten Proben bei R_σ = -1.

Figure 4: Woehler curves of the notched specimens for R_σ = -1 and of the unnotched specimens for R_σ = -1 and R_σ = 0 compared to $P_Ü$ = 50 % lines of the reference material [3] (light-red).

In Tabelle 2 sind die Kennwerte der Werkstoffe gegenübergestellt. Beim EN-GJS-400-18LT entsprechen die ertragbaren Spannungsamplituden für R_σ = -1 und R_σ = 0 jeweils nahezu denen des Vergleichswerkstoffes, während die Neigungen k im Zeitfestigkeitsbereich für den untersuchten Werkstoff etwas flacher ausfällt. Die Mittelspannungsempfindlichkeit M liegt bei beiden Werkstoffen auf vergleichbarem Niveau zu den jeweiligen Vergleichswerkstoffen. Der geringere Unterschied in der ertragbaren Spannungsamplitude zwischen den ungekerbten und gekerbten Proben des EN-GJS-450-18 deutet auf eine geringere Kerbempfindlichkeit gegenüber dem EN-GJS-400-18LT hin. Bei beiden Werkstoffen zeigen die fraktographischen Analysen teilweise größere Lunker in der Bruchfläche, die neben dem Chunky-Graphit ebenfalls versagensauslösend sein können. Bemerkenswert ist trotz der Lunker und Graphitform-abweichungen bei allen untersuchten Werkstoffzuständen die vergleichsweise niedrige Streuung, die deutlich unterhalb von T_σ = 1:1,30 liegt [3].

Tabelle 2 Zyklische Kennwerte der untersuchten Werkstoffe und der Vergleichswerkstoffe aus [3].
Table 3 Cyclic parameters of examined materials and reference materials from [3].

Werkstoff	Spannungs-verhältnis R_σ [-]	Kerb-formzahl K_t [-]	Neigung k [-]	Spannungs-amplitude bei $N = 1 \cdot 10^7$ [MPa]	Mittelspannungs-empfindlichkeit M [-]
EN-GJS-400-18LT mit Form III	-1	1,09	8,63	140	0,53
	0	1,09	10,51	92	
	0,5	1,09	11,09	53	-
	-1	2,00	6,70	101	-
EN-GJS-400-18U-LT aus [3] (VW)	-1	1,09	6,52	143	0,51
	0	1,09	8,55	95	
EN-GJS-450-18 mit CHG	-1	1,09	6,51	145	0,50
	0	1,09	8,78	99	
	-1	2,00	6,25	131	-
EN-GJS-450-18 aus [3] (VW)	-1	1,09	7,03	166	0,44
	0	1,09	11,28	115	

Bild 5 und Bild 6 zeigen die ermittelten Dehnungswöhlerlinien und zyklischen Spannungs-Dehnungskurven für die untersuchten Werkstoffe. Die Auswertung der Dehnungswöhlerlinien erfolgte hierbei nach [6, 7, 8, 9] und die der Spannungs-Dehnungskurven gemäß [10]. Im Bereich der Kurzzeitfestigkeit ist ein Einfluss der Graphitdegenerationen erkennbar, da die Schwingfestigkeit beider untersuchten Werkstoffzustände gegenüber den Vergleichswerkstoffen aus [3] ohne Graphitdegenerationen deutlich reduziert ist.

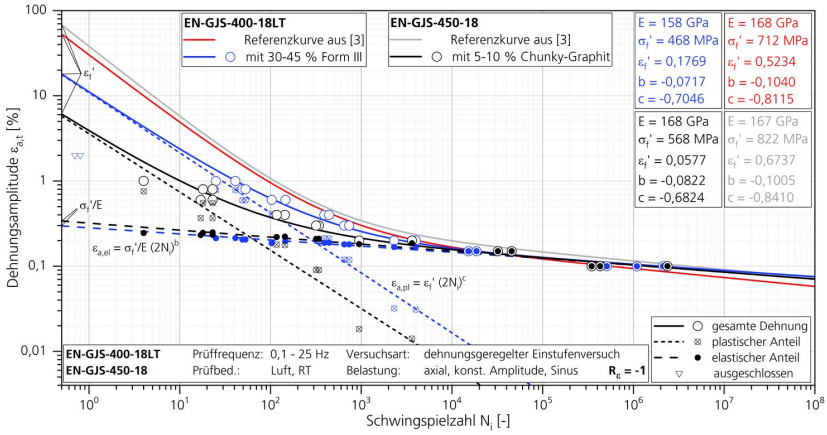


Bild 5: Dehnungswöhlerlinien der untersuchten Werkstoffe und Vergleichswerkstoffe aus [3].
Figure 5: Strain Woehler curve of the examined materials and reference materials form [3].

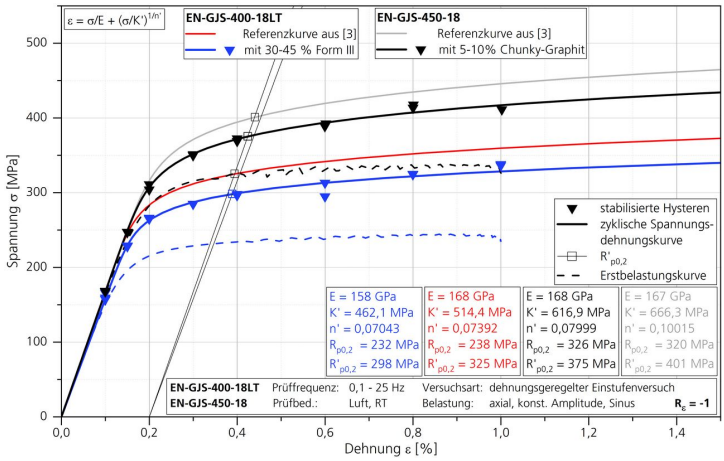


Bild 6: Ermittelte zyklische Spannungs-Dehnungskurven und Erstbelastungskurven.
Figure 6: Determined cyclic and initial stress-strain curves.

Der aus der Erstbelastungskurve ermittelte Elastizitätsmodul liegt bei beiden Werkstoffzuständen höher als der bei den Zugversuchen ermittelte. Für den EN-GJS-450-18 liegt dieser auf dem Niveau des Vergleichswerkstoffes, während er beim EN-GJS-400-18LT um 10 GPa niedriger ist. Generell liegt das Spannungsniveau der zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurve beider untersuchter Werkstoffzustände deutlich unter dem Spannungsniveau der entsprechenden Vergleichswerkstoffe. Die 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ der Erstbelastungskurven beider untersuchten Werkstoffzustände sind ähnlich zu der 0,2 %-Dehngrenze des entsprechenden Vergleichswerkstoffes, wohingegen die zyklische 0,2 %-Dehngrenze $R'_{p0,2}$ der Werkstoffzustände mit Graphitentartungen deutlich geringer ist. Die untersuchten Werkstoffe verfestigen demnach weniger als die Vergleichswerkstoffe aus [3].

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Aus den Untersuchungen geht hervor, dass der Einfluss von Graphitformabweichungen der Form III, einzuordnen in die Klasse Vermiculargraphit, im Gefüge von EN-GJS-400-18LT einen geringeren Einfluss auf das Schwingfestigkeitsverhalten hat als Chunky-Graphit in EN-GJS-450-18. Im Vergleich zu einem Gefüge ohne Graphitentartungen weist EN-GJS-450-18 mit Chunky-Graphit sowohl im Kurzzeit- wie auch im Langzeitfestigkeitsbereich eine deutlich geringere zyklische Beanspruchbarkeit auf. Dies trifft beim EN-GJS-400-18LT mit Form III nur auf die Kurzzeitfestigkeit zu, während bei den untersuchten Gehalten von 30-45 % an Form III der Einfluss auf die Langzeitfestigkeit gering ist. Generell ist zu beachten, dass bei einigen Proben beider Werkstoffe Lunker im Bereich der Bruchfläche vorhanden sind. Damit können sowohl Form III als auch Chunky-Graphit nicht ausschließlich als versagensauslösend angenommen werden, sondern der Effekt von Lunkern muss ebenfalls in die Bewertung einfließen. In den folgenden Untersuchungen wird nun geklärt, welche Anteile der verschiedenen Graphitformabweichungen im Serienprozess noch toleriert werden können, ohne dass eine Reduktion der Bauteillebensdauer eintritt. Dies wird anhand von Werkstoffen mit unterschied-lichen Gehalten an Graphitformabweichungen, zusammen mit den Auswirkungen von wei-teren Graphitentartungen, wie Spiky-Graphit, untersucht, um den Einfluss der Graphitform umfassender bewerten zu können.

Danksagung – An dieser Stelle sei dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die Förderung des Forschungsprojektes „DeGra“ (Förderkennzeichen 020E-100423568)

gedankt. Ein Dank geht ebenso an die beteiligten Projektpartner, die durch ihre Teilnahme und tatkräftige Unterstützung zum Erfolg des Projektes beitragen.

Literatur

[1] DIN-EN-ISO-945 - Mikrostruktur von Gusseisen, DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

[2] P. Hoffmann, C. Bleicher, H. Kaufmann: Zum Einfluss von degeneriertem Graphit auf das Schwingfestigkeitsverhalten von Gusseisen mit Kugelgraphit, Manuskript zur Werkstoffprüfung 2021, Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V., 2021

[3] C. Bleicher: Ein Beitrag zur Beurteilung der Schwingfestigkeit von Großgussbauteilen aus Gusseisen mit Kugelgraphit mit besonderer Berücksichtigung der Auswirkungen von Lunkern auf die Bauteillebensdauer, Fraunhofer-Verlag FB-246, 2016

[4] C. Pittel, T. Steingräber, C. Bleicher: Beschreibung des zyklisch dehnungsbasierten Werkstoffverhaltens von EN-GJS-400-18 mit Chunky-Graphit, Manuskript zur Werkstoffprüfung 2021, Deutsche Gesellschaft für Materialkunde e.V., 2021

[5] DIN EN 1563 - Gießereiwesen – Gusseisen mit Kugelgraphit, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2018

[6] Coffin, L. A.: A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. Trans. ASME, Nr. 76, 1954, S. 931 – 950

[7] Manson, S. S.: Fatigue: A complex subject – some simple approximations. Experimental Mechanics, 5, Nr. 7, 1965, S. 45 – 87

[8] Basquin, O. H.: The exponential law of endurance tests. American Society Test, Materials Proceedings, Nr. 10, 1910, S. 625 – 630

[9] Morrow, J. D.: Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals, ASTM STP 378, American Society for Testing and Materials, 1965, S. 45 – 87

[10] W. Ramberg, W. R. Osgood: Description of stress–strain curves by three parameters. NACA Techn. Rep. 902, NACA, 1943

Untersuchung des Frequenzeinflusses auf das Ermüdungsverhalten des Magnesiumblechwerkstoffs AZ31

Investigation on the frequency effect on the fatigue behavior of the magnesium sheet material AZ31

S. Schöne[1], T. Kirsten[1], M. Kuczyk[1], M. Zimmermann[1,2]
[1] Technische Universität Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft (IfWW), Dresden
[2] Fraunhofer Institut für Werkstoff- und Strahltechnik (IWS), Kompetenzfeld Werkstoffcharakterisierung und -prüfung, Dresden

Kurzfassung – Magnesiumwerkstoffe rücken aufgrund ihres enormen Leichtbaupotentials seit einiger Zeit wieder verstärkt in den Fokus des Mobilitätssektors. Um den hier auftretenden Beanspruchungen, vor allem der hochzyklischen Wechselbelastung, gerecht zu werden, sind Ermüdungsuntersuchungen bis weit in den Very-High-Cycle Fatigue (VHCF) Bereich notwendig. Zur experimentellen Charakterisierung dieses Lebensdauerbereichs hat sich die hochfrequente Ultraschallermüdungsprüftechnik etabliert. Um deren zuverlässige Anwendbarkeit garantieren zu können, muss ein Einfluss der sehr hohen Prüffrequenz auf die ermittelte Ermüdungsfestigkeit genau untersucht werden. In dieser Arbeit werden vergleichend Ermüdungsuntersuchungen bei 75 Hz und 20 kHz bis hin zu $5x10^8$ Lastwechseln vorgestellt. Die Ergebnisse zeigen einen Frequenzeinfluss, der eine erhöhte Lebensdauer bei einer Belastung mit 20 kHz zur Folge hat. Als Ursache werden unterschiedliche, für die Rissinitiierung ursächliche Verformungsmechanismen identifiziert. Bei niedrigen Frequenzen beruht die Anrissbildung vor allem auf der Bildung von Gleitbändern, wohingegen bei 20 kHz die Zwillingsbildung an Bedeutung gewinnt.

Stichwörter: Frequenzeinfluss, Magnesium, VHCF

Abstract – Recently, Magnesium alloys are again moving into the focus of the mobility sector due to their enormous lightweight construction potential. To account for the loads arising here, fatigue tests well into the VHCF range are of particular importance. High frequency ultrasonic fatigue testing has become an established test strategy. To guarantee its reliable applicability, the influence of the very high test frequency on the determined fatigue strength must be investigated in detail. This paper presents comparative fatigue tests at 75 Hz and 20 kHz up to $5 \cdot 10^8$ load cycles. The results show a frequency effect resulting in increased fatigue life at a load frequency of 20 kHz. Different deformation mechanisms that are responsible for crack initiation are identified. At low frequencies, crack initiation is mainly caused by the formation of slip bands, whereas at 20 kHz twinning becomes more important.

Keywords: Frequency effect, Magnesium, VHCF

1 Einleitung

Magnesiumwerkstoffe bieten aufgrund ihres enormen Leichtbaupotentials die Möglichkeit, den Energieverbrauch des Transportsektors zu senken und Raum für innovative Mobilitätskonzepte zu schaffen. Der herausragende Eigenschaftsvorteil gegenüber gängigen Leichtbauwerkstoffen wie Aluminium liegt in der verringerten Dichte, der jedoch eine reduzierte statische und zyklische Festigkeit gegenübersteht. Um den Einsatz von Magnesiumlegierungen dennoch sinnvoll gestalten zu können, muss deren Festigkeitspotential, insbesondere während einer zyklischen Belastung, voll ausgeschöpft werden. Ermüdungsuntersuchungen und die Aufklärung des Risswachstumsverhaltens sind daher essentiell.

In der Vergangenheit wurden bereits zahlreiche Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten von Magnesiumlegierungen durchgeführt. Hierbei lag der Fokus zumeist auf mittels Druckguss hergestellten Werkstoffen [1,2]. Der Großteil dieser Arbeiten untersuchte das Ermüdungsverhalten im Low-Cycle Fatigue (LCF) und High-Cycle Fatigue (HCF) Bereich, in denen mit konventioneller Prüftechnik bei Frequenzen bis ca. 100 Hz geprüft wurde [3,4]. Die hier vorgestellte Arbeit befasst sich hingegen mit der Untersuchung des Ermüdungsverhaltens bis weit in den VHCF Bereich sowie mit dem Einfluss der hier genutzten sehr hohen Prüffrequenzen der Ultraschallermüdungstechnik.

Die Notwendigkeit zur genaueren Untersuchung des Einflusses sehr hoher Prüffrequenzen ergibt sich aus den für Magnesiumwerkstoffe typischen und durch die hdp-Gitterstruktur bedingten Verformungsmechanismen sowie der Walztextur, welche in dem untersuchten Werkstoff stark ausgeprägt ist. Die resultierende Anisotropie der mechanischen Eigenschaften beeinflusst sowohl die Ermüdungsfestigkeit als auch das Risswachstumsverhalten von Magnesiumknetlegierungen [3]. Eine Vergleichbarkeit von Ermüdungsuntersuchungen bei verschiedenen Prüffrequenzen wird somit erschwert. Bisherige Untersuchungen zum Frequenzeinfluss auf die Ermüdungsfestigkeit von Magnesiumlegierungen zeigen beispielsweise eine dehnratenabhängige Rissinitiierung sowie veränderte zyklische Verfestigung [5]. Weiterhin werden frequenzabhängige, oxidinduzierte Rissschließeffekte beobachtet [6]. Die genannten Untersuchungen beschränken sich jedoch auf Prüffrequenzen bis 15 Hz und den LCF Bereich. Bei Prüffrequenzen von bis zu 20 kHz sind abweichende Effekte auf das Ermüdungsverhalten zu erwarten, die beispielsweise aus dem hohen Dämpfungsvermögen der Magnesiumwerkstoffe resultieren können.

In dieser Arbeit werden Ergebnisse von Ermüdungsuntersuchungen im HCF und VHCF-Bereich vorgestellt. Hierbei werden vergleichend Daten aus Untersuchungen bei 75 Hz sowie 20 kHz Prüffrequenz diskutiert. Die Ergebnisse zeigen einen Frequenzeinfluss, dessen Ursprung näher untersucht wird. Hierfür wird das Rissinitiierungs- und Risswachstumsverhalten analysiert sowie elektronenmikroskopische Untersuchungen in Form von Rasterelektronenmikroskopie (REM)- und Elektronenrückstreubeugung (EBSD)-Analysen durchgeführt.

2 Material und Methoden

2.1 Material und Ermüdungsproben

Die vorgestellte Arbeit untersucht den Frequenzeinfluss auf das Ermüdungsverhalten der Magnesiumknetlegierung AZ31, deren Hauptlegierungselemente Aluminium (3 Gew %) sowie Zink (1 Gew %) sind. Verwendet wurde gewalztes Plattenmaterial mit einer Dicke von 9,5 mm. Das Gefüge des Grundmaterials ist in der EBSD-Aufnahme in **Bild 1a)** dargestellt. Dabei wird die durch hohe Verformung im Walzprozess resultierende Zwillingsdichte ersichtlich. Die in **Bild 1b)** dargestellten Polfiguren verdeutlichen die stark ausgerichtete Walztextur.

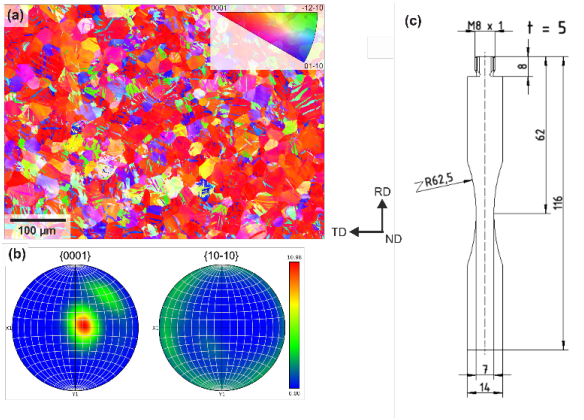


Bild 1 a) EBSD-Orientierungs-Aufnahme des Grundgefüges in z-Richtung b) Polfiguren der Walztextur, c) Probengeometire (Maße in mm)
Figure 1 a) EBSD orientation image of the materials structure in z-direction b) Pole figures of the rolling texture, c) Specimen geometry (dimensions in mm)

Bild 1c) zeigt die in allen Versuchen verwendete Probengeometrie, wobei die Probenentnahme stets längs zur Walzrichtung erfolgte. Der abgebildete Gewindeaufsatz wurde lediglich

bei den Ultraschallermüdungsproben ausgeführt. Die Probenoberfläche wurde im Prüfbereich mechanisch feingeschliffen (P2500) sowie im Anschluss elektrolytisch poliert, um präparationsbedingte Verformungen zu entfernen.

In **Tabelle 1** sind die mittels Zugversuch ermittelten quasistatischen Kennwerte des untersuchten Materials dargestellt. Zusätzlich werden die E-Module gezeigt, die sowohl im Zugversuch (Hysteresemessung) als auch mittels laserakustischer Messung (LAwave) bestimmt wurden.

Tabelle 1 Quasi-statische Materialkennwerte des untersuchten Werkstoffs AZ31
Table 1 quasi-static material properties oft the tested AZ31

$R_{p0,2}$	R_m	A_G	E-Modul	
			LAwave	Hysterese
127 ± 6 MPa	247 ± 1 MPa	11 ± 2 %	44 ± 1 GPa	42 ± 2 GPa

2.2 Prüftechnik und Analytik

In der vorgestellten Arbeit wurden Ermüdungsuntersuchungen bei ca. 75 Hz sowie ca. 20 kHz durchgeführt. Für die niederfrequente Prüfung wurde die Resonanzprüfanlage Testronic der Firma Russenberger Prüfmaschinen AG verwendet. Für die hochzyklische Ermüdungsprüfung hat sich die Ultraschallermüdungsprüftechnik in den letzten Jahren etabliert. Deren Funktionsweise wird u. a. in [7] erläutert. In den durchgeführten Untersuchungen wurde ein Prüfstand der Universität für Bodenkultur, Wien verwendet. Um die hier generierte intrinsische Probenerwärmung zu minimieren, wurde der Prüfbereich mittels Druckluft gekühlt. Die verwendeten Prüfaufbauten sind in Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden. dargestellt.

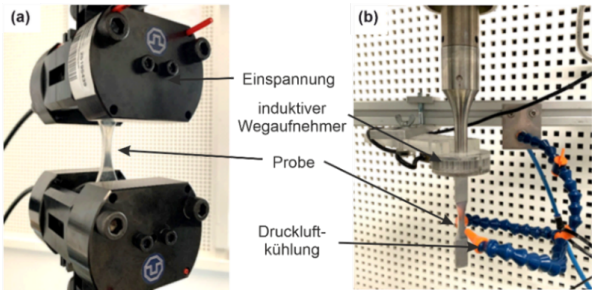


Bild 2 Probe mit Einspannung a) Resonanzprüfmaschine b) Ultraschallermüdungsanlage
Figure 2 **S**pecimen with clamping a) resonance testing machine b) ultrasonic fatigue testing machine

Zur Probenvorbereitung für die elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurde die bereits verformungsfrei elektrolytisch polierte Oberfläche zusätzlich mittels Ar-Ionen Strahl (CSP der Fa. JEOL) präpariert. Für die REM- und EBSD-Untersuchungen wurde ein JSM-IT700HR (Fa. JEOL) in Kombination mit einem Symmetry S2 (Fa. Oxford) EBSD Detektor verwendet.

3 Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse der Ermüdungsuntersuchungen bei den Prüffrequenzen von 75 Hz sowie 20 kHz sind in **Bild 3** vergleichend dargestellt. Es wird deutlich, dass Proben bei einer Prüffrequenz von 20 kHz bei gleichen Lastamplituden eine höhere Bruchlastspielzahl aufweisen. Somit kann auf einen deutlichen Frequenzeinfluss auf die Ermüdungsergebnisse geschlossen werden. Die Gründe für diesen Frequenzeinfluss sind vielfältig, können jedoch speziell für die hier durchgeführten Untersuchungen eingegrenzt werden. Unterschiedliche Abschaltkriterien

können hierbei im Wesentlichen ausgeschlossen werden, da in beiden Fällen das sehr sensible Abschaltkriterium der Frequenzänderung zum Tragen kam.

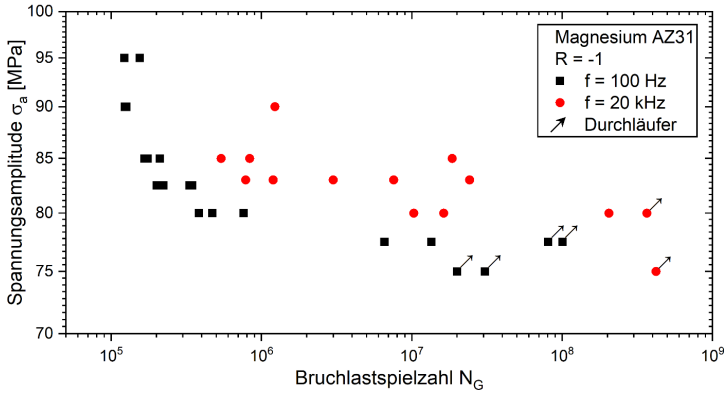


Bild 3 Ergebnisse der Ermüdungsprüfung von AZ31 bei 75 Hz sowie 20 kHz
Figure 3 Results of the fatigue test of AZ31 at 75 Hz as well as 20 kHz

Wie in [6] und [7] beschrieben, tritt in Magnesiumlegierungen bei Kontakt mit der Umgebungsatmosphäre sowohl Oxidation als auch Korrosion der Oberflächen auf. Dies hat sowohl eine beschleunigte Rissbildung durch Korrosionsangriff der Oberfläche als auch beschleunigtes Risswachstum durch Korrosion und Oxidation der frisch gebildeten Oberflächen an der Rissspitze und der damit verbundenen Plastizitätsabsenkung zur Folge. Einflüsse des oxodischen Rissschließens konnten hingegen bisher nicht nachgewiesen werden. Die genannten Effekte zeigen sich vor allem bei sehr niedrige Frequenzen mit langer Rissöffnungsphase bzw. nur für das Risswachstum nahe des Schwellwerts der Rissausbreitung ΔK_{th}. Die verlängerte Rissöffnung bei niedrigen Frequenzen und damit längere Oxidation an der Rissspitze würde die gefundenen Unterschiede der Ermüdungsergebnisse erklären. In

Bild 4 sind typische Frequenzverläufe beider Versuchsreihen dargestellt. Ein Abfall der Resonanzfrequenz ist dabei Indikator für ein fortlaufendes Risswachstum [7]. Wie nun deutlich wird, nimmt die Phase des Risswachstums nur einen sehr geringen Teil der Gesamtlebensdauer der Proben ein. Einflüsse durch Oxidation und Korrosion oder Unterschiede im Risswachstumsverhalten können somit nicht ursächlich für den Frequenzeinfluss sein.

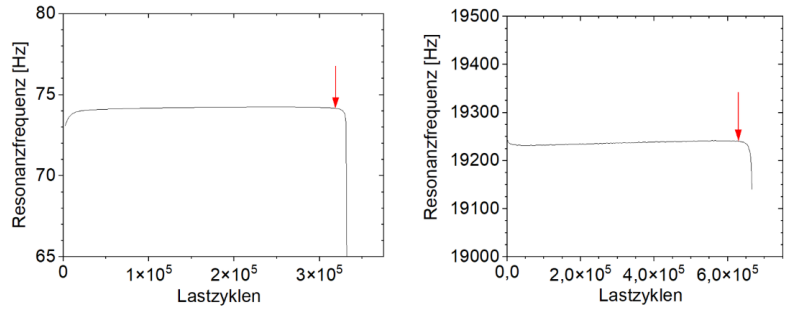


Bild 4 Verläufe der Resonanzfrequenz mit Markierung des vermutlichen Risswachstumsbeginns
Figure 4 Traces of resonance frequency with marking of presumed crack growth start

Der Grund für den Frequenzeinfluss auf die Ermüdungsfestigkeit muss somit nicht in der Risswachstumsphase, sondern in der Rissinitiierung gesucht werden. Die Rissinitiierung wurde sowohl in den durchgeführten Bruchflächenanalysen als auch in der Literatur überwiegend an der Probenoberfläche beobachtet [1]. Dies gilt sowohl für den LCF und HCF Bereich als auch für den VHCF Bereich, in dem bei anderen Werkstoffen häufig ein Wechsel der Rissinitiierung von der Oberfläche zum Materialinneren beobachtet wird [8]. Ein Unterschied zwischen den Frequenzen ist dahingehend zu beobachten, dass der Rissinitiierungsort bei 75 Hz meist nicht exakt lokalisiert werden kann und nur durch einen, mehrere Körner umfassenden, Ausgangsbereich einzugrenzen ist. Bei 20 kHz hingegen sind scheinbar einzelne, günstig orientierte Körner Ausgangsstellen für die Rissbildung (

Bild 5).

Die Oberflächen-Rissinitiierung in Magnesiumlegierungen findet in der Regel an Zwillingskorngrenzen oder Gleitbändern statt, wobei im Fall geringer Lastamplituden die Rolle der Gleitbänder dominiert [9]. Die Initiierung von Oberflächenrissen basiert auf irreversiblem Gleiten und dem Aufbau von In- und Extrusionen. Bei hohen Frequenzen scheint auf Grund verringerter Versetzungsbewegung jedoch das Gleiten erschwert, wodurch die Verformung durch Zwillingsbildung an Bedeutung gewinnt [5,8]. Dies spiegelt sich auch in den Unterschieden der Rissausgangsstellen wider. Der vorherrschende Einfluss der Gleitbänder führt zur unklaren Lokalisation der Ausgangsstelle, wohingegen die Bildung von Zwillingen vermutlich die Initiierung in einzelnen Körnern begünstigt kann und somit wie in

Bild 5 (b) deutlich zu erkennen ist. Hierzu sind weiterführende Untersuchungen notwendig.

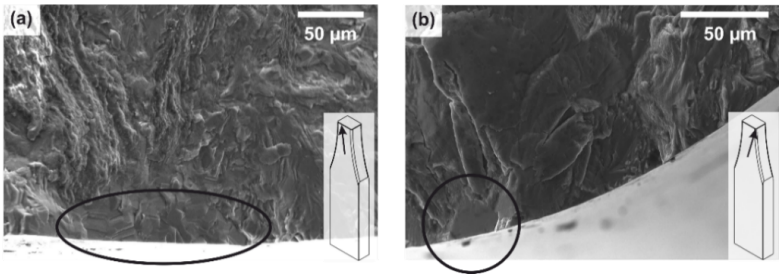


Bild 5 Bruchflächen (a) 75 Hz, Bruch nach $3 \cdot 10^5$ Zyklen bei 83 MPa, (b) 20 kHz, Bruch nach $6 \cdot 10^5$ Zyklen bei 85 MPa

Figure 5 Fracture surfaces (a) 75 Hz, fracture after $3 \cdot 10^5$ cycles at 83 MPa, (b) 20 kHz, fracture after $6 \cdot 10^5$ cycles at 85 MPa

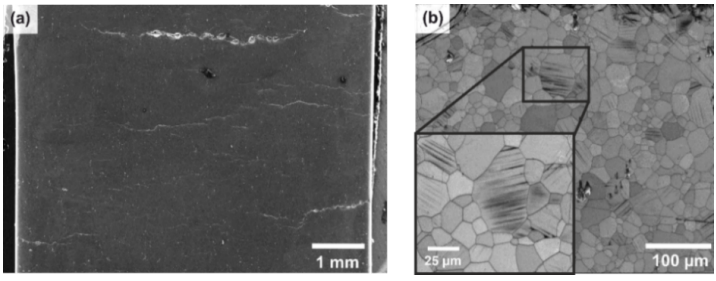


Bild 6 Probenoberfläche nach der Prüfung bei 75 Hz (a) elektrolytisch polierte Oberfläche mit sichtbaren Anrissen, (b) EBSD-Aufnahme (Bandkontrast) mit Gleitbändern im Rissumfeld

Figure 6 Specimen surface after testing at 75 Hz (a) electrolytically polished surface with visible cracks, (b) EBSD image (band contrast) with slip bands in the crack environment.

Ein weiterer Hinweis für die dominierende Rolle der Gleitbänder in der Rissinitiierung bei 75 Hz, im Gegensatz zur überwiegenden Wirkung der Zwillingsbildung bei 20 kHz, zeigt sich post-mortem an der Probenoberfläche. Nach erneuter elektrolytischer Politur wird eine große Zahl von Anrissen im Prüfbereich der 75 Hz Proben sichtbar (**Bild 6 (a)**). Die Bildung dieser Anrisse können wiederum auf Grundlage der in **Bild 6 (b)** dargestellten EBSD-Aufnahmen der verformten Probenoberfläche erklärt werden. Die hier zu erkennenden Gleitbänder wurden vorwiegend und in der hier dargestellten Menge nur bei Proben gefunden, die bei 75 Hz geprüft wurden. Die in Folge der Wechselverformung gebildeten In- und Extrusionen dienen als ideale Rissausgangsstelle auf glatten Oberflächen. Somit könnte das verfrühte Versagen der Ermüdungsproben bei der Prüfung bei 75 Hz im Vergleich zur Prüfung bei 20 kHz auf die erhöhte Anzahl von Rissausgangsstellen zurückgeführt werden. Ob die reine Anzahl möglicher Rissausgangsstellen und somit die gesteigerte Wahrscheinlichkeit eines günstig orientierten Anrisses schon zum beobachteten Frequenzeinfluss führen kann, muss in folgenden Untersuchungen mit dem Fokus auf die Zwillingbildung bei verschiedenen Frequenzen genauer untersucht werden.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

In der hier vorgestellten Arbeit wurden vergleichend Ergebnisse von Ermüdungsuntersuchungen am Magnesiumblechwerkstoff AZ31 bei 75 Hz und 20 kHz bis weit in den VHCF Bereich vorgestellt. Es wird ein Frequenzeinfluss deutlich, der eine erhöhte Lebensdauer bei der Prüfung mit einer Frequenz von 20 kHz zur Folge hat. Die Frequenzverläufe der Ermüdungsprüfung zeigen, dass der Grund für dieses Verhalten nicht in Unterschieden des Risswachstumsverhaltens zu suchen ist, da die Risswachstumsphase einen zu vernachlässigenden Anteil der Gesamtlebensdauer einnimmt. Vielmehr zeigen REM- und EBSD-Untersuchungen Unterschiede in der Rissinitiierung. Bei niedrigen Frequenzen dominiert die Verformung über Gleitbänder, die wiederum in einer vermehrten Zahl an Anrissen resultiert. Bei einer Belastungsfrequenz von 20 kHz sind Gleitvorgänge erschwert, wodurch die Bedeutung der Zwillingsbildung als dominanter Verformungsmechanismus steigt. Dies wurde zusätzlich mittels Bruchflächenanalyse verdeutlicht.

Weitergehende Untersuchungen werden sich mit Hilfe ausführlicher EBSD-Untersuchungen dem Einfluss unterschiedlicher Prüffrequenzen speziell auf die Zwillingsbildung während der zyklischen Verformung widmen. Es gilt zu bestätigen, dass Zwillinge zu der in dieser Arbeit beobachteten Rissinitiierung innerhalb eines einzelnen Korns führen und dass dieser Mechanismus zu einer verspäteten Rissbildung führt. Hierfür müssen die fertigungsbedingten Zwillinge mittels Wärmebehandlung aus dem Ausgangsmaterial entfernt werden. So können während der Ermüdung gebildete Zwillinge eindeutig identifiziert und untersucht werden.

Danksagung – Die Arbeit wurde gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – Projektnummer 452852691

Literatur

[1] F. Nový, M. Janeček, V. Škorík et al.: Very high cycle fatigue behaviour of as-extruded AZ31, AZ80, and ZK60 magnesium alloys, International Journal of Materials Research 100 (2009) S. 288–291.
[2] S. Begum, D.L. Chen, S. Xu et al.: Low cycle fatigue properties of an extruded AZ31 magnesium alloy, International Journal of Fatigue 31 (2009) S. 726–735.
[3] L. Wu, S.R. Agnew, Y. Ren et al.: The effects of texture and extension twinning on the low-cycle fatigue behavior of a rolled magnesium alloy, AZ31B, Materials Science and Engineering: A 527 (2010) S. 7057–7067.
[4] K. Tokaji, M. Kamakura, Y. Ishiizumi et al.: Fatigue behaviour and fracture mechanism of a rolled AZ31 magnesium alloy, International Journal of Fatigue 26 (2004) S. 1217–1224.
[5] G.S. Duan, B.L. Wu, X.H. Du et al.: The cyclic frequency sensitivity of low cycle fatigue (LCF) behavior of the AZ31B magnesium alloy, Materials Science and Engineering: A 603 (2014) S. 11–22.
[6] S. Rozali, Y. Mutoh, K. Nagata: Effect of frequency on fatigue crack growth behavior of magnesium alloy AZ61 under immersed 3.5mass% NaCl environment, Materials Science and Engineering: A 528 (2011) S. 2509–2516.

[7] U. Karr, B.M. Schönbauer, H. Mayer: Near-threshold fatigue crack growth properties of wrought magnesium alloy AZ61 in ambient air, dry air, and vacuum, Fatigue Fract Eng Mater Struct 41 (2018) S. 1938–1947.
[8] F. Yang, S.M. Yin, S.X. Li et al.: Crack initiation mechanism of extruded AZ31 magnesium alloy in the very high cycle fatigue regime, Materials Science and Engineering: A 491 (2008) S. 131–136.
[9] Y. Nakai, M. Saka, H. Yoshida et al.: Fatigue crack initiation site and propagation paths in high-cycle fatigue of magnesium alloy AZ31, International Journal of Fatigue 123 (2019) S. 248–254.

Untersuchungen zum Geometrie- und Frequenzeinfluss bei der Ermittlung zyklischer Kennwerte geclinchter Überlappverbindungen

Investigations on the influence of geometry and frequency on the determination of cyclic parameters of clinched lap joints

L. Ewenz [1*], S. Schöne[1], R. Kühne[2], M. Zimmermann[1,2]

[1] Technische Universität Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft,
[2] Fraunhofer Institut für Werkstoff und Strahltechnik
[*]Lars.Ewenz@tu-dresden.de

Kurzfassung – Überlappverbindungen werden häufig für hybride Konstruktionsansätze im Leichtbau verwendet. Um diese Verbindungen auch für zyklisch beanspruchte Baugruppen auslegen zu können, ist eine genaue Kenntnis der Belastungssituation im Anwendungsfall und des entsprechenden Ermüdungsverhaltens unerlässlich. Eine Herausforderung bei der mechanischen Prüfung solcher Überlappverbindungen ist die Vermeidung unerwünschter Querschwingungen, die nicht-koaxiale Lasteinleitungen zur Folge haben. Am Beispiel von geclinchten Überlappverbindungen wurde das frequenzabhängige Schwingverhalten von unterschiedlichen Probenzuständen im Frequenzbereich von 1 – 95 Hz untersucht. Die potentiellen Querschwingungen wurden erfasst und vergleichend bewertet. Im Ergebnis dieser Messungen konnten spezifische Zusammenhänge zwischen Probenzustand, aufgebrachter Belastungsfrequenz und auftretenden Querschwingungen ermittelt werden. Begleitende Ermüdungsversuche ermöglichen eine Bewertung hinsichtlich resultierender Lebensdauer und auftretenden Versagensmodi. So werden die Auswirkungen der unspezifischen Querschwingungen auf die Belastbarkeit quantifizierbar.

Stichwörter: Ermüdung, Clinchverbindung, nicht-koaxiale Lasteinleitung

Abstract – Shear-lap joints are frequently used for hybrid design approaches in lightweight construction. To design these joints for cyclically stressed assemblies, it is essential to obtain precise knowledge of the load situation in the application and the corresponding fatigue behavior. One challenge in the mechanical testing of such lap joints is the avoidance of undesired transverse vibrations, which result in non-coaxial load introduction. Using the example of clinched lap joints, the frequency-dependent vibration behavior of different specimen conditions in the frequency range of 1 - 95 Hz was investigated. The potential transverse vibrations were recorded and evaluated. As a result of these measurements, specific correlations between specimen condition applied loading frequency and transverse vibrations occurring could be determined. Accompanying fatigue tests allow an evaluation with regard to the resulting service life and the active failure modes. In this way, the effects of non-specific transverse vibrations on the load capacity can be quantified.

Keywords: fatigue, clinch joint, non-coaxial load transfer

1 Einleitung

Die Ressourcenschonung und Reduktion umweltschädlicher Emissionen hat in den letzten Jahren immer mehr an Bedeutung gewonnen. Vor allem für den Mobilitätssektor ist diese Thematik von besonderer Bedeutung. Neben der Herausforderung, alternative Antriebstechnologien zu entwickeln, liegt der Fokus in der Umsetzung neuer Leichtbaukonzepte wie hybrider Konstruktionen. Hierbei werden häufig mechanische Fügeverfahren wie beispielsweise Clinchen oder Stanznieten verwendet. Der Prozess des Clinchens beschreibt das Fügen von Blechen durch lokales Umformen mit einem Stempel und einer Matrize. Anders als bei herkömmlichen Blechfügeverfahren werden beim Clinchen keine Zusatzwerkstoffe wie Schrauben, Nieten, Schweißdrähte usw. verwendet. Hinzu kommt, dass, anders als beispielsweise beim Schweißen oder Löten, für den Clinchprozess nur geringe Energiemengen benötigt werden. Des Weiteren lassen sich artfremde Werkstoffkombinationen wie Alumini-

um und Stahl fügen [1]. Eine Besonderheit mechanischer Fügeverfahren besteht darin, dass sich die zu fügenden Blechbauteile überlappen müssen. Dies bedeutet insbesondere für die mechanische Prüfung solcher Bauteile, dass unerwünschte nicht-koaxiale Kräfte auf die Verbindung wirken können. Diese können einen erheblichen Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften dieser Strukturen haben. In einer Vielzahl von Studien wie bspw. [2-4], die sich mit dem Ermüdungsverhalten von Clinchverbindungen beschäftigen, wird dieses Phänomen nicht explizit thematisiert. Um die Lebensdauern und die Versagensmechanismen bewerten und damit zuverlässig vorhersagen zu können, ist die Kenntnis über den Einfluss der in solchen Verbindungen tatsächlich wirkenden Belastungen in der Anwendung auch für die labortechnische Prüfung essentiell.

In der vorgestellten Arbeit wird am Beispiel von geclinchten einschnittig überlappten Scherzugproben das frequenzabhängige Schwingverhalten von unterschiedlichen Prüfstrategien erläutert. Neben der üblicherweise verwendeten freien Einspannlänge, welche das DVS Merkblatt 3480-1 vorschlägt, wurde eine weitere Geometrie untersucht. Bei den Untersuchungen kam ein servohydraulischer Universalprüfstand zum Einsatz, mit dem ein Frequenzbereich von 1 – 95 Hz schrittweise abgedeckt werden konnte. Die resultierenden Querschwingungen wurden mittels Lasertriangulation erfasst und vergleichend bewertet. Im Ergebnis dieser Messungen konnten die Anzahl, Lagen und die Höhen der auftretenden Querschwingungen zwischen der aufgebrachten Belastungsfrequenz und der freien Einspannlänge ermittelt werden. Begleitende Ermüdungsversuche ermöglichen eine Bewertung des Einflusses auf die Lebensdauer und den Versagensmechanismus, wodurch die Auswirkungen der unspezifischen Querschwingungen auf die Belastbarkeit quantifizierbar und wissenschaftlich erklärbar werden. Durch die Kenntnis von kritischen Schwingungszuständen in einem konkreten Anwendungsfall kann bereits im Ermüdungsversuch eine möglichst hohe Anwendungsnähe und potentielle Übertragbarkeit der Ergebnisse erreicht werden.

2 Material und Methoden

Zur Herstellung der Clinchverbindungen wurde Blechmaterial aus HCT590X+Z Dualphasenstahl in 1,5 mm Dicke verwendet. In **Bild 1** ist schematisch die Probengeometrie (a) sowie ein exemplarischer Querschliff der Verbindung mit relevanten geometrischen Parametern (b) dargestellt. Die Halsdicke n_t, der Hinterschnitt u und die Höhe des Halses n_h sind wichtige Parameter, die die mechanischen Eigenschaften der Verbindung beeinflussen [5]. Die Bodendicke b wird häufig als Qualitätsmerkmal herangezogen, da diese Größe zerstörungsfrei ermittelt werden kann. In **Bild 1 (b)** wird deutlich, dass die Clinchverbindung nicht mittig zwischen den Blechen liegt. Dies hat zur Folge, dass aufgrund von Schwankungen in den geometrischen Abmessungen der Clinchverbindung selbst bei der Verwendung von Ausgleichselementen im Einspannbereich des Prüfsystems eine komplexe Belastung mit Biegeanteilen auf die Verbindung wirkt, wodurch Querschwingungen auftreten können.

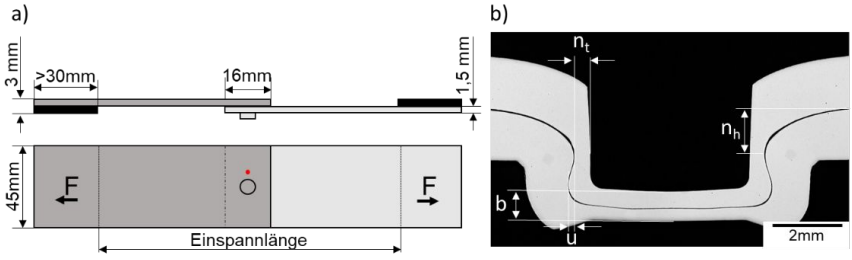


Bild 1: a) Schematische Darstellung der Probengeometrie mit Ausgleichselementen in schwarz und rot markiertem Messpunkt des Lasertriangulators, b) exemplarischer Querschliff der Clinchverbindung mit Geometrieparametern

Figure 1: Schematic representation of the specimen geometry with alignment plates in black and red marked measuring spot of the laser triangulator, b) exemplary cross-section of the clinch joint with geometry parameter

Die zyklischen Versuche zur Untersuchung der Querschwingungen wurden an einem servohydraulischen Universalprüfstand (Instron 8501) durchgeführt. Die Lastamplitude betrug in allen Versuchen F_a = 1620 N bei einer Oberlast F_{max} = 3600 N und einem Spannungsverhältnis von R = 0,1. Das Verhalten der Querschwingungen wurde für zwei freie Einspannlängen (95 mm und 30 mm) in einem Frequenzbereich von 1 Hz bis 95 Hz mit einer Schrittweite von 1 Hz untersucht. Ein opto-CDT 1710-50 Lasertriangulationssensor von Mikroepsilon wurde zur Erfassung der Auslenkung der Probenoberfläche, welche senkrecht zur äußeren Belastungsrichtung auftritt, im Messpunkt (siehe roter Punkt in Bild 1) verwendet. Dieser wurde so positioniert, dass der Messpunkt mittig der Probe neben dem Clinchpunkt lag (**Bild 1 (a)**). Für jede freie Einspannlänge wurden vier Messreihen durchgeführt.

Die beiden gewählten Prüfstrategien und die damit verbundenen Änderungen in der freien Einspannlänge wurden so gewählt, dass die Probengeometrie mit einer freien Einspannlänge von 95 mm der im DVS Merkblatt 3480-1 (Prüfung von Verbindungseigenschaften, Prüfung der Eigenschaften mechanisch und kombiniert mittels Kleben gefertigter Verbindungen) vorgeschlagenen Probengeometrie entspricht. Für die Versuche mit einer freien Einspannlänge von 30 mm wurden diese Proben entsprechend gekürzt, um einen möglichst großen Unterschied in der freien Einspannlänge relativ zum DVS Merkblatt realisieren zu können.

Zur Validierung des Einflusses der Querschwingungen auf die Ermüdungsfestigkeit der Clinchverbindung wurden im Anschluss an die Messungen der frequenzabhängigen Querschwingung zusätzlich je drei Proben mit einer freien Einspannlänge von 30 mm bei den zwei Frequenzen geprüft, bei denen die größten Unterschiede in den Querschwingungen auftraten. Dies war bei 44 Hz und 50 Hz gegeben. Das Abbruchkriterium wurde beim Überschreiten einer Weggrenze von ±2 mm ausgelöst.

3 Ergebnisse und Diskussion

Zur verbesserten Übersichtlichkeit werden im folgenden Absatz nur repräsentative Diagramme gezeigt und auf die Darstellung aller Ergebnisse verzichtet. **Bild 2** zeigt die Einzelmessungen der Querschwingungen mit der freien Einspannlänge von 95 mm. In **Bild 3** sind exemplarisch die Querschwingungen in Abhängigkeit der Frequenz für beide geprüfte freie Einspannlängen abgebildet. Aufgetragen ist die Frequenz in Hz gegen den Betrag der Auslenkung in mm.

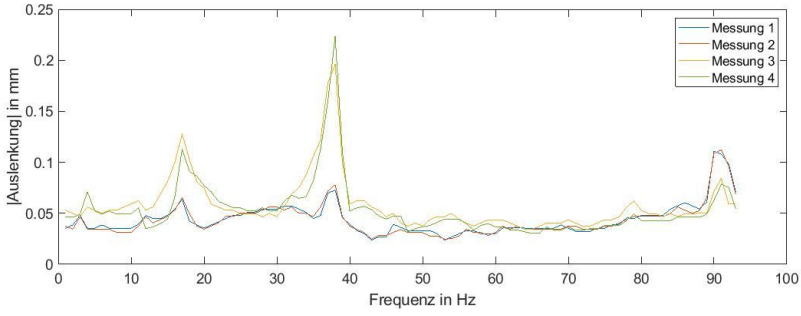


Bild 2: Betrag der Querschwingungen von zyklisch belasteten Clinchverbindungen in Abhängigkeit der Frequenz für eine freie Einspannlänge von 95 mm

Figure 2: Absolute value of transverse vibrations of cyclically loaded clinch joints as a function of frequency for a free clamping length of 95 mm

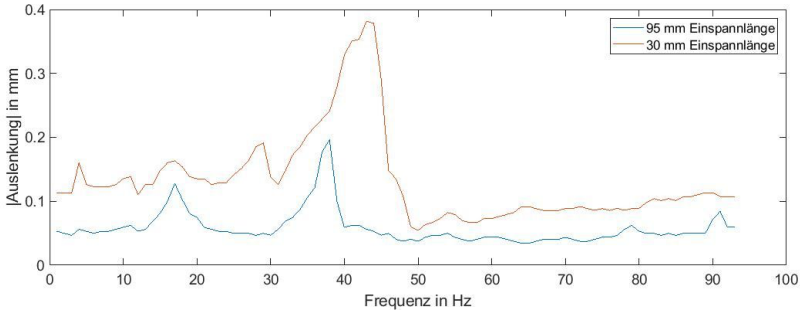


Bild 3: Vergleich repräsentativer Querschwingungen von zyklisch belasteten Clinchverbindungen in Abhängigkeit der Frequenz für Einspannlängen von 95 mm bzw. 30 mm

Figure 3: Comparison of representative transverse vibrations of cyclically loaded clinch joints as a function of frequency for clamping lengths of 95 mm and 30 mm

In **Bild 2** lassen sich für die freie Einspannlänge von 95 mm drei ausgeprägte Maxima bei 17 Hz, 38 Hz und 90 Hz identifizieren. **Bild 3** zeigt für die freie Einspannlänge von 30 mm Peaks bei 4 Hz, 18Hz, 29 Hz und 44 Hz. Die Lage der Maxima schwankte dabei für alle 4 Messungen je Messreihe jeweils um ±1 Hz. Des Weiteren ist zu erkennen, dass sich die Höhen der Maxima bei der freien Einspannlänge von 95 mm deutlich unterscheiden. Ein maximaler Unterschied von 0,12 mm der Einzelmessungen wurde bei 38 Hz ermittelt. Die Ergebnisse für die Messreihen mit einer freien Einspannlänge von 30 mm zeigen Maxima bei 3 Hz, 17 Hz, 30 Hz und 44 Hz. Die Schwankungen der Lage der Maxima innerhalb dieser Versuchsreihe liegen bei ±1 Hz und der maximale Unterschied in der Auslenkung betrug 0,2 mm. Dies zeigt, dass die Reproduzierbarkeit beider Versuchsreihen vergleichbar ist. Für die Messungen mit einer freien Einspannlänge von 95 mm wurde eine maximale Auslenkung von 0,22 mm bei 38 Hz und für die Messungen mit einer freien Einspannlänge von 30 mm eine maximale Auslenkung von 0,38 mm bei 44 Hz (**Bild 2**) gemessen.

Das Auftreten von Querschwingungen lässt sich durch die charakteristische Eigenfrequenz des gesamten Systems (Prüfmaschinen und Probe) erklären, welche in diesem Fall maßgeblich durch die freie Einspannlänge definiert wird. Aus der Variation dieser freien Länge ergeben sich Veränderungen in der Frequenz, Anzahl und Lage der auftretenden Querschwingungen (Maxima). Bei der Betrachtung der einzelnen Messungen für je eine freie Einspannlänge ist zu erkennen, dass die Maxima zwar bei weitgehend gleichen Frequenzen auftreten, sich die Höhen der Auslenkungen aber deutlich unterscheiden. Da sowohl die Prüfparameter als auch die Belastungsamplitude bei allen Messungen identisch war, bleiben als weiterer Einflussfaktor innerhalb einer Einspannreihe nur noch prozessbedingte Schwankungen der geometrischen Ausprägung wie Hinterschnitt, Halsdicke und Halshöhe der Clinchpunkte übrig. Ergebnisse aus [5] zeigen, dass fertigungsbedingte Schwankungen Veränderungen der Querschnitte von bis zu 0,09 mm verursachen und somit einen Einfluss auf das Schwingungsverhalten und resultierend auf die Ermüdungsfestigkeit haben können.

Bild 4 (a) zeigt die Ergebnisse der im Anschluss an die Querschwingungsmessungen durchgeführten Ermüdungsversuche. Es werden die bei einer Maximalspannung von 3600 N erreichten Lastspielzahlen bis zum Abbruchkriterium von je drei Clinchproben bei 44 Hz und 50 Hz und einer freien Einspannlänge von 30 mm gegenübergestellt. Bei 44 Hz Prüffrequenz wird eine mittlere maximale Lastspielzahl von 53.818±17.500 erreicht, wohingegen bei 50 Hz eine mittlere maximale Lastspielzahl von 77.218±23.500 erreicht wird. Diese Ergebnisse zeigen eindeutig den Einfluss der Frequenz auf die nicht-koaxiale Lasteinleitung, welche das Belastungsszenario verändert. Die bisherige Ergebnislage erlaubt natürlich noch keine statistisch valide Aussage über den quantitativen Einfluss der Querschwingungen auf die Ermüdungsfestigkeit, zeigt aber bereits deutlich, dass es zu einer Überschät-

zung der Festigkeit einer Clinchverbindung kommen kann, wenn diese unberücksichtigt bleiben.

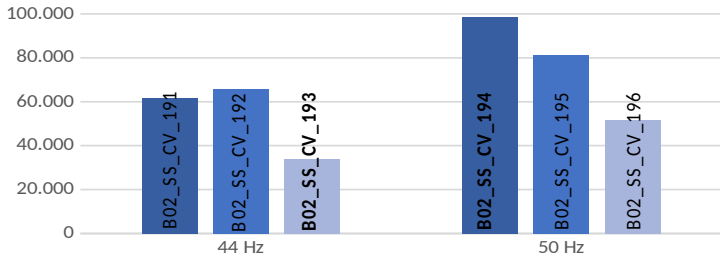


Bild 4 Maximale Lastspielzahlen von Clinchverbindungen (F_a = 1620 N, R=0,1 freie Einspannlänge 30 mm) in Abhängigkeit der Frequenz

Figure 4 Maximum number of load cycles of clinch joints (F_a = 1620 N, R=0.1 free clamping length 30 mm) as a function of frequency

Bild 5 zeigt exemplarische Schadensbefunde der zyklisch bei 44 Hz und 50 Hz geprüften Proben. In beiden Fällen sind Halsrisse zu erkennen, bei denen ein Napf (vom stempelseitigen Blech) im matrizenseitigen Blech zurückbleibt. Proben, die bei einer Frequenz von 44 Hz geprüft wurden, weisen eine geringe plastische Verformung im abgerissenen Napf der Clinchprobe auf. Proben, die mit 50 Hz geprüft wurden, zeigen hingegen einen großen plastischen Verformungsbereich am Napf (mit Pfeil markiert).

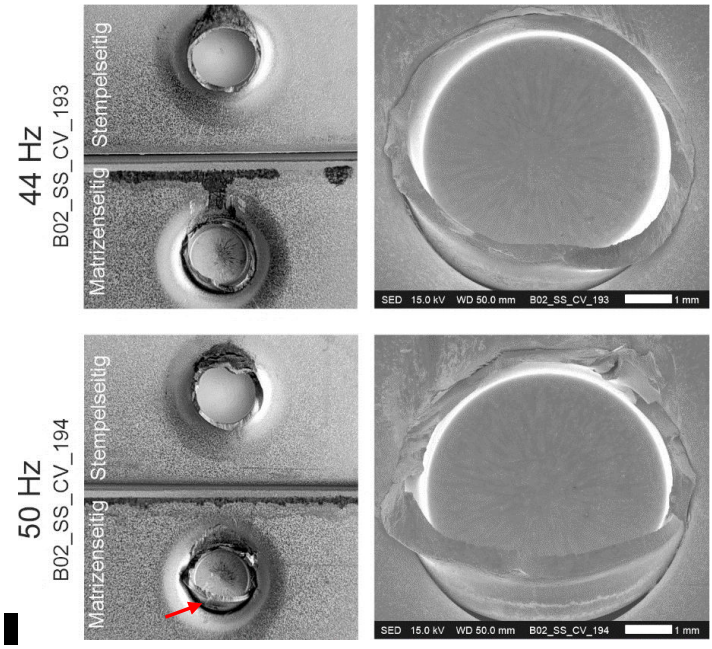


Bild 5: Exemplarische Bruchflächen von Ermüdungsproben, Pfeil markiert plastischen Verformungsbereich am Napf

Figure 5: Exemplary fracture surfaces of the fatigue specimens, arrow marks plastic deformation on the cup

Die unterschiedliche Ausprägung der Schadensbefunde bei verschiedenen Prüffrequenzen weist darauf hin, dass die hier variierten Belastungsszenarien eine direkte Auswirkung auf die lokale Spannungsverteilung im Clinchpunkt und damit auch einen unmittelbaren Einfluss auf die ermittelten maximalen Lastspielzahlen (**Bild 4**) haben. **Bild 4** lässt jedoch auch vermuten, dass die Streuung der Lastspielzahlen nicht ausschließlich auf die Querschwingungen, sondern auch auf die prozessbedingten Schwankungen in der Clinchverbindung und deren Geometrieparameter (siehe **Bild 1b**) zurückzuführen sind. Das lokale Beanspruchungsszenario soll zukünftig durch eine FE-Analyse entsprechend [6] unter Einbeziehung der gemessenen Querschwingungen ermittelt und durch thermographische in-situ Beobachtungen die Schädigungsentwicklung während der Ermüdung weiter aufgeklärt werden. Die in-situ Beobachtung erlaubt eine Identifikation des Ermüdungsrissursprungs und kann daher als Ausgangspunkt für eine Bruchflächenanalyse dienen, wie sie bisher nicht eindeutig möglich war.

4 Zusammenfassung

In der vorgestellten Arbeit wurde der Einfluss der Prüffrequenz auf das Ermüdungsverhalten geclinchter Proben untersucht. Hierfür wurden Stahl-Stahl Clinchverbindungen mit einer Blechdicke von 1,5 mm mit verschiedenen freien Einspannlängen (30 mm und 95 mm) in einem Frequenzbereich von 1 – 95 Hz zyklisch beansprucht und dabei mittels Lasertriangulation Querschwingungen gemessen. Es konnte gezeigt werden, dass Querschwingungen unabhängig von der freien Einspannlänge auftreten, sich jedoch in ihrer Anregungsfrequenz und der maximalen Auslenkung deutlich unterscheiden. Des Weiteren wurden zur Validierung des Einflusses der nicht-koaxialen Schwingungen je drei Ermüdungsversuche für die Fälle der größten und kleinsten Auslenkung durchgeführt. Diese traten bei einer freien Einspannlänge von 30 mm bei 44 Hz bzw. 50 Hz auf. Hierbei konnte gezeigt werden, dass Querschwingungen einen negativen Einfluss auf das Ermüdungsverhalten haben. Dies äußert sich sowohl in geringeren maximalen Lastspielzahlen als auch im Bruchverhalten.

Die vorgestellten Untersuchungen zeigen den deutlichen Einfluss von Querschwingungen auf das Ermüdungsverhalten von Clinchverbindungen. Neben dem Einspannszenario als wesentlicher Einflussfaktor konnten auch die prozessbedingten Schwankungen in den Geometrieparametern der Clinchverbindung identifiziert werden. Weiterführende Versuche sollen daher dieses Verhalten auch für weitere Überlappverbindungen aufzeigen. Zudem soll untersucht werden, inwieweit eine in-situ Beobachtung der Schädigungsentwicklung während der Ermüdung weitere Hinweise auf den Einfluss der Querschwingungen erlaubt, um so in Verbindung mit detaillierten Bruchflächenanalysen Rückschlüsse auf die Rolle von Rissinitiierung und Risswachstum auf die Ermüdungsfestigkeit von Clinchverbindungen weiter aufzuklären.

Danksagung – Diese Arbeit wurde gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – Projektnummer 418701707 – TRR 285.

Literatur

[1] K. Feldmann, V. Schöppner, G. Spur: Handbuch Fügen, Handhaben, Montieren, Hanser, München, 2014 (2. Auflage)

[2] P.-C. Lin, S.-M. Lo, S.-P. Wu: Fatigue life estimations of alclad AA2024-T3 friction stir clinch joints. In: International Journal of Fatigue 107 (2018), S. 13–26, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2017.10.011

[3] K. Mori, Y. Abe, T. Kato: Mechanism of superiority of fatigue strength for aluminium alloy sheets joined by mechanical clinching and self-pierce riveting, Journal of Materials Processing Technology 9 (2012), S. 1900–1905

[4] Z.-M. Su, P.-C. Lin, W.-J. Lai, J. Pan: Fatigue analyses of self-piercing rivets and clinch joints in lap-shear specimens of aluminum sheets, International Journal of Fatigue 72 (2015), S. 53–65, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2014.09.022.
[5] L. Ewenz, M. Kuczyk, M. Zimmermann: Effect of the tool geometry on microstructure and geometrical features of clinched aluminum, Journal of Advanced Joining Processes 5 (2022), doi: 10.1016/j.jajp.2021.100091.
[6] L. Ewenz, C.R. Bielak, M. Otroshi, M. Bobbert, G. Meschut, M. Zimmermann: Numerical and experimental identification of fatigue crack initiation sites in clinched joints, Production Engineering Vol. 16 S. 305–313 (2022). https://doi.org/10.1007/s11740-022-01124-z.

Anrisserkennung an geclinchten Proben während einer zyklischen Belastung unter Nutzung eines Scanning Laser-Doppler-Vibrometers

Crack Detection on Clinched Samples during Cyclic Loading using a Scanning Laser-Doppler-Vibrometer

R. Stephan, A. Brosius, Technische Universität Dresden
L. Ewenz, M. Zimmermann, Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS
und Technische Universität Dresden

Kurzfassung – Clinchen ist ein umformtechnisches Fügeverfahren. Die Clinchpunktgeometrie sorgt für eine lokale Spannungsüberhöhung, welche das Ermüdungsverhalten beeinflusst. Daher können für die Auslegung von Clinchverbindungen keine klassischen Wöhlerlinien herangezogen werden, sondern es bedarf der Ermüdungsprüfung der jeweiligen Clinchverbindung. Hierbei ist die optische Zugänglichkeit der Rissinitiierungsstelle nicht immer gegeben, sie ist jedoch für das Verständnis des Ermüdungsverhaltens gerade im Bereich höherer Lastspielzahlen von enormer Bedeutung. Zur Identifikation des Versagens können während des Prüfvorgangs alternativ verschiedene andere Kriterien herangezogen werden, wie ein Kraftabfall, eine überdurchschnittliche Dehnung oder im Falle eines Resonanzprüfstandes eine Frequenzänderung. Diese Abschaltkriterien bieten jedoch nicht die Möglichkeit, in situ die Schädigung bzw. Anrissbildung zu lokalisieren. Hierzu wird in dieser Machbarkeitsstudie die Schallemissionsanalyse unter Nutzung eines Scanning Laser-Doppler-Vibrometers erprobt. Es werden zwei Versuchsszenarien vorgestellt, bei denen die Messungen einerseits eine Detektion der Schädigungsentwicklung und andererseits eine lokale Eingrenzung des Rissursprungs erlauben.

Stichwörter: Clinchen, Risserkennung, Ermüdungsprüfung, Körperschall, Akustische Emission

Abstract – Clinching is a forming joining process. The clinch point geometry causes a local stress intensification which influences the fatigue behaviour. For this reason, no classic Wöhler curve can be used to design clinched joints; instead, fatigue testing of the respective clinched joint is required. Here, the crack initiation point is not always visible, but it is of highly important for understanding the fatigue behaviour, especially in the range of higher load cycles. Various criteria can be used to identify failure during the test procedure, such as a drop in force, an above-average strain or, in the case of a resonance test rig, a change in frequency. However, these shutdown criteria do not provide the ability to spatially resolve the damage or cracking. For this purpose, the acoustic emission analysis using a scanning laser Doppler vibrometer is tested in this feasibility study. Two test scenarios are presented in which the measurements allow on the one side a detection of the damage development and on the other side a localisation of the crack initiation.

Keywords: Clinching, crack detection, fatigue testing, structure-borne sound, acoustic emission

1 Einleitung

Zur Bestimmung der Lebensdauer von Werkstoffen und Bauteilen werden üblicherweise kraft- oder dehnungskontrollierte Ermüdungsversuche durchgeführt. Die herkömmlichen Abschaltkriterien, wie beispielsweise das Über- bzw. Unterschreiten eingangs definierter Kraft-, Dehnungs- oder Wegamplituden oder im Falle eines Resonanzprüfstandes eine Frequenzänderung, erlauben hierbei keine Identifikation des Anrissorts, sondern allenfalls des Anrisszeitpunkts. Die Kenntnis des Ortes der Rissinitiierung ist jedoch essentiell, um daraus potentielle Maßnahmen zur Lebensdauerverlängerung abzuleiten. Während bei klassischen Ermüdungsproben die Rissinitiierung häufig von der Oberfläche ausgeht (den Very High Cycle Fatigue Bereich einmal ausgenommen) ist die Anrissortung durch optische Messmethoden möglich. Wie in [1] gezeigt, können aufgrund der geometrischen Besonderheit einer geclinchten Überlappverbindung Anrisse an optisch nicht zugänglichen Stellen auftreten. Ein möglicher Lösungsansatz besteht in der Nutzung der Schallemissionsanalyse. Plastische Deformation, Anrissbildung, Mikro-Risswachstum und Makrorissausbildung verursachen

transiente akustische Emissionen [2]. Maslouhi nutzt piezoelektrische Aufnehmer, um diese akustischen Emissionen während einer Ermüdungsbelastung bis zum Versagen einer Aluminiumprobe aufzunehmen. Er zeigt, dass die kumulierte Anzahl auftretender akustischer Emissionen, welche einen Schwellwert überschreiten, mit der gemessenen Risslänge korrelieren[3]. Diese Messtechnik erlaubt allerdings nicht, den Riss zu lokalisieren oder die Anzahl der vorhandenen Risse festzustellen. Im vorliegenden Beitrag wird das Konzept der schallbasierten Lokalisierung einer Anrissbildung mittels eines Scanning Laser-Doppler-Vibrometers während der Ermüdungsprüfung einer geclinchten Probe untersucht. Dieser Ansatz zielt auf die Nutzung als in situ Anrisserkennung zu Charakterisierungszwecken ab.
Weiterhin wird die Detektion von Rissen ohne aktive Beanspruchung, aber unter Einleitung künstlich erzeugter Körperschallwellen untersucht. Die Transiente Dynamische Analyse (TDA) ist ein Ansatz zur zerstörungsfreien Prüfung von Clinchverbindungen mit hoher zeitlicher Auflösung [4]. Dabei werden über einen piezoelektrischen Aktor Schallwellen in eine Fügeverbindung eingebracht. Unregelmäßigkeiten in der Fügeverbindung führen zu einem veränderten Dynamikverhalten, welches detektiert wird. Köhler et al. weisen in einer numerischen Studie Änderungen im dynamischen Verhalten bei variierten Bodendicken des Clinchpunktes nach [5]. Mittels Scanning Laser-Doppler-Vibrometer werden die Dynamikänderungen durch die Rissentwicklung im Clinchpunkt evaluiert. Dieser Ansatz zielt auf die Nutzung der TDA zur Rissdetektion während des Nutzungszeitraumes einer geclinchten Struktur ab.

2 Versuchsaufbau und Methoden

Für die Untersuchung wurden geclinchte Proben aus dem Dualphasenstahl HCT590X gefertigt. In **Bild 1** sind die Prüfgeometrie (a) sowie ein exemplarischer Querschliff des Clinchpunkts (b) dargestellt. Für das Aufbringen der zyklischen Last wurde ein Resonanzpulsator des Typs Testronic der Firma RUMUL verwendet. Die Prüffrequenz lag bei ca. 80 Hz. Die Abschaltung der Prüfeinrichtung erfolgte bei einer Frequenzänderung von 2,5 %. Die Prüfung wurde im Zugschwellbereich (Kraftverhältnis R = 0,1) mit einer Kraftamplitude von 1620 N durchgeführt. Die Kraftamplitude wurde so gewählt, dass erfahrungsgemäß mit einer Anrissbildung im Lastspielzahlbereich von 10^5 bis 10^6 zu rechnen ist.

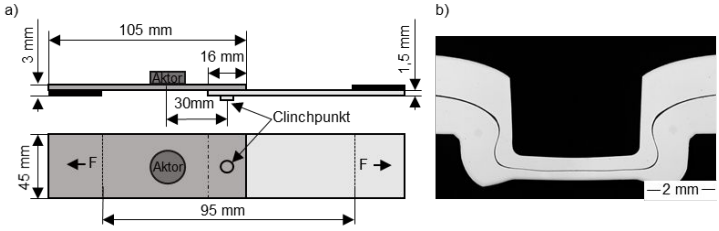


Bild 1: a) Schematische Darstellung der Probengeometrie mit Ausgleichselementen (schwarz) und Aktor, b) exemplarischer Querschliff der Clinchverbindung
Figure 1: a) Schematic representation of the specimen geometry with alignment plates (black) and actuator, b) exemplary cross-section of the clinch joint

Für die berührungslose flächige Messung der Körperschallaktivitäten der geclinchten Probe wird ein Scanning Laser-Doppler-Vibrometer (SLDV) des Herstellers Optomet GmbH verwendet. Dieses erfasst punktuell die Geschwindigkeit an der Oberfläche des Prüfkörpers. Ein kohärenter Laserstrahl wird in einen Messstrahl und einen Referenzstrahl geteilt. Trifft der Messstrahl auf ein Messobjekt, welches eine Geschwindigkeit aufweist, dann ändert sich durch den Doppler-Effekt die Frequenz des reflektierten Messstrahls gegenüber dem Referenzstrahl. Über den Frequenzunterschied wird die Geschwindigkeit des Messobjekts ermittelt [6]. Der Körperschall, der elastodynamische Schwingungen und Wellen im festen Medium darstellt [7], wird an dessen Oberfläche durch eine Auslenkung, eine Schallschnelle und eine Beschleunigung repräsentiert. Die Schnelle an der Oberfläche wird durch das

SLDV ermittelt. Im Gegensatz zu Einpunkt-LDVs misst das SLDV nacheinander alle Punkte auf einem flexibel definierbaren Punktraster auf der Oberfläche eines Körpers. Voraussetzung für den erfolgreichen Phasenabgleich zwischen den Messungen der Einzelpunkte ist ein periodischer Vorgang, welcher die Messung des SLDV triggert. Dieser periodische Vorgang kann durch den Signalgenerator des SLDV angesteuert werden oder als externes Signal vorgegeben werden. Beide Methoden wurden untersucht. Hierfür wurde das SLDV extern (Messszenario 1) oder intern (Messszenario 2) getriggert. Die Gemeinsamkeit beider Messszenarien besteht in der Methode der Auswertung der Daten. In beiden Fällen werden aus den Zeitdaten der Schallschnelle, welche zu einer bestimmten Zyklenzahl an einem bestimmten Ort gemessen werden, mittels Fast-Fourier-Transformation (FFT) Frequenzspektren erstellt. Ziel der Auswertung ist es, über den Verlauf der Ermüdungsversuche, Auffälligkeiten in der Frequenz und Amplitude der Schallschnelle zu erkennen, welche eine Rissinitiierung und in der Folge ein Versagen der Probe ankündigen. Dabei wird die Schallschnelle als auszuwertende Größe gegenüber dem Schwingweg bzw. der Schwingbeschleunigung bevorzugt, weil sie proportional zur Leistung einer mechanischen Welle ist. Änderungen in der Frequenz und Amplitude der Schallschnelle mit steigender Schädigung der Clinchprobe werden erwartet, weil:

1. Geometrische Änderungen durch Verformung bzw. Steifigkeitsverluste durch einen Riss eine Änderung im Dynamikverhalten der Probe verursachen [8].

2. Die transienten Schallemissionen, welche beispielsweise durch Rissflankenreibung verursacht werden, in charakteristischen Frequenzbändern emittiert werden und somit das Frequenzspektrum mit ihrem Auftreten beeinflussen [9].

In **Bild 2** ist der gesamte Versuchsaufbau für das zweite Messszenario – mit piezoelektrischem Aktor – dargestellt.

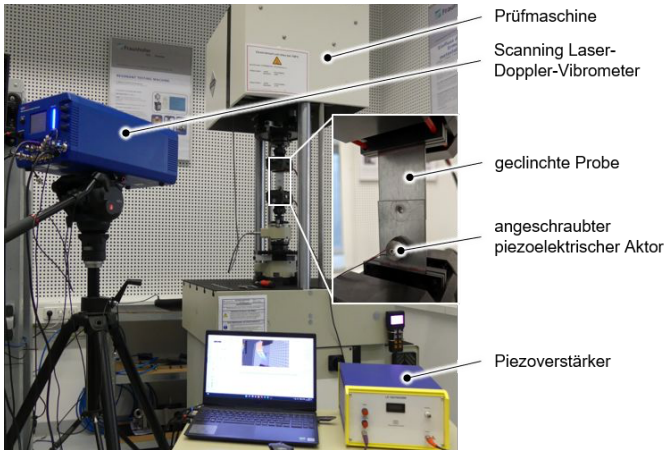


Bild 2: Versuchsaufbau mit Probe in Resonanzprüfmaschine mit Körperschallmesstechnik
Figure 2: Test setup of a sample in a resonance testing machine with measurement system

Für das Messszenario 1 wurde auf das Anbringen des Aktors (**Bild 2**) verzichtet, da dieser lediglich für den internen Trigger des LSDV benötigt wird. Im Messszenario 1 wird das SLDV extern durch das periodische Kraftsignal der Resonanzprüfmaschine getriggert. Auf diese Weise findet die Messung immer bei der gleichen Belastung der Probe statt. Ziel ist die Erfassung der Schallemissionen - z. B. durch Rissflankenreibung - und deren Änderung mit steigender Zyklenzahl in der unmittelbaren Clinchpunktumgebung. Der Frequenzbereich des SLDV ist im externen Triggermodus softwareseitig beschränkt auf Signalfrequenzen bis

100 kHz. Für die FFT wird der maximale Frequenzbereich von 100 kHz eingestellt. Ein 100 kHz Tiefpassfilter wird gesetzt, um den Alias-Effekt Aliasing durch die zu erwartenden Schallemissionen höherer Frequenzen zu vermeiden. Die Messung wird unmittelbar während der zyklischen Beanspruchung durchgeführt. Alle 10.000 Lastzyklen wird eine neue Messung ausgelöst. Dies ermöglicht eine kontinuierliche Versuchsdurchführung, d. h. eine Abschaltung erfolgt erst bei Erreichen des Abschaltkriteriums der Prüfmaschine.

Im Messszenario 2 wird der interne Signalgenerator des SLDV genutzt, um einen Körperschallaktor auf der geclinchten Probe anzusteuern. Diese Versuchsführung zielt darauf ab, zu diskreten Zeitpunkten die Schädigung bzw. Risse im Clinchpunkt durch Änderungen im dynamischen Antwortverhalten der Probe zu ermitteln. Dafür wird zu bestimmten Lastspielzahlen die Prüfmaschine für die Messung angehalten. Mittels des internen Signalgenerators des SLDV wird ein Chirp-Signal erzeugt, welches bei einer Amplitude von 2 V ein Frequenzband von 5-70 kHz durchläuft. Die Spannung des Signals des SLDV wird durch einen Piezoverstärker vom Typ HV-LE150-100-EBW des Herstellers piezosystem jena GmbH um den Faktor 30 verstärkt. Der piezoelektrische Stapelaktor des Herstellers PI Ceramic GmbH vom Typ P-016.00H wird durch dieses elektrische Signal angeregt. Durch die bei diesem Messszenario angewandte interne Triggerung des SLDV ist eine Messung für höhere Frequenzen als 100 kHz möglich. Eingestellt wird der Frequenzbereich bis 1000 kHz.

3 Ergebnisse

Die in Messszenario 1 zugrundliegende geclinchte Ermüdungsprobe erreicht 864.449 Lastzyklen bevor das Abschaltkriterium erreicht wird. Zu erkennen ist nach dem Versuch ein Riss, siehe **Bild 3** (a) im Clinchpunkt. Die Messung mittels SLDV erfolgte anhand von 17 Messbereichen im Umfeld des Clinchpunktes und im Clinchpunktboden, siehe **Bild 3** (b). Alle 10.000 Lastzyklen wird eine Messung ausgelöst. In jedem der 17 Messbereiche wird an 10 Punkten gemessen Die Amplituden zu den jeweiligen Frequenzen werden über alle 10 Punkte für den jeweiligen Messbereich gemittelt und zu Spektrogrammen weiterverarbeitet, welche die frequenzbezogenen Veränderungen der Schallschnelle über den Versuchszeitraum erkennbar macht. In **Bild 3** (b) ist zu erkennen, dass an den Messbereichen 5, 6, 7 und 13 deutliche Schallemissionen auf der Frequenz 82,2 kHz emittiert werden. Um die Übersichtlichkeit zu wahren, werden im Folgenden nur zwei repräsentative Spektrogramme gezeigt.

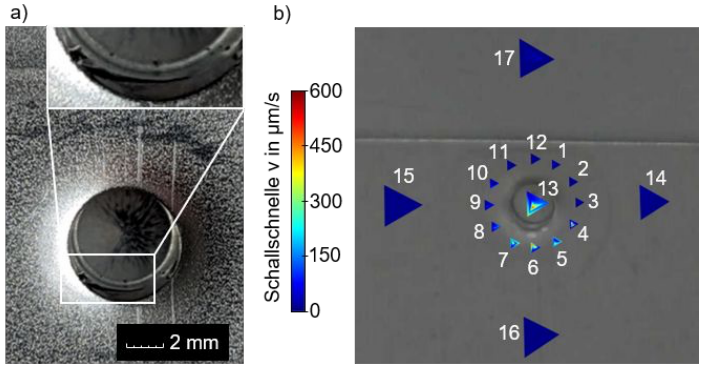


Bild 3: a) Messbereichsanordnung mit farblicher Messwertanzeige für 82,2 kHz bei 860.000 Lastzyklen, b) Foto von Probe mit Halsanriss

Figure 3: a) Measuring area arrangement with coloured measured value display for 82.2 kHz at 860,000 load cycles, b) Photo of sample with neck crack

Ein ähnliches Verhalten über den Versuchszeitraum zeigen die Messbereiche 5, 6, 7 und 13. Unauffällig zeigen sich die restlichen Messbereiche. Die Entwicklung der Schallschnelle über der Zyklenzahl für zwei exemplarische Messbereiche (6 und 10) wird in den in **Bild 4** dargestellten Spektrogrammen ersichtlich. Für Messbereich 6 ist gegenüber Messbereich 10 eine erhöhte Schallschnelle im Frequenzbereich zwischen 90 – 100 kHz über den gesamten Versuchszeitraum erkennbar, siehe **Bild 4**. Im letzten Zehntel der Lebensdauer der Probe wird der Frequenzbereich von 90 – 100 kHz inaktiver und der weiß hervorgehobene Bereich zwischen 75 – 90 kHz wird zunehmend aktiver. Der Ort des Auftretens (Messbereiche 5, 6, 7, 13) dieser erhöhten Schallschnelle im Frequenzband von 75 – 90 kHz fällt mit dem Ort des am Ende des Versuchs erkennbaren Halsrisses zusammen, siehe **Bild 3**. Zur Visualisierung der auffällig hohen Schallschnelle in diesem Frequenzband in diesem Bereich des Clinchpunktes wird in **Bild 3** b) (Bereiche 5-7) die Messwertanzeige für 82,2 kHz dargestellt. Die maximal erreichte Lastspielzahl der für Messszenario 2 genutzten Probe bis zum Erreichen des Abbruchkriteriums liegt bei 128.846 Zyklen. Es werden vom SLDV entsprechend der zuvor definierten Intervalle gemessene Werte für die Schallschnelle an einem Punkt in der Mitte des Clinchpunktbodens ausgewertet. Mittels FFT wurde ein Frequenzspektrum der Schallschnelle zu den angegebenen Zyklenzahlen erstellt, welches in **Bild 5** dargestellt ist.

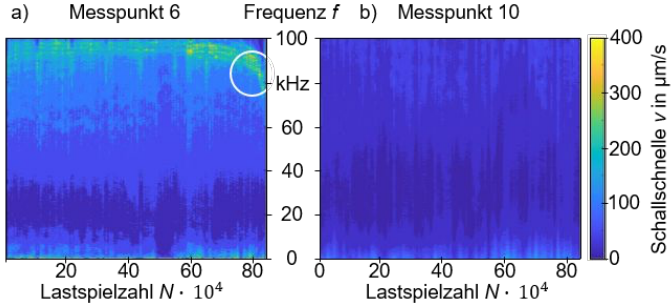


Bild 4: Spektrogramme der Messbereiche 6 a) und 10 b)
Figure 4: Spectrograms of measuring area 6 a) and 10 b)

In **Bild 5** ist ersichtlich, dass die meisten Frequenzspektren einen qualitativ ähnlichen Verlauf zeigen. Nur die Spektren zu den Zyklenzahlen 125.000 und 127.330 zeigen eine deutlich erhöhte Schallschnelle im Frequenzbereich zwischen 295 – 330 kHz.

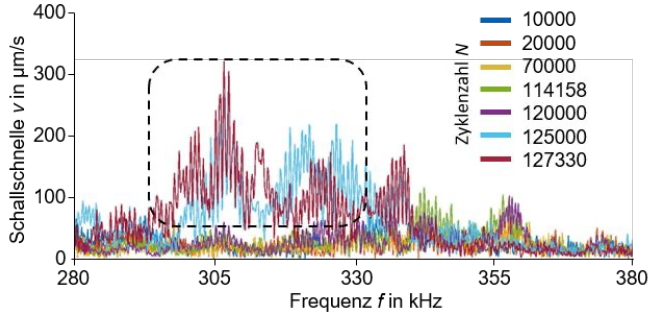


Bild 5: Frequenzspektren der Schallschnelle des im Clinchpunktboden gemessenen Punktes bei unterschiedlicher Zyklenzahl

Figure 5: Frequency spectra of the particle velocity of the point measured in the bottom of the clinch point at different numbers of cycles

Diskussion und Schlussfolgerungen

In beiden Messszenarien wurden Änderungen im Frequenzspektrum im letzten Zehntel der Lebensdauer der Proben festgestellt. In Messszenario 1 sind diese Auffälligkeiten sogar ortaufgelöst erkennbar und fallen mit dem Ort des Halsrisses zusammen, siehe **Bild 3**, Messbereiche 5, 6, 7, 13. Die über die ersten 90 % des Versuchszeitraums auftretenden hohen Schallschnellewerte im Frequenzbereich zwischen 90 - 100 kHz verringern sich stark im letzten Zehntel der Lebensdauer. Diese Schallemissionen könnten mit der Rissinitiierung oder einer Relativbewegung und Reibung zwischen den Blechen in Verbindung stehen. Schallemissionen im Frequenzbereich zwischen 75 – 90 kHz erreichen im letzten Zehntel der Lebensdauer des Clinchpunktes die größte Schallschnelle im gesamten Frequenzspektrum. Diese Schallemissionen könnten aus dem Rissfortschritt oder aus der Rissflankenreibung resultieren. Mit diesen Schallmerkmalen können während einer Prüfung mit zyklischer Beanspruchung Bereiche starker Ermüdung erkannt und die darauffolgenden Anrisse vorausgesagt oder frühzeitig erkannt werden. Die Methode birgt außerdem die Möglichkeit Risse zu erkennen, welche durch Sichtprüfung nicht zu detektieren sind.
Bei Messszenario 2 bringt ein piezoelektrischer Aktor Schallwellen in die Probe ein. Die Frequenzspektren eines Punktes in der Mitte des Clinchpunktbodens zeigen kurz vor dem Versagen der Probe eine auffällig hohe Schallschnelle im Frequenzbereich zwischen 295 – 330 kHz, siehe **Bild 5**. Die maximale Schallschnelle steigt in diesem Bereich für die letzten Messungen vor dem Versagen der Probe um den Faktor 5-6 an. Die Ursache dieser Schallemissionen könnte die Rissflankenreibung sein oder ein geändertes Dynamikverhalten durch das Vorhandensein des Risses. Im Gegensatz zur Methode in Messszenario 1, welche auf Schallemissionen während der zyklischen Beanspruchung basiert, benötigt diese Methode lediglich eine Schallanregung durch einen piezoelektrischen Aktor. Prinzipiell könnte es in der Konfiguration von Messszenario 2 auch möglich sein, rissbehaftete Clinchpunkte an einer komplexeren Struktur zu erkennen. Die Nutzung als Prüfmethode während des Nutzungszeitraums ist denkbar.
Fraglich ist die Anwendbarkeit dieser Schallmerkmale bei anderen Werkstoffen bzw. demselben Werkstoff in einem anderen Wärmebehandlungszustand und daraus resultierender Gefügeveränderungen wie der Korngröße. Die bisherigen Versuche dienten dem Nachweis, dass die hier konzipierten Versuchsszenarien durchaus ein vielversprechendes Potential zur indirekten in situ Detektion des Zeitpunkts der Rissinitiierung einerseits und der Eingrenzung der Risslokalisierung andererseits zeigen. In weiteren Arbeiten gilt es nun die Aufklärung der Zusammenhänge zwischen Messsignalen und Schädigungsentwicklung weiter zu verfolgen und damit über die rein qualitative Bewertung hinaus auch eine quantitative Korrelation zu entwickeln.

Danksagung – Gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – TRR 285 – Projektnummer 418701707

Literatur

[1] L. Ewenz, C. R. Bielak, M. Otroshi, M. Bobbert, G. Meschut, and M. Zimmermann, “Numerical and experimental identification of fatigue crack initiation sites in clinched joints,” *Prod. Eng.*, vol. 16, pp. 305–313, 2022, doi: 10.1007/s11740-022-01124-z.
[2] J. Wachsmuth, “Ermüdungsrisswachstum und Korrosion in Stahl P460NL1 - Vergleich von Kennwerten aus Bruchmechanik und Schallemission,” pp. 1–10.
[3] A. Maslouhi, “Fatigue crack growth monitoring in aluminum using acoustic emission and acousto-ultrasonic methods,” *Struct. Control Heal. Monit.*, vol. 18, pp. 790–806, 2011, doi: 10.1002/stc.478.
[4] R. Kupfer *et al.*, “Clinching of Aluminum Materials – Methods for the Continuous Characterization of Process, Microstructure and Properties,” *J. Adv. Join. Process.*, vol. 5, p. 100108, 2022, doi: 10.1016/j.jajp.2022.100108.
[5] D. Köhler, B. Sadeghian, R. Kupfer, J. Troschitz, M. Gude, and A. Brosius, “A

method for characterization of geometric deviations in clinch points with computed tomography and transient dynamic analysis," *Key Eng. Mater.*, vol. 883, pp. 89–96, 2021, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.883.89.
[6] M. Möser, *Körperschall- Messtechnik*. Springer-Verlag GmbH, 2018.
[7] Normenausschuss Akustik, "DIN 1320:2009-12 Akustik –Begriffe." 2009.
[8] H. Sohn, H. J. Lim, M. P. Desimio, K. Brown, and M. Derriso, "Nonlinear ultrasonic wave modulation for online fatigue crack detection," *J. Sound Vib.*, vol. 333, no. 5, pp. 1473–1484, 2014, doi: 10.1016/j.jsv.2013.10.032.
[9] K. M. Holford, "Acoustic emission - basic principles and future directions," *Strain*, vol. 36, no. 2, pp. 51–54, 2008, doi: 10.1111/j.1475-1305.2000.tb01173.x.

Automatisierte Eigenspannungsmappings auf dreidimensionalen Oberflächen

Automated residual stress mappings on three-dimensional surfaces

J. Behler, S.Holz, sentenso GmbH, Datteln

Kurzfassung – Moderne Messverfahren erlauben schnelle und einfach einzurichtende Eigenspannungsmessungen, die großflächige und engmaschige Oberflächenmappings ermöglichen. Das cosα-Verfahren zur Eigenspannungsbestimmung erfüllt diese Anforderungen aufgrund des einfachen Messaufbaus und der Messgeschwindigkeit. Auf ebenen Oberflächen können diese mithilfe von Linearverfahreinheiten durchgeführt werden, allerdings eignen sich diese nicht, um gekrümmte Oberflächen automatisiert zu vermessen. Zu diesem Zweck eignen sich insbesondere Sechsachs-Roboter, welche das Messgerät frei zur Prüflingsoberfläche positionieren und orientieren können.

In diesem Beitrag wird ein Oberflächen-Eigenspannungs-Scan an den Zahnflanken eines spiralverzahnten Kegelrades mit Evolventenverzahnung vorgestellt. Dazu wird eine Offline-Roboterprogrammiersoftware genutzt, in welche die dreidimensionale Geometrie der Prüflinge geladen und mit der Roboterbahnen für die Netzpunkte des Messrasters softwaregestützt geplant werden können. Die so erstellten Netzpunkte können danach automatisiert angefahren und für die Erstellung des Eigenspannungsmappings analysiert werden.

Stichwörter: Eigenspannungsbestimmung, cosα-Verfahren, Automatisierung, Mapping

Abstract – Modern measurement techniques allow for a fast and easy set-up of residual stress measurements that enable large-area and close-meshed surface mappings. The cosα method for residual stress determination meets these requirements due to the simple measurement setup and the measurement speed. On flat surfaces, these can be carried out with the aid of linear traversing units, but these are not suitable for the automated measurement of curved surfaces. For this purpose, six-axis robots are particularly suitable, which can freely position and orient the measuring device to the surface under test.

This paper presents a surface residual stress scan on the tooth flanks of a spiral bevel gear with involute toothing. For this purpose, an off-line robot programming software is used, into which the three-dimensional geometry of the test specimens is loaded and with which robot paths for the mesh points of the measurement grid can be planned with software support. The grid points created in this way can then be automatically approached and analysed for the creation of the residual stress mapping.

Keywords: Residual stress determination, cosα method, automation, mapping

1 Einleitung

Um die Dauerfestigkeit von Zahnrädern zu verbessern, müssen die Fertigungsschritte so optimiert werden, dass an der Oberfläche möglichst Druckeigenspannungen entstehen. Ein Weg, diese Druckeigenspannungen zu erzeugen, ist das Verfestigungsstrahlen, welches durch die Erhöhung der Versetzungsdichte eine lebensdauerzuträgliche Druckeigenspannungsschicht in die oberflächennahen Schichten einbringt. Die letztendlich im fertigen Bauteil vorliegenden Eigenspannungen werden außerdem durch die Wärmebehandlung und das Schleifen der Zähne beeinflusst. Durch ein schnelles Röntgendiffraktometer in Verbindung mit einem Sech-Achsroboter kann der Zeitaufwand bei der Bestimmung der Eigenspannung erheblich reduziert werden. Die Entwicklung und Validierung von Verfestigungsstrahlprozessen sowie die Kontrolle der Wärmebehandlung und des Schleifprozesses kann so deutlich beschleunigt werden.

Da die Eigenspannungen sich aufgrund der komplexen Geometrie auf den Zahnflanken und dem Zahngrund unterschiedlich ausprägen können, sollte an mehreren Positionen eine Eigenspannungsbestimmung durchgeführt werden. Damit diese mit möglichst geringem Zeit-

und Personalaufwand durchgeführt werden kann, bieten sich eine automatische Positionierung des Messgerätes und die automatisierte Durchführung der Messungen an.

In diesem Beitrag stellen wir eine Möglichkeit der automatisierten Eigenspannungsbestimmung auf dreidimensional gekrümmten Oberflächen an dem Beispiel eines spiralverzahnten Kegelrades vor. Dazu nutzen wir das Röntgendiffraktometer μ-X360s der Firma Pulstec für die Eigenspannungsbestimmung auf Basis des cosα-Verfahrens, einen Sechs-Achs-Roboter zur Positionierung des Messgerätes sowie die Automatisierungssoftware StressEasy zur Kommunikation zwischen den beiden Systemen. Die Messpositionen und die Roboterbewegung werden in der Programmiersoftware RoboDK vorab simuliert und auf die Robotersteuerung übertragen.

2 Grundlagen

2.1 Röntgenografische Eigenspannungsbestimmung mit dem cosα-Verfahren

Eigenspannungen können durch unterschiedlichste Messprinzipien bestimmt werden. Eine Übersicht findet man zum Beispiel in [1,2]. Die röntgenografische Eigenspannungsbestimmung hat vor allem den Vorteil, dass zerstörungsfrei und zuverlässig Eigenspannungen an Bauteiloberflächen bestimmt werden können. Die röntgenografischen Messverfahren lassen sich über Ihre Messaufbauten, das verwendete Strahlungsspektrum und den verbauten Detektor voneinander unterscheiden. In dieser Arbeit wird ein Röntgendiffraktometer der Firma Pulstec verwendet, welches nach dem cosα Verfahren arbeitet. Dieses Verfahren wurde in den 70er Jahren in Japan entwickelt und nutzt im Gegensatz zu der weit verbreiteten sin²ψ-Methode, den vollständige Debye-Scherrer Ring, der mithilfe eines zweidimensionalen Detektors erfasst wird.

Statt den Einstrahlwinkel während der Messung zu variieren, nutzt man die zusätzlichen Informationen des Debye-Scherrer Ringes. Der Azimut Winkel α steht für jeweils eine Kombination von Einstrahlwinkel ψ und Drehwinkel φ. So können aus einer Einstrahlrichtung ψ_0 ausreichend Gitterorientierungen gemessen werden, um eine Spannung zu bestimmen. **Bild 1** zeigt die Messaufbaus des cosα-Verfahrens mit den wichtigsten Formelzeichen.

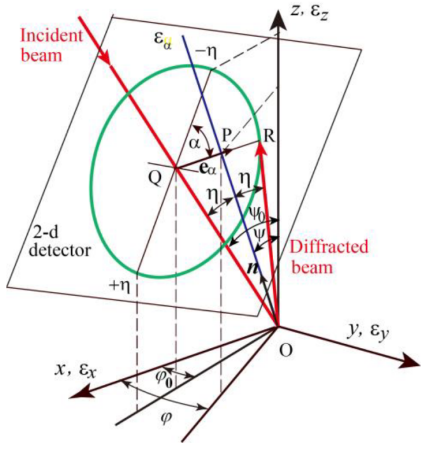


Bild 1 Messaufbau des cos-alpha Verfahren [1]
Figure 1 Measurement setup of the cos-alpha method

Der Debye-Scherrer Ring wird in vier Segmente aufgeteilt und kreuzweise ausgewertet. **Bild 2** zeigt die so ermittelte Verschiebung des Rings verglichen mit einem Debye-Scherrer Ring einer unverspannten Probe. Aus der Ringverschiebung wird die Dehnung der jeweiligen Kristallgitter ermittelt und in eine Spannung umgerechnet.

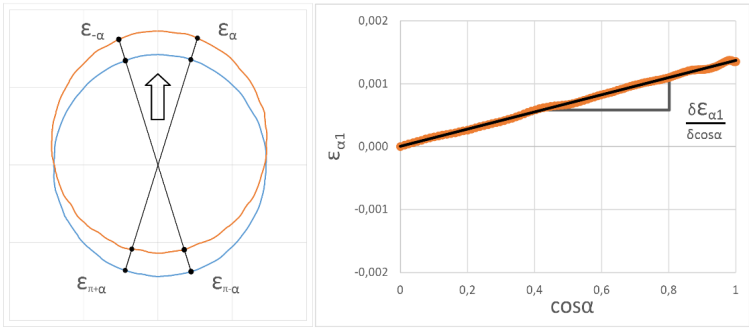


Bild 2 Ringverschiebung bei einer Druckspannung
Figure 2 Ring shift due to compressive stress

Der unverspannte Ring kann aus dem verspannten Ring berechnet werden, wenn der Mittelpunkt, und damit der Durchtrittspunkt des Röntgenstrahls durch den Detektor, bekannt ist. Die einzelnen Verschiebungen ε_{α}, $\varepsilon_{\varpi-\alpha}$, $\varepsilon_{\varpi+\alpha}$, $\varepsilon_{-\alpha}$ werden zu einer Gesamtverschiebung $\varepsilon_{\alpha 1}$ verrechnet und über den Kosinus von α aufgetragen. Die so ermittelte Steigung ist ein Maß für die Eigenspannung. Eine ausführliche Herleitung findet sich hier [1].

Der Messkopf wird für die Messung in eine Richtung gekippt und die Eigenspannungen in dieser Kipprichtung bestimmt. Um Texturen möglichst gut erkennen zu können, sollte der Einstrahlwinkel bei 45° liegen, so dass die Beugungsreflexe mittig zwischen 0° und 90° des Polbildes liegen, allerdings ist dann der Abstand des Signals zum maximalen Winkel von 90° sehr gering, was die Bestimmung des Hintergrundes in diesem Bereich erschwert, so dass der Einstrahlwinkel ψ_0 für ferritsche und martensitische Werkstoffe standardmäßig bei 35° zur Oberflächennormalen liegt (siehe dazu **Bild 3**).

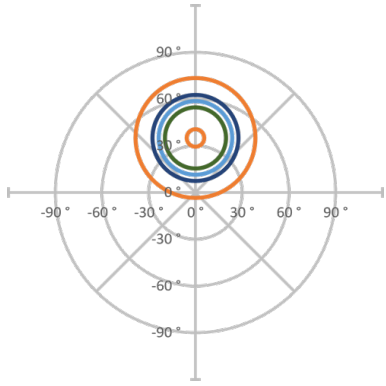


Bild 3 Polbild mit Messbereich des µ-X360s bei einem Messabstand von 51 mm und einem Einstrahlwinkel von 35°(Detektorfläche in orange, Beugungspeak in grün und Halbwertsbreite in blau)
Figure 3 Polfigure with measurement range of the µ-X360s with a working distance of 51 mm and an incidence angle of 35° (Detector area in orange, X-ray peak in green, FWHM in blue)

Geräte, die nach dem cosα-Verfahren arbeiten, benötigen aufgrund Ihres Messaufbaus eine kürzere Messzeit und verursachen üblicherweise eine geringere Strahlenbelastung. Darum eignen sich diese Geräte besonders für produktionsnahe automatisierte Messungen; eine automatisierte Bestimmung eines Spannungstensors ist in **Bild 4** dargestellt.



Bild 4 Unterschiedliche Ausrichtungen des Messkopfes zur Bestimmung eines Spannungstensors
Figure 4 Different orientations of the sensor unit to determine a stress tensor

3 Erstellung eines Oberflächenmappings

Um den Spannungszustand einer Oberfläche zu beurteilen, sind oft mehrere Messungen verteilt auf der Oberfläche nötig. Diese sogenannten Mappings sind, wenn Sie manuell durchgeführt werden, sehr zeitaufwendig. Automatisiert man diese Messungen, ist zwar das Gerät weiterhin eingebunden, das Personal kann aber nach erstmaliger Konfiguration der Messung den Messplatz verlassen.

3.1 Programmierung der Roboterbewegung

Während auf flachen Oberflächen Eigenspannungsmappings durch simple Linearverfahreinheiten in einem festen Raster durchgeführt werden können, erfordern gekrümmte Oberflächen, wie die eines spiralverzahnten Kegelrades (siehe **Bild 5**), eine Anpassung des Einstrahlwinkels zur Oberfläche.

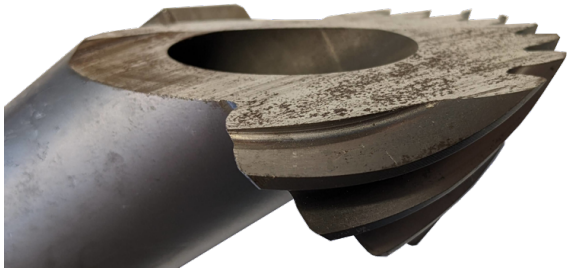


Bild 5 Für die Eigenspannungsmessung präpariertes Kegelrad
Figure 5 Bevel gear prepared for the residual stress measurement

Zudem erfordern diese Bauteile eine Anpassung der Punktabstände, weil einfache Projektionen bei zu großen Winkelabweichungen der Oberfläche zu ungleich verteilten Messpunkten auf dem Bauteil führen. Komplexe Geometrien bergen außerdem die Gefahr einer Kollision des Messkopfes mit dem Bauteil. Diese Probleme können zum Beispiel mit einem Planungsprogramm für Roboterbahnen gelöst werden. Das Programm kann den Winkel der Oberflächennormalen ermitteln, ein geeignetes Punktraster auf dem Bauteil erstellen und die Roboterbewegung kollisionsfrei planen. **Bild 6** zeigt die durch die Software bestimmten Oberflächennormalen entlang der Bewegungsbahn des Messpunktes auf dem gewählten Prüfling.

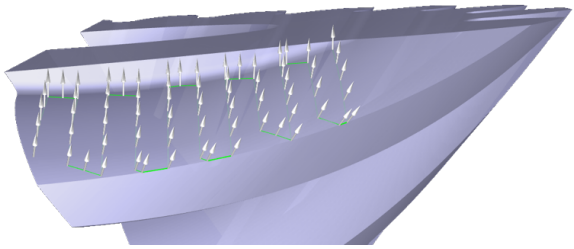


Bild 6 Oberflächennormale auf dem Prüfling
Figure 6 Surface normals on the sample

Auf dieser Bahn werden die Messpunkte so angeordnet, dass die Messpositionen den gleichen Abstand zueinander haben, wenn man die Strecke auf der Oberfläche betrachtet. **Bild 7** zeigt die Anordnung der Messpunkte auf dem verwendeten Zahnrad.

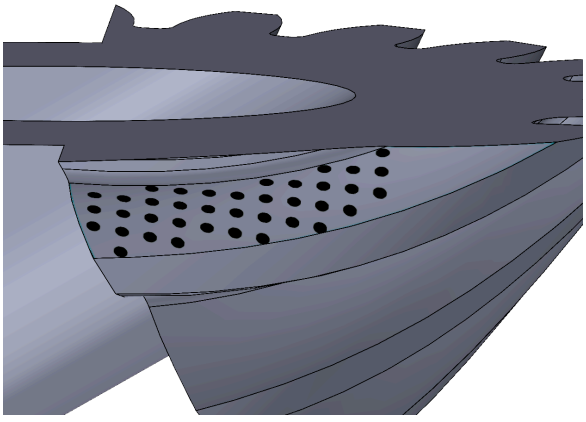


Bild 7 Messpositionen auf der Prüflingsoberfläche
Figure 7 Measurement positions on the sample surface

3.2 Automatisierte Eigenspannungsmessung

Damit das Mapping nach der Konfiguration in der Bahnplanungssoftware automatisiert ablaufen kann, muss das Roboterprogramm an den Messpositionen eine Messung auslösen können. In diesem Beitrag wird für die Kommunikation zwischen Robotersteuerung und Messgerät die Softwareerweiterung StressEasy, eine Eigenentwicklung der sentenso GmbH, verwendet. Die Software hilft bei der Konfiguration der Messungen und startet auf Befehl der Robotersteuerung Messungen des µ-X360s. Der Roboter fährt die Messpositionen an und gibt ein Signal an die Steuerung des Röntgendiffraktometers eine Eigenspannungsmessung durchzuführen. Sobald diese abgeschlossen ist, gibt die Steuerung ein Signal an den Roboter zurück, damit dieser an die nächste Position fährt. Die Messergebnisse werden direkt automatisch ausgewertet und in eine Datenbank geschrieben. **Bild 8** zeigt ein beispielhaftes Messergebnis.

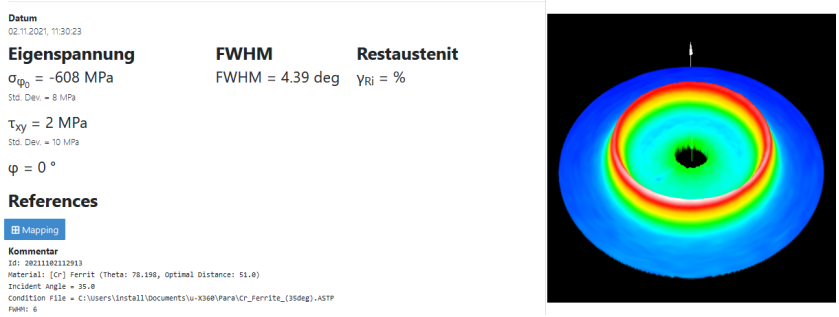


Bild 8 Ergebnisseite von StressEasy mit Debye-Scherrer Ring
Figure 8 Results page of StressEasy with Debye-Scherrer ring

4 Ausblick

Dieser Beitrag zeigt, dass automatisierte Eigenspannungsbestimmungen auch an komplexen Bauteilen benutzerfreundlich einzurichten sind und ein enormes Zeitsparpotential gegenüber manuellen Messungen bieten. In Zukunft sollten die dreidimensionale Darstellung der Messergebnisse und die Bahnerstellung in eine einheitliche Benutzeroberfläche überführt werden. Die Messergebnisse sollten auf der Prüflingsoberfläche in einer konfigurierbaren dreidimensionalen Ansicht entsprechend **Bild 9** dargestellt werden, um die Zuordnung zu vereinfachen. Diese Visualisierung ermöglicht außerdem einen guten Überblick über die Spannungsverteilung auf der untersuchten Oberfläche.

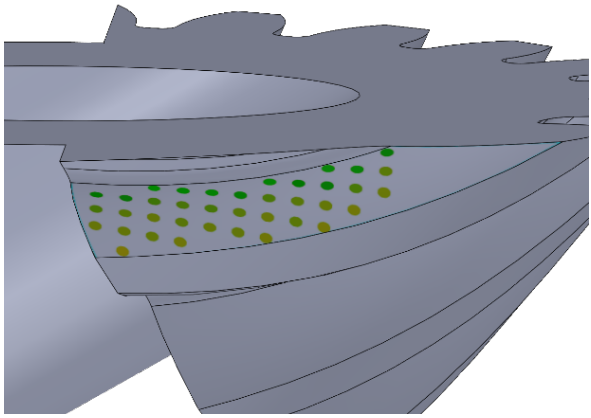


Bild 9 Dreidimensionale Darstellung eines Eigenspannungsmappings
Figure 9 Three-dimensional depiction of the residual stress mapping

Literatur

[1] K. Tanaka: The cosα method for X-ray residual stress measurement using two-dimensional detector, Mechanical Engineering Reviews 6(1), 2019, 18-00378-18-00378.
[2] J. Guo, H. Fu, B. Pan, R. Kang: Recent progress of residual stress measurement methods: A review, Chinese Journal of Aeronautics 34(2), 2021, 54–78.

Design der Probengeometrie und Charakterisierung der dynamischen Materialeigenschaften unter multiaxiale Belastungen

Design of specimen geometry and characterization of dynamic material properties under multiaxial loading

C. Zeng, X. F. Fang
Lehrstuhl für Fahrzeugleichtbau, Universität Siegen

Kurzfassung – Zur Modellierung eines Fahrzeugcrashs mit FE-Methoden ist eine genaue Bestimmung der Materialeigenschaften bei hohen Dehnraten und multiaxialer Belastung erforderlich. Eine neue Probengeometrie, die sog. Gen. III Probe, und eine entsprechende schwingungsfreie Kraftmessmethode wurden von Fang und Grams entworfen und entwickelt, um den Einfluss von Systemschwingungen in einer servo-hydraulischen Prüfmaschine zu reduzieren. Durch die Verwendung der Gen. III Probe kann eine schwingungsfreie Kraft-Zeit-Kurve bei hohen Dehnraten von bis zu 1000 s^{-1} erhalten werden. In dieser Arbeit wurden eine Reihe von Probengeometrien sowohl für statische als auch für dynamische multiaxiale Zugversuche nach einem ähnlichen physikalischen Prinzip wie bei der Gen. III Probe mit Hilfe von FE-Simulationen entworfen. Bei den mehrachsigen Belastungsversuchen wurden schwingungsfreie Kräfte im Dehnratenbereich von bis zu 1000 s^{-1} mit neuartig gestalteten Proben erzielt. Die Verformung und die lokalen Dehnungsfelder der Proben wurden anhand von DIC-Techniken gemessen. Außerdem wurde das Verformungs- und Versagensverhalten von H340 charakterisiert und analysiert.

Stichwörter: Probengeometrie, mehrachsige Belastung, Systemschwingung, Bruch

Abstract – To model a vehicle crash event using FE method, accurate determination of material properties at high strain rates and multiaxial loading is necessary. A new specimen geometry, the so-called Gen. III sample, and a corresponding oscillation-free force measurement method have been designed and developed by Fang and Grams to solve the system ringing effect in a servo-hydraulic machine. By using the Gen. III sample an oscillation-free force-time curve can be obtained at high strain rates up to 1000 s^{-1}. In this work, a series of specimen geometries were designed for both static and dynamic multiaxial tensile tests according to a similar physical principle as that used for the Gen. III sample using FE simulations. Oscillation-free forces were obtained during the multiaxial loading tests in the strain range of up to 1000 s^{-1} using specimens that have a novel design. The deformation and local strain fields of the specimens were measured using DIC techniques. Furthermore, the deformation and failure behavior of H340 were characterized and analyzed.

Keywords: Specimen geometry, multiaxial loading, system ringing, fracture

1 Einleitung

Bei einem Fahrzeugcrash kommt es zu einer großen multiaxialen Verformung mit einer Dehnrate zwischen 10^{-4} s^{-1} und 1000 s^{-1} [1, 2]. Um die Vorhersagefähigkeit von Crash-Simulationen zu verbessern, ist eine genaue Charakterisierung des Verformungs- und Versagensverhaltens des Materials unter verschiedenen Spannungszuständen, Dehnraten und Temperaturen erforderlich.

Für die Zugversuche, die zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von Automobilblechen bei einer Dehnrate im Bereich von 10^{-4} s^{-1} bis 1000 s^{-1} eingesetzt werden, kommen in der Regel verschiedene Messverfahren zum Einsatz. Für die Durchführung von Zugversuchen bei niedriger Dehnrate zwischen 10^{-4} s^{-1} und 0.1 s^{-1} wird eine Universalprüfmaschine verwendet. Für mittlere und hohe Dehnraten (1-1000 s^{-1}) werden die Zugversuche häufig entweder mit einer servo-hydraulischen Prüfmaschine oder einem Split-Hopkinson-Bar durchgeführt. Das Hauptproblem einer servo-hydraulischen Prüfmaschine besteht darin, Kraftsignale ohne den Einfluss der Schwingungen des Systems, die sog. Systemschwingungen, zu bestimmen. In den letzten zwei Jahrzehnten wurden viele Anstrengungen unternommen, um die Schwingungen in servo-hydraulischen Prüfmaschinen zu reduzieren. Unter an-

derem wurde das Lastsensorsystem modifiziert und verschiedene Probengeometrien entworfen, die gleichzeitig mit Dehnungsmessstreifen (DMS) verwendet werden [1, 3-6]. Fang und Grams [5, 6] entwickelten eine neue Probengeometrie, die sog. Gen. III Probe, und eine entsprechende schwingungsfreie Kraftmessmethode, um die Systemschwingungen abzuschwächen. Im Vergleich zu normalen Zugproben hat diese Probe eine zusätzliche zweite Probenschulter und einen kleinen plastischen Verformungsbereich (MinDA). Die Kraftmessung erfolgt in einem bestimmten zweiten Schulterbereich mithilfe der DMS, die auf beiden Seiten des Probekörpers angebracht sind. Dieser Schulterbereich wird als elastischer Messbereich (EMA) bezeichnet. Sowohl FE-Simulationen als auch reale Tests haben gezeigt, dass die gemessene Kraft bei der Verwendung optimierter Geometrien nahezu frei von Oszillationen ist.

Neben der Plastizität ist eine weitere wichtige Variable für Crash-Simulationen der Ort der Schadensentstehung bzw. des Bruches eines Materials, wobei die Schadensentstehung bzw. Bruchdehnung als Funktion der Spannungstriaxialität und Lode-Winkel-Parameter beschrieben wird [2, 7]. Es wurden verschiedene Vorhersagemodelle entwickelt, um die Eigenschaften duktiler Brüche auf der Grundlage verschiedener physikalischer Beobachtungen, mikromechanischer Analysen und empirischer Kriterien zu bestimmen. Um die Wirksamkeit und Anwendbarkeit der Schädigungs- und Bruchkriterien zu bewerten, müssen verschiedene Bruchversuche durchgeführt werden, die unterschiedliche Spannungszustände beinhalten.

Ziel dieser Arbeit ist es daher, eine Reihe von Probengeometrien mit unterschiedlichen Spannungstriaxialitäten und Lode-Winkel-Parametern zu entwickeln, um die oben genannten Parameter sowohl unter quasi-statischer als auch unter dynamischer Belastung zu bestimmen. Diese Geometrien sollen sowohl für statische als auch für dynamische mehrachsige Zugversuche unter ausschließlicher Verwendung von Zugprüfmaschinen (Zwick Z100 und HTM 5020) einsetzbar sein und wurden nach einem ähnlichen physikalischen Prinzip wie die Gen. III Proben optimiert. Die optimierten und validierten Proben wurden schließlich zur Charakterisierung des Verformungs- und Versagensverhaltens der Mikrolegierung H340 verwendet und veranschaulichen die Verbesserung, die sie für die Modellierung in Bezug auf die Plastizitäts-, Schädigungs- und Bruchvariablen bieten.

2 Gestaltung der Probengeometrie für die Bruchcharakterisierung unter multiaxialer dynamischer Belastung

Ein vereinfachtes, eindimensionales Modell für elastische Spannungswellen wurde von Fang [6] auf der Grundlage von Erkenntnissen der Metallphysik und der klassischen Theorie der elastischen Spannungswellen aufgestellt. Dieses Modell wurde für die analytische Auslegung und Optimierung der schwingungsfreien Kraftmessung in der Gen. III Probe und für das Verständnis ihres physikalischen Prinzips verwendet. Mit Hilfe des physikalischen Prinzips der Gen. III-Probe können weitere Probengeometrien mit unterschiedlichen Spannungstriaxialitäten und Lode-Winkel-Parametern entworfen und mit Hilfe von FE-Simulationen optimiert werden. Da sich der Hauptbereich der plastischen Verformung solcher Proben von dem der in normalen Zugversuchen verwendeten Proben unterscheidet, muss die Größe von MinDA angepasst werden.

Diese Anpassung wurde mit der FE-Methode (LS-DYNA) durchgeführt. Das FE-Modell für das Probendesign und die Optimierung wurde auf der Grundlage des CAD-Modells einer servo-hydraulischen Hochgeschwindigkeitsprüfmaschine (HTM 5020) erstellt (siehe **Bild 1**). Unter Berücksichtigung der Ausbreitung der Spannungswellen durch das servo-hydraulische System und deren Auswirkungen auf die Kraftsignalmessung wurde in dieser Arbeit ein vereinfachtes FE-Modell des servo-hydraulischen Systems verwendet, welches von Li und Fang [1] entwickelt wurde (siehe Bild 1). Dieses vereinfachte Modell ist für die Probenentwicklung ausreichend, da es die Hauptkomponenten Wellenreflexion, -transmission und -verstärkung bzw. -dämpfung abdeckt. Der Einfluss des Maschinenrahmens kann vernach-

lässigt werden. Weitere Einzelheiten, einschließlich der Randbedingungen des FE-Modells, finden sich in früheren Studien [1, 5]. **Bild 1** zeigt eine Probe mit doppelter Schergeometrie, die bereits die Eigenschaften der Gen. III Probe für normale Zugversuche aufweist. Der Hydraulikzylinder wurde mit einer Aufprallgeschwindigkeit (z.B. 20 m/s) getroffen. Die Kräfte in den verschiedenen Abschnitten der Probe wurden mithilfe des FE-Modells gemessen, welches Angaben zur Anpassung des Designs der Proben liefert. Ziel war es, in der EMA (siehe **Bild 1**) keine Kraftschwingungen zu erzeugen.

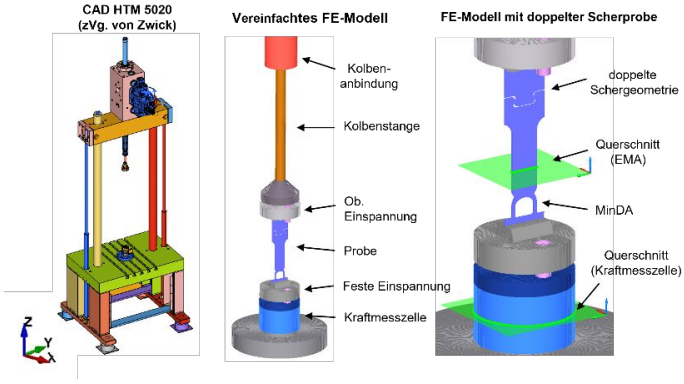
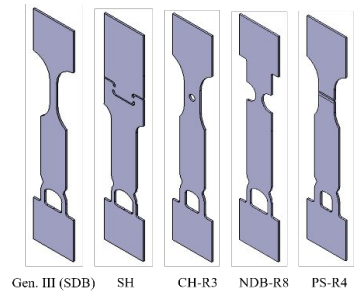


Bild 1: CAD-Modell der servo-hydraulischen Maschine (HTM 5020) und das vereinfachte FE-Modell
Figure 1: CAD model of the servo-hydraulic machine (HTM 5020) and the simplified FE model

Bild 2 zeigt die Gen. III Probe und die entworfenen und optimierten geometrischen Abmessungen der Proben für die Bruchcharakterisierung in dieser Arbeit. **Bild 3** zeigt die Belastungspfade des kritischen Elements in der Mitte der plastischen Verformungszone für die verschiedenen Probenkörper. Es wurde festgestellt, dass der Belastungspfad des kritischen Elements für CH-R3 konstant ist. Bei SH, NDB-R8 und PS-R4 ist während der Verformung weder der Spannungstriaxialitäten noch der Lode-Winkel-Parameter konstant, aber es lässt sich dennoch ein relativ proportionaler Belastungsverlauf ermitteln.



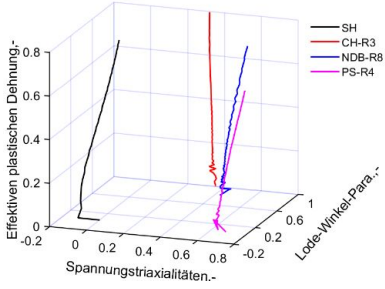


Bild 2: Optimierte Geometriemaße verschiedener Proben
Figure 2: Optimized geometry dimensions of different specimens

Bild 3: Belastungspfade für verschiedene Probengeometrien
Figure 3: Loading paths for different specimen geometries

3 Experimente und Ergebnisse

3.1 Versuchsaufbau

Die Versuche mit niedrigen Dehnraten (< 1 s^{-1}) oder niedrigen Belastungsgeschwindigkeiten (< 25 mm/s) wurden auf einer 100 kN Prüfmaschine (Zwick Z100) durchgeführt. Die Kraft wurde direkt mit der Kraftmesszelle (KMZ) gemessen. Die Verschiebung, das Oberflächendehnungsfeld und die lokale Bruchdehnung der Proben wurden mit DIC (GOM Aramis) gemessen. Für die dynamischen Zugversuche wurde eine servo-hydraulische Hochgeschwindigkeitsprüfmaschine (HTM 5020) eingesetzt. Die maximale Belastungsgeschwindigkeit der HTM 5020 beträgt 20 m/s, was einer nominellen Dehnrate von 1000 s^{-1} bei der GEN III Probe entspricht. Die Kraft wurde in der EMA der zweiten Probenschulter mit DMS gemessen, wie in **Bild 4** dargestellt. Zwei SA5 PHOTRON Hochgeschwindigkeitskameras wurden verwendet, um Bilder während der Probenverformung aufzunehmen. Weitere Einzelheiten zum Aufbau der Hochgeschwindigkeitsprüfungen finden sich in früheren Studien [1, 5].

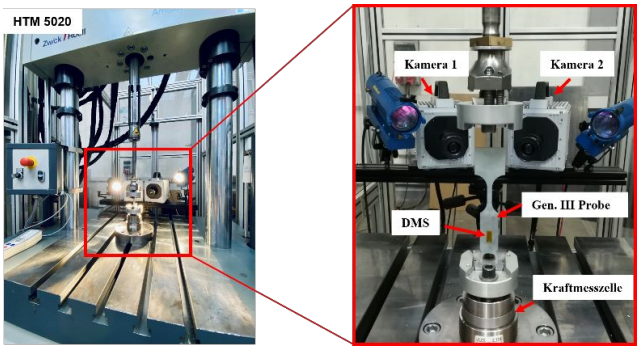
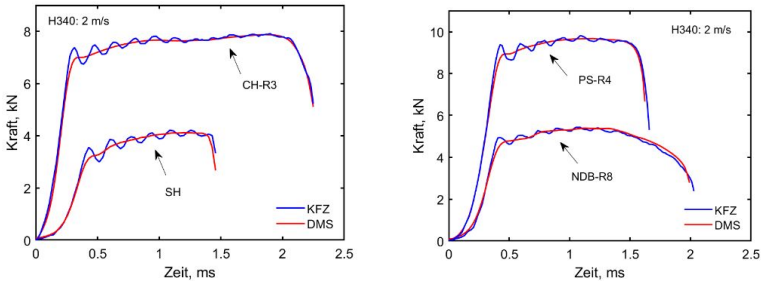


Bild 4: Die Maschine HTM 5020 im Labor und der detaillierte Versuchsaufbau für Hochgeschwindigkeits-Zugversuche

Figure 4: The machine HTM 5020 in Lab and the detailed experimental setup for high strain-speed tests

3.2 Schwingungsfreie Kraftmessung bei dynamischer mehrachsiger Belastung

Die Kraft-Zeit-Kurven für die Zugversuche mit Belastungsgeschwindigkeiten von 2 m/s und 10 m/s, gemessen mit der KMZ und dem DMS für die vier verschiedenen Proben sind in **Bild 5** dargestellt. Es wurde festgestellt, dass die Qualität des vom DMS gelieferten Kraftsignals viel höher ist als die von der KMZ gemessenen Daten. Mit den neu konstruierten Proben und den entsprechenden Kraftmessverfahren konnten nahezu schwingungsfreie Kraft-Weg-Kurven ermittelt werden. Bei einer Belastungsgeschwindigkeit von 0,2 m/s waren die mit dem DMS und der KMZ gemessenen Kräfte nahezu identisch. Bei dieser Belastungsgeschwindigkeit ist die Verwendung von DMS zur Kraftmessung nicht unbedingt erforderlich. Bei höheren Geschwindigkeiten ist es jedoch offensichtlich notwendig, neue Probekörper zu verwenden.



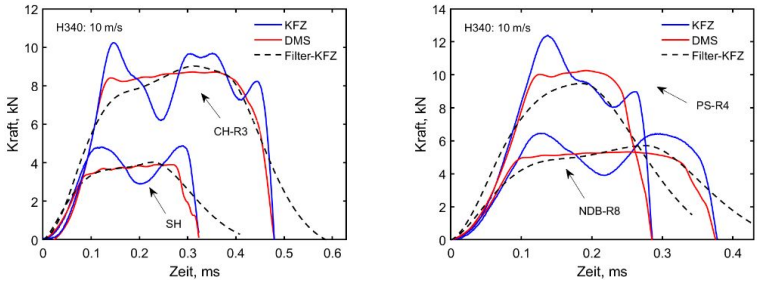


Bild 5: Kraftsignale, die von den KMZ und den DMS bei 2 m/s und 10 m/s gemessen wurden
Figure 5: Force signals measured by the load cells and the strain gauges at 2 m/s and 10 m/s

Obwohl es möglich ist, die Kräfte der KMZ zu filtern, unterscheiden sich die Ergebnisse von den tatsächlich gemessenen Kräften in der EMA. Wie in **Bild 5** (10 m/s) zu sehen ist, werden die gefilterten Kraftsignale (schwarze gestrichelte Linien) mit einem Butterworth-Filter mit einer Grenzfrequenz von 5000 Hz mittels der Kräfte der KMZ gewonnen. Es ist deutlich zu erkennen, dass das gefilterte Kraftsignal die tatsächliche Fließgrenze des Materials nicht korrekt wiedergibt. Außerdem ist sein Wert weit von dem entfernt, den der DMS vor und nach dem Bruch des Materials gemessen hat.

3.3 Charakterisierung von Versagen

Da mit der berührungslosen DIC nur die Dehnung an der Probenoberfläche bestimmt werden kann, wurde die effektive Dehnung vor dem Auftreten des ersten sichtbaren Risses auf der Probenoberfläche als die lokale Oberflächenbruchdehnung betrachtet. Für die Bewertung der lokalen Dehnung wurde eine einheitliche Referenzlänge von 0,2 mm verwendet. Es wurden drei Parallelversuche durchgeführt, und die Durchschnittswerte wurden als endgültige Oberflächenbruchdehnung und lokale Dehnrate betrachtet.

Um den Einfluss der Dehnrate auf die Oberflächenbruchdehnung zu analysieren, wird diese in Abhängigkeit von der durchschnittlichen lokalen Dehnrate für die vier Proben in **Bild 6** dargestellt. Darüber hinaus wird die normalisierte Bruchdehnung als Funktion von $\ln(\dot{\bar{\varepsilon}}_p/\dot{\varepsilon}_0)$ aufgetragen, wie in **Bild 7** dargestellt. Es ist zu erkennen, dass bei den Proben CH-R3 und NDB-R8 die Dehnrate einen leicht positiven Einfluss auf die Bruchdehnung zu haben scheint. Die Auswirkung ist jedoch fast vernachlässigbar, insbesondere bei der Probe CH-R3. Bei den Proben SH und PS-R4 nimmt die Bruchdehnung mit zunehmender Dehnrate (Belastungsgeschwindigkeit) deutlich ab.

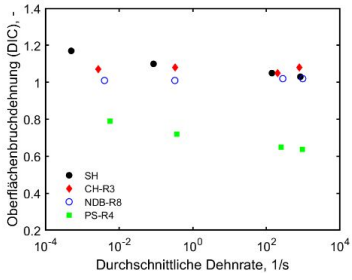


Bild 6: Mit DIC gemessene Oberflächenbruchdehnung

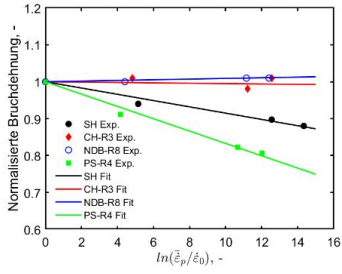


Figure 6: Surface fracture strain measured by DIC

Bild 7: Auswirkung der Dehnrate auf die Bruchdehnung

Figure 7: Effect of strain rate on fracture strain

Es ist anzumerken, dass die Schädigung oder der Bruch in der Regel von der Innenseite der Proben ausgeht. Die mit DIC gemessenen Oberflächendehnungen könnten die tatsächliche Schadenseinleitung/Bruchdehnung stark unterschätzen. Mit den oben erwähnten schwingungsfreien Kraft-Weg-Kurven und der Entwicklung der lokalen Oberflächendehnung kann jedoch das Reverse Engineering zur Kalibrierung der relevanten Parameter der Schädigungs-/Bruchmodelle verwendet werden. Dies ist eine wichtige Verbesserung im Vergleich zu den gegenwärtigen Methoden des derzeitigen Stands der Technik, bei denen die Kalibrierung aufgrund von schwankenden Kraftwerten nicht exakt durchgeführt werden kann. Die Verwendung von gefilterten Kraftdaten (siehe **Bild 5**) kann schließlich zu falschen Modellparametern führen.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Eine Reihe von Probengeometrien wurde sowohl für statische als auch für dynamische mehrachsige Zugversuche für einen Dehnratenbereich von 10^{-4} bis 10^{3} s^{-1} entwickelt. Diese Probengeometrien, die unterschiedliche Spannungstriaxialitäten und Lode-Winkel-Parameter beinhalten, wurden nach einem ähnlichen physikalischen Prinzip wie die Gen. III Probe mit einem simulierten FE-Modell optimiert. Bei multiaxialen dynamischen Belastungsversuchen wurden mit den neu entwickelten Proben erfolgreich schwingungsfreie Kräfte erzielt. Die Verformung und die lokalen Dehnungsfelder der Proben wurden sowohl mit dem FE-Modell berechnet als auch experimentell gemessen und mit DIC ausgewertet. Darüber hinaus wurde das Verformungs- und Bruchverhalten von H340 charakterisiert und analysiert.

Bei allen multiaxialen Bruchproben hat die Dehnrate/Belastungsgeschwindigkeit einen positiven Einfluss auf die Verfestigung von H340. Darüber hinaus sind die Auswirkungen der Dehnrate auf die Materialfestigkeit und -verformung (Bruch) abhängig vom Spannungszustand. Bei niedrigen Lode-Winkel-Parametern (SH und PS-R4) hat die Dehnrate einen signifikant negativen Einfluss auf die Bruchdehnung von H340. Bei CH-R3 und NDB-R8, die in der Regel einen relativ großen Lode-Winkel-Parameter aufweisen, ist die Auswirkung der Dehnrate auf die Bruchdehnung nur leicht positiv oder vernachlässigbar.

In Zukunft wird eine detailliertere Untersuchung der Schadensmodellierung für verschiedene Stähle, insbesondere für moderne hochfeste Stähle, durchgeführt werden.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutsche Forschungsgemeinschaft (Förderkennzeichen: FA 1024/5-2) für die finanzielle Förderung dieser Studie.

Literatur

[1] J. Li and X.F. Fang: Stress wave analysis and optical force measurement of servo-hydraulic machine for high strain rate testing. Experimental Mechanics 54 (2014), S. 1497-1501

[2] C.C. Roth and D. Mohr: Effect of strain rate on ductile fracture initiation in advanced high strength steel sheets: Experiments and modeling. International Journal of Plasticity 56 (2014), S. 19-44

[3] Y. Xia, J. Zhu, K. Wang, Q. Zhou: Design and verification of a strain gauge based load sensor for medium-speed dynamic tests with a hydraulic test machine. International Journal of Impact Engineering 88 (2016), S. 139-152

[4] X. Yang, LG. Hector, J. Wang: A combined theoretical/experimental approach for reducing ringing artifacts in low dynamic testing with servo-hydraulic load frames. Experimental Mechanics 54 (2014), S. 775-789

[5] X.F. Fang, R. Grams: A novel oscillation-free force measurement for the determination of material properties during high-speed tests. Journal of Testing and Evaluation 49 (2019), S. 1389-1411

[6] X.F. Fang: A one-dimensional stress wave model for analytical design and optimization of oscillation-free force measurement in high-speed tensile test specimens. International Journal of Impact Engineering 149 (2021), S. 103770

[7] Y. Bai, T. Wierzbicki: A new model of metal plasticity and fracture with pressure and Lode dependence. International journal of plasticity 24 (2008), S. 1071-1096

Entwicklung eines mobilen Prüfsystems zur Ermittlung der Kriecheigenschaften von in Laubholz eingeklebten Gewindestangen

Development of a mobile testing setup to determine the creep behavior of rods glued into hardwoods

P. Franck*, R. Scholz, F. Walther
Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund
*pascal.franck@tu-dortmund.de

Kurzfassung – Nachhaltigkeit und Umweltfreundlichkeit sind für in technischen Anwendungen eingesetzte Werkstoffe von zentraler Bedeutung. Der Naturstoff Holz erfüllt diese Anforderungen und der Einsatz ist heutzutage vor allem im Bauwesen weit verbreitet. Aufgrund klimatischer Veränderungen steht den einheimischen Wäldern ein Wandel von Nadel- zu Laubhölzern bevor. Als Verbindungstechnik für Bauteile aus Nadelholz haben sich eingeklebte Stahlstäbe bewährt, in Verbindung mit Laubhölzern bietet die Verbindungsart noch reichlich Forschungsbedarf. In dieser Arbeit wurde eine mobile Prüfvorrichtung ausgelegt und aufgebaut, mit der das Kriechverhalten von in Esche und Buche eingeklebten Gewindestangen untersucht und gegenübergestellt werden kann. Als Grundlage zur Auslegung des Versuchsstandes wurden vorherige Zugversuche verwendet.

Stichwörter: Nachhaltigkeit, Laubholz, Klebtechnik, Bauwesen, Zeitstandprüfung

Abstract – Sustainability and environmental friendliness are of central importance for materials used in technical applications. Timber meets these requirements and the usage of wood is widespread, especially in civil engineering. Due to climatic changes native forests in Germany are undergoing a change from soft- to hardwoods. Glued-in steel rods are already successfully used as a bonding technology for components made of softwoods. The usage of this connection type with hardwoods has a high need for research. In this work, a mobile test rig was designed, constructed and put into operation to investigate and compare the creep behavior of threaded rods glued into ash and beech. Tensile tests were performed as a basis for the design of the test setup.

Keywords: Sustainability, hardwoods, bonding, civil engineering, creep test

1 Einleitung

Aufgrund des steigenden Bedarfs nach umweltfreundlichen und nachhaltigen Werkstoffen, wird u. a. Holz immer häufiger in technischen Anwendungsfeldern eingesetzt. Besonders hervorzuheben ist das Bauwesen, in dem Holz schon seit längerer Zeit erfolgreich als umweltfreundliche Alternative zu herkömmlichen Baumaterialien eingesetzt wird. Neben optischen Vorzügen bietet Holz auch mechanische Kennwerte, die es für den Einsatz als Konstruktionswerkstoff qualifizieren [1]. Die mechanischen Kennwerte können durch die Verarbeitung des Rohholzes zu hochwertigen und leistungsfähigen Holzwerkstoffen, wie Brettschichthölzer (BSH) oder Furnierschichthölzer (FSH), deutlich gesteigert werden [2].

In den vergangenen Jahren wurden vor allem Nadelhölzer, wie Fichte, im Bauwesen eingesetzt und die in dieser Arbeit untersuchten Laubhölzer größtenteils vernachlässigt. Die Laubhölzer rücken jedoch immer weiter in den Fokus, da den heimischen Wäldern aufgrund von klimatischen Veränderungen ein struktureller Wandel bevorsteht. Die Klimaerwärmung, die bereits erste Veränderungen in Form von erhöhten Temperaturen und längeren Trockenphasen zeigt, wird langfristig dazu führen, dass die aktuell vorherrschenden Nadel- durch Laubholzbäume substituiert werden [3]. Aufgrund einer von Natur aus höheren Rohdichte der Laubhölzer im Vergleich zu den Nadelhölzern sind die werkstoffspezifischen Festigkeitseigenschaften der Laubhölzer allgemein als höher einzuschätzen [2].

Als Verbindungstechnik zwischen den Holzbauteilen haben sich in Holz eingeklebte Gewindestangen bisher bewährt und gehören zum Stand der Technik. Neben den optischen Vorteilen, die eine im Inneren des Werkstoffs verborgene Verbindung bietet, ergibt sich aus den eingeklebten Stäben eine stoffschlüssige und starre Verbindung mit guter mechanischer Leistungsfähigkeit. In vorangegangen Untersuchungen hat sich gezeigt, dass die Verbindung sowohl hohe statische [4,5] als auch zyklische Festigkeiten [6,7] erreichen kann. Die genormte Anwendung von Laubhölzern muss nun durch gezielte Forschung vorangetrieben werden. Insbesondere wechselnde klimatische Umgebungen sind von großem Interesse. Beim Erhöhen der Umgebungstemperatur kann im Allgemeinen damit gerechnet werden, dass die Klebstoffe eine geringere Festigkeit ggü. dem Raumklima aufweisen [8]. Eine gesteigerte Luftfeuchtigkeit hingegen steht in direkter Verbindung mit der Holzfeuchte, die eine Schwächung für die Festigkeit des Holzes darstellt [9].

Den Architekt*innen sind in Bezug auf die Gestaltung von Holzbauwerken kaum noch Grenzen gesetzt und es entstehen, im Vergleich zu in der Vergangenheit eher einfach gehaltenen Holzbauwerken, immer spektakulärere Gebäude und Brücken aus Holz.

2 Experimentelle Verfahren

2.1 Probenherstellung

Es wurden mit Esche BSH (Kombination A) und Buche FSH (Kombination B) zwei unterschiedliche auf Laubholz basierende Holzwerkstoffe untersucht. Als Klebstoff wurde für beide Hölzer der 2-Komponenten(2K)-Klebstoff 692.30 der Fa. Jowat verwendet, ein auf Epoxidharz basierender Klebstoff, der durch das Vermischen mit dem Härter in definiertem Verhältnis seine Endfestigkeit erreicht. Der Klebstoff ist für die Anwendung des Einklebens von Stahlstangen in Holz entwickelt worden, kann aber auch zum Füllen von Spalten und Rissen in Holz oder ähnlichen Werkstoffen verwendet werden.

Im Vorfeld des Probenherstellungsprozesses wurden die Holzkörper, deren Abmaße in **Bild 1** dargestellt sind, ohne die dargestellte Bohrung für einen Zeitraum von 7 Tagen bei 20°C und 60 % relativer Luftfeuchte ausgelagert.

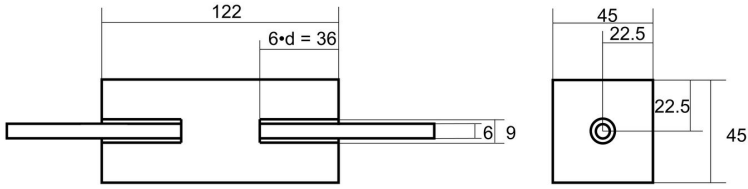


Bild 1: Skizze der Prüfkörpergeometrie mit Bemaßung der zentralen Abmessungen, Angaben in mm

Figure 1: Schematic representation of the specimen geometry with dimensioning of the central measures, data in mm

Nach der Auslagerungszeit wurden die Bohrungen in das Holz eingebracht und die Gewindestangen an zwei aufeinanderfolgenden Tagen beidseitig eingeklebt. Eine Aushärtung bei rund 20° C Umgebungstemperatur hat zur Folge, dass die Klebungen nach 24 Stunden ihre endgültige Härte erreicht haben und mechanisch belastet werden können.

2.2 Kalibrierung der Wegaufnehmer

Um den Schlupf der Gewindestangen infolge der Zugbelastung zu detektieren, wurden die Linearpotentiometer MM(R)10-8 der Fa. Megatron mittels Schrauben am Holzkörper befestigt (**Bild 2**) und gegen eine an der Stange befestigte Metallplatte vorgespannt. Diese wurden an der oberen und unteren Gewindestange appliziert, um die Wegänderung beider

Seiten separiert betrachten zu können. Die Potentiometer sind so aufgebaut, dass je nach der Position der durch eine Feder geführten Stange ein Spannungsabfall am Potentiometer gemessen werden kann.

Für die Umrechnung des aufgezeichneten Spannungsabfalls in eine Wegänderung, ist eine Kalibrierkurve notwendig. Die Kurve wurde aufgezeichnet, indem ein Linearpotentiometer auf einem Kalibriertisch (**Bild 2**) befestigt wurde und die Stange gegen eine Messfläche in definiertem Abstand vorgespannt wurde. Im Anschluss wurde der Tisch schrittweise um 0,25 mm verfahren und der ausgegebene Spannungsabfall für die aktuelle Position aufgezeichnet. Anhand der so ermittelten Werte konnte die ebenfalls in **Bild 2** dargestellte Geradengleichung für die Kurve der Linearpotentiometer aufgestellt werden.

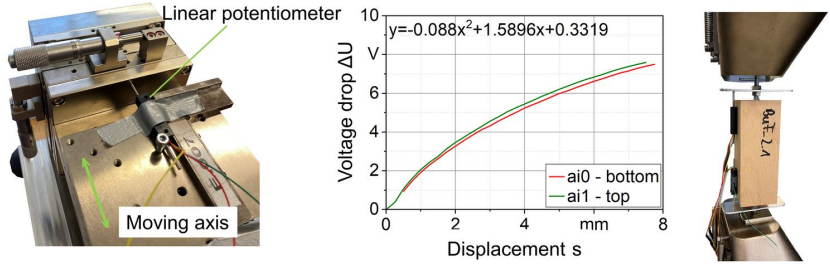


Bild 2: Tisch zur Kalibrierung der Linearpotentiometer mit der aufgezeichneten Kalibrierkurve samt Geradengleichung und Applikation der Potentiometer an den Holzprüfkörpern

Figure 2: Table for calibration of the linear potentiometers with the recorded calibration line and associated equation and application of the potentiometers on the wooden specimen

3 Ergebnisse

3.1 Zugversuche

Die Zugversuche wurden an der Universalprüfmaschine AG-Xplus der Fa. Shimadzu durchgeführt. Um die Werkstoffreaktion an beiden eingeklebten Gewindestangen detektieren zu können, wurden die Zugversuche in Pull-Pull-Anordnung durchgeführt, d. h. die Zugbeanspruchung zeitgleich an beiden eingeklebten Gewindestangen aufgebracht. Die Aufzeichnung der Wegänderungen beider Gewindestangen während des Zugversuchs erfolgte anhand der Linearpotentiometer getrennt voneinander. Vor dem Start der Zugversuche wurde eine Vorkraft von 400 N auf die Prüfkörper aufgebracht, danach die Prüfung mit einer Zuggeschwindigkeit von 2 mm/min gestartet und bis zum Bruch der Probe durchgeführt.

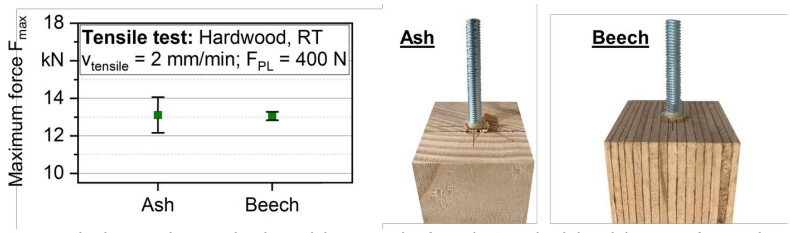


Bild 3: Mittelwerte der maximal erreichten Zugkräfte mit Standardabweichungen für Esche und Buche und Darstellung der Versagensart der Prüfkörper

Figure 3: Mean values of maximum tensile forces with standard deviation for ash and beech and representation of the failure mode of the specimens

Die erreichten Zugkräfte für die beiden Werkstoffkombinationen sind in **Bild 3** dargestellt. In einer Gesamtheit von je 5 Zugversuchen hat sich gezeigt, dass Buche in Verbindung mit dem Klebstoff eine mittlere Zugkraft von $F_{tensile,beech}$ = 13,06 ± 0,21 kN erreichen konnte. Die Klebungen konnten erfolgreich hergestellt werden und alle Prüfkörper versagten bei einer ähnlichen Maximalkraft. Die mittlere Zugkraft der Esche-Proben lag mit einem Wert von $F_{tensile,ash}$ = 13,11 ± 0,95 kN nur knapp über Buche FSH, die Standardabweichung hingegen war im Vergleich ungefähr fünffach so groß. Ebenfalls sind in **Bild 3** die Versagensarten der Holzarten dargestellt. Es konnte einheitlich ein grenzflächennaher Holzfaserausriss mit unterschiedlich stark ausgeprägten Faseranteilen festgestellt werden.

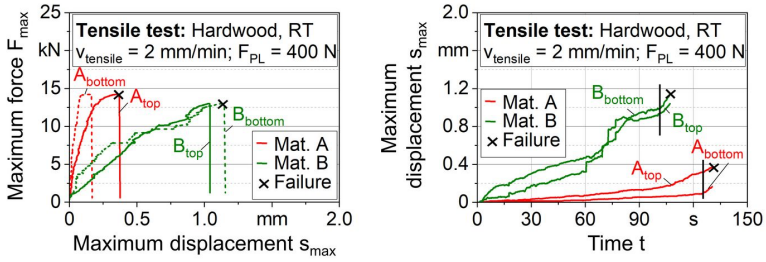


Bild 4: Kraft-Weg-Diagramm und Weg-Zeit-Diagramm für beide Werkstoffkombinationen
Figure 4: Force-displacement curve and displacement-time curve for both material combinations

In **Bild 4** ist der Kraftverlauf über den Weg der beiden Gewindestangen für beide Werkstoffe dargestellt. Aus der Kraft-Weg-Kurve für die zwei Seiten der Esche-Probe ist ersichtlich, dass die beiden Klebungen zu Beginn des Versuches unterschiedlich auf die Belastung reagieren. Die obere Klebung zeigt bei gleichem Kraftwert ungefähr die doppelte Wegänderung im Vergleich zur unteren Klebung. Mit einer maximalen Wegänderung von ca. 0,35 mm kann die Verbindung mit Esche als spröde angesehen werden. Der Kurvenverlauf für die Buche-Proben zeigt zu Versuchsbeginn ein duktileres Verhalten als Esche und in der Folge stellt sich bei gleicher Kraft eine größere Wegänderung ein. Zum Versuchsende ist der Weg mit 1,15 mm ungefähr dreifach so groß wie für sprödere Esche-Proben.

Bei beiden Kombinationen zeigt sich für die oberen und unteren Klebungen ein unterschiedlicher Verlauf zu Versuchsbeginn. Auffällig ist, dass sich unmittelbar vor dem Bruch ein vergleichbarer Verlauf des Weges einstellt. Dieser Punkt ist im Weg-Zeit-Diagramm jeweils durch einen senkrechten Strich angedeutet. Die unterschiedlichen Verläufe gehen ab diesem Punkt in einen exponentiellen Anstieg über, der bis zum Bruch einer Seite in vergleichbarem Maße ansteigt. Es ist daher naheliegend, dass auch die nicht-versagte Seite eine ähnlich starke Reaktion auf die hohe Belastung zeigte und ein Versagen der zweiten Klebung unmittelbar bevorstand.

3.2 Konzipierung und Entwicklung des mobilen Prüfsystems

Als Ergebnis wurde ein mobiler Prüfstand zur Untersuchung der Kriecheigenschaften der Materialkombination aus Holz, Klebstoff und Gewindestange entwickelt und dimensioniert. Zunächst mussten die Abmaße des Aufbaus festgelegt werden. Da die Kriechversuche über einen langen Zeitraum andauern, soll die Möglichkeit geschaffen werden, zwei bis drei Prüfkörper gleichzeitig zu prüfen, um eine Zeitersparnis zu schaffen. Hierfür werden die Prüfkörper, wie in **Bild 5** schematisch dargestellt, zu einem Probenstrang verbunden, der mittels eines Pneumatikzylinders mit einer statischen Zugkraft beaufschlagt wird. Zum Aufzeichnen der im Versuch wirkenden Kraft ist am unteren Ende des Probenstrangs ein Kraftaufnehmer mittels zwei Gewinden mit dem Strang verbunden. Die Reaktionen werden, wie in den Zugversuchen, durch am Holz befestigte Linearpotentiometer aufgezeichnet.

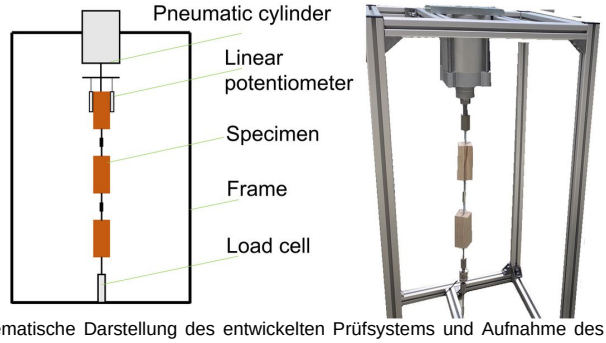


Bild 5: Schematische Darstellung des entwickelten Prüfsystems und Aufnahme des aufgebauten Versuchsstandes
Figure 5: Schematic representation of the developed test system and picture of the assembled test rig

In den Zugversuchen ergab sich eine maximale Wegänderung von ca. 1,15 mm für die duktileren Buche-Proben. Wenn diese nun gleichzeitig an den 6 Klebungen auftritt, muss der Zylinder mindestens einen Verfahrweg von ca. 7 mm aufweisen. Weiterhin wurde der Pneumatikzylinder mittels der erreichten Zugkräfte dimensioniert. Wenn man die Berechnung nach DIN EN 14358 zugrunde legt, ergibt sich für die durchgeführte Anzahl von Versuchen für Buche ein charakteristischer Wert der Zugkraft von 12,5 kN und für Esche von 10,8 kN. Da in den Versuchen längere Laufzeiten geplant sind, bei denen die Prüfkörper nicht infolge der statischen Belastung versagen sollen, wurden die Lastniveaus zu 40 % der errechneten Werte gewählt. Diesem Wert entsprechen die max. 7 kN, die der Kolben bei 6 bar Luftdruck maximal aufbringt. Das Prüfsystem kann somit die geforderten Lasten erfolgreich abbilden.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die durchgeführten Arbeiten haben gezeigt, dass der Prüfstand eine Kraft von bis zu 5 kN über einen Zeitraum von mehreren Tagen aufbringen können muss. Weiterhin konnten Abmaße und weitere Größen, wie z. B. der benötigte Mindest-Kolbenweg, ermittelt werden. Da für die Klebstoffe vor allem eine Erhöhung der Temperatur als kritisch anzusehen ist [10], sollte der Prüfaufbau um eine Temperaturregelung erweitert werden. Hier ist es für die anwendungsnahen Untersuchungen ausreichend, dass ein Temperaturbereich bis zu +60° C realisierbar ist. Dies entspricht den Temperaturen, die beim Einsatz von Holzklebungen im Bauwesen durch die Bewitterung zu erwarten sind [10]. Der Einfluss der erhöhten Temperaturen ist aus vorangegangen Untersuchung so einzuschätzen, dass die Klebstoffe deutlich an Festigkeit verlieren. Hier kann es dementsprechend notwendig sein, dass bei erhöhter Temperatur niedrige Lastniveaus festgelegt werden. Dies ist mittels der Regulierung des Versorgungs-Luftdrucks des Pneumatikzylinders leicht möglich.

Danksagung – Das IGF-Vorhaben „Tacitus FAQs – Eruierung und Klärung von Aspekten für eine wirtschaftliche Anwendung von Laubholzkonstruktionen mit eingeklebten Stäben“ (Nr. 21550 N) wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Die Autoren danken dem BMWK für die Finanzierung sowie den Projektpartnern der Fa. neue Holzbau AG, Fa. Pollmeier, Fa. Jowat und Fa. Würth für die Bereitstellung der untersuchten Materialien. Ein weiterer Dank gilt den Forschungspartnern vom Fraunhofer

IFAM in Bremen und der Hochschule RheinMain in Wiesbaden für die exzellente wissenschaftliche Zusammenarbeit.

Literatur

[1] Ramage, H.; Burridge, H.; Busse-Wicher, M.; Fereday, G.; Reynolds, T.; Darshil, U.S.; Wu, G.; Yu, L.; Fleming, P.; Densley-Tingley, D.; Allwood, J.; Dupree, P.; Linden, P.F.; Scherman, O.: The wood from the trees: The use of timber in construction, Renewable and Sustainable Energy Reviews 68, (2017) S.333-359.

[2] Stepinac, M.; Rajčić, V.; Hunger, F.; van de Kuilen, J.W.G.: Glued-in rods in beech laminated veneer lumber. European Journal of Wood and Wood Products 74 (2016) S.463–466

[3] Hanewinkel, M.; Cullmann, D.A.; Schelhaas, M.-J.; Nabuurs, G.-J.; Zimmermann, N.E.: Climate change may cause severe loss in the economic value of European forest land. Nature Climate change (2012) S. 203–207.

[4] Grunwald, C.; Vallée, T.; Fecht, S.; Bletz-Mühldorfer, O.; Diehl, F.; Bathon, L.; Myslicki, S.; Scholz, R.; Walther, F.: Rods glued in engineered hardwood products part I: Experimental results under quasi-static loading. International Journal of Adhesion and Adhesives 90 (2019) S. 163-181.

[5] Grunwald, C.; Vallée, T.; Fecht, S.; Bletz-Mühldorfer, O.; Diehl, F.; Bathon, L.; Myslicki, S.; Scholz, R.; Walther, F.: Rods glued in engineered hardwood products part II: Numerical modelling and capacity prediction. International Journal of Adhesion and Adhesives 90 (2019) S. 182-198.

[6] Myslicki, S.; Bletz-Mühldorfer, O.; Diehl, F.; Lavarec, C.; Vallée, T.; Scholz, R., Walther, F.: Fatigue of glued-in rods in engineered hardwood products - Part I: Experimental results. The Journal of Adhesion 95, 5-7 (2019) S. 675-701.

[7] Myslicki, S.; Walther, F.; Bletz-Mühldorfer, O.; Diehl, F.; Lavarec, C.; Beber, V.C., Walther, F.: Fatigue of glued-in rods in engineered hardwood products - Part II: Numerical modelling. The Journal of Adhesion 95, 5-7 (2019) S. 702-722.

[8] Lartigau, J.; Coureau, J.-L.; Morel, S.; Galimard, P.; Maurin, E.: Effect of temperature on the mechanical performance of glued-in rods in timber structures. International Journal of Adhesion and Adhesives 57, (2015) S. 79–84.

[9] Gerhards, C.C.: Effect of moisture content and temperature on the mechanical properties of wood: an analysis of immediate effects. Wood and Fiber Science, (1982) S.4-36.

[10] Aicher, S.; Dill-Langer, G.: Influence of moisture, temperature and load duration on performance of glued-in rods. In: Proceedings RILEM PRO 22: Rilem Symposium 2001 - Joints in Timber Structures; (2001) S.1-10.

GPU-basierte Bildkorrelation für uni- und biaxiale Risswachstumsversuche

GPU-based DIC system for uni- and biaxial crack growth experiments

A. Blug, A. Bertz, D. Carl, Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik IPM, Freiburg
F. Conrad, C. Kontermann, M. Oechsner, Zentrum für Konstruktionswerkstoffe,
Technische Universität Darmstadt

Kurzfassung – Die optische Bildkorrelation kann aufgrund ihres Messprinzips viele für Risswachstumsprüfungen relevante Messgrößen berührungsfrei erfassen. Allerdings sind konventionelle Systeme zu langsam, um z. B. den Empfehlungen der ASTM E647 zu entsprechen. Grafikkarten (GPU) in Kombination mit schnellen Kameras mit einer Übertragungsrate von mehr als 3 GB/s können Bilder mit 1,5 kHz aufnehmen und bis zu 74.000 DIC-Messpunkte pro Sekunde auswerten. Das ermöglicht dehnungsgeregeltes Risswachstum und eine umfassende Auswertung der Rissflankenverschiebung in einem Sensor. Die Ergebnisse werden mit denen von ACPD und bruchmechanischen FE-Modellen verglichen.

Abstract – Due to its measuring principle, optical image correlation can record many measured variables that are relevant for crack growth tests without contact. However, conventional systems are too slow to comply with the recommendations of ASTM E647, for example. Graphics processing units (GPU) in combination with fast cameras with a transfer rate of more than 3 GB/s make it possible to capture images at up to 1.5 kHz and to evaluate up to 74,000 DIC measurement points per second. This enables strain-controlled crack growth and comprehensive evaluation of crack flank displacement in one single sensor. The results are compared with those from ACPD and fracture mechanical FE models.

Keywords: digital image correlation (DIC); graphics processing unit (GPU); crack growth experiments

1 Einleitung

Die digitale Bildkorrelation („digital image correlation“, DIC) ist ein in der Materialforschung etabliertes Bildverarbeitungsverfahren zur subpixel-genauen Messung von Dehnungen und Verschiebungen in zwei oder drei Dimensionen [1]. Die Korrelation wird verwendet, um verschobene Bildbereiche aus einem Referenzbild anhand einer Ähnlichkeitsmessung in einem zweiten Messbild wiederzufinden. So kann z. B. die Längenänderung durch die integrale Dehnung analog zu mechanischen Extensometern als Differenz der Verschiebung zwischen zwei Bildbereichen gemessen werden. In Risswachstumsversuchen eignet sich dieses Messprinzip zur berührungsfreien Erfassung mehrerer relevanter Messgrößen. Diese reichen von der integralen Dehnung im Bereich der Prüfzone über die Detektion des Risspfads und der Risslänge, bis hin zur Rissflankenverschiebung, um das Öffnungs- und Schließverhalten der sich formenden Risse zu charakterisieren [2, 3].

Allerdings ist das Verfahren aufgrund der hohen Rechenlast auf konventionellen Prozessoren zu langsam. So empfiehlt beispielsweise die ASTM E647 für die Compliance, also für das Verhältnis aus Längenänderung und Kraft zur Bestimmung des Rissschließzeitpunktes, eine Auflösung von Kraft und Dehnung von 2 % Peak-Peak [4]. Dies bedeutet, dass Ermüdungszyklen mit mindestens je 50 Kraft- und Dehnungsmessungen auf der steigenden und der fallenden Flanke aufgelöst werden müssen. Bei Zyklusfrequenzen von 5 Hz sollte das Dehnungsmesssystem also mindestens eine Messrate von 500 Hz haben. Bei dehnungsgeregelten Risswachstumsversuchen gemäß der ASTM E606 wird sogar eine Auflösung von 1 % empfohlen, die Anforderung an die Dehnungsmessrate also verdoppelt [5]. Außerdem müssen Oberflächen der Bruchmechanikprobe oftmals mit einem „Speckle-Lack“ präpariert werden, was einerseits die Detektion der Rissspitzen erschweren kann und andererseits thermische Eigenschaften der Probe wie z. B. die Emissivität beeinflusst. Zur Beschleunigung der Bildkorrelation gab es in den letzten Jahren Umsetzungen auf Grafikkarten („Graphics Processing Unit“, GPU) [6]. Fast alle dieser Implementierungen sind für die Messung sogenannter

Verschiebungsfelder mit mehreren tausend Messpunkten je Kamerabild optimiert, wodurch sie sich zur Auswertung von Rissflankenverschiebungen eignen [3].

Dieser Beitrag zeigt Ergebnisse aus dem FVV-Forschungsvorhaben ARIMA („Absicherung Risswachstum mehrachsig“) zum beanspruchungsnahen Risswachstumsverhalten von Stahl, Titan- und Nickel-Basis-Werkstoffen bei Raumtemperatur sowie bei Temperaturen bis 625 °C. Dazu wurde ein 2D-Bildkorrelationssystem auf einer GPU implementiert und mit einer schnellen Kamera mit kombiniert, die bis zu 3 GB/s an Bilddaten übertragen und in Echtzeit auswerten kann. Diese Kombination ermöglicht es, Bilder mit bis zu 1,5 kHz Messrate aufzunehmen und bis zu 74.000 DIC-Messpunkte pro Sekunde auszuwerten.

2 Messung von integraler Dehnung und Dehnungsfeld

Bild 1 zeigt links den Messkopf des Systems an der eingesetzten biaxialen Prüfmaschine. Rechts ist das Kamerabild der polierten Probenoberfläche, die markierungsfrei – also ohne Specklelack – vermessen wird, dargestellt. Dem Kamerabild grün überlagert ist die Messung der integralen Dehnung entlang der Maschinenachsen mit einer Basislänge von 10 mm analog zu mechanischen Extensometern. Im „Full-Field-Modus“ werden die Risskontur sowie die Rissflankenverschiebung richtungsunabhängig an bis zu 40.000 DIC-Messpunkten je Kamerabild im Dehnungsfeld ausgewertet. Für die biaxiale Dehnungskontrolle wird ein Bildfeld von 8,0 x 7,7 mm² (1600 x 1540 Pixel) mit einer Bildrate von 850 Hz erfasst, die für eine 1 %ige Auflösung von dreieckigen Dehnungszyklen von 4 Hz ausreicht; für die einachsige Dehnungskontrolle wird das FOV auf 12,8 x 4,4 mm² (2560 x 880 Pixel) reduziert, um die Bildrate – und somit die Messrate für die integrale Dehnung - auf 1500 Hz zu erhöhen.

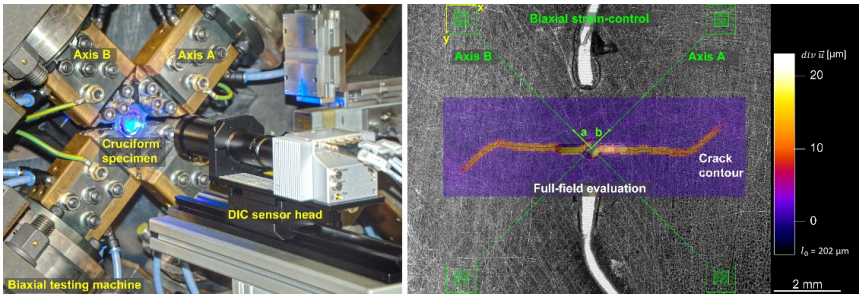


Bild 1: Links: Messkopf des GPU-basierten Bildkorrelationssystems an einer biaxialen Prüfmschine, das sowohl die integrale Dehnung entlang der Achsen A und B als auch die Rissflankenverschiebung im Dehnungsfeld messen kann (rechts).
Left: DIC sensor head in front of the biaxial testing machine equipped with a cruciform specimen. The DIC system is suitable both, integral strain measurement along axes A and B and crack flank displacements in full-field analysis (right).

Die schnelle Verarbeitung hochauflösender Bilder ermöglicht neben der reinen Rechengeschwindigkeit auch einen weiteren wesentlichen Fortschritt, nämlich die markierungsfreie Bildkorrelation. Man erkennt das am Kamerabild auf der rechten Seite von Bild 1, welches die unbehandelte metallische Oberfläche der Probe zeigt. Dies vereinfacht die Probenpräparation, da die Oberfläche nicht mehr mit Markern wie Speckle-Lack behandelt werden muss. Dieser erzeugt ein Zufallsmuster zur besseren Identifizierung einzelner Bildbereiche [1]. Durch die verbesserte Auflösung der Kamera können diese Marker durch die ebenfalls zufällige Mikrostruktur der Probenoberfläche ersetzt werden [2]. Das Kamerabild in Bild 1 rechts zeigt daher die unbehandelte Probenoberfläche, wie sie für die markierungsfreie Korrelation verwendet wird. Neben der Zeitersparnis bei der Probenpräparation bietet die Markierungsfreiheit den zusätzlichen Vorteil, dass es keine Delamination des Speckle-Lacks von der Probe geben kann, die die Rissdetektion beeinträchtigen kann.

Für die nachfolgend gezeigten Messergebnisse wurden die in Bild 2 gezeigten Kreuzproben in Kombination mit einem planaren biaxialen Prüfstand verwendet. Die Kreuzproben sind 110 mm breit und im Einspannbereich 8 mm dick. Über die Lastarme der Achsen A und B wird in der Mitte der Probe ein definierter mehrachsiger Spannungszustand eingeleitet, wobei der Probenmittelteil einen lateralen Durchmesser von 15 mm und eine Dicke von 1,8 mm aufweist. Um Ermüdungsrissexperimente durchzuführen und das Risswachstum an einer definierten Stelle auszulösen, wird eine Rissstartkerbe durch Drahterodieren mit zwei verschiedenen Ausrichtungen (0 und 45°) hergestellt. Der biaxiale Prüfstand an der TU Darmstadt wird u. a. für Kriechermüdungs- sowie für zyklische Ermüdungsversuche verwendet [7–9]. Er verfügt auch über eine Potentialsonde („Alternating Current Potential Drop“, ACPD), welche die Risstiefe als Referenz für die DIC anhand einer Widerstandsmessung bestimmt.

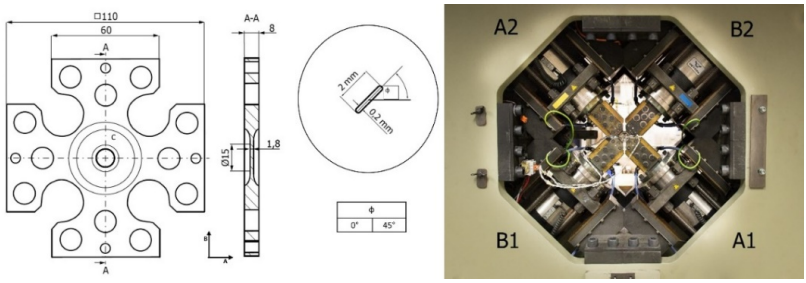


Bild 2: Links: Kreuzprobe für biaxiale Risswachstumsversuche. Detail C zeigt die Orientierung der Rissstartkerbe. Rechts: Biaxiale Prüfmaschine. Der Sensorkopf aus Bild 2 wurde auf der Rückseite montiert. Left: Cruciform specimen for biaxial loading with detail C showing the orientation of the crack-starter notch. Right: Biaxial testing machine. The DIC sensor head is mounted on the back side of the frame.

3 Integrale Dehnungsmessung während des Risswachstums

Die integrale Dehnung benötigt lediglich zwei Korrelationsmesspunkte je Achse – so wie es auf der rechten Seite von **Bild 1** für das biaxiale Prüfsystem dargestellt ist. Da die Auswerterate auf der GPU mit 74.000 Hz wesentlich höher ist als die Bildrate der Kamera von 1500 Hz, können mehrere integrale Dehnungen je Kamerabild gemessen werden. Diese werden mit einer Latenz von etwa 2 ms ausgewertet und – wie bei mechanischen Extensometern – als Analogsignal an den PID-Regler des Prüfstandes weitergegeben. Auf diese Weise kann das optische System direkt ein mechanisches Extensometer ersetzen.

Bild 3 zeigt die Reaktion des Regelkreises auf dreiecksförmige Dehnungskurven mit einer nominellen Amplitude von 10 µm auf der B-Achse und von 0 µm auf der A-Achse, die die Querkontraktion kompensieren. Links sind die Längenänderungssignale $\Delta l_a(t)$ und $\Delta l_b(t)$ zusammen mit den Kraftsignalen $F_a(t)$ und $F_b(t)$ des PID-Reglers für eine Zyklusfrequenz von 1 Hz dargestellt. Auf der rechten Seite wird das Signal bei einer Zyklusfrequenz von 5 Hz aufgrund der großen bewegten Massen des biaxialen Prüfstandes sinusförmiger. Der kaskadierte Regelkreis ist jedoch recht komplex, da der PID-Regler die Längenänderungen $\Delta l_a(t)$ und $\Delta l_b(t)$ in Kräfte für jede Achse umsetzen muss.

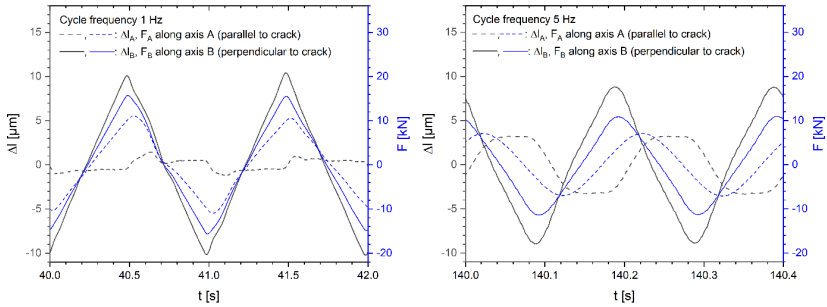


Bild 3: Optisch dehnungskontrollierte Experimente, die durch einen 7 mm langen Riss parallel zur A-Achse gestört wurden. Die Diagramme zeigen die Dehnungssignale, die für Dehnungsamplituden von 10 µm auf der B- und 0 µm auf der A-Achse bei Zyklusfrequenzen von 1 Hz (links) und 5 Hz (rechts) gemessen wurden.
Optically strain-controlled experiments perturbed by a 7 mm crack parallel to A-axis. The graphs show the elongation signals obtained for 10 µm elongation amplitude on axis B for cycle frequencies of 1 Hz (left) and 5 Hz (right).

Große Risse stellen für den Regelkreis eine Störung dar, da sich die Steifigkeit der Probe – wie sie über die Compliance gemessen wird - beim Öffnen oder Schließen des Risses sprunghaft ändert. Die in Bild 3 gezeigte Probe mit einem 7 mm langen Riss parallel zur A-Achse demonstriert daher die Stabilität des Regelkreises in einem Worst-Case-Szenario. Nach unserer Kenntnis ist es das weltweit erste optische System zur biaxialen Dehnungsregelung.

4 Bestimmung der Risskontur im Dehnungsfeld

Die Messung der Risstiefe sowie der Rissflankenverschiebungen setzt ein ortsaufgelöstes Dehnungsfeld mit einer Vielzahl von Korrelationspunkten je Kamerabild voraus, die typischerweise einmal pro Zyklus – z. B. unter maximaler Last – ausgewertet werden. Diese Messpunkte werden in einem regelmäßigen Gitter angeordnet, damit lokale Längenänderungen über Ableitungsoperatoren wie z. B. der Divergenz richtungsunabhängig bestimmt werden können. Das GPU-basierte System kann bis zu 40.000 Korrelationspunkte je Kamerabild auswerten. Das Ergebnis sind dann Verschiebungsfelder, wie sie in Bild 4 links dem Kamerabild überlagert sind. Der Riss zeichnet sich durch eine sprunghafte Änderung der Verschiebung aus. Diese Verschiebungssprünge werden über Ableitungsoperatoren gemessen – wie z. B. der Divergenz, wie sie u. a. in ähnlicher Weise bei der Bestimmung des J-Integrals verwendet wird. Die Divergenz, wie sie auf der rechten Seite von Bild 4 dargestellt ist, stellt ein direktes Maß für die Öffnung des Risses dar. Daher eignet sie sich sehr gut, um den Risspfad $p(s)$ zu bestimmen. Entlang dieses Risspfades wird die Position der Rissspitze über einen Schwellwert bestimmt. Die Risslänge ist dann die Länge, auf der die Rissöffnung einen Wert von 2 µm überschreitet. Die Risstiefe a zur Berechnung des Paris-Diagramms ist die halbe Länge des Risspfades. Entsprechend wurde auch die Position s entlang des Risspfades symmetrisch gewählt.

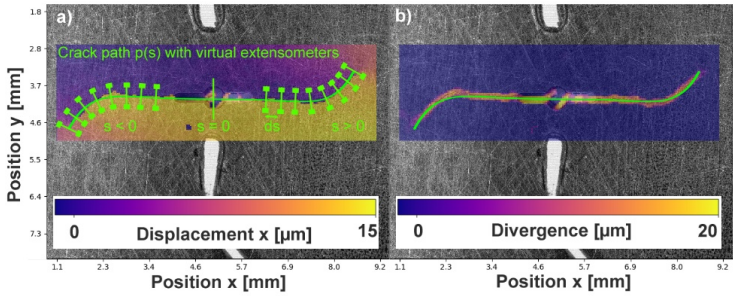


Bild 4: Richtungsunabhängige Auswertung des Verschiebungsfeldes. a) Verschiebung in x-Richtung (y-Richtung ist ähnlich) mit Risspfad $p(s)$ und virtuellen Extensometern (grüne Linien).
b) Die Divergenz des Verschiebungsfeldes zeigt die lokale Rissöffnung an.
Direction-independent of full-field displacements. a) Displacement in x-direction (y-direction is similar) with crack path p(s) (green lines) and virtual extensometers. b) Divergence of the displacement field measuring local crack opening.

Entlang des Risspfades können in beliebigen Schrittweiten ds – wie in Bild 4 gezeigt – sogenannte „virtuelle Extensometer" zur Bestimmung der Rissflankenverschiebungen in Mode-I- oder Mode-II-Richtung definiert werden. Wenn alle Bilder eines Zyklus ausgewertet werden, kann an diesen Punkten sehr genau das lokale Rissschließverhalten studiert werden [10, 11].

Bild 5 zeigt zwei Risswachstumskurven: einmal für einen Titan-Werkstoff Ti6246 bei Raumtemperatur und einer Last von 18 kN auf beiden Achsen, was einem anfänglichen zyklischen Spannungsintensitätsfaktor ΔK von 20 MPa√m entspricht (links). Die zweite Kurve wurde für IN718 bei einer Temperatur von 625 °C bestimmt. Die Risstiefen beider Systeme stimmen innerhalb der von ASTM E347 geforderten Abweichung von ± 0,1 mm (Standardabweichung) gut überein. Die 124 DIC-Messpunkte, die während der knapp 75.000 Zyklen automatisch und ohne Unterbrechung des Experiments gemessen wurden, entsprechen gewissermaßen den Rohwerten der ACPD (die nicht in Bild 5 dargestellt werden – die ACPD-Widerstandswerte sind bereits geglättet und anhand von Mikroskopmessungen kalibriert). Um die für die Paris-Darstellung benötigte Rissfortschrittskurve da/dN zu berechnen, wurde an diese DIC-Rohdaten für die Risstiefe a ein Polynom zweiten Grades angepasst und abgeleitet. Die Standardabweichung (RMS-Wert) der Anpassung betrug 20 µm beim Titan und 22 µm bei der IN718-Legierung, was als Maß für die Reproduzierbarkeit der DIC-Risstiefenmessung angesehen werden kann.

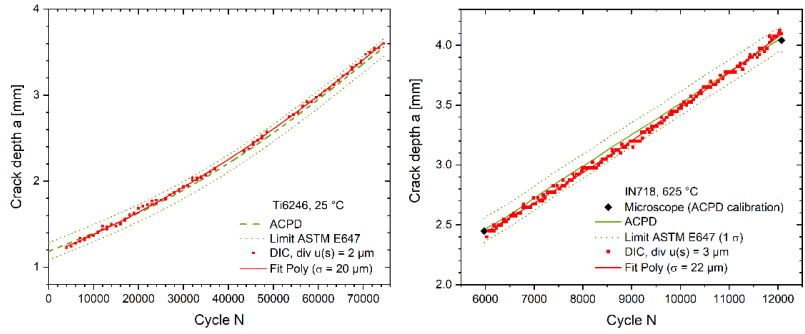


Bild 5: a) Risswachstumskurven aus ACPD (grüne Linie) und DIC (rote Punkte) für einen Titan-Werkstoff bei Raumtemperatur (links) sowie für einen IN718-Werkstoff bei 625 °C (rechts).
Crack growth curves measured by ACPD (green dashed lines) and DIC (red dots) for a Titanium ally at room temperatures (left) and for a IN718 material at 625 °C (right).

5 Vergleich mit bruchmechanischem FE-Modell

Das Verschiebungsfeld links in Bild 4 stellt die Antwort der Probe – in diesem Fall 26NiCrMoV14 Stahl – auf die Last von 35 kN auf Achse A und 17 kN auf Achse B dar. Diese Antwort eignet sich sehr gut zum Vergleich der berechneten Antwort eines bruchmechanischen FE-Modells [12]. In diesem Fall wurde der s-förmige Risspfad $p(s)$ aus Bild 4 für ein linear-elastisches Abaqus-Model der Kreuzprobe vernetzt und dem Verschiebungsfeld überlagert. Das Ergebnis ist in Bild 6 dargestellt. Links ist die gemessene Verschiebung $U_{A,DIC}$ entlang der Achse A als 3D-Oberfläche dargestellt. Rechts wurde diese Oberfläche der berechneten Antwort $U_{A,FEM}$ überlagert – dargestellt sind die Gitterpunkte der FEM.

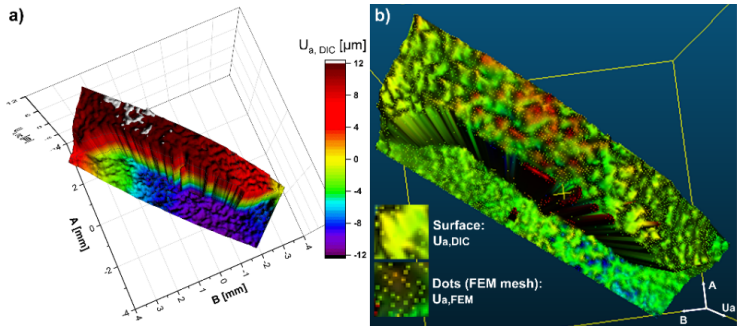


Bild 6: a) Gemessene Verschiebung $U_{A,DIC}$ entlang der Achse A. b) Überlagerung von gemessener Verschiebung $U_{A,DIC}$ (Oberfläche) und berechneter Verschiebung $U_{A,FEM}$. (Punkte) für den gemessenen Risspfad $p(s)$ aus **Bild 4**. Die Farbe zeigt die Differenz $U_{A,DIC} - U_{A,FEM}$ an (siehe Text).
a) Measured displacement $U_{A,DIC}$ along axis A. b) Calculated displacement $U_{A,FEM}$ (dots) mapped on DIC displacements $U_{A,DIC}$ (surface). The color of the surface shows the difference $U_{A,DIC} - U_{A,FEM}$ between measurement and fracture mechanical model (see text below).

Die Farbe in Bild 6**b** entspricht der Abweichung $U_{A,DIC} - U_{A,FEM}$ zwischen gemessener und berechneter Antwort der gerissenen Probe. In den roten Bereichen ist sie größer als 0,5 µm; in den blauen Bereichen ist sie kleiner als -0,5 µm. Die Standardabweichung zwischen beiden Verschiebungen beträgt 0,4 µm – also nur geringfügig mehr als das Rauschen der DIC. Dies zeigt auch für diesen komplexen Belastungsfall die exzellente Übereinstimmung zwischen bruchmechanischem Modell und Experiment.

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Echtzeit-Verarbeitung auf der Grafikkarte ermöglicht schnelle 2D-Bildkorrelationsmessungen gemäß den Empfehlungen von ASTM E647 und ASTM E606. Das System kann sowohl integrale Dehnungen wie ein mechanisches Extensometer messen als auch Dehnungs- und Verschiebungsfelder zur Bestimmung der Rissflankenverschiebungen. Die gemessenen Risstiefen haben eine Reproduzierbarkeit im Bereich von 20 µm und stimmen sehr gut mit denen der ACPD überein. Das System ersetzt also diese beiden Sensoren und bietet darüber hinaus zusätzliche Möglichkeiten, wie etwa eine Messung der Risskontur und den Vergleich komplexer Verformungszustände mit bruchmechanischen FE-Modellen. Das hier für biaxiale Messungen vorgestellte Konzept funktioniert auch für uniaxiale Messungen an Cornercrackproben [12–14].

Danksagung – Die vorgestellten Ergebnisse basieren auf dem BMWi/IGF-Projekt ARIMA. Die Autoren bedanken sich bei der Forschungsvereinigung für Verbrennungskraftmaschinen e.V. (AiF Nr. 20239 N/1, Projektlaufzeit: 10/2018 - 03/2022) und dem Forschungskuratorium Maschinenbau e.V. (FKM Nr.: 6013251) für die finanzielle Unterstützung. Besonderer Dank

gilt dem Arbeitskreis unter dem Vorsitz von Dr. Andreas Fischersworring-Bunk (MTU Aero Engines AG) sowie allen Industriemitgliedern des Projektlenkungsausschusses.

Literatur

[1] M. A. Sutton *et al.,* “Recent Progress in Digital Image Correlation: Background and Developments since the 2013 W M Murray Lecture,” *Exp Mech*, vol. 57(1) (2017), S. 1–30.

[2] A. Blug *et al.,* “Real-Time GPU-Based Digital Image Correlation Sensor for Marker-Free Strain-Controlled Fatigue Testing,” *Applied Sciences*, vol. 9(10) (2019) S. 2025 ff.

[3] J. Tong, “Full-field characterisation of crack tip deformation and fatigue crack growth using digital image correlation-a review,” *Fatigue Fract Eng Mater Struct*, vol. 41(9) (2018), S. 1855–1869.

[4] *Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates*, E647− 15, ASTM, West Conshohocken, PA, Jul. 2016.

[5] *Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing*, ASTM E606, E08 Committee, West Conshohocken, PA, 2012.

[6] M. Thiagu, S. J. Subramanian, R. Nasre, “High-speed, two-dimensional digital image correlation algorithm using heterogeneous (CPU-GPU) framework,” *Strain*, vol. 56(3) (2020), S. 1.

[7] C. Kontermann, *Entwicklung und Validierung eines FEM-basierten Rissfortschrittsmodells zur Beschreibung von Stützwirkung unter Kriechermüdungsbeanspruchung*. Dissertation. Darmstadt: TUprints, 2017.

[8] A. Erbe *et al.,* “A systematic experimental study on the impact of multiaxiality on fatigue life of cast steels at high temperature,” *Procedia Structural Integrity*, vol. 38 (2022), S. 192–201.

[9] A. Simon, A. Scholz, and C. Berger, “Validation of creep fatigue lifetime calculation methods for the application to steam turbine rotors, Variable Amplitude Loading, Darmstadt,” *Proceedings, DVM, I* (2009), S. 505–516.

[10] L. Patriarca, S. Foletti, S. Beretta, and G. Hénaff, “LCF and crack growth: Recent results obtained by DIC,” *MATEC Web Conf.*, vol. 165 (2018) S. 1001.

[11] Y. Hos, J. L.F. Freire, and M. Vormwald, “Measurements of strain fields around crack tips under proportional and non-proportional mixed-mode fatigue loading,” International Journal of Fatigue, vol. 89(6) (2016), S. 87–98.

[12] F. Conrad, A. Blug *et al.,* “GPU-based digital image correlation system for uniaxial and biaxial crack growth investigations,” *Procedia Structural Integrity*, vol. 28 (2020), S. 2195–2205.

[13] F. Conrad, C. Kontermann, *et al.,* “Influence of multiaxial far field loading on the fatigue crack-growth behaviour by using corner-crack and cruciform specimen,” *Turbo Expo 2022 Turbomachinery Technical Conference, Rotterdam, NL*, GT2022-79394, (2022).

[14] F. Conrad *et al.,* “Direction- and path-independent DIC strain-field evaluation for uniaxial and biaxial fatigue crack growth investigations,” *DVM Proceedings LCF9 Ninth International Conference on Low Cycle Fatigue (*2022) S. 47-52.

Legierungsmodifikation und Einsatz hybrider Fräsprozesse zur Optimierung der Zerspanungssituation Ni-basierter Verschleißschutzauftragschweißungen mit definierten Oberflächen

Alloy modification and usage of hybrid milling processes to optimize the cutting situation of Ni-based clad welds with defined surfaces

M. Giese, D. Schröpfer, T. Kannengießer, BAM – Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin
T. Müller, K. Treutler, V. Wesling, ISAF – Institut für Schweißtechnik und Trennende Fertigungsverfahren, Clausthal-Zellerfeld

Kurzfassung – Die Bestrebungen zur Verringerung der CO_2-Emissionen erfordern hochbelastbare und effiziente Komponenten aus Stahl in der Anlagen-, Verfahrens- und Kraftwerkstechnik. Hierfür sind in zunehmendem Maße auf den Anwendungsfall und Stahlwerkstoff abgestimmte Verschleißschutzschichten und definierte, zerspante Oberflächen notwendig. Die hohen Härten dieser Schichten und der Einsatz konventioneller Co-basierter Verschleißwerkstoffe führen oftmals zu unwirtschaftlichen Bauteilen, gerade aufgrund hohen Werkzeugverschleißes bei der Zerspanung mit geometrisch bestimmter Schneide. Erkenntnisse über den Einsatz Ni-basierter Verschleißwerkstoffe und die Optimierung der Zerspanbarkeit mittels Legierungsmodifikationen und moderner hybrider Fräsprozesse ohne Verschlechterung der Verschleißschutzeigenschaften sind deshalb für die Anwender und Verarbeiter zur wirtschaftlichen Fertigung hochbelasteter Stahlbauteile wesentlich. Der vorliegende Beitrag stellt die Untersuchungsmethodik eines aktuell laufenden Vorhabens der TU Clausthal und BAM, Berlin, vor. Fokus liegt hierbei auf den hochinstrumentierten Fräsexperimenten, die eine reproduzierbare Analyse und Korrelation zwischen den mikrostrukturellen Eigenschaften der auftraggeschweißten Legierungen, dem Zerspanprozess und der Zerspanbarkeit, insbesondere der resultierenden Oberflächenintegrität, ermöglichen sollen.

Stichwörter: Ultraschallunterstütztes Fräsen, Zerspankräfte, Verschleißschutz, Oberflächenintegrität

Abstract – Efforts to reduce CO_2 emissions require highly resilient and efficient components made of steel in plant, process and energy technology. This requires wear protection coatings and defined, machined surfaces that are increasingly tailored to the application and steel material. The high hardness of these coatings and the use of conventional Co-based wear materials often lead to uneconomical components, especially due to high tool wear during machining with geometrically defined cutting edges. Findings on the use of Ni-based wear materials and the optimisation of machinability by means of alloy modifications and modern hybrid milling processes without deterioration of the wear protection properties are therefore essential for applications and manufacturers for the economic production of highly stressed steel components. This article presents the research methodology of a current project of TU Clausthal and BAM, Berlin. The focus here is on the highly-instrumented milling experiments, which are intended to enable a reproducible analysis and correlation between the microstructural properties of the clad welded alloys, the machining process and the machinability, in particular the resulting surface integrity.

Keywords: ultrasonic assisted milling, cutting force, wear protection, surface integrity

1 Einleitung

Auf dem Weg zur Klimaneutralität werden immer höhere Anforderungen an hochbeanspruchte Bauteile im Anlagenbau und in der Verfahrenstechnik gestellt [1]. So wird der Schutz von Spezialkomponenten aus Stahl wie in Schneckenmaschinen oder zur Reinigung heißer Abgase, durch das Auftragen spezieller an den Anwendungsfall angepasster Verschleißschutzschichten erreicht. In vielen dieser hochbelasteten Bereiche werden konventionell Co-Legierungen, wie z. B. Stellite, plasmaauftraggeschweißt (PTA). Mithilfe solcher Werkstoffe wird der Verschleißschutz im Wesentlichen je nach Einsatztemperatur durch Karbide, Boride oder durch intermetallische Phasen im Gefüge, wie z. B. Laves-Phasen, gewährleistet. Der Rohstoff Kobalt unterliegt einem sehr hohen Preis- und Lieferrisiko und ist zunehmend res-

sourcenkritisch. Hinzu kommen die gesundheitlichen Risiken durch Kobalt und erheblich abgesenkten Grenzwerte sowie wachsende Anforderungen für die korrosive Beanspruchbarkeit bei erhöhten Temperaturen. Daher werden solche Verschleißschutzsysteme zukünftig in stark wachsendem Maße durch Ni-Basis-Werkstoffe ersetzt [2, 3]. Daneben bestehen zunehmende Forderungen der Industrie nach definierten zerspanten Oberflächen. Die wirtschaftliche Zerspanung mit definierter geometrischer Schneide von Ni-Verschleißschutzschichten ist jedoch bisher aufgrund der hohen Härte und niedrigen Wärmeleitung oftmals nicht möglich [4, 5, 6].

Ein Forschungsvorhaben der TU Clausthal und BAM, Berlin, fokussiert daher Untersuchungen zum Verschleißschutz hochbelasteter Stahlbauteile durch intermetallische nickelbasierte Hartphasenauftragschweißungen mit dem Ziel, die Zusammenhänge zwischen der chemischen Zusammensetzung der Schutzschicht und der Zerspanbarkeit durch moderne hybride Fräsverfahren, wie dem ultraschallunterstützten Fräsen, zu erarbeiten. Durch die Betrachtung von zwei Einsatz- bzw. Temperaturbereichen sollen möglichst breite Anwendungen abgedeckt werden, zum einen für einen hohen Temperaturbereich bis 750 °C bei hoher korrosiver Beanspruchung hochwarmfester Stähle mit einer NiMoCrSi-Verschleißschutzlegierung (z. B. Rauchgasreinigung) und zum anderen für Temperaturbereiche bis 300 °C bei hohen korrosiven und tribologischen Beanspruchungen von Nitrierstählen, bei denen NiCrSiFeB-Legierung (z. B. Schneckenmaschinen) eingesetzt werden. Mittels Zugabe geringer Mengen an Legierungselementen soll die Zerspanbarkeit durch gezielte Einstellung der Hartphasengröße, -struktur und -ausrichtung verbessert werden, ohne das Verschleißschutzpotential zu mindern. Bisherige Untersuchungen zeigten bspw. bei Zugabe von Al zu einer Nickellegierung eine feinere Verteilung der Laves Phasen sowie bei Zugabe von Nb eine deutliche Verfeinerung des Gefüges [7,8]. Neben der Auswirkung der Legierungsmodifikation auf die Zerspanbarkeit sind die Anbindung zum Grundwerkstoff, Aufmischung sowie metallurgische und fertigungsbedingte Einflüsse und Beanspruchungen am Übergang zum jeweiligen Stahlwerkstoff Schwerpunkte der Analysen. Mikrostrukturänderung hin zu feineren Gefügen hat direkten positiven Einfluss auf die Zerspanbarkeit insbesondere auf die Werkzeugstandzeit, die auftretenden Zerspankräfte und die entstehenden Oberflächengüten [9, 10]. Der Einsatz hybrider Zerspanprozesse, wie ultraschallunterstütztes Fräsen, ermöglicht ferner, die Belastungen für Werkzeug und Werkstückoberfläche zu reduzieren. Dies resultiert aus der hochfrequenten Oszillation des Werkzeuges bzw. der Schneide relativ zum Werkstück während des Schneideingriffs [11,12]. In diesem Beitrag werden erste Ergebnisse für die Legierung NiCrSiFeB (Colmonoy 56 PTA) und die Methodik der Zerspanungsanalysen vorgestellt, mit deren Hilfe in dem Forschungsprojekt die Einflüsse der Legierungsmodifikation und Fräsparameter auf die Werkzeugstandzeit und Oberflächengüte korreliert werden.

2 Zerspanversuche

Zerspanbarkeitsanalysen erfolgten ohne Kühlschmierstoff auf einem für ultraschallunterstütztes Fräsen modifizierten 5-Achs-Bearbeitungszentrum (DMU 65, DMG MORI). Die Zusammensetzung der untersuchten NiCrSiFeB-Legierung ist: 68,5 % Ni, 18 % Cr, 5,3 % Si, 5,4 % Fe, 1,9 % B und 0,9 % C. Die Probe wurde nach dem Auftragschweißen auf der Oberfläche Plan geschliffen, um einen gleichmäßigen Werkzeugeingriff während der Versuche gewährleisten zu können. Als Werkzeug kam ein PVD-beschichteter (TiAlN/TiSiN) Vollhartmetall-Kugelfräser mit einem Durchmesser von 6 mm und vier Schneiden (Firma WOLF Werkzeugtechnik GmbH) zum Einsatz, vgl. **Bild 1**. Es wurden mit einem Werkzeug 11 Versuche mit unterschiedlichen Parametersätzen innerhalb eines Design of Experiment (DOE) durchgeführt, vgl. **Tabelle 1.**

Tabelle 1: Versuchsparameter
Table 1: Experimental data

Ultraschallunterstützung	**Anstellwinkel**	**Zustellbreite**
P_{US} = 0 bis 100 %	γ = -45°	a_e = 0,3 mm
Voreilwinkel	**Zustelltiefe**	**Ultraschallfrequenz**

λ = -45°		a_p = 0,3 mm				F_{US} = 41,1 kHz			
Versuchsnummer	1, 6, 11	2	3	4	5	7	8	9	10
Schnittgeschwindigkeit v_c in m/min	60	20	100	100	20	20	100	100	20
Zahnvorschub f_z in mm	0,06	0,1	0,02	0,02	0,02	0,1	0,1	0,1	0,02
US-Amplitude $\hat{u}$ in µm	3,5	0	0	7	0	7	0	7	0

Hierin ließen sich Schnittgeschwindigkeit, Zahnvorschub und Ultraschallunterstützung (US) variieren. Für jeden Parametersatz wurden 10 Zeilen gefräst. Das Werkzeug oszilliert bei US-Anregung in axialer Richtung mit einer Amplitude von bis zu 7 µm.

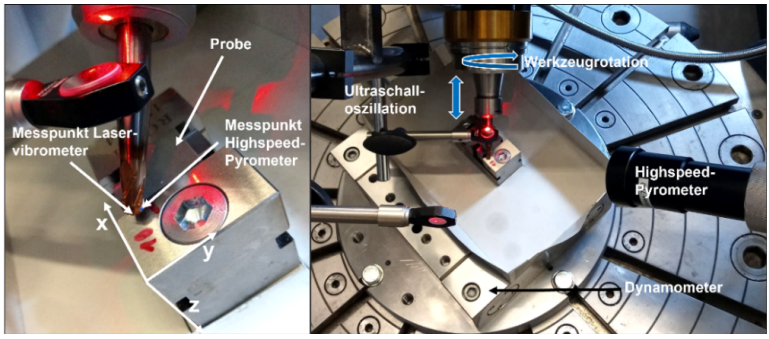


Bild 1: Versuchsaufbau
Figure 1: Experimental Setup

2.1 Zerspankraftanalyse

Mittels eines Piezo-Mehrkomponenten-Dynamometers (Kistler 9139AA) wurden die Zerspankräfte in *x*- (Vorschubkraft F_f), *y*- (Vorschubnormalkraft F_{fN}) und *z*-Richtung (Passivkraft F_p) gemessen. Aus den aufgenommenen Daten erfolgte die Berechnung der resultierenden Zerspankraft F_r nach Formel (1).

$$F_r = \sqrt{F_f^2 + F_{fN}^2 + F_p^2} \qquad (1)$$

Bild 2 zeigt exemplarisch die Zerspankräfte für eine Fräszeile und eine Werkzeugumdrehung. Dabei entspricht eine Kraftspitze einem Schneideingriff.

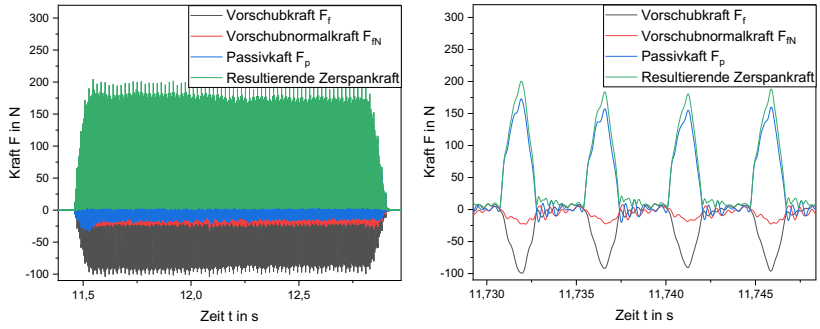


Bild 2: Zerspankräfte exemplarische für eine Fräszeile und eine Werkzeugumdrehung
Figure 2: Cutting forces exemplarily for one milling line and one tool revolution

2.2 Temperaturanalyse

Mittels eines Highspeed-Pyrometers (KLEIBER 740, Einstellzeit: 6 µs) erfolgte eine In-situ-Temperaturmessung der Werkzeugschneide während des Luftdurchlaufes, siehe Bild 1. Es wurde der Integralmittelwert T_m der Temperatur nach der Formel (2)

$$T_m = \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} T(t)dt \qquad (2)$$

berechnet, wobei t_1 dem Beginn und t_2 dem Ende des ausgewerteten Messabschnitts entspricht, siehe **Bild 3**.

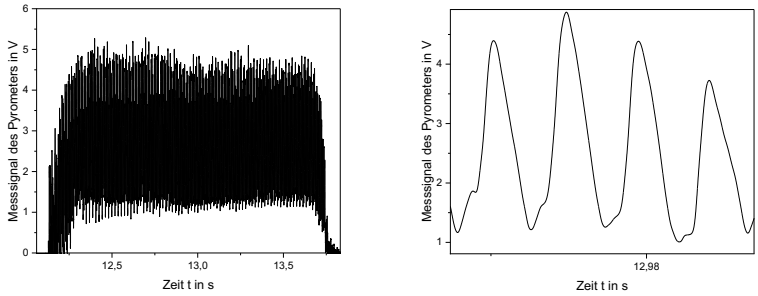


Bild 3: Exemplarische Darstellung der Temperaturauswertung
Figure 3: Exemplary illustration of the temperature evaluation

2.3 Schwingungsanalyse

Die Frequenz und die Amplitude der Ultraschalloszillation des Fräswerkzeuges wurden mittels eines Laser-Vibrometers (Messkopf: OFV-505, Controller: OFV-5000, Decoder: VD-09) an einem geometrisch gleichen Werkzeug, an dem für die Messungen eine plane Fläche orthogonal zur Rotationsachse im Schneidenbereich eingebracht wurde, vgl. **Bild 1**. Die erhaltenen Daten dienten der Erfassung der Eingangsfaktoren bzgl. US-Unterstützung, vgl. **Tabelle 1**.

3 Ergebnisse der Zerspanversuche

Es wurden bei jedem Parametersatz während des Zerspanens die Zerspankräfte und Temperaturen von 5 Fräszeilen gemessen und jeweils der Mittelwert gebildet, vgl. **Bild 4**. Folglich bilden die Streubalken den Kraft- bzw. Temperaturanstieg während des Zerspanprozesses ab. Der Zentralpunktversuch wurde bei der Durchführung des DOE als Versuchsnummer 1,6

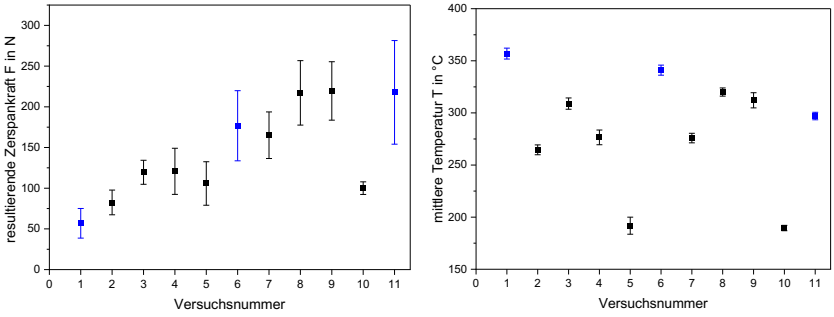


Bild 4: Vergleich der a) resultierenden Zerspankraft F und b) mittleren Temperaturen T
Figure 4: comparison of a) the resulting cutting force F and b) the mean temperature T

und 11 durchgeführt, vgl. **Bild 4**, blaue Markierung. Die Zerspankräfte sind in **Bild 4a** dargestellt. Anhand der über die Versuchsnummer bzw. -anzahl beinahe stetig ansteigenden Kräfte ist auf einen deutlichen Werkzeugverschleiß zu schließen. Dieser Verschleiß ist in **Bild 5a** durch deutliche Ausbrüche an der Freifläche des Werkzeugs erkennbar. Aufgrund der Bildung von Aufbauschneiden und Ausbrüchen entstehen größere Schwankungen in den Zerspankräften, die sich anhand der größeren Streubalken darstellen. Diese Effekte sind deutlich ebenso anhand der Werkstückoberfläche des elften Versuchs zu beobachten, vgl. **Bild 5b**. Die zerspante Oberfläche des ersten Versuchs mit neuem, scharfem Werkzeug zeigt ein gleichmäßiges Wellenmuster analog den Ergebnissen in [12] durch die US-Oszillation, vgl. **Bild 5c**. Die sich ergebenden Oberflächenrauheiten nehmen signifikant zu, vgl. **Tabelle 2**.

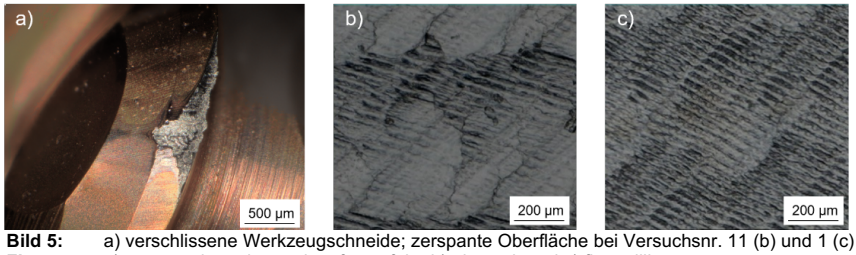


Bild 5: a) verschlissene Werkzeugschneide; zerspante Oberfläche bei Versuchsnr. 11 (b) und 1 (c)
Figure 5: a) worn cutting edge and surface of the b) eleventh and c) first milling test

Tabelle 2: Oberflächenrauheit
Table 2: Surface roughness

Versuchsnummer	1	11
R_a in µm	0,858	1,398
R_z in µm	13,861	22,964
R_q in µm	1,085	1,766

In **Bild 4b** sind die mittleren Temperaturen T_m dargestellt. Durch den starken Werkzeugverschleiß und die daraus folgenden Aufbauschneiden und Ausbrüche entstehen deutliche Schwankungen bei der Temperatur, die auf eine zunehmend instabile Zerspanungssituation hindeuten. An den Zentralpunkten ist zu erkennen, dass die Temperatur aufgrund dieser Effekte im Versuchsverlauf abnimmt. Die resultierenden mittleren Zerspankräfte sind zu Beginn der Versuchsserie kleiner als zum Ende hin. Die niedrigeren Kräfte lassen auf eine stabilere Zerspanung schließen, welche zu einer höheren Oberflächengüte führen. Aufgrund des Werkzeugverschleißes sinken die mittleren Temperaturen bei stärker verschlissenem Werkzeug trotz steigender Prozesskräfte. Diesem Zusammenhang ist mit weiterführenden Versuchen Rechnung zu tragen.

4 Zusammenfassung

Die Zerspanungssituation auftraggeschweißter Nickellegierungen kann mit den in dieser Studie gezeigten Prüf- und Analysenmethoden detailliert quantifiziert werden. Die In-situ-Temperaturmessung mithilfe eines Highspeed-Pyrometers der Werkzeugschneiden während des Luftdurchlaufes beim Fräsprozess zeigt durch die Defekte eine umgekehrte Proportionalität mit den Zerspankräften, die mithilfe eines Piezo-Mehrkomponenten-Dynamometers während des Zerspanvorgangs ermittelt wurden. Dabei korreliert der Werkzeugverschleiß mit der Zunahme der Zerspankräfte. Durch eine Vergrößerung der Streubalken innerhalb von zehn Fräszeilen lässt sich auf die Bildung von Ausbrüchen am Werkzeug und einen instabilen Zerspanungsprozess schließen. Die Werkzeugoszillation des ultraschallunterstützten Zerspanprozesses wurde mittels eines Laser-Vibrometers ermittelt, so dass sich zukünftig auch die Einflüsse aus Frequenz und Amplitude der Werkzeugoszillation analysieren lassen.

Anhand der dargestellten Methoden sollen somit bei bekannter Mikrostruktur reproduzierbare Analysen und Korrelation zwischen den mikrostrukturellen Eigenschaften der auftraggeschweißten Legierungen, dem Zerspanprozess und der Zerspanbarkeit, insbesondere der resultierenden Oberflächenintegrität, ermöglicht werden.

Danksagung

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Die Untersuchungen wurden im Rahmen eines IGF-Projektes (IGF-Nr. Nr. 21.959 N / P 1550) der Forschungsvereinigung Stahlanwendung e. V. durchgeführt und werden vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Wir danken für diese Förderung sowie für die Mitarbeit und Unterstützung der im projektbegleitenden Ausschuss beteiligten Unternehmen und Personen, insbesondere der Deloro Wear Solutions GmbH für die Bereitstellung des Schweißzusatzwerkstoffs und der WOLF Werkzeugtechnologie GmbH für die Bereitstellung der Fräswerkzeuge.

Literatur

[1] Überblickspapier Osterpaket, Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz, 06.04.2022, https://www.bmwk.de/

[2] https://www.deutsche-rohstoffagentur.de/DE/Gemeinsames/Oeffentlichkeitsarbeit/Pressemitteilungen/BGR/DERA/dera-bgr-180702_dera-industrieworkshop.html?nn=5091226

[3] V. Wesling, R. Reiter, J. Hamje et al.: Verhalten intermetallischer Hartlegierungen unter abrasiv-korrosiven Bedingungen, DVS-Berichte, 344 (2018), S. 226-230.

[4] I.S. Jawahir, E. Brinksmeier, R. M'Saoubi et al.: Surface integrity in material removal processes: Recent advances, Cirp Ann-Manuf Techn, 60 (2011), S. 603-626

[5] F. Klocke, Fertigungsverfahren 1, Springer, 2018

[6] A. Thakur, S. Gangopadhyay: State-of-the-art in surface integrity in machining of nickel-based super alloys, International Journal of Machine Tools and Manufacture, 100 (2016), S. 25-54

[7] I. Hemmati, R.M. Huizenga, V. Ocelík et al.: Microstructural design of hardfacing Ni–Cr–B–Si–C alloys, Acta Materialia, 61 (2013), S. 6061-6070

[8] A. Farnia, F. Malek Ghaini, J.C. Rao et al.: J.T.M. De Hosson: Effect of Ta on the microstructure and hardness of Stellite 6 coating deposited by low power pulse laser treatments, Surface and Coatings Technology, 213 (2012), S. 278-284

[9] V. Wesling, A. Schram, T. Mueller et al.: Influencing the arc and the mechanical properties of the weld metal in GMA-welding processes by additive elements on the wire electrode surface, Iop Conf Ser-Mat Sci, 118 (2016)

[10] Z. Pan, Y. Feng, S.Y. Liang: Material microstructure affected machining: a review, Manufacturing Review, 4 (2017)

[11] P.M. Rinck, A. Gueray, R. Kleinwort et al.: Experimental investigations on longitudinaltorsional vibration-assisted milling of Ti-6Al-4V. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 108 (2020), S. 3607-3618

[12] D. Schroepfer, K. Treutler, A. Boerner et al.: Surface finishing of hard-to-machine cladding alloys for highly stressed components, Int J Adv Manuf Technol 114 (2021), S. 1427-1442

Methoden zur Charakterisierung der Bindemechanismen bei geclinchten elektrischen Kontakten

Methods for characterizing the binding mechanisms in clinched electrical contacts

G. Reschke, J. Kalich, U. Füssel
Technische Universität Dresden, Professur für Fügetechnik und Montage

Kurzfassung – Das umformtechnische Fügeverfahren Clinchen ermöglicht ein energiearmes Fügen von Blechen und dient traditionell der Übertragung mechanischer Kräfte. Neue Einsatzgebiete erfordern eine elektrische oder thermische Leitfähigkeit, sodass es notwendig ist, das Clinchen entsprechend zu qualifizieren. Es wurden Untersuchungen an Aluminiumverbindungen durchgeführt, welche mit hohen Kurzzeitströmen belastet wurden. Der Einfluss verschiedener Oberflächenvorbehandlungen wurde betrachtet. Als Charakterisierungsmethode für die Bauteile und die geclinchten Fügeverbindungen wird die Messung des elektrischen Widerstandes herangezogen. Die untersuchten Clinchverbindungen sind fähig, die im Fehlerfall auftretenden Kurzzeitströme zu übertragen. Der Oberflächenzustand übt dabei einen signifikanten Einfluss auf die Clinchpunktausbildung und damit auf deren elektrische Eigenschaften aus. Durch Messung des elektrischen Widerstandes vor und nach dem Fügen sowie nach einer Bestromung mit Fehlerströmen, kann das Kontaktverhalten qualifiziert werden.

Stichwörter: Clinchen, Bindemechanismen, elektrische Eigenschaften, Aluminium, Kurzzeitbestromung

Abstract – The joining by forming technology clinching enables low-energy joining of sheet metal and is traditionally used for the transmission of mechanical loads. New areas of application require electrical or thermal conductivity, so that it is necessary to qualify clinching accordingly. Investigations were carried out on aluminum joints loaded with high short-time currents. The influence of different surface pre-treatments was considered. The measurement of electrical resistance was used as a characterization method for the components and the clinched joints. The clinched joints investigated are capable of transmitting the short-time currents that occur in the event of a failure. The surface condition exerts a significant influence on the clinch point formation and thus on its electrical properties. The contact behavior can be qualified by measuring the electrical resistance before and after joining and after exposure to current in the event of a failure.

Keywords: Clinching, Binding mechanisms, Electrical properties, Aluminum, Short-term energization

1 Einleitung

Die Forderung nach einer Funktionsintegration von Fügeverbindungen ist die logische Konsequenz den Energiebedarf durch Leitbaukonstruktionen zu reduzieren. So wird neben der Übertragung mechanischer Lasten beispielsweise die elektrische Kontaktierung der Fügepartner gefordert und stellt die Fügetechnik vor neue Herausforderungen.

2 Clinchen

Das Clinchen, aus der Gruppe der umformtechnischen Fügeverfahren, bietet die Möglichkeit eines energiearmen Fügens von Blech-, Rohr- oder Profilteilen durch Kaltumformung mittels Stempel und Matrize [1]. Die kraft- und formschlüssige Verbindung wurde bisher zur Übertragung mechanischer Lasten eingesetzt. Neue Entwicklungen zielen auf den Einsatz geclinchter Verbindungen in elektrotechnischen Anwendungen ab. Hierbei sind die Bindemechanismen Kraftschluss und der unter Umständen zusätzlich vorhandene Stoffschluss von signifikanter Bedeutung [2]. Letzterer liegt als Werkstoffbrücken zwischen den Fügepartnern vor und besitzt eine hohe elektrische Leitfähigkeit [3]. So führen zusätzlich vorhandene Stoffschlussanteile zu einer wesentlichen Verbesserung der elektrischen Eigenschaften der Clinchverbindung.

Das Clinchen wurde bereits hinsichtlich seines elektrischen Eigenschaftsprofils und dessen Eignung zur langzeitstabilen Kontaktierung elektrischer Leiter, insbesondere im Bereich der normalen Betriebsströme, untersucht und qualifiziert [4]. Es liegen jedoch keine Erkenntnisse zum Kontaktverhalten bei Kurzzeitströmen im Fehlerfall vor. Die im Fehlerfall auftretenden Kurzzeitströme können abhängig vom Einsatzgebiet, um den Faktor 4 bis 15 größer sein als die Betriebsströme [5]. Die Fügeverbindungen müssen aber bei Auftreten eines Fehlerfalles im Netz, den elektrischen, thermischen und mechanischen Belastungen standhalten.

3 Experimentelle Methodik

Es wurden Untersuchungen an Aluminiumverbindungen durchgeführt, welche mit Kurzzeitströmen belastet wurden, um das Verhalten im Fehlerfall zu analysieren. Für die Untersuchungen wurde der Aluminiumwerkstoff EN AW-1050A (Al99,5) mit einer Blechdicke von 1,5 mm verwendet. Gefügt wurden Proben der Abmessungen 20 mm x 100 mm mit einer Überlapplänge von 16 mm. Der nominale Fügepunktdurchmesser beträgt 8 mm. Ein Schliffbild der Verbindung ist in **Bild 1** dargestellt. Es wurde ein System mit beweglicher Matrize verwendet.

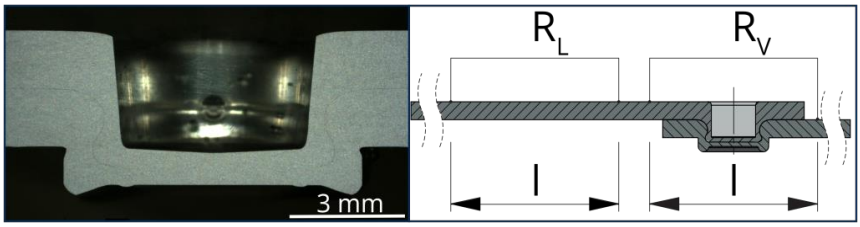


Bild 1: Schliffbild einer Clinchverbindung (links) und Messaufbau der Widerstandsmessung
Figure 1: Section of a clinched joint (left) and measurement setup of the resistance measurement

Als Charakterisierungsmethode für die Bauteile und die geclinchten Fügeverbindungen wird die Messung des elektrischen Widerstandes mittels Vierleitermessung herangezogen (siehe **Bild 1**). Aus dem Verbindungswiderstands (R_V), gemessen über die Messlänge von l = 19 mm, und dem Widerstand des homogenen Leiters gleicher Länge wurde der Gütefaktor k_u nach Gleichung 1 berechnet [6]:

$$k_u = \frac{U_V}{U_L} = \frac{P_V}{P_L} = \frac{R_V}{R_L} \tag{1}$$

Der Gütefaktor erlaubt einen verfahrensunabhängigen Vergleich der elektrischen Eigenschaften von Fügeverbindungen. Für die in der Elektroenergietechnik klassisch eingesetzten Schraubenverbindungen gilt ein Gütefaktor nach dem Fügen von $k_{u0} < 1{,}5$ als langzeitstabil, da die Verbindung unter Belastung als Kaltstelle wirkt [6]. Für Clinchverbindungen wurden erste Berechnungen zur Bestimmung eines Grenzgütefaktors durchgeführt. Es wurde ermittelt, dass ein Gütefaktor von $k_{u0} = 1{,}17$ eine Temperaturgleichheit in der Fügeverbindung und dem homogenen Leiter bedeutet. Bei einem Gütefaktor von $k_{u0} = 1{,}5$ stellt sich eine Übertemperatur am Clinchpunkt von ~ 3 °C ein [7]. Ein erhöhter Gütefaktor bedeutet aufgrund eines erhöhten Verbindungswiderstands eine stärkere Erwärmung der Fügeverbindung. Diese führt zu einem Kraftabbau in der Clinchverbindung und damit einem weiteren Anstieg des Verbindungswiderstands über den Belastungszeitraum [6]. Die Erreichung möglichst kleiner Gütefaktoren wird daher für den Einsatz in elektrischen Systemen gefordert. Der Oberflächenzustand der Fügepartner beeinflusst die elektrischen Eigenschaften signifikant [7] und wird daher variiert. Als Referenz wird eine Serie mit unbehandelter Oberfläche („Lieferzustand“) gefügt. Zwei weitere Serien werden mit Isopropanol gereinigt, wobei die Anwendung differiert. Für die Serie „Isopropanol US-Bad“ wurden die Proben im Ultraschallbad gereinigt. Bei der

Serie „Isopropanol Wischen“ wurden die Proben mit einem getränkten Tuch gereinigt. Weiterhin wurde die Verwendung von Atmosphärendruckplasma zur Entfettung der Bauteile genutzt [8]. Die Fügeparameter der betrachtete Fügeaufgabe wurden für eine elektrische Anwendung optimiert und alle Verbindungen mit diesen Fügeparametern hergestellt. Je Serie wurde ein Versuchsumfang von n = 10 verwendet.

Zur Durchführung der Kurzzeitbestromungen wurde der Versuchsstand PrimusTPS der Fa. KAPKON verwendet (siehe Bild 2). Die Bestromungsdauer wurde auf t = 1 s in Anlehnung an DIN EN 60865-1 [9] festgelegt. Die Stromstärke beträgt 3,16 kA und wurde am homogenen Leiter so eingestellt, dass die maximal zulässige Leitertemperatur von 200 °C [10] erreicht wird. Die Verbindungswiderstände wurden vor und nach der Bestromung bei Raumtemperatur gemessen.

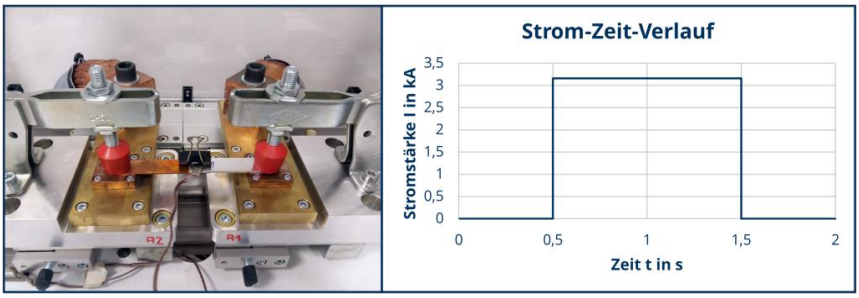


Bild 2: Bestromungsprüfstand (links) und Strom-Zeit-Verlauf der Kurzzeitbestromung
Figure 2: Current test device (left) and current-time curve of short-time current flow

4 Ergebnisse

Die elektrischen Eigenschaften der Clinchverbindungen unterscheiden sich signifikant in Abhängigkeit des Oberflächenzustands. Die im Lieferzustand gefügten Verbindungen weisen einen Anfangsgütefaktor k_{u0} im Bereich von 1,50 bis 4,87 auf. Dies ist auf den undefinierten Oberflächenzustand zurückzuführen, der sich über die Fertigung, den Transport und das Handling eingestellt hat. Aufgrund der lokalen Unterschiede der Bauteiloberfläche ergeben sich die stark differierenden Gütefaktoren. Für die Anwendung in einem elektrischen System ist eine Reinigung der Bauteiloberfläche der verwendeten Werkstoffcharge unablässig.

Bei der Probenreinigung mittels Isopropanol werden Fette und Öle sowie Partikel auf der Bauteiloberfläche entfernt. Eine Beeinflussung der Oxidschicht findet nicht statt. Durch die Entfernung der Fremdschichten zwischen den Fügepartnern wird die Bildung von metallisch blanken Kontakten, a-spots, sowie von Stoffschlussanteilen begünstigt [2]. Dies spiegelt sich in den reduzierten Verbindungswiderständen und der verringerten Streubreite der Messergebnisse wider. Die Anwendung des Atmosphärendruckplasmas bewirkt einen weniger stark ausgeprägten Reinigungseffekt. Signifikant ist hier die Reduzierung der Streuung der Verbindungswiderstände. Die Entfettung der Bauteiloberflächen bewirkt neben der Reduzierung von Fremdschichten eine Erhöhung der Reibung zwischen den Fügepartnern während des Clinchens. Dies beeinflusst die Bindemechanismen Kraft- und Stoffschluss in der Clinchverbindung wesentlich [11].

Die Bestromung der Clinchverbindungen bedeutet eine kurzzeitige Temperaturbelastung der Verbindung. Aufgrund des lokal unterschiedlichen Widerstands im Clinchpunkt ist dabei die Temperaturverteilung inhomogen [7]. In Abhängigkeit des elektrischen Eigenschaftsprofils der jeweiligen Fügeverbindung stellen sich unterschiedliche Temperaturmaxima während der Bestromung ein. Neben der Temperaturverteilung variieren auch die Umformgrade innerhalb des Clinchpunkts, wodurch die Beanspruchbarkeit des Werkstoffs beeinflusst wird [4]. In **Bild 3** sind die Ergebnisse der Kurzzeitbestromung dargestellt. Für die untersuchten Serien

sind die mittleren Gütefaktoren im Neuzustand (grau, links) sowie nach der Bestromung dargestellt. Als Fehlerindikatoren sind die gemessenen Minimal- und Maximalwerte aufgetragen. In den Serien „Lieferzustand“ und „Plasmareinigung“ sind nach der Bestromung signifikante Erhöhungen der Verbindungswiderstände festzustellen. Insbesondere die Verbindungen mit hohen Anfangsgütefaktoren zeigen eine Vervielfachung der Verbindungswiderstände nach der Bestromung. Die Temperaturentwicklung aufgrund der Strombelastung bewirkt einen Abbau des Kraftschlussanteils der Clinchverbindungen. Dadurch werden die fragilen Mikrokontakte im Clinchpunkt nicht mehr mechanisch abgesichert und die Fügeverbindung fällt als elektrischer Kontakt aus. Aus der fehlenden mechanischen Absicherung der Clinchverbindungen ergibt sich bei einem vollständigen Abbau des Kraftschlusses eine hohe Varianz der gemessenen Verbindungswiderstände.

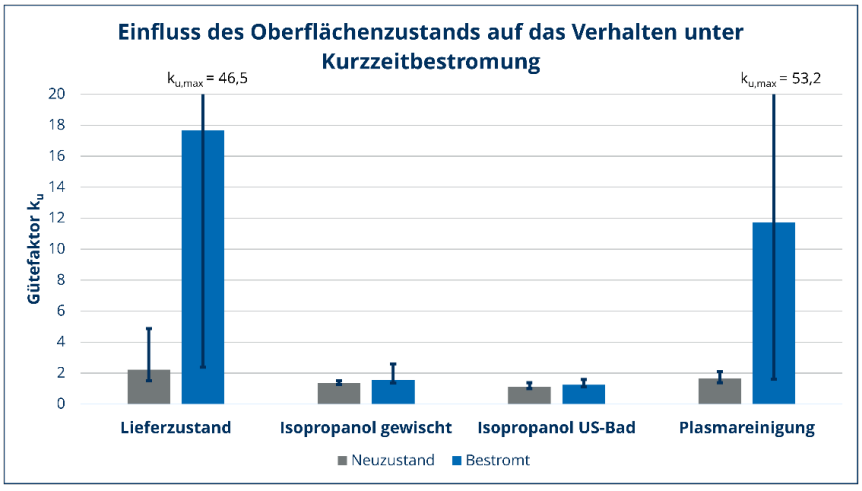


Bild 3: Einfluss des Oberflächenzustands auf das Verhalten unter Kurzzeitbestromung
Figure 3: Influence of the surface condition on the behavior under short-time current flow

Aufgrund der geringeren Anfangsgütefaktoren der mit Isopropanol gereinigten Clinchverbindungen ergibt sich bei gleicher Kurzzeitbestromung eine geringere Temperaturbelastung der Clinchpunkte. Dies spiegelt sich in einem geringeren Abbau des Kraftschlussanteils wider. Für die im Ultraschallbad gereinigten Proben ergibt sich durch die Bestromung eine Erhöhung des Gütefaktors um höchstens 16 %. Die mechanische Absicherung der Mikrokontakte sowie der vorhandenen Stoffschlussanteile ist durch den Kraftschluss der Fügeverbindung nach der Bestromung weiterhin gegeben. Die untersuchten Fügeverbindungen können den elektrischen, thermischen und mechanischen Belastungen der Kurzzeitbestromung standhalten, die im homogenen Leiter eine Maximaltemperatur von 200 °C hervorrufen.

Die Veränderung der Gütefaktoren infolge der Kurzzeitbestromung ist in **Bild 4** unabhängig vom Oberflächenzustand dargestellt. Hierzu wurden alle untersuchten Proben entsprechend der Anfangsgütefaktoren k_{u0} in aufsteigender Reihenfolge geordnet. Die oberen 30 % wurden dabei aus der Darstellung entfernt, da es zum Versagen der Verbindung durch die Bestromung kommt und die gemessenen Verbindungswiderstände durch die hohe Varianz nicht relevant sind. Bei den Proben #1 (k_{u0} = 0,99) bis einschließlich #21 (k_{u0} = 1,46) erhöht sich der Gütefaktor durch die Bestromung um maximal 22 %. Bei den übrigen Proben (#22 - #28, k_{u0} = 1,49 ... 1,65) erhöht sich der Gütefaktor durch die Kurzzeitbestromung um den Faktor 1,6 bis 3,0. Es wird in den Verbindungen lokal eine kritische Temperatur überschritten, die zu einem signifikanten Kraftabbau führt. Diese Verbindungen können nicht mehr als langzeitstabil angesehen werden [4].

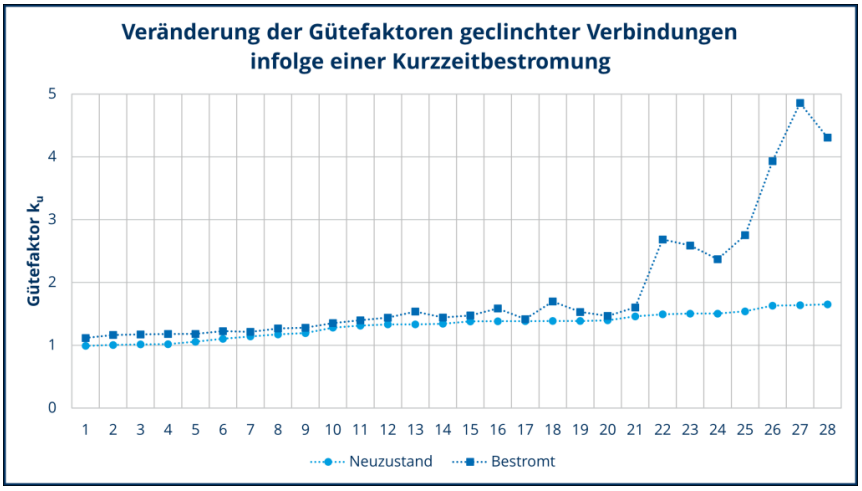


Bild 4: Veränderung der Gütefaktoren geclinchter Verbindungen infolge einer Kurzzeitbestromung
Figure 4: Change in the quality factors of clinched connections as a result of short-time current flow

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Es wurden Untersuchungen an Aluminiumverbindungen durchgeführt, welche mit hohen Kurzzeitströmen belastet wurden. Der Einfluss verschiedener Oberflächenvorbehandlungen wurde betrachtet. Als Charakterisierungsmethode für die Bauteile und die geclinchten Fügeverbindungen wird die Messung des elektrischen Widerstandes herangezogen.

Die Verbindungseigenschaften einer Clinchverbindung werden durch die Anteile der vorhandenen Bindemechanismen charakterisiert. Durch Erhöhung der Anteile von Kraft- und Stoffschluss werden die elektrischen Eigenschaften der Clinchverbindung verbessert. Dies kann durch die Verwendung von Fügeparametern erfolgen, die eine vergrößerte Relativbewegung während des Fügens sowie eine Erhöhung der Oberflächenvergrößerung bewirken. Hierzu kann ein Stempel mit größerem Volumen verwendet oder die Restbodendicke verringert werden. Zusätzlich kann eine Oberflächenvorbehandlung erfolgen, durch die vorhandene Fremdschichten entfernt werden oder eine definierte Oxidschicht erzeugt wird [4]. So kann die Qualität der Kontaktfläche des Clinchpunkts erhöht werden. Durch Variation der Bindemechanismen können Clinchverbindungen demnach auf das jeweilige Einsatzgebiet angepasst werden.

Die Messung der Verbindungswiderstände erlaubt die Detektion einer Veränderung der Anteile vorhandener Bindemechanismen. Eine Erhöhung des Kraft- oder Stoffschlussanteils führt zu einer Reduzierung des Verbindungswiderstands. Die Ergebnisse der Bestromung zeigen, dass geclinchte Fügeverbindungen fähig sind den Belastungen im Fehlerfall standzuhalten. Hierbei ist entscheidend, dass der Gütefaktor der Fügeverbindung hinreichend klein ist. Das Verhalten der Clinchverbindung unter Kurzzeitbestromung kann durch die Messung des Verbindungswiderstands abgeschätzt werden. So zeigte sich in den durchgeführten Untersuchungen, dass ein Gütefaktor von $k_u > 1{,}46$ zur Überschreitung einer kritischen Temperatur im Clinchpunkt führt. Dies bewirkt einen signifikanten Kraftabbau und führt zu einer deutlichen Verschlechterung der elektrischen Eigenschaften. Die Abstimmung von Belastung und Beanspruchbarkeit aufeinander ist elementar für die anforderungsgerechte Gestaltung einer Fügeverbindung. Für den Einsatz von Clinchverbindung in elektrotechnischen Anwendungen ist dazu die Erreichung geforderter Verbindungswiderstände notwendig. Hierzu kann die Vorbehandlung der Bauteiloberfläche notwendig sein. Für gegebene Gütefaktoren ist andererseits

eine Reduzierung der Belastung möglich, die das Erreichen kritischer Temperaturen in der Clinchverbindung ausschließen.

Danksagung – Gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (TRR 285 – Projektnummer 418701707, Teilprojekt A04) sowie das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages (IGF-Vorhaben IGF-Nr. 21691BR „Elektrisches Kontaktverhalten umformtechnischer Fügeverbindungen bei Fehlerströmen“ der Europäischen Forschungsgesellschaft für Blechverarbeitung e.V.)

Literatur

[1] N. N.: Mechanische Fügen, Taschenbuch DVS-Merkblätter und –Richtlinien Bd. 10, Fachbuchreihe Schweißtechnik Bd. 153, DVS Media, Düsseldorf, 2009

[2] R. Holm: Electric Contacts-Theory and Applications, Springer, Berlin, 2000 (Reprint of the fourth completely rewritten ed. 1967, 3rd printing 2000)

[3] F. Riedel: Eigenschaftsverbesserung von Durchsetzfügeverbindungen durch die Kombination mit Stoffschluss, Shaker Verlag, Düren, 1997

[4] U. Füssel, S. Großmann, J. Kalich, S. Schlegel, A. Ramonat: Optimierung umformtechnischer Fügeverfahren zur Kontaktierung elektrischer Leiter; EFB-Forschungsbericht Nr. 506, Hannover, 2019

[5] M. Gatzsche: Elektrisch-thermisches Betriebs- und Langzeitverhalten hochstromtragfähiger Kontaktelemente, Dissertation, TU Dresden, Dresden, 2017

[6] H. Böhme: Mittelspannungstechnik, Huss-Medien, Verl. Technik, Berlin, 2005 (2. Auflage)

[7] U. Füssel, S. Großmann, J. Kalich, S. Schlegel, J. Schmid: Elektrisches Eigenschaftsprofil umformtechnischer Fügeverbindungen; EFB-Forschungsbericht Nr. 389, Hannover, 2014

[8] H. N. Adams, T. W. Jelinek: Reinigen und Entfetten in der Metallindustrie mit 42 Tabellen, Leuze, Saulgau/Württ., 1999 (1. Auflage)

[9] DIN EN 60865-1 VDE 0103 - Kurzschlussströme – Berechnung der Wirkung - Teil 1: Begriffe und Berechnungsverfahren (IEC 60865-1:2011); Deutsche Fassung EN 60865-1:2012

[10] Aluminium-Zentrale e.V.: Merkblatt E01 - Aluminium in der Elektrotechnik und Elektronik, Düsseldorf, 1999 (1. Auflage)

[11] J. Kalich, U. Füssel: Design of clinched joints on the basis of binding mechanisms. Production Engineering 16 (2022), S. 213-222

Methoden zur Durchführung von Zugversuchen unter konstanten lokalen Dehnraten im Bereich niedriger bis hoher Prüfgeschwindigkeiten

Methods for carrying out tensile test under constant local strain rates in the range of low and high testing speeds

M.-M. Bisch, C. Zeng, A. Reichmann, X.F. Fang
Lehrstuhl für Fahrzeugleichtbau, Universität Siegen

Kurzfassung – Vorgestellt wird eine modifizierte Versuchsführung des uniaxialen Zugversuchs. Aufgrund der Einschnürung von duktilen metallischen Proben weicht die Messlänge von Zugproben mit zunehmender Lokalisierung des plastischen Bereichs von der anfänglichen Bezugslänge ab. Dies sorgt für eine lokale Zunahme der wahren Dehnrate, welche auf Basis von optischen Messungen ermittelt wird. Für niedrige bis mittlere als auch dynamische Dehnraten kommen zwei unterschiedliche Prüfmaschinen zum Einsatz, welche jeweils so angesteuert werden, dass eine Reduktion der Prüfgeschwindigkeit während der Versuchsdurchführung erfolgt und somit dem Anstieg der Dehnrate effektiv entgegengewirkt. Die Wirksamkeit dieser Versuchsführung wird anhand von jeweils zwei Dehnraten pro Prüfmaschine gezeigt.

Stichwörter: Zugversuch, Dehnrate, Geschwindigkeitsregelung, Maschinengeschwindigkeit

Abstract – A modified testing procedure for uniaxial tensile tests is presented. Due to progressive necking in ductile metallic specimen the gauge length of the tensile specimen increasingly deviates from the initial gauge length with the plastic zone localizing. This phenomenon leads to a severe increase in true local strain rate which gets measured by means of optical deformation measurement. For low and intermediate strain rates as well as dynamic strain rates, two different testing machines will be used to conduct the respective tensile tests. They will be controlled in such a way that the machine's velocity is significantly reduced during the test which in turn effectively counters the increase of true local strain rate. The effectiveness is demonstrated by means of two different strain rates for each testing machine.

Keywords: Tensile test, Strain rate, Velocity control, Machine velocity

1 Einleitung

Der uniaxiale Zugversuch ist einer der wichtigsten Prüfungen zur Ermittlung des elastischen und plastischen Materialverhaltens metallischer Werkstoffe. Die Daten werden über weite Dehnratenbereiche erhoben und dienen als Grundlage für simulative Auslegungen von beispielsweise Fahrzeugstrukturen. Die nominelle Dehnrate als zeitliche Zunahme der Dehnung eines Werkstoffs $\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta \varepsilon}{\Delta t}$ wird in diesem Beitrag in zwei Bereiche unterteilt. Zum einen in den Bereich niedriger bis mittlerer Dehnraten von $10^{-4} s^{-1}$ bis $1 s^{-1}$, sowie den dynamischen Bereich zwischen $10 s^{-1}$ und $1000 s^{-1}$ [1]. Insbesondere bei der Untersuchung von Versagenseigenschaften wird die Zugprüfung über die Gleichmaßdehnung hinaus durchgeführt und ausgewertet. Das Ziel ist dabei die Ermittlung lokaler Bruchdehnungen mittels optischer Messsysteme, welche in der Regel nach dem Digital Image Correlation (DIC) Prinzip arbeiten. Typischerweise werden bei solchen Prüfungen Kameras eingesetzt, welche Bilder mit einer fixen Frequenz f_{dic} aufnehmen und somit unter Annahme gleichmäßiger Deformation ein bestimmtes $\Delta \varepsilon$ ermitteln. Bei Zunahme der lokalen Dehnrate sinkt in Folge das $\Delta \varepsilon$ und somit die Genauigkeit der Messung. Dieser Beitrag beschreibt zunächst die Notwendigkeit für dehnratengeregelte Zugversuche, geht anschließend auf die entwickelten Methoden ein, um konstante lokale Dehnraten zu ermöglichen und zeigt abschließend den Effekt der beschriebenen Methoden anhand jeweils zwei unterschiedlicher Dehnraten pro Dehnratenbereich.

2 Versuchstechnik

2.1 Allgemeines zum Zugversuch

Die im Rahmen dieses Beitrags durchgeführten Versuche werden mit zwei Zugprüfmaschinen durchgeführt. Zum einen kommt eine spindelgetriebene Universalprüfmaschine Z100 mit bis zu 100 kN axialer Kraft des Hersteller Zwick/Roell zum Einsatz, welche mit einer maximalen Prüfgeschwindigkeit von 25 mm/s einen Dehnratenbereich bis $1 s^{-1}$ abdeckt. Darüberhinausgehende dynamische Prüfungen werden mittels einer hydraulischen Hochgeschwindigkeitsprüfmaschine HTM5020 der Firma Zwick/Roell durchgeführt. Diese Maschine ermöglicht die Zugprüfung mit bis zu 20 m/s bei einer maximalen axialen Kraft von 50 kN.

An beiden Maschinen kommen optische Dehnungsmesssysteme zum Einsatz, welche mittels DIC die räumliche Lageänderung eines stochastischen Musters auf der Probenoberfläche während der gesamten Versuchsdurchführung bis hin zum Bruch vermessen können. Die Software zur Messung ist in beiden Fällen GOM Aramis, während die optische Erfassung zum einen mittels des GOM 5M Stereokamerasystems, zum anderen mittels zweier Hochgeschwindigkeitskameras Photron SA5 erfolgt. Grundsätzlich ermöglichen beide Prüfmaschinen das normgerechte Durchführen von Zugversuchen nach DIN EN ISO 6892-1:2020-06 [2], welche gemäß $V_c = \dot{\varepsilon}_{nominal} \cdot l_0$ eine konstante Prüfgeschwindigkeit vorschreibt. Hierbei wird die konstante Prüfgeschwindigkeit V_c als Produkt aus der gewünschten nominellen Dehnrate $\dot{\varepsilon}_{nominal}$ sowie der Messlänge der Zugprobe l_0 bestimmt. Somit ergeben sich je nach Messlänge spezifische Geschwindigkeiten, welche die Maschine bis zum Bruch konstant hält.

Aufgrund der zu beobachtenden Einschnürung duktiler Werkstoffe nach Erreichen der maximalen Spannung ist eine Lokalisierung der plastischen Deformation zu beobachten. Während bis zur namensgebenden Gleichmaßdehnung die Probe über den gesamten Probenkörper homogen deformiert beziehungsweise gelängt wird, beschränkt sich diese Längung mit Beginn der Einschnürung auf einen zunehmend kleiner werdenden Bereich. Die Bezugslänge l_0 ist somit keine Konstante mehr und nimmt bis zum Bruch kontinuierlich ab. Als Konsequenz steigt die Dehnrate gegenläufig an.

2.2 Stand der Technik zur Dehnratensteuerung

Wie in Abschnitt 2.1 erläutert, ist bei genauer Untersuchung der lokalen Deformation einschnürender Proben die lokale Dehnrate nicht konstant. Diese Tatsache wird auch von Fang et al. [3] beschrieben, wobei hier die **Gleichung 1** für die wahre lokale Dehnrate entwickelt wurde:

$$\dot{\varepsilon}_{lokal} = -2V \cdot \frac{dlnD}{dL_c} \tag{1}$$

Die Variable D steht in diesem Fall für den Durchmesser einer Rundstabprobe, L_c ist der Traversenweg der Prüfmaschine. Wird die Dehnrate $\dot{\varepsilon}_{lokal}$ als konstant angenommen, so lässt sich die Änderung des Quotienten aus Änderung des Durchmessers sowie der zunehmenden Längung ausgleichen, indem die Maschinengeschwindigkeit V entsprechend angepasst wird. Einen ähnlichen Ansatz verfolgen auch G'Sell et al. [4], welche ein optisches Messsystem mit einem Digital-Analog Wandler (DA-Wandler) koppeln, um Einfluss auf die Prüfgeschwindigkeit zu nehmen. Eine weitere Entwicklung aus diesem Forschungsbereich zeigen Suttner et al. [5], welche einen hydraulischen Bulge-Test mit einer Dehnratenregelung koppeln. Die Versuchstechnik ist hierbei auf eine maximale Dehnraten von $0{,}004 s^{-1}$ limitiert und steuert den hydraulischen Druck der Prüfvorrichtung, um eine Reduktion der lokalen Dehnrate zu erzielen. Die Arbeit von Fayolle et al. [6] geht im Detail auf die regeltechnischen Zusammenhänge ein.

2.3 Probengeometrie und Prüfgeschwindigkeiten

Grundsätzlich lassen sich die vorgestellten Methoden auf beliebige Probengeometrien anwenden. Die verwendete Geometrie für die vorliegenden Ergebnisse ist in **Bild 1** dargestellt. Es handelt sich hierbei um eine kleine Probe mit lediglich 20 mm Messlänge.

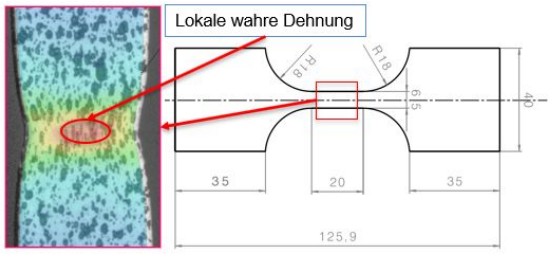


Bild 1: Knochenförmige Zugprobe Probe mit $l_c = 20\,mm$ und $l_0 = 15\,mm$
Figure 1: Smooth Dog Bone tensile specimen with $l_c = 20\,mm$ and $l_0 = 15\,mm$

In **Tabelle 1** sind die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Geschwindigkeiten und zugehörigen Dehnraten aufgeführt. Die ersten beiden Geschwindigkeiten werden dabei an der Zwick/Roell Z100, die letzteren an der Zwick/Roell HTM5020 durchgeführt.

Tabelle 1 Untersuchte Maschinengeschwindigkeiten und resultierende Dehnraten
Table 1 Investigated machine velocities and resulting strain rates

Standard-Werte für 20 mm Bezugslänge				
Maschinengeschwindigkeit	0,02 mm/s	2 mm/s	1 m/s	10 m/s
Nominelle Dehnrate	0,001 s^{-1}	0,1 s^{-1}	50 s^{-1}	500 s^{-1}

2.4 Auswertung der experimentellen Daten

Die wesentliche Messung der wahren lokalen Dehnung geschieht wie in Abschnitt 2.1 beschrieben mittels optischen DIC Messungen. Hierbei liegt der Fokus auf lokalen Messungen, abweichend von der normgerechten Nutzung eines (virtuellen) Extensometers. Wie in **Bild 1** zu sehen ist, wird eine punktuelle Messung der Oberflächendehnung im Bereich der Einschnürung durchgeführt. Diese Messungen werden sowohl für die Darstellung der im Rahmen dieses Berichts gezeigten Ergebnisse als auch als Regelgröße für die in Abschnitt 3.1 beschriebene Dehnratenkontrolle genutzt.

3 Experimentelle Methoden zur Dehnratensteuerung

3.1 Niedrige bis mittlere Dehnraten

Für den Bereich von $10^{-4}\,s^{-1} < \dot{\epsilon} < 1\,s^{-1}$ wird das klassische Regelkreisschema angewendet und die Prüfgeschwindigkeit der Z100 mittels eines softwarebasierten Reglers manipuliert. Diese Regelung verbindet hierbei die Dehnungsmessung der optischen Messeinrichtung mit der Möglichkeit zur externen Sollwert-Steuerung des Traversenwegs der Z100 (siehe **Bild 2**). Die Logik zur Regelung wurde in Form einer Python-Anwendung implementiert. In Kombination mit einem Digital-Analog-Converter (DAC), welcher an einen programmierbaren Mikrocontroller gekoppelt ist, erlaubt das System die nahezu Echtzeitregelung der Dehnraten auf Basis der Oberflächendehnung. Das DAC-Board basiert hierbei auf einem MCP4921, wel-

cher eine kontinuierliche Signalerzeugung gewährleistet, auch für den Fall temporär ausbleibender oder verzögerter DIC-Messdaten. Auf diese Weise ist der Arbeitstakt der Sollwert-Steuerung entkoppelt von der Frequenz der DIC-Messung, welche wesentlich niedriger ist. Während der Sollwert für die Wegsteuerung mit 5 kHz erzeugt wird, arbeitet das vorhandene DIC-System mit maximal 29 Hz. Wie der Literatur in Abschnitt 2.2 entnommen werden kann, muss eine probenspezifische Anpassung der Maschinengeschwindigkeit erfolgen. Die Steuersoftware der Prüfmaschine tastet hierfür kontinuierlich die elektrische Gleichspannung an einem analogen +-10 VDC Eingang ab und interpretiert die Spannung mittels einer skalierbaren Logik als Sollwert bezüglich des Traversenwegs. Je nach Anstieg dieses Sollwertes in Relation zur zeitlichen Änderung $\frac{\Delta s}{\Delta t}$ wird eine entsprechende Traversengeschwindigkeit v erzielt.

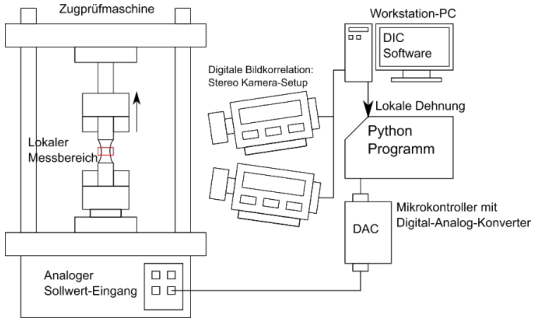


Bild 2: Funktionsschema des Versuchsaufbaus inklusive Mess- und Regelstrecke
Figure 2: Overview of test setup including measurement- and control system

Gleichzeitig berechnet das DIC-System innerhalb eines vor Versuchsbeginn definierten Bereichs (siehe **Bild 1**) die lokale Oberflächendehnung und stellt diese in digitaler Form bereit. Das sogenannte Echtzeit-Deformationstracking der eingesetzten DIC-Software ermöglicht hierbei den Zugriff auf diese Messdaten durch Drittprogramme. Nach Start der Prüfung vergleicht die Anwendung die Soll- mit der Ist-Dehnrate und kann dementsprechend die Maschinengeschwindigkeit anpassen.

3.2 Hohe Dehnraten

Im Bereich von $10\,s^{-1} < \dot{\varepsilon} < 500\,s^{-1}$ wird ein alternativer Regel- beziehungsweise Steueransatz verfolgt, um Einfluss auf die Maschinengeschwindigkeit zu nehmen. Wie in Abschnitt 2.1 erläutert, handelt es sich bei der HTM5020 um eine hydraulische Prüfmaschine. Für diese Maschine kommt eine Kombination zweier Ansätze zum Einsatz. Der erste Ansatz ist die Nutzung des hydraulischen Endlagers des Zylinders. Hierbei wird durch Ölkompression ein kontrolliertes Anhalten des Kolbens nach der Prüfung erreicht. Diese Eigenschaft kann genutzt werden, um bereits während der Prüfung ein Absenken der Geschwindigkeit zu erreichen. Dafür muss auf Grundlage der Probengeometrie und erwarteten Längung eine passende Startposition gefunden werden. Der zweite Ansatz hingegen greift direkt in die Ventilsteuerung des Prüfzylinders ein. Mittels gezielter Manipulation der Ventilsteuerkurven kann somit ebenfalls Einfluss auf die Kolbengeschwindigkeit genommen werden. Hierbei müssen zusätzliche Faktoren wie die Reaktionszeit der Ventilregler sowie der Ventile selbst berücksichtigt werden.

4 Ergebnisse und Diskussion

Um den Effekt der Prüfmethoden aus Abschnitt 3 zu verdeutlichen, werden Resultate aus normgerecht durchgeführten Versuchen mit dehnratenkontrollierten Versuchen gegenübergestellt. Der Fokus der gezeigten Vergleiche liegt auf der wahren lokalen Dehnrate in der Einschnürung (vgl. **Bild 1**) sowie der zugrundeliegenden Maschinengeschwindigkeit. In allen Abbildungen wird jeweils ein repräsentativer Standardversuch mit einem entsprechenden geregelten Versuch verglichen. Die geprüften Geschwindigkeiten und Dehnraten lassen sich aus der **Tabelle 1** entnehmen. In allen gezeigten Konfigurationen lässt sich bis zum Erreichen der Gleichmaßdehnung feststellen, dass $\dot{\varepsilon}_{lokal} \approx \dot{\varepsilon}_{nominell}$ gilt. Darüber hinaus beginnt die wahre lokale Dehnrate rapide zu steigen und erreicht ihr Maximum beim Versagen, welches bei bis zu dem 20-fachen der nominellen Werte liegt. Im Vergleich dazu kann mittels des Regelkreises die Dehnrate auf einem nahezu konstanten Niveau gehalten werden.

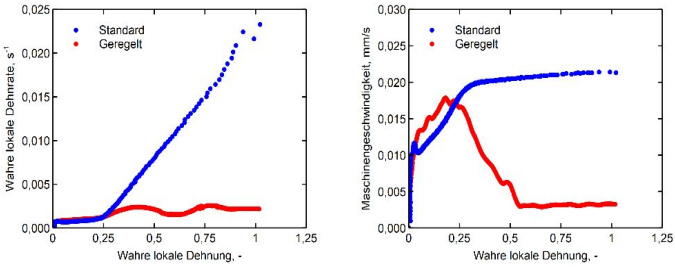


Bild 4: Wahre lokale Dehnrate für eine nominelle Rate von $0{,}001\,s^{-1}$ (links), Maschinengeschwindigkeit (rechts)

Figure 4: True local strain rate for nominal strain rate of $0{,}001\,s^{-1}$ (left), Machine velocity (right)

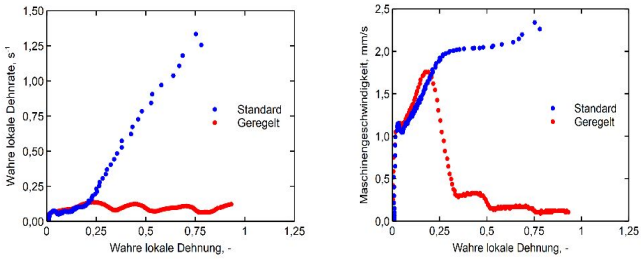


Bild 5: Wahre lokale Dehnrate für eine nominelle Rate von $0{,}1\,s^{-1}$ (links), Maschinengeschwindigkeit (rechts)

Figure 5: True local strain rate for nominal strain rate of $0{,}1\,s^{-1}$ (left), Machine velocity (right)

Die dynamischen Prüfungen können aufgrund der kurzen Prüfzeiten von wenigen Millisekunden nur annäherungsweise gesteuert werden. Die wesentliche Geschwindigkeitsabsenkung ist aber auch hier möglich. Dementsprechend ist der Verlauf nicht identisch zu den niedrigen und mittleren Dehnratenversuchen, erzielt aber dennoch eine nahezu konstante lokale Dehnrate, wie in **Bild 6** und **Bild 7** zu sehen ist.

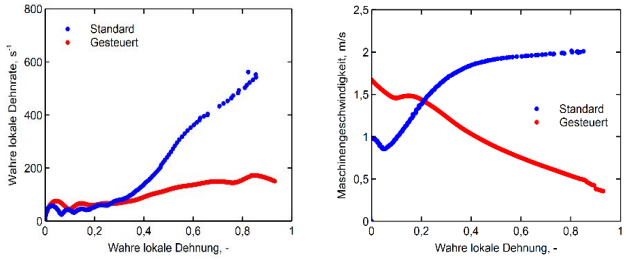


Bild 6: Wahre lokale Dehnrate für eine nominelle Rate von $50\,s^{-1}$ (links), Maschinengeschwindigkeit (rechts)

Figure 6: True local strain rate for nominal strain rate of $50\,s^{-1}$ (left), Machine velocity (right)

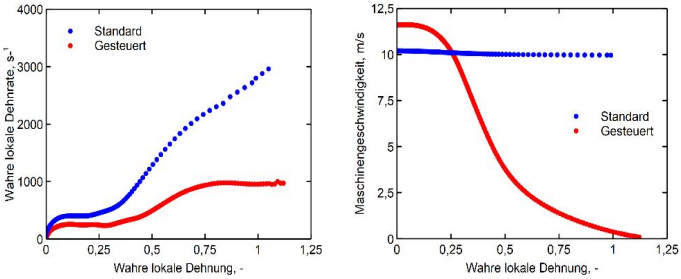


Bild 7: Wahre lokale Dehnrate für eine nominelle Rate von $500\,s^{-1}$ (links), Maschinengeschwindigkeit (rechts)

Figure 7: True local strain rate for nominal strain rate of $500\,s^{-1}$ (left), Machine velocity (right)

5 Zusammenfassung und Ausblick

In allen vorgestellten Fällen kann eine wesentliche Reduktion der Prüfgeschwindigkeit beobachtet werden, was zu einer nahezu konstanten lokalen Dehnrate führt. Die Untersuchungen von Fang et al. [3] werden somit bestätigt. Über die ganze Breite der Dehnraten kann mit zwei verschiedenen Methoden ein vergleichbarer Effekt erzielt werden. Auf diese Weise durchgeführte Versuche erlauben somit die präzise Untersuchung der Bruchdehnung aufgrund der Reduktion des gemessenen $\Delta\varepsilon$. Das technische Limit der vorgestellten Methoden liegt derzeit bei maximal 10m/s, da darüber hinaus die Prüfzeit in Relation zur Bremszeit zur kurz wird. Zukünftig kann neben dem messtechnischen Aspekt auch der werkstoffwissenschaftliche Einfluss einer solchen Versuchsführung untersucht werden.

Literatur

[1] D. Ehinger und L. Krüger, „Dynamische Werkstoffprüfung“, in *Moderne Methoden der Werkstoffprüfung*, 1. Aufl., H. Biermann und L. Krüger, Hrsg. Wiley, 2014, S. 181–215. doi: 10.1002/9783527670673.ch6.

[2] DIN EN ISO 6892-1:2020-06, „Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur“.

[3] X. F. Fang und W. Dahl, „Strain hardening of steels at large strain deformation. Part I: Relationship between strain hardening and microstructures of b.c.c. steels“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 203, Nr. 1–2, S. 14–25, Nov. 1995, doi: 10.1016/0921-5093(95)09841-0.

[4] C. G'Sell, J. M. Hiver, A. Dahoun, und A. Souahi, „Video-controlled tensile testing of polymers and metals beyond the necking point“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 27, Nr. 18, S. 5031–5039, 1992, doi: 10.1007/BF01105270.
[5] S. Suttner und M. Merklein, „Experimental and numerical investigation of a strain rate controlled hydraulic bulge test of sheet metal“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 235, S. 121–133, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2016.04.022.
[6] X. Fayolle, S. Calloch, und F. Hild, „Controlling Testing Machines with Digital Image Correlation“, *Exp. Tech.*, Bd. 31, Nr. 3, S. 57–63, Mai 2007, doi: 10.1111/j.1747-1567.2007.00152.x.

Oberflächenstrukturierte Spannbacken zur Prüfung hochfester Stähle

Clamping jaws with additional surface structure for the testing of high strength steel

F. Weuthen, M. Greef, Dr. C. H. Konrad, SCHERDEL Innotec Forschungs- und Entwicklungs-GmbH

Kurzfassung – Die Zugprüfung von dünnem Bandmaterial sowie hochfestem Federstahldraht ist mit Schwierigkeiten beim Einspannen verbunden, da die Proben bei zu geringer Kraftübertragung aus den Spannbacken rutschen oder bei zu großen mechanischen Abdrücken innerhalb der Einspannung brechen.

Als Abhilfe wurden Spannbackeneinsätze entwickelt, in die eine mehrteilige Oberflächenstruktur mit variablen Geometrien eingearbeitet wird. Versuche zeigen, dass beide genannten Problematiken behoben werden können und zudem auch das Verschleißverhalten der Einsätze merklich verbessert wird.

Stichwörter: Zugprüfung, hochfester Stahl, Laserstrukturierung

Abstract – Tensile testing of thin strip material and high-strength spring steel wire poses a challenge when it comes to fixing the material samples in the tensile tester. If jaw-to-sample force transfer is too low, the samples will slip off the clamping jaws, whereas too high the force causes detrimental surface dents and samples might break in the jaws.

To address this challenge, special jaw faces were designed, featuring multi-sectional surface structures along with variable surface geometries generated by laser structuring. Tests have shown that this solution eliminates the issues described above and additionally improves the jaw faces' wear resistance remarkably.

Keywords: tensile testing, high strength steel, laser surface structuring

1 Einleitung

Um die Qualität technischer Federn, Stanzbiegeteile, Kunststoff-Metall-Verbindungen sowie Baugruppen zu gewährleisten, werden die verarbeiteten Materialien verschiedenen Werkstoffprüfungen unterzogen. Insbesondere für Band- und Drahtmaterial ist die Zugprüfung dabei ein wichtiger Bestandteil.

Die Herausforderung dort liegt zum einen in der Vielzahl unterschiedlicher Werkstoffe. Feder- sowie spezieller Ventilfederdraht kommen dabei ebenso zur Prüfung wie Aluminium, Kupfer und Edelstahlbänder. Zum anderen sind speziell hochfeste Werkstoffe problematisch beim Prüfen des vollen Querschnitts wie es bei Drähten oder schmalen Bänder üblich ist. Hier treten bei Durchmessern zwischen 0,2 und 10 mm bzw. Bandstärken von 0,1 bis 8 mm maximale Festigkeiten von über 2400 MPa auf.

Die beschriebenen Versuche werden auf einer Universalprüfmaschine 100 kN und einem Keilschraubspannwerkzeug durchgeführt (**Bild 1**). Bei Bedarf wird ein Langwegdehnungsmessgerät mit zugeschaltet.

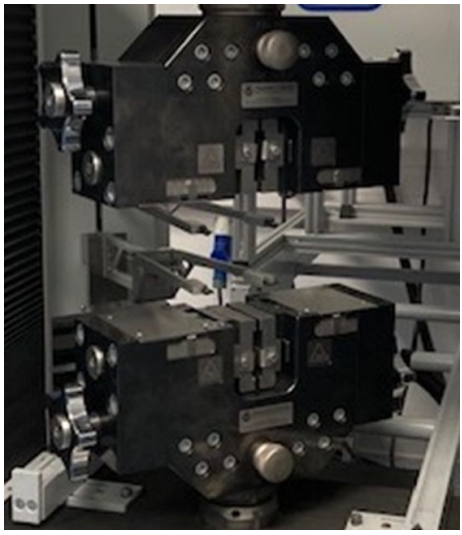


Bild 1: Die Spannvorrichtung der verwendeten Zugprüfmaschine
Figure 1: The jig of the used machine for tensile testing

2 Problem

Um das Einspannverhalten zu verbessern, werden für gewöhnlich Spannbacken mit eingearbeiteter Verzahnung eingesetzt. Typische Probleme bei der Durchführung der Zugprüfung sind:

- Einspannungsbrüche bei hochfesten Drähten (**Bild 2**)
- Durchrutscher bei hochfesten dünnen Bändern (**Bild 3**)

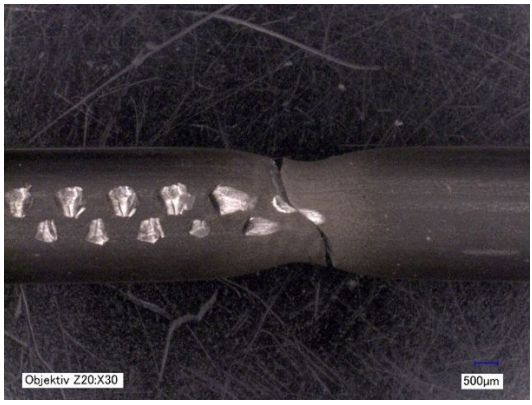


Bild 2: Hochfester Draht mit Einspannungsbruch an einem Werkzeugabdruck durch die Verzahnung
Figure 2: High strength wire with fracture right at the clamping due to plastic deformation caused by the clamp surface

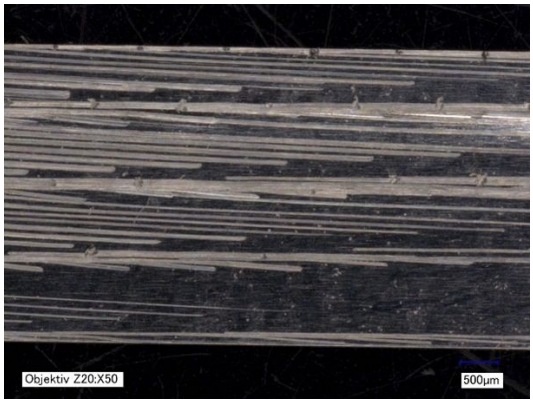


Bild 3: Herausgezogenes Band mit sichtbaren Kratzspuren (Durchrutscher)
Figure 3: Pulled out strip material with visible scratch marks

Zudem unterliegen die Spannwerkzeuge hohem Verschleiß bei der Prüfung hochfester Materialien. Die Spannelemente sind daher regelmäßig zu tauschen.

Verfügbare Alternativen arbeiten mit größeren Spannplatten, um die Einspannlänge zu maximieren, was jedoch auch höhere Kosten mit sich bringt. Zudem ist dort die Materialauswahl begrenzt und man ist weiterhin auf einfache Verzahnungen beschränkt.

Kleinere Einsätze aus Hartmetall können den Verschleiß verringern. Doch auch hier ist man mit den möglichen Oberflächenverzahnungen begrenzt und Versuche zeigen, dass eine hohe Last an den Kanten zu Ausbrüchen führt.

Die Herausforderung bestand also darin, mithilfe einer geeigneten Verzahnung ein Optimum an Spannkraft aufzubringen, sodass der Werkzeugabdruck am Übergang in die Prüflänge nicht zu groß ist, aber dennoch genügend Spannkraft auf die Probe übertragen werden kann, damit sie nicht aus den Platten herausgezogen werden können.

3 Lösung

Die Lösung ist nun über kleinere Verschleißteile realisiert, welche aus einem Hartmetallgrundkörper mittels Drahterosion hergestellt werden. Die Spannfläche wird darauf in Form einer zweiteiligen Oberflächenstruktur aufgebracht. Eine feine Verzahnung an der Auslaufseite des Spannwerkzeugs, welche zu große Eindrücke vermeidet, und eine grobe Verzahnung zum Aufbringen der Spannkraft. (**Bild 4**)



Bild 4: Verschleißteil mit zweiteiliger Oberflächenstruktur
Figure 4: Wearing part with two-part surface structure

Technisch wird diese spezielle Oberfläche mittels Laserstrukturierung erzeugt, was eine große Freiheit bezüglich Geometrie und Werkstoff erlaubt. Für die hier beschriebenen Versuche werden „Hexagonpyramiden“ als Zahnung auf der Oberfläche verwendet (die Gestaltungsfreiheit erlaubt hier eine Anpassung an Werkstoff, Festigkeit, Probengeometrie etc.).

4 Erzielte Ergebnisse

Die erzeugten Strukturen werden mittels Digital- und Rasterelektronenmikroskopie untersucht und dokumentiert. Auf den Aufnahmen ist eine Stufung zu erkennen, welche sich durch den schichtweisen Abtrag mit dem Laser ergibt (**Bild 5**). Hin und wieder finden sich noch verbliebene Glasperlen aus der Nachbearbeitung (**Bild 6**). 3D-Profile (mittels Tiefenschärfe) werden genutzt, um Abtragstiefen zu verifizieren (**Bild 7**).

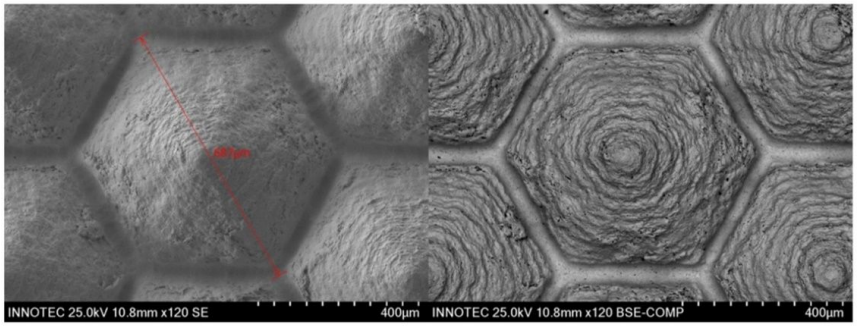


Bild 5: Hexagonpyramiden unter dem Rasterelektronenmikroskop (SE- & BSE-Bild)
Figure 5: Hexagon pyramids as seen under the scanning electron microscope (SE & BSE image)

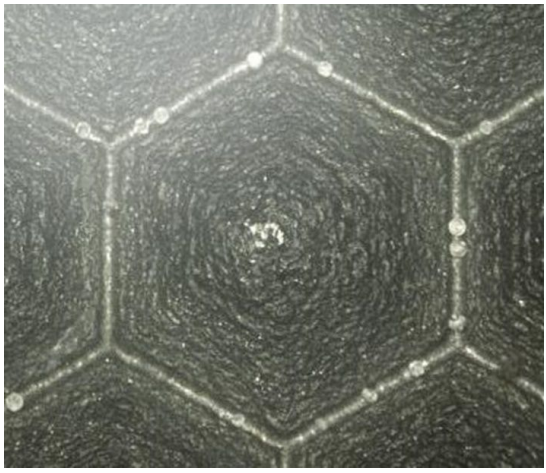


Bild 6: Hexagonpyramiden unter dem Digitalmikroskop
Figure 6: Hexagon pyramids as seen under the digital microscope

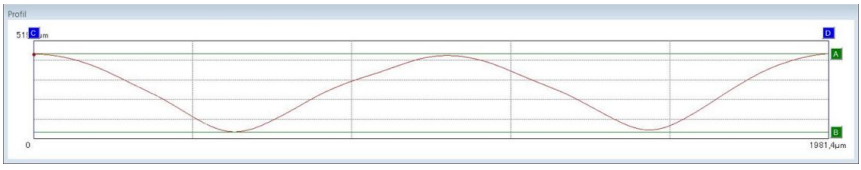


Bild 7: Tiefenprofil über eine Hexagonpyramide
Figure 7: Depth profile along one hexagon pyramid

Für die Erprobung der Spannelemente werden zwei Materialien intensiv erprobt (**Tabelle 1**).

Tabelle 1 Erprobte Draht- und Bandmaterialien
Table 1 Tested wire and strip material

Werkstoff	Abmaße in mm	Zugfestigkeit in MPa	Probenanzahl
1.4512	0,08 x 4	2000 - 2200	25
FD SiCrV H	Ø 3,30	2240 - 2340	25

Die Beurteilung erfolgt anhand der Kriterien Durchrutscher, Einspannungsbrüche und Verschleiß der Spannelemente.

Die Testergebnisse sind dabei durchweg positiv. Das dünne Bandmaterial rutscht nicht mehr aus der Einspannung und bewirkt keinen erkennbaren Verschleiß an den Spannelementen. Auch der hochfeste Draht rutscht nicht und es treten auch keine Einspannungsbrüche mehr auf. Der Verschleiß ist hier nicht nur deutlich geringer als im Vergleich zu den kommerziell angebotenen Spannelementen, sondern auch anders ausgeprägt. Die Zähne brechen nicht aus, sondern werden lediglich vereinzelt abgerieben, wodurch sich keine scharfen Kanten ausbilden (**Bild 8**).

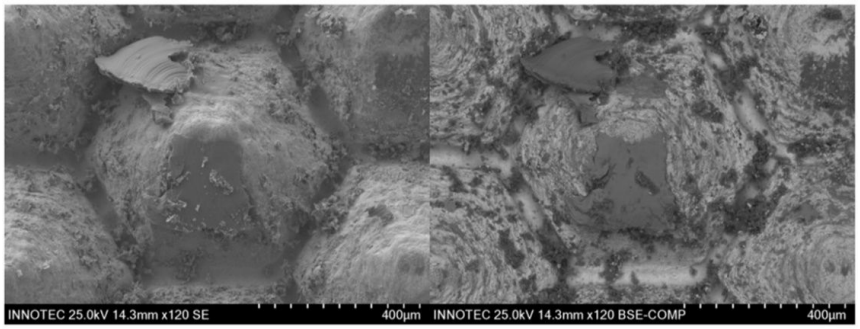


Bild 8: Verschlissene Hexagonpyramide unter dem Rasterelektronenmikroskop (SE- & BSE-Bild)
Figure 8: Worn off hexagon pyramid as seen under the scanning electron microscope (SE & BSE image)

5 Ausblick

Es werden weitere Verzahnungsgeometrien erprobt, welche auf spezielle Probengeometrien bzw. Werkstoffe ausgelegt sind. Des Weiteren werden weitere Werkstoffe für die Grundkörper getestet, um die Werkstoffpaarung zwischen Grundkörper und Prüfkörper zu optimieren. Außerdem wird geprüft, ob das vorliegende System erlaubt, die Grundkörper mehrfach mit neuer Verzahnung zu versehen, um ressourcenschonend die Hartmetallgrundkörper wiederzuverwenden. Hierzu wird die Oberflächenstruktur plan geschliffen und per Laserabtrag neu ins Material eingebracht. Es können hiermit bis zu 5 Überarbeitungen realisiert werden.

Prüftechnik zur Untersuchung der Ermüdungsschädigungsentwicklung in einem martensitischen Federstahl

Testing Technique to Investigate the Fatigue Damage Evolution in a Martensitic Spring Steel

A. Wildeis, H.-J. Christ, R. Brandt, Institut für Werkstofftechnik, Universität Siegen
M. Thimm, C.-P. Fritzen, Institut für Mechanik und Regelungstechnik - Mechatronik, Universität Siegen

Kurzfassung – Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Torsions-Miniaturprüfmaschine (TMP) zur Durchführung von *in situ* Ermüdungsversuchen in einem konfokalen Lasermikroskop an Miniaturproben aus martensitischem Federstahl vorgestellt. Dazu werden neben dem Aufbau der TMP auch die entwickelte Probengeometrie sowie der Prüfaufbau inklusive Steuerung beschrieben. Nach der Inbetriebnahme wurden erste Versuche an Miniaturproben aus martensitischem Federstahl durchgeführt die zeigen, dass sich die Ermüdungsschädigung durch die Ausbildung eines Rissnetzwerks auf der Probenoberfläche charakterisieren lässt. Anhand dieser Versuche konnte die Eignung der TMP zur Untersuchung der Ermüdungsschädigungsentwicklung in einem martensitischen Federstahl gezeigt werden.

Stichwörter: Miniaturprüfmaschine, *In situ* Ermüdungsversuche, zyklische Torsionsbelastung, Federstahl

Abstract – In this study a miniaturized fatigue testing device for conducting *in-situ* fatigue tests under cyclic torsional loading in a confocal laser microscope is presented. In this paper, the setup of the miniaturized fatigue testing device, the sample geometry and the test procedure including the interplay of the mechanical and electronic components are shown. The results of first fatigue experiments on a martensitic spring steel indicate that the fatigue damage is characterized by the formation of a crack network. These first results verify the suitability of the miniaturized fatigue testing device for the investigation of the fatigue damage evolution in a martensitic spring steel.

Keywords: Miniaturised testing device, *In-situ* fatigue testing, Cyclic torsional loading, Spring steel

1 Einleitung

Das Versagen von vielen technischen Bauteilen, wie zum Beispiel Schraubendruckfedern, wird sehr häufig mit der Materialermüdung in Zusammenhang gebracht, was diese Form des Schädigungsprozesses zu einem relevanten Forschungsgebiet macht. Dabei spielt im Fall von Schraubendruckfedern neben der uniaxialen zyklischen Belastung auch die torsionale zyklische Belastung eine wichtige Rolle. Die Materialermüdung kann dabei in die vier Phasen Rissinitiierung, schubspannkontrollierte Kurzrissausbreitung, normalspannungskontrollierte Langrissausbreitung und Bruch unterteilt werden, wobei die ersten beiden Phasen im Bereich der Zeitfestigkeit bis zu 90 % der Lebensdauer ausmachen können, wie jüngste Ergebnisse an einem martensitischen Federstahl gezeigt haben [1]. Daraus folgt, dass die Lebensdauervorhersage von technischen Bauteilen verbessert werden kann, wenn die Mechanismen der Rissinitiierung und Kurzrissausbreitung verstanden sind. Dazu wiederrum ist der Einsatz von Miniaturprüfmaschinen unabdingbar, da diese eine *in situ* Beobachtung der Rissinitiierung und Rissausbreitung ermöglichen und in Kombination mit den modernen Methoden der Rasterelektronenmikroskopie (z.B. EBSD) eine Korrelation zur Mikrostruktur erlauben (siehe z. B. [1]). Aus diesem Grund wurden im Laufe der letzten Jahre viele Miniaturprüfmaschinen für *in situ* Ermüdungsversuche unter uniaxialer zyklischer Belastung von verschiedenen Forschungsgruppen entwickelt und vorgestellt (siehe z. B. [2, 3, 4]). Miniaturprüfmaschinen für *in situ* Ermüdungsversuche unter torsionaler zyklischer Belastung hingegen sind eine

Seltenheit, und im Rahmen der Literaturarbeit des hier beschriebenen Forschungsprojekts konnte nur eine Veröffentlichung dazu gefunden werden [5]. Die dort vorgestellte Miniaturprüfmaschine ermöglicht eine *in situ* Prüfung von Mikroproben im Rasterelektronenmikroskop unter torsionaler und uniaxialer Belastung, da sie sowohl mit einem Gleichstrommotor für torsionale Belastung als auch mit einem Linearmotor für uniaxiale Belastung ausgestattet ist. Diese Miniaturprüfmaschine ist jedoch auf die Prüfung von Mikroproben mit Durchmessern im Bereich von 100-200 µm beschränkt und kann nicht zur Prüfung von Probengeometrien mit Durchmessern im Bereich von Millimetern eingesetzt werden.

In der vorliegenden Arbeit wird eine Torsions-Miniaturprüfmaschine (TMP) zur Durchführung von *in situ* Ermüdungsversuchen in einem konfokalen Lasermikroskop an Miniaturproben aus martensitischem Federstahl vorgestellt. Dabei wird der Aufbau der TMP, die entwickelte Probengeometrie und der gesamte Prüfaufbau inklusive Steuerung beschrieben. Des Weiteren werden die Ergebnisse der ersten Wechseltorsionsermüdungsversuche gezeigt, welche die Eignung der TMP zur Untersuchung der Ermüdungsschädigungsentwicklung in einem martensitischen Federstahl nachweisen.

2 Torsions-Miniaturprüfmaschine

2.1 Aufbau der Torsions-Miniaturprüfmaschine

Der Aufbau der TMP ist in **Bild 1a** zu sehen. Die torsionale Belastung erfolgt mit Hilfe eines permanentmagneterregten Synchron-Servomotors mit Selbstkühlung der Fa. Siemens (Motorreihe SIMOTICS S-1FK2 CT, Typ 1FK2206-4AF) mit einem Bemessungsdrehmoment von M_N = 9,1 Nm. Der eingesetzte Servomotor ermöglicht bei Wechseltorsion eine Prüffrequenz von f = 5 Hz. Die Drehmomenterfassung erfolgt mit einem Drehmomentsensor der Fa. HBM (Typ 1-T22) mit einem nominellen Drehmoment von M_{nom} = 10 Nm und einer Genauigkeitsklasse von 0,5. Durch den zusätzlichen Einbau von Faltenbalgkupplungen können mögliche negative Einflüsse von Quer- oder Axialkräften auf die Drehmomenterfassung verhindert werden. Der Lastrahmen wurde aus der Aluminium-Knetlegierung EN AW – 061 gefertigt, da er neben einer ausreichend hohen Steifigkeit und Festigkeit auch eine möglichst kompakte und leichte Bauweise aufweisen muss, um die *in situ* Ermüdungsprüfung in einem vorhandenen konfokalen Laser-Scanning Mikroskops zu ermöglichen und das Handling der TMP zu erleichtern. Die geometrische Eignung der TMP für den Einsatz im konfokalen Laser-Scanning Mikroskop wurde mit Hilfe eines additiv gefertigten 3D-Modells vor der eigentlichen Fertigung des Lastrahmens sichergestellt (siehe **Bild 1b**).

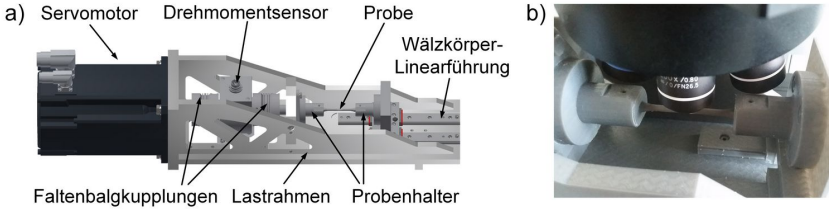


Bild 1: a) Aufbau der Torsions-Miniaturprüfmaschine; b) Additiv gefertigtes 3D-Modell des Lastrahmens im konfokalen Lasermikroskop.
Figure 1: a) Design of the miniaturized fatigue testing device for torsional loading; b) Additively manufactured 3D-Model of the load frame inside the confocal laser microscope.

Die Einspannung der Miniaturproben erfolgt formschlüssig, indem in beide Probenhalter eine Aussparung eingebracht wurde, die der Negativform der Einspannstellen der

Miniaturproben entspricht. Um dabei der Prüfung von hochfestem Stahl gerecht zu werden, wurden die Probenhalter aus dem Vergütungsstahl 42CrMo4 (Werkstoffnummer 1.7225) gefertigt. Darüber hinaus werden die Miniaturproben durch eine Madenschraube je Seite zusätzlich kraftschlüssig fixiert. Um den Ein- und Ausbau der Miniaturproben zu ermöglichen, ist der äußere Probenhalter auf einer Wälzkörper-Linearführung der Fa. Schneeberger (Minirail 1 MNNL 18) montiert, welche außerdem die Prüfung unterschiedlicher Probenlängen erlaubt. Durch den Einsatz von Passblechen am äußeren Probenhalter können Fertigungs- und Montageungenauigkeiten ausgeglichen werden, um die geforderte Koaxialität der beiden Probenhalter zueinander zu gewährleisten und somit eine möglichst biegemomentenfreie Torsionsprüfung der Miniaturproben zu ermöglichen (siehe **Bild 2**).

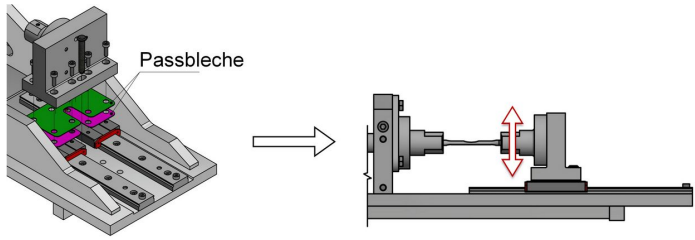


Bild 2: Einsatz von Passblechen zum Ausgleich von Fertigungs- und Montageungenauigkeiten.
Figure 2: Use of shims to compensate for possible manufacturing and assembling inaccuracies.

2.2 Probengeometrie

Die Probengeometrie für die TMP kann **Bild 3a** entnommen werden. Um die für *in situ* Ermüdungsprüfmaschinen typische Anforderung einer kompakten und leichten Bauweise zu erreichen, wurden die Miniaturproben mit einem geringen Prüfdurchmesser von d = 3 mm (bzw. einer Probendicke von 2 mm an der am stärksten verjüngten Stelle) entwickelt, da der Prüfdurchmesser einen direkten Einfluss auf das Drehmoment und folglich auf die Größe des benötigten Motors ausübt. Die Miniaturproben weisen an den Einspannstellen jeweils zwei Sattelflächen auf, welche die formschlüssige Einspannung an der TMP ermöglichen. In der Mitte des Prüfbereiches wurde eine Flachkerbe mit einem Radius von r = 20 mm und einem Kerbfaktor von $k_v = 2{,}3$ eingebracht, die der Schädigungslokalisierung dient und durch die relativ flache Probenoberfläche EBSD-Analysen erlaubt. Mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode (FEM) wurde die resultierende Verteilung der Scherspannung bei Torsionsbelastung der Miniaturprobe berechnet. Das Ergebnis ist in **Bild 3b** dargestellt. Wie zu erwarten, liegt die maximale Scherspannung im Kerbgrund. Des Weiteren wurde mit Hilfe der FEM die aufgrund der Flachkerbe auftretende Wölbkrafttorsion im Kerbgrund berechnet (siehe **Bild 3c**). Eine zusätzliche Wölbkrafttorsion tritt demnach nur am Rand der Kerbe auf, während der Kerbgrund frei von zusätzlichen Spannungen ist.

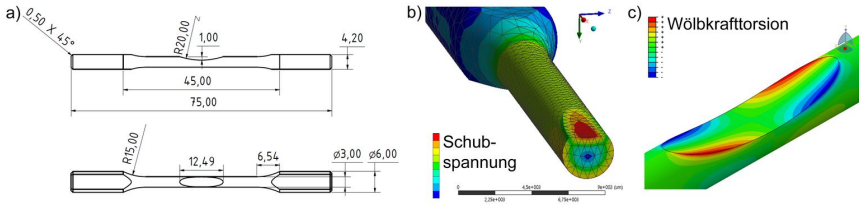


Bild 3: a) Geometrie der Miniaturproben für die Torsions-Miniaturprüfmaschine; Verteilung der b) Schubspannung und c) Wölbkrafttorsion in der entwickelten Miniaturprobe.
Figure 3: a) Geometry of miniature specimens for the miniaturized fatigue testing device for torsional loading; b) Shear stress and c) warping stress distribution in the developed miniaturised specimen.

2.3 Steuerung und Bedienoberfläche der Torsions-Miniaturprüfmaschine

Der Prüfaufbau und die Verkabelung im Schaltschrank der TMP sind in **Bild 4a** bzw. **4b** zu sehen. Die Ansteuerung des Servomotors erfolgt über eine Technologie-CPU (Typ: CPU 1515 SP PC2 F+HMI 512PT), die über ein Steuerungskabel mit dem Antriebssystem der Reihe SINAMICS S120 verbunden ist. Die Torsionsprüfung erfolgt scherungsgesteuert, indem zwei Verdrehwinkel vorgegeben werden. Über einen an die Steuereinheit angeschlossenen PC wir die TMP bedient.

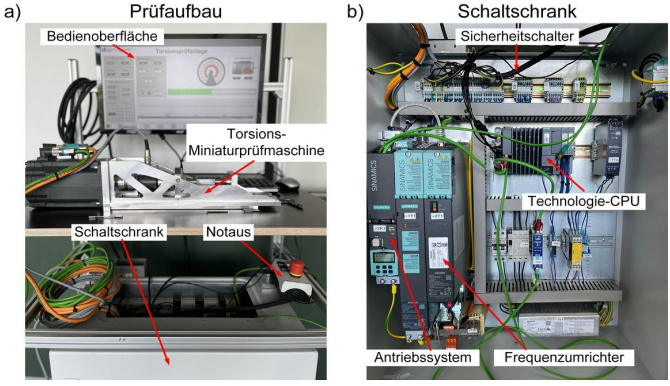


Bild 4: a) Prüfaufbau und b) Schaltschrank der Torsions-Miniaturprüfmaschine.
Figure 4: a) Test setup and b) electrical cabinet of the miniaturized fatigue testing device for torsional loading.

Die Bedienoberfläche der TMP ist in **Bild 5** zu sehen. Unter Abschnitt ① wird die Steuerung gestartet. Außerdem kann hier der Verdrehwinkel genullt werden und ein Reset der Steuerung durchgeführt werden, um mögliche Störungen zu beseitigen. Abschnitt ② dient der Auswahl der gewünschten Betriebsart. Die eigentliche Ermüdungsprüfung erfolgt dabei im Automatikbetrieb, während der Einrichtbetrieb zum manuellen, langsamen Anfahren eines bestimmten Verdrehwinkels dient. Die Betriebsart Handbetrieb ermöglicht einen Betrieb der Prüfmaschine ohne aktive Sicherheitsvorkehrungen wie zum Beispiel Lichtschranken, was jedoch im Moment nicht implementiert ist, da auch im Automatikbetrieb zurzeit keine Sicherheitsvorkehrungen vorgesehen sind. Um den Ermüdungsversuch bei Probenversagen automatisch zu stoppen, kann im Abschnitt ③ der Bedienoberfläche ein unterer Grenzwert für das maximale Drehmoment pro Zyklus angegeben werden. Weiterhin werden in diesem Abschnitt die vom Drehmomentsensor ausgegeben Messwerte angezeigt. Unter Abschnitt ④ kann der Versuch gestartet oder gestoppt werden. Des Weiteren werden hier alle relevanten Prüfparameter wie die beiden Verdrehwinkel, die Prüffrequenz sowie die Anzahl der durchzuführenden Zyklen eingestellt. Ferner wird in diesem Abschnitt die bereits durchlaufene Zyklenzahl angezeigt. In Abschnitt ⑤ wird der aktuelle Verdrehwinkel in zwei unterschiedlichen Darstellungsformen visualisiert und unter Abschnitt ⑥ kann der Servomotor ein- und ausgeschaltet werden. Abschnitt ⑦ dient der Kontrolle des Drehmomentverlaufs.

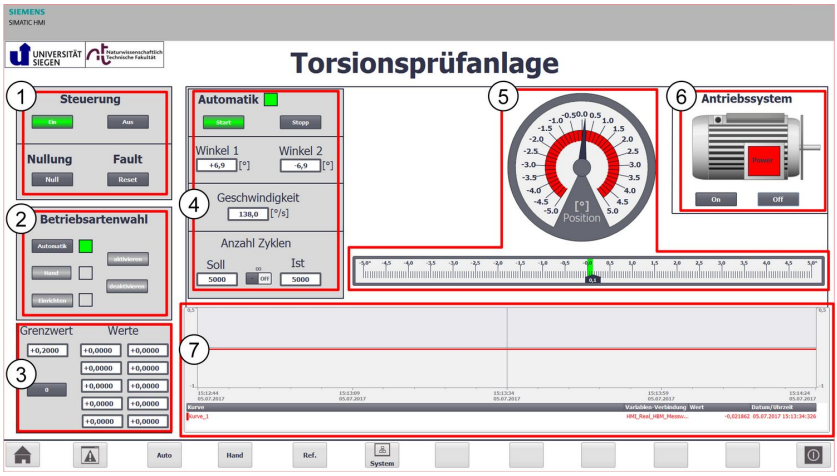


Bild 5: Bedienoberfläche der Torsions-Miniaturprüfmaschine. Die Zahlen markieren einzelnen Funktionsbereiche der Bedienoberfläche.

Figure 5: User interface of the miniaturized fatigue testing device for torsional loading. The numbers mark different functional areas of the user interface.

3 Inbetriebnahme und erste Ergebnisse

Die ersten Wechseltorsionsermüdungsversuche in dem oben vorgestellten Torsions-Miniaturprüfsystem wurden an den beschriebenen Miniaturproben aus dem hochfesten Federstahl 54SiCr6 (Werkstoff-Nr.: 1.7102) mit einer Zugfestigkeit von R_m = 1800 MPa und einer durchschnittlichen ehemaligen Austenitkorngröße von 125 µm im polierten Oberflächenzustand durchgeführt. Die hier exemplarisch betrachtete Probe wurde mit einer Torsionsspannungsamplitude von τ_a = 600 MPa belastet. Um die Ermüdungsschädigungsentwicklung während des Torsionsversuchs verfolgen zu können, wurde der höchstbeanspruchte Bereich der Probenoberfläche in regelmäßigen Intervallen von jeweils 5000 Zyklen mit einem konfokalen Lasermikroskop untersucht. Ein Vergleich der Probenoberfläche vor Versuchsbeginn und nach den ersten 5000 Zyklen ist in **Bild 6a** und **b** zu sehen. Das Ermüdungsschädigungsbild nach 5000 Zyklen zeigt, dass sich ein Netzwerk von Gleitbändern bzw. Kurzrissen an der Probenoberfläche abzeichnet. Nach 10.000 Zyklen kommt es zur Risskoaleszenz zweier Kurzrisse (siehe **Bild 6c**), was nach insgesamt 31.323 Zyklen zum Bruch führt. Eine Aufnahme der gebrochenen Probe ist in **Bild 6d** zu erkennen. Wie zu erwarten, verlaufen die beiden kurzen Risse anfänglich schubspannungskontrolliert entlang der Probenachse bzw. orthogonal dazu und wechseln anschließend nach deren Koaleszenz in eine normalspannungskontrollierte Langrissausbreitung.

Die Ergebnisse der ersten Versuche zeigen, dass die TMP für die Durchführung von Wechseltorsionsermüdungsexperimente zur systematischen Untersuchung der Ermüdungsschädigungsentwicklung geeignet ist. Das System erlaubt die Belastungssituation einer Schraubendruckfeder im Vergleich zu Zug-Druck-Prüfmaschinen realitätsnäher im Labor abzubilden, so dass zu erwarten ist, dass nicht nur für den hier untersuchten Federstahl ein Erkenntnisgewinn zu den relevanten Mechanismen der Ermüdung gewonnen werden kann.

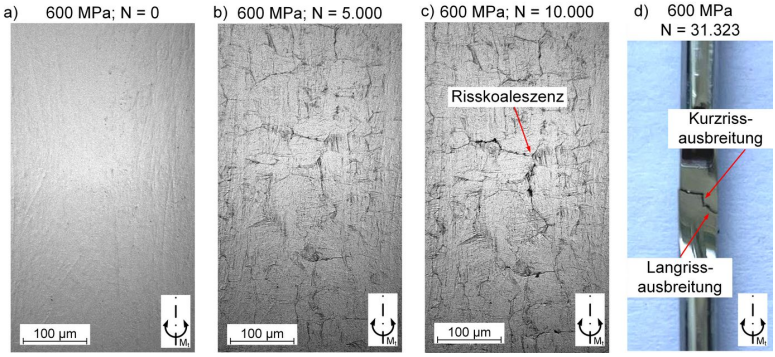


Bild 6: Konfokale Lasermikroskop Aufnahme einer Miniaturprobe a) vor Versuchsbeginn, b) nach 5000 Zyklen und c) nach 10.000 Zyklen bei einer Torsionsspannung von 600 MPa; d) Bildaufnahme der gebrochenen Miniaturprobe nach 31.323 Zyklen bei einer Torsionsspannung von 600 MPa.

Figure 6: Confocal laser-microscope image of a miniaturized sample a) before fatigue testing, b) after 5000 cycles and c) after 10,000 cycles loaded at 600 MPa; d) Image of the broken miniaturized sample after 31,323 cycles loaded at 600 MPa.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

In dieser Arbeit wurde eine TMP zur Durchführung von *in situ* Ermüdungsversuchen in einem konfokalen Lasermikroskop an Miniaturproben aus martensitischem Federstahl präsentiert. Es wurde das Design der TMP, die entwickelte Probengeometrie und der Prüfaufbau inklusive Steuerung vorgestellt. Außerdem wurden anhand von Ergebnissen der ersten Wechsel-torsionsermüdungsversuche gezeigt, dass die TMP zur Untersuchung der Ermüdungsschädigungsentwicklung geeignet ist. Im nächsten Schritt soll mit Hilfe der TMP die Kurzrissausbreitung im zuvor gezeigten martensitischen Federstahl weiter untersucht und die zugrundeliegenden Mechanismen analysiert werden. Dabei soll insbesondere auch der Einfluss von Eigenspannungen Berücksichtigung finden. Die geplanten Versuche erfolgen komplementär zu bereits durchgeführten *in situ* Ermüdungsversuchen unter uniaxialer Belastung (siehe dazu [1, 6]). Die gewonnenen Ergebnisse sollen anschließend als Basis für eine mechanismenbasierte Lebensdauervorhersage mit Hilfe der Randelementemethode dienen.

Danksagung – Der Deutschen Forschungsgemeinschaft wird für die finanzielle Unterstützung des Forschungsvorhabens gedankt.

Literatur

[1] A. Wildeis, H.-J. Christ, R. Brandt: Influence of Residual Stresses on the Crack Initiation and Short Crack Propagation in a Martensitic Spring Steel. Metals 12(7), 1085 (2022).

[2] I. Roth: Untersuchungen zum Ausbreitungsverhalten mikrostrukturell kurzer Ermüdungsrisse in metastabilem austenitischen Edelstahl. Dissertation Universität Siegen, Siegener werkstoffkundliche Berichte, H.-J. Christ (Hg.), Band 5, 2012.

[3] W.-F. Li, X.-P. Zhang: Investigation of initiation and growth behavior of short fatigue cracks emanating from a single edge notch specimen using in-situ SEM. Mater. Sci. Eng. A318 (2001), S. 129-136.

[4] W. Lim, H-K. Kim: Design and development of a miniaturised tensile testing machine. Glob. J. Eng. Educ 15 (2013), S. 48-53.

[5] S. Fu, L. Wang, G. Chen, D. Yu, X. Chen: A tension-torsional fatigue testing apparatus for micro-scale components. Rev. Sci. Instrum. 87, 015111 (2016).

[6] A. Wildeis, H.-J. Christ, R. Brandt, M. Thimm, C.-P. Fritzen: Characterizing the Fatigue Damage in a Martensitic Spring Steel. Steel Res. 2100260 (2021).

Quantifizierung elektromagnetischer Eigenschaften durch Wirbelstrom-basierte Softsensoren

Quantitative analysis of material properties using eddy current sensing

S. Hütter, G. Mook, T. Halle
Institut für Werkstoff- und Fügetechnik, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg

Kurzfassung – Neben der Erkennung von Materialdefekten ist die Wirbelstromprüfung bei geeignetem Messaufbau in der Lage, die elektromagnetischen Eigenschaften eines Materials zu charakterisieren. Durch elektromagnetische Impedanzspektroskopie können die elektrischen und magnetischen Eigenschaften getrennt werden und Rückschlüsse auf die Werkstoffeigenschaften geschlossen werden. In diesem Manuskript werden Effekte der direkten und indirekten Kopplung der elektromagnetischen Felder getrennt und unter Nutzung von einfachen Ersatzschaltbildern ein analytisches Modell für die Übertragungsfunktion eines Wirbelstrom-Sensors abgeleitet. Durch Identifikation von drei Komponenten-Parametern lässt sich so ein beliebiges Antwortsignal vollständig beschreiben. Weiterhin werden wichtige Punkte der Implementation als Softsensor gezeigt sowie anhand einiger Proben demonstriert.

Stichwörter: Wirbelstromprüfung, Materialcharakterisierung, Modellbildung, Softsensoren

Abstract – In addition to the detection of material defects, eddy current testing is capable of characterizing the electromagnetic properties of a material if a suitable measurement setup is used. Using electromagnetic impedance spectroscopy, the electrical and magnetic properties can be separated and conclusions can be drawn about the material properties. In this manuscript direct and indirect coupling effects are separated and an analytical model for the transfer function of an eddy current sensor is developed using simple equivalent circuit models. By identifying three component parameters, any response signal can be fully described. Furthermore, important points of the implementation as a soft sensor are shown and demonstrated with some samples.

Keywords: eddy current testing, material characterization, modelling, soft sensors

1 Einleitung

Eine etablierte Kategorie der zerstörungsfreien Materialprüfung sind Verfahren der Wirbelstromprüfung [1, 2]. Wirbelstrom(WS-)geräte verwenden eine Sendespule, um ein elektromagnetisches Wechselfeld in das Werkstück zu übertragen, wo es einen so genannten Wirbelstrom induziert. Dieser Strom erzeugt seinerseits ein Antwortfeld, das von einer zweiten Spule empfangen wird. Je nach Materialeigenschaften und Arbeitsabstand unterscheidet sich dieses Sekundärsignal sowohl in der Phase als auch in der Amplitude vom Sendesignal. Dieser Unterschied kann mit verschiedenen Methoden ausgewertet werden. Eine häufige Anwendung ist die Oberflächeninspektion: Defekte wie Risse oder Hohlräume unter der Oberfläche führen zu deutlich unterscheidbaren Antwortsignalen, welche in Pass/Fail-Bereiche klassifiziert oder auf einem Display mit räumlichen oder zeitlichen Achsen dargestellt werden kann [3]. Die Anwendung dieser Methode zur Charakterisierung von Materialeigenschaften wie Mikrostruktur oder physikalischen Eigenschaften wie Härte oder Umformgrad ist eine vergleichsweise neue Anwendung, die zum Beispiel in [4–6] ausführlich beschrieben wird.

Neben der einfachen Prüfung bei einzelnen Anregungsfrequenzen ist es auch möglich, das Frequenzspektrum der Antwort auszuwerten. In der elektromagnetischen Impedanzspektroskopie werden die zusätzlichen Informationen genutzt, um durch Modellbildung auf die ursächlichen Materialeigenschaften zurückzuschließen. Dabei können verschiedene Modelle zum Einsatz kommen. Verbreitet ist der klassische analytische Ansatz nach Dodd und Deeds [7]. In den letzten Jahren hat auch die vollständigere Beschreibung basierend auf den elektromagnetischen Feldgleichungen Anwendung gefunden [8, 9].

Für die Anwendung in einem echtzeitfähigen Softsensorsystem ist es jedoch notwendig, eine hinreichend genaue Modellvorstellung zu finden, die ohne die großen Anforderungen an den Rechenaufwand auskommt. Im Folgenden soll ein solches Modell entwickelt werden, bei dem das Messsystem als elektronisches Ersatzschaltbild dargestellt wird und dessen Übertragungsfunktion entwickelt wird. Die Anwendbarkeit dieses Ansatzes wird abschließend an einigen Beispielen demonstriert.

2 Theorie

2.1 Elektromagnetische Effekte im Messsystem

Für die folgenden Betrachtungen soll ein Sensor in transformatorischer Schaltung bestehend aus einer Sende- und einer Empfangsspule angenommen werden. Die Anregung wird von einem Generator bereitgestellt und das empfangene Signal phasenrichtig in seiner Spannung erfasst. Dieser prinzipielle Aufbau ist in **Bild 1a** dargestellt.

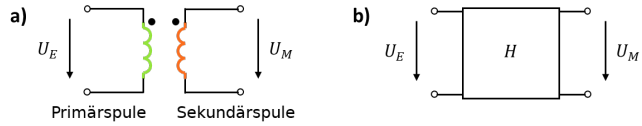


Bild 1: (a) Grundlegendes Modell eines transformatorischen Wirbelstromsensors mit Spannungserfassung. (b) Äquivalentes Zweitor.
Figure 1: (a) Fundamental model of a transformatoric eddy-current sensing system using only voltages. (b) Equivalent two-port network.

Da in diesem Aufbau nur die Spannung, nicht jedoch der Strom erfasst wird, ist eine direkte Bestimmung der Impedanz nicht möglich. Stattdessen kann der Aufbau als unbekanntes Zweitor betrachtet werden (**Bild 1b**). Die komplexe Übertragungsfunktion H dieses Netzwerkes ergibt sich im Zeitbereich bzw. nach Anwendung der Fouriertransformation $\mathcal{F}$ nach:

$$H = \frac{\underline{U_M}}{\underline{U_E}} \quad \text{bzw.} \quad H(i\omega) = \frac{\mathcal{F}[\underline{U_M}]}{\mathcal{F}[\underline{U_E}]} \tag{1}$$

Dies ist die frequenzabhängige Vorwärtsspannungsübertragungsfunktion des Gesamtsystems. Sie wird beeinflusst durch den Aufbau der Spulen, die Kernmaterialien, den Abstand zum Prüfgegenstand und die Materialeigenschaften selbst.

Es wurden bereits Modelle vorgeschlagen, die eine Ersatzschaltung eines realen Transformators mit diesen Eigenschaften in Beziehung setzen. Ihre erfolgreiche analytische Beschreibung erfordert die Verwendung der elektromagnetischen Feldgleichungen (vgl. [8]), denn die Annahme eines idealen (verlustfreien) Transformators kann die Übertragungsfunktion nicht vollständig beschreiben, da die Wirbelstromverluste einen wichtigen Teil des Systemverhaltens ausmachen. Ein realistisches Ersatzschaltbild, welches nur auf einfachen passiven Komponenten wie Induktivitäten und Widerständen basiert, kann durch Untersuchung der physikalischen Betriebsweise des Sensors abgeleitet werden.

Wirbelstromsensoren in Transformatorschaltung üben über eine Sendespule ein elektromagnetisches Wechselfeld auf einen Bereich der Probe aus. In einem Material mit einer Leitfähigkeit σ>0 induziert dieses Wechselfeld einen Kreisstrom (Wirbelstrom). Dieser Strom erzeugt wiederum ein magnetisches Feld, das einen Strom in der Empfängerspule induziert. Außerdem beeinflusst ein Material mit ferro- oder paramagnetischen Eigenschaften das Sendefeld so, dass es direkt einen Strom in der Empfängerspule induziert. Dies bedeutet, dass in der Empfängerspule zwei unabhängige Ströme fließen, welche dann als Summe von zwei Spannungen erfasst werden.

Daher gibt es zwei unabhängige Wirkungen des zu prüfenden Materials auf die Sensorspulen: Zusätzlich zu der herkömmlichen Erklärung der induzierten Wirbelströme werden die Spulen selbst durch das Material verstimmt. Diese Effekte können unabhängig voneinander als der Wirbelstrom- und der Transformatoranteil der Übertragungsfunktion bezeichnet werden:

$$H(i\omega) := H_{ec}(i\omega) + H_{tr}(i\omega) \tag{2}$$

Diese Linearkombination wurde auch in [8] aufgezeigt.

Es sei darauf hingewiesen, dass diese Komponenten im Allgemeinen nicht ausschließlich von den magnetischen oder elektrischen Eigenschaften des Materials bestimmt werden. Der Wirbelstromanteil wird teilweise durch die Leitfähigkeit des Materials bestimmt. Dazu gehört auch ein Einfluss der Materialdicke: dünne Folien desselben Materials weisen einen geringeren Leitungsquerschnitt auf, in dem sich Wirbelströme ausbreiten können. Der transformatorische Teil hängt von der magnetischen Permeabilität des Materials, aber auch von der Leitfähigkeit ab: große Wirbelströme führen zu einer Feldverdrängung, die mit der magnetischen Kopplung wechselwirkt.

2.2 Herleitung der Übertragungsfunktionen

Als Ersatzschaltbilder der beiden Beiträge werden folgende Teilmodelle mit idealen Transformatoren verwendet:

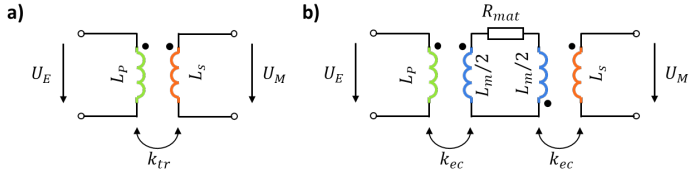


Bild 2: Getrennte Ersatzschaltbilder: (a) rein transformatorischer Anteil. (b) Wirbelstromanteil mit Induktion, Materialverlust und Gegeninduktion. Primär- und Sekundärspule werden als nicht-Ideal mit Serienwiderstand betrachetet.

Figure 2: Separated equivalent circuits: (a) pure transformatoric coupling. (b) Eddy-current coupling with induction, material loss and counter-induction. Primary and Secondary coils are taken as non-ideal with intrinsic series resistance.

Beide Teilschaltungen beinhalten die Primär- und Sekundärspule. **Bild 2a** zeigt die direkte Kopplung als idealer Transformator mit Kopplungsfaktor k_{ec}. In **Bild 2b** wird der Kreisstrom als ideale Kopplung ins Material gefolgt von Verlusten im Material gefolgt von phaseninvertierter Gegenkopplung abgebildet. Umformung in die jeweiligen T-Ersatzschaltbilder und Verwendung von Gegeninduktivitäten $M_{ab} := k_{ab}\sqrt{L_a L_b}$ erlaubt das Aufstellen der Übertragungsfunktion nach den Kirchhoffschen Regeln. Die symbolische Auflösung der extrem umfangreichen Gleichungssysteme muss softwaregestützt erfolgen. Inspektion der resultierenden Gleichungen zeigt, dass die die Eigenschaften der Empfangsspule nur in den Gegeninduktivitäten erscheinen. Auf die gleiche Art verschwindet L_{mat} und kann durch die Koppelfaktoren erfasst werden.

Somit können allgemeine Übertragungsfunktionen durch die Gerätekonstanten R_p, L_p und L_s sowie die materialspezifischen Werte k_{tr}, k_{ec} und R_{mat} dargestellt werden.

3 Experimentelle Untersuchungen

Zur Erprobung der Modelle wurde ein Wirbelstromsystem basierend auf EddyCation [10] modifiziert, eine Steuersoftware implementiert und einige Proben sowohl von Referenzkörpern als auch industriell genutzten Materialien zur Demonstration untersucht.

Als Anregungssignal dient weißes Rauschen mit konstanter Amplitude und pseudozufälliger Phase. Die Signalerfassung erfolgt in Quadratur (IQ) mit 96kHz Abtastrate. Die Transformation in den Frequenzbereich wurde durch fftw3 [11] implementiert. Die Übertragungsfunktion in der komplexen Ebene ergibt sich dann durch einfache Division entsprechend Gl. (1).

Die Anpassung der Modellparameter erfolgt mittels einer Random Gradient-Free Methode ähnlich [12] unter Nutzung des gewichteten absoluten Fehlers als Kostenfunktion. Besonderes Augenmerk wurde in der Implementation darauf gelegt, dass im Messbetrieb kontinuierlich Messpunkte mit akzeptabler Genauigkeit, Ansprechgeschwindigkeit und konstanter Rechenzeit generiert werden können.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Anpassung der Übertragungsfunktionen

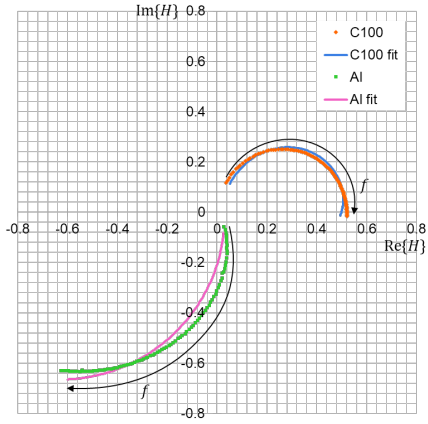


Bild 3: Übertragungsfunktionen für ferritischen Stahl (C100) und kaltgepresstes Aluminium in der komplexen Ebene. Pfeile markieren den Verlauf steigender Frequenz. Anpassung entsprechend des Modells ist ebenfalls dargestellt.

Figure 3: Example transfer functions for C100 ferritic steel and cold-drawn aluminium heatsink, plotted in the complex plane. Arrows indicate direction of increasing frequency. Best fits according to the split transfer function method are also shown.

Die nach den zuvor beschriebenen Methoden erhaltenen Übertragungsfunktionen werden in der komplexen Ebene ausgewertet. Ein Beispiel für die Visualisierung einer ferromagnetischen und paramagnetischen Probe ist in **Bild 3** dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich die beiden Materialien sowohl in ihrer Phasen- als auch in ihrer Amplitudenantwort unterscheiden: der ferritische Stahl folgt der von einem Transformator erwarteten Übertragungsfunktion mit Isolatorverhalten bei Gleichstrom und einem reellwertigen Maximum bei hohen Frequenzen. Dieser Aufbau enthält jedoch auch einige Wirbelstromverluste, welche eine Abweichung von der Ortskurve eines idealen Transformators erzeugen. Im Gegensatz dazu zeigt die Aluminiumprobe keine Transformatorcharakteristik und ist hauptsächlich durch Signale der Wirbelströme mit großen negativen Phasenwinkeln definiert. Ebenfalls dargestellt sind die Ergebnisse der Anpassung gemäß der oben beschriebenen Kostenfunktion. Der klar erkennbare Unterschied zwischen Modellanpassung und den gemessenen Werten in der Krümmung der Ortskurve ist begründet in einer Vereinfachung bei der Modellbildung: durch die räumliche Nähe der Spulen findet immer eine variable Selbst-Beeinflussung statt, welche in der Modellierung durch ideale Spulen nicht dargestellt wird.

4.2 Anwendung zur Materialcharakterisierung

Die Ergebnisse der Anpassung der drei Materialparameter k_{tr}, k_{ec} und R_{mat} an die Übertragungsfunktionen ist in **Bild 4** dargestellt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde auf eine Darstellung der über mehrere Größenordnungen bestimmten Widerstandswerte verzichtet und nur das Parameterfeld der Koppelfaktoren dargestellt.

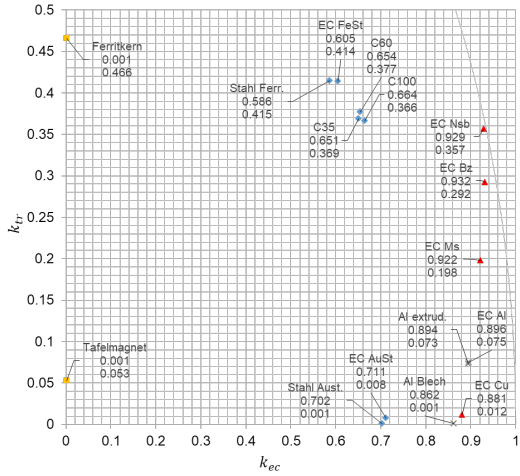


Bild 4: Transformatorischer (k_{tr}) und Wirbelstrom (k_{ec})-Anteil des Modells der Übertragungsfunktion für einige Probenkörper. Symbole und Farben geben einen Überblick nach Eisenbasis (blaue Rhomben), Kupferbasis (rote Dreiecke), Aluminiumbasis (graue Kreuze) und Ferritkeramik (gelbe Quadrate). Mit „EC" gekennzeichnete Proben stellen EddyCation Referenzkörper dar. Grauer Bogen ist Teil des Einheitskreises der Summe der Beiträge.

Figure 4: Transformatoric k_{tr} and eddy-current k_{ec} parts of the transfer function model for some objects. Symbols and colors indicate a classification of objects as iron-base (blue diamonds), copper-base (red triangles), aluminium-base (grey crosses), and ferrite ceramic base (yellow squares). Samples labeled with EC are EddyCation reference materials. Grey arc indicates unit magnitude of the sum of models.

Aus dieser Abbildung lassen sich mehrere Beobachtungen ableiten. Erstens liegen alle Werte innerhalb des Einheitskreises von $k_{tr}^2 + k_{ec}^2 = 1$, erfüllen also die Energieerhaltung aller Kopplungen. Dieses Kriterium wird während der Anpassung nicht erzwungen und kann daher als Plausibilitätstest der Ergebnisse verwendet werden.

An den Extrema beider Achsen weist das Ferritkernmaterial fast keine Wirbelstromverluste und den größten transformatorischen Anteil auf, während die reinen Kupfer- und Aluminiumproben geringe transformatorische Anteile und einen hohen Transfer durch induzierte Wirbelströme aufweisen. Beides entspricht den Erwartungen, da Ferritmaterial für Transformatoren speziell darauf ausgelegt ist, Wirbelstromverluste zu unterdrücken, während Kupfer die beste Leitfähigkeit aufweist, was zu großen induzierten Wirbelströmen führt. Ein Tafelmagnet aus einer Strontiumferrit-Keramik hat dagegen ebenfalls keine induzierten Wirbelströme, aber aufgrund der Dauermagnetisierung kann die geringe Anregungsamplitude kaum den Bereich der Sättigung verlassen, so dass nahezu keine transformatorische Kopplung erfolgt.

Auch grundsätzlich ähnliche Materialien lassen sich anhand ihrer Eigenschaften deutlich unterscheiden. Dies gilt beispielsweise für die verschiedenen ferritischen Stähle (blaue Rauten). Die mit C35, C60 und C100 gekennzeichneten Proben aus geglühtem Stabmaterial unterscheiden sich deutlich von der EddyCation Referenzprobe sowie ferritischem Stahlblech in gewalztem Zustand.

Die verschiedenen Kupferlegierungen (orangefarbene Dreiecke) sind ebenfalls deutlich unterscheidbar, wobei der transformatorische Teil der Übertragungsfunktion von Kupfer über Messing und Bronze zu Neusilber an Größe zunimmt. Diese Reihung entspricht der Leitfähigkeit der Legierungen.

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Es konnte gezeigt werden, dass die hier vorgeschlagene Modellbildung für das Übertragungsverhalten von Wirbelstromsonden in einfachen Ersatzschaltbildern ein nützliches Werkzeug darstellt, um die wirbelstrombasierte Materialcharakterisierung quantitativ zu unterstützen. Eine ausreichende Sensitivität zur Identifikation verschiedener Werkstoffe ist gegeben und Eigenschaftsunterschiede innerhalb einer Werkstoffgruppe können erkannt werden. Ebenfalls konnte eine echtzeitfähige Implementation der Parameteridentifikation gezeigt werden. Somit ist nicht nur selektive Anwendung, sondern eine inline-Anwendung beispielsweise zur Überwachung von Materialeigenschaften innerhalb eines Produktionsprozesses möglich.

Zukünftige Arbeiten werden sich mit der Korrelation der hier gewonnenen Modellparameter mit physikalischen Eigenschaften der Proben beschäftigen. Dabei soll besonders der Einfluss der Mikrostruktur untersucht werden.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung im Rahmen des Schwerpunktprogramms SPP 2183 unter Projektnummer HA 5209/11-2.

Literatur

[1] H. Stroppe und K. Schiebold: Wirbelstrom-Materialprüfung ein Lehr- und Arbeitsbuch für Ausbildung und Prüfpraxis ; mit 29 Tabellen. Castell Verlag, Wuppertal, 2011

[2] S. Udpa: Nondestructive Tesing Handbook, Volume 5: Electromagnetic Testing. American Society for Nondestructive Testing, Columbus, Ohio, 2004 (3. Auflage)

[3] G. Mook, F. Michel, und J. Simonin: Electromagnetic Imaging Using Probe Arrays. Strojniški vestnik – Journal of Mechanical Engineering 57 (2011), S. 227–236

[4] T. Uchimoto, T. Takagi, S. Konoplyuk, T. Abe, H. Huang, und M. Kurosawa: Eddy current evaluation of cast irons for material characterization. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 258–259 (2003), S. 493–496

[5] S. Konoplyuk, T. Abe, T. Uchimoto, T. Takagi, und M. Kurosawa: Characterization of ductile cast iron by eddy current method. NDT & E International 38 (2005), S. 623–626

[6] S. Hütter, R. Lafarge, J. Simonin, G. Mook, A. Brosius, und T. Halle: Determination of Microstructure Changes by Eddy-Current Methods for Cold and Warm Forming Applications. Advances in Industrial and Manufacturing Engineering (2021), S. 100042

[7] C. V. Dodd und W. E. Deeds: Analytical Solutions to Eddy-Current Probe-Coil Problems. Journal of Applied Physics 39 S. 2829–2838

[8] D. Desjardins, T. W. Krause, und L. Clapham: Transient response of a driver-pickup coil probe in transient eddy current testing. NDT & E International 75 (2015), S. 8–14

[9] D. R. Desjardins, T. W. Krause, A. Tetervak, und L. Clapham: Concerning the derivation of exact solutions to inductive circuit problems for eddy current testing. NDT & E International 68 (2014), S. 128–135

[10] G. Mook und J. Simonin: EddyCation - the All-Digital Eddy Current Tool for Education and Innovation, in: G. Busse, D. Van Hemelrijck, I. Solodov, und A. Anastasopoulos (Hrsg.): Emerging Technologies in Non-Destructive Testing, Taylor & Francis, London, Leiden, New York, Philadelphia, Singapore, 2008, S. 289–293

[11] M. Frigo und S. G. Johnson: The Design and Implementation of FFTW3. Proceedings of the IEEE 93 (2005), S. 216–231

[12] Y. Nesterov und V. Spokoiny: Random Gradient-Free Minimization of Convex Functions. Foundations of Computational Mathematics 17 (2015), S. 527–566

Resistometriebasierte Charakterisierung der umform- und ermüdungsinduzierten Schädigung im Einsatzstahl 16MnCrS5

Resistometry-based characterization of forming and fatigue-induced damage in case-hardening steel AISI 5115

L.A. Lingnau*, L. Lücker, F. Walther
Technische Universität Dortmund, Lehrstuhl für Werkstoffprüftechnik (WPT), Dortmund
*andree.lingnau@tu-dortmund.de

Kurzfassung – Umformtechnisch hergestellte Bauteile weisen ein hohes Leichtbaupotenzial, eine hohe Wirtschaftlichkeit und Ressourceneffizienz auf. Induzierte duktile Schädigung, die insbesondere die Entstehung und das Wachstum von Mikroporen betrifft, wird bisher bei der Auslegung von Bauteilen nicht betrachtet, sodass eine Bewertung bzw. Kontrolle der auftretenden Schädigung eine verbesserte Auslegung und bessere Ausnutzung des Leichtbaupotentials ermöglichen würde. In dieser Arbeit wurden mittels des entwickelten resistometriebasierten Messsystems die Schädigungszustände charakterisiert und Mechanismen differenziert. Intermittierende Ermüdungsversuche wiesen einen signifikanten Einfluss der Beanspruchung auf Veränderungen innerhalb der Mikrostruktur und des damit verbundenen elektrischen Widerstandsverhaltens auf. Mikrostrukturellen Unterschiede der Schädigungszustände konnten mittels Rasterelektronenmikroskopie validiert werden.

Stichwörter: 16MnCrS5, Ermüdung, zerstörungsfreie Prüfung (ZfP), duktile Schädigung, Resistometrie

Abstract – Components manufactured by metal forming have a high potential for lightweight construction, high cost-effectiveness and resource efficiency. Ductile damage induced, which affects the formation and growth of micropores in particular, is not considered in component design, so that an evaluation or control of the occurrence probability would enable an improved design and better utilization of the lightweight construction potential. Within this work, the different damage states were characterized and differentiated using the developed resistometry-based measurement system. Intermittent fatigue tests show a significant influence of loading on changes within the microstructure and the associated electrical resistance behavior. Microstructural differences of the damage states could be validated using scanning electron microscopy.

Keywords: AISI 5115, fatigue, non-destructive testing (NDT), ductile damage, resistometry

1 Einleitung

Die Kenntnisse bezüglich der durch Umformprozesse induzierten duktilen Schädigung, die insbesondere die Entstehung, das Wachstum sowie die Koaleszenz von Mikroporen betrifft, wird bisher bei der Auslegung von Bauteilen nicht betrachtet [1]. Bisher erfolgt die kommerzielle Auslegung von Bauteilen auf Basis mechanischer Eigenschaften und Sicherheitsfaktoren, sodass das Leichtbaupotential nur unzureichend ausgenutzt werden kann. Aufgrund dessen wurde mittels zerstörender Mess- und Prüfmethoden wie z. B. der Dichtemessung erfolgreich nachgewiesen, dass Proben, die mittels des Voll-Vorwärts-Fließpressens bei einem Schulteröffnungswinkel von $2\alpha = 30°$ umgeformt wurden, einen geringeren Porenanteil aufwiesen als bei einem Schulteröffnungswinkel von $2\alpha = 90°$. Weitere Untersuchungen mittels der Rasterelektronenmikroskopie (REM) belegten, dass die Veränderung der Schulteröffnungswinkel von $2\alpha = 90°$ auf $2\alpha = 30°$ zu einer Verringerung der Porenfläche um 75 % im Bereich der Mittelachse führte [2]. Da diese Verfahren zu Bestimmung des Porenanteils jedoch zerstörend, kosten- und zeitintensiv sind, wurde ein resistometriebasiertes Messsystem aufgebaut, um die verschiedenen duktilen Schädigungsgrade zerstörungsfrei, effizient und ressourcenschonend bestimmen und differenzieren zu können.

2 Werkstoffe

Aus Stangenmaterial des Einsatzstahls 16MnCrS5 (AISI 5115,1.7131) gemäß der Herstellerangaben nach DIN EN 10084 mit dem Durchmesser d = 40 mm wurden Halbzeuge mit der Länge l = 71 mm und dem Durchmesser d = 30 mm hergestellt, die im Anschluss mit einem Schmelzkammergranulat sandgestrahlt wurden. Nach dem Sandstrahlen erfolgte eine Reinigung im Ultraschallbad und eine Trocknung an Luft. Vor dem Umformprozess wurden die Halbzeuge mit dem Schmierstoff Beruforge 191 beschichtet. Die Beschichtung erfolgte im Ofen bei ca. T = 90 °C und einem anschließenden Eintauchen in eine wässrige Suspension. Mittels einer dreifachwirkenden ölhydraulischen Ziehpresse vom Typ SMG HZPUI 260 wurden die Halbzeuge mittels des Voll-Vorwärts-Fließpressens umgeformt. Die Stößelgeschwindigkeit während des Umformprozesses betrug v_s = 10 mm/s. Die in dieser Arbeit verglichenen Schädigungszustände sind aufgrund verschiedener Schulteröffnungswinkel bei der Herstellung mittels des Voll-Vorwärts-Fließprozesses von 2α = 30° und 2α = 90° voneinander zu unterscheiden. Die Proben wurden durch spanende Bearbeitung aus den umgeformten Halbzeugen hergestellt. Die Probengeometrie wurde so gewählt, dass die Härtewerte und Umformgrade trotz verschiedener Prozessparameter auf vergleichbarem Niveau lagen [2]. Die untersuchten Proben entstammen einer Charge des gleichen Herstellers, die chemische Zusammensetzung des Einsatzstahls findet sich in **Tabelle 1**.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung des Einsatzstahls 16MnCrS5, Angaben in Gew.-%.
Table 1 Chemical composition of the case hardening steel AISI 5115, data in wt.%

16MnCrS5		C	Si	Mn	P	S	Cr
DIN EN 10084	Min.	0,14	-	1,00	-	0,020	0,80
	Max.	0,19	0,40	1,30	0,035	0,035	1,10
Werkstoff		0,14	<0,40	1,10	0,010	0,027	0,80

3 Experimentelle Verfahren

Zur resistometriebasierten Detektion der umformprozessinduzierten Schädigung, zur Separation einsatzbedingter zyklischer Schädigungsmechanismen und zur Analyse deren Interaktion wurde ein Messsystem, bestehend aus Keithley 2601B Source Measure Unit (SMU) und Keithley 2182A Nanovoltmeter (NVM) der Fa. Keithley, verwendet. Beide Geräte sind mittels eines RS232 Null-Modems miteinander verbunden, die Übertragung der Messgrößen erfolgte über ein Ethernet-Kabel an einen Computer.

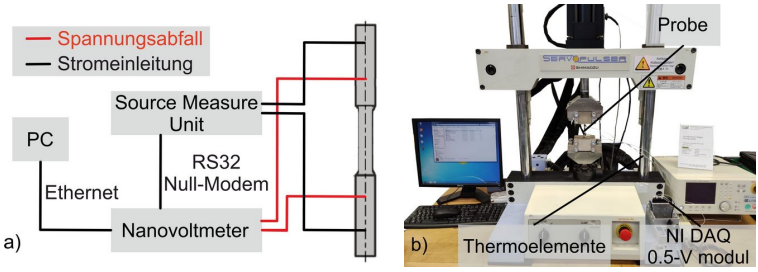


Bild 1: a) Aufbau des Mess-/Sensorsystems, b) Übersicht des Ermüdungsprüfaufbaus
Figure 1: a) Setup of measurement and sensor system, b) overview of fatigue testing setup

Die elektrische Widerstandsmessung beim NVM-Messsystem wurde mittels des Delta-Mode durchgeführt, bei dem ein definierter Strom mit Hilfe der Source Measure Unit aufgebracht wird. Die Delta-Methode beruht auf der Stromumkehrtechnik, bei der abwechselnd positive und negative Ströme durch das Messobjekt fließen, um die Potentialunterschiede und daraus resultierenden Thermospannungen in den Leitern zu kompensieren [3]. Der Versuchsaufbau des NVM-Messsystems ist in **Bild 1a** dargestellt. Zur Separierung der umformpro-

zessinduzierten Schädigung von den einsatzbedingten zyklischen Schädigung sowie zur Analyse deren Interaktion wurden intermittierende Ermüdungsversuche an dem servohydraulischen Schwingprüfsystem (Shimadzu EHF-LV-020, F = ±20 kN) durchgeführt und die Probentemperatur aufgezeichnet (**Bild 1b**). Hierzu wurde der Versuch nach jeweils $7{,}5 \cdot 10^4$ Lastspielen bei der Oberspannung σ_o = 320 MPa und dem Spannungsverhältnis R = -1 unterbrochen und die Veränderung des elektrischen Widerstandes messtechnisch ermittelt (**Bild 1a**). Die Lastspielzahl $7{,}5 \cdot 10^4$ entspricht dabei ca. 25 % der erwarteten Bruchlastspielzahl N_B bei der gewählten Oberspannung. Abschließend wurden die verschiedenen Schädigungszustände unter Verwendung der Rasterelektronenmikroskopie (Mira 3, Fa. Tescan) und Analyseverfahren der Elektronenrückstreubeugung (EBSD) charakterisiert.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Differenzierung der Schädigungszustände

Ein Ziel war, den Grad der duktilen Schädigung zwischen den Proben mit verschiedenen Prozessparametern zu charakterisieren und differenzieren. Dazu wurden jeweils vier Proben mit einem Schulteröffnungswinkel von 2α = 30° und 2α = 90° resistometriebasiert untersucht. Zusätzlich wurde jede Probe viermal vermessen, um unter realen Bedingungen das Mess- und Sensorsystem hinsichtlich der Wiederholgenauigkeit zu prüfen und qualifizieren [4, 5]. In **Bild 2** sind die zusammengefassten Absolutwiderstände, die mittlere Probentemperatur während der Messungen sowie die Standardabweichungen der Absolutwiderstände von je vier Proben mit dem Schulteröffnungswinkel 2α = 30° und 2α = 90° ersichtlich. Dabei weisen die Proben mit dem Schulteröffnungswinkel 2α = 90° ggü. 2α = 30° einen höheren elektrischen Absolutwiderstand auf. Die Standardabweichungen des Absolutwiderstandes lagen über alle Messreihen übergreifend auf einem vergleichbaren Niveau von ca. $s = 1{,}5 \cdot 10^{-6}$ Ω. Die mittlere Probentemperatur war auf einem vergleichbaren Niveau und wies keinen signifikanten Einfluss auf das Messergebnis des Absolutwiderstandes auf.

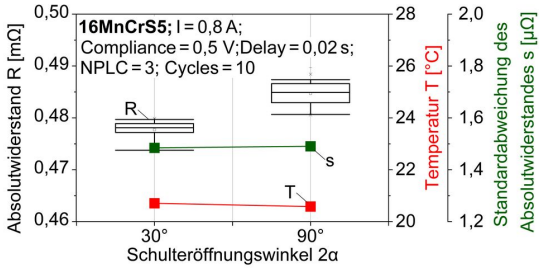


Bild 2: Elektrischer Widerstand in Abhängigkeit des Schulteröffnungswinkels
Figure 2: Electrical resistance as a function of the shoulder opening angles

Des Weiteren kommt es zu keinen Überschneidungen der Messdaten aufgrund von Streuungen, sodass eine klare Differenzierung der Schädigungszustände möglich ist. Der elektrische Absolutwiderstand für den Schulteröffnungswinkel 2α = 90° lag um durchschnittlich ca. 2 % höher als bei 2α = 30°, sodass von einem höheren Grad an umformprozessinduzierter duktiler Schädigung auszugehen ist.

4.2 Beanspruchungsabhängige Veränderungen in der Mikrostruktur

Zur Charakterisierung mikrostruktureller Veränderungen infolge Ermüdungsbeanspruchung wurden Ermüdungsversuche durchgeführt, die stufenweise nach jeweils $N = 7{,}5 \cdot 10^4$ Lastspielen unterbrochen und der elektrische Absolutwiderstand mittels des NVM-Messsystems erfasst wurde. Bei der Temperatur T_{NVM} handelt es sich um die Durchschnittstemperatur der Probe bei Widerstandsmessung mittels NVM-Systems. In **Bild 3a** sind die Absolutwiderstän-

de von je einer Probe mit Schulteröffnungswinkel 2α = 30° und 2α = 90° über die normierte Lebensdauer aufgetragen. In beiden Verläufen ist ein Anstieg des Widerstandes mit zunehmender Lastspielzahl zu beobachten. Des Weiteren ist der höhere Absolutwiderstand für die Probe 2α = 90° ersichtlich, wobei die Verläufe des Absolutwiderstandes für beide Schulteröffnungswinkel qualitativ vergleichbar sind. Die Widerstandsänderung ist in **Bild 3b** dargestellt. Die Veränderungen weisen in späteren Lebensdauerstadien einen deutlich ausgeprägteren Zuwachs auf, aufgrund verstärkt ablaufender Mikrostrukturvorgänge, z. B. Anstieg der Anzahl und Dichte von Gleitbändern [6,7]. In anderen Untersuchungen wurden Veränderungen des Absolutwertes auf steigende Versetzungs- und Defektdichten zurückgeführt, wobei plastische Verformungen, Mikrorissbildungen sowie Querschnittsreduktionen ebenfalls einen Einfluss aufwiesen [8,9]. Die Durchschnittstemperatur T_{NVM} der Proben während der Widerstandsmessung war vergleichbar, sodass die detektierten Änderungen des Widerstandes auf Veränderungen der Mikrostruktur und nicht variierende Umgebungs- oder Probentemperaturen beruhen.

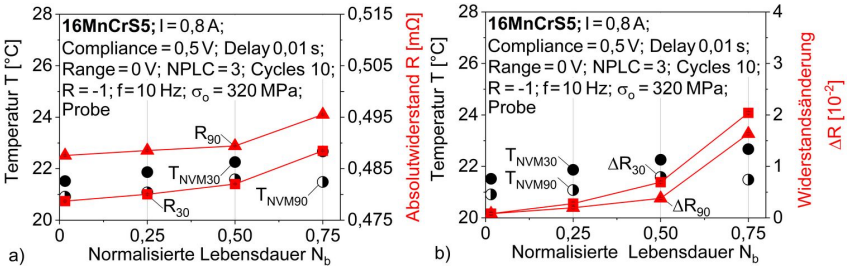


Bild 3: Darstellung a) des elektrischen Absolutwiderstandes über die normalisierte Laufzeit und b) der elektrischen Widerstandsänderung über die normalisierte Laufzeit

Figure 3: Representation of a) the absolute electrical resistance over the normalized runtime and b) the change in electrical resistance over the normalized runtime

4.3 Metallografische Analysen

Die Mikrostruktur wurde analysiert und der Einfluss der Mikrostruktur auf den elektrischen Widerstand und folglich die Leistungsfähigkeit beschrieben. Der Zusammenhang zwischen Defekten in Metallen und dem Widerstand wird in Arbeiten beschrieben, u.a. abhängig von Korngrenzen, Ausscheidungen und Versetzungsstrukturen [9,10]. In **Bild 4a** ist eine inverse Polfigurmap einer Probe mit Schulteröffnungswinkel 2α = 30° und in **Bild 4b** eine inverse Polfigurmap einer Probe mit 2α = 90° dargestellt. Die Bereiche wurden in beiden Fällen entlang der Mittelachse im Querschliff aufgenommen. Mit Hilfe der inversen Polfigurmappings war eine Visualisierung der Kornorientierung möglich, wobei aufgrund des hohen Anteils an Grüntönen eine Ausrichtung der Körner in eine Vorzugsrichtung erkennbar ist.

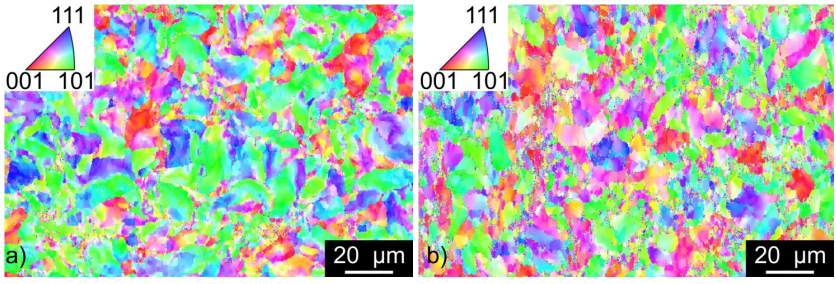


Bild 4: Inverse Polfigurmaps an Querschliffen mit einem Schulteröffnungswinkel von a) 2α = 30° und b) 2α = 90°

Figure4: Inverse pole figure maps on cross-sections of samples with a shoulder opening angle of a) 2α = 30° and b) 2α = 90°

Die Textur innerhalb der Mikrostruktur ist dabei auf das Voll-Vorwärts-Fließpressen zurückzuführen. Neben der Kornorientierung wurden auch die Kornstrukturen und Korngrößen der Proben mit verschiedenen Schulteröffnungswinkeln verglichen, da größere Körner in weniger Korngrenzen resultieren, sodass diese eine geringeren flächenmäßigen Anteil ausmachen und den Widerstand ggü. vielen Korngrenzen weniger stark erhöhen [9,10].

In **Bild 5a** ist die Korngrößenmap für den Schulteröffnungswinkel 2α = 30° und in **Bild 5b** die Korngrößenmap für 2α = 90° dargestellt. Eine vergleichbare Korngröße für beide Schulteröffnungswinkel ist ersichtlich, wobei die Korngrößen für 2α = 90° um ca. 9% größer sind. Die Ergebnisse der Korngrößenmappings decken sich mit dem elektrischen Widerstandsverhalten. Proben mit kleineren Körnern haben mehr Korngrenzen und einen höheren Absolutwiderstand [8,9]. Weiterhin ist eine Korngrößenmap des nicht-umgeformten Grundwerkstoffs dargestellt (**Bild 5c**), die eine um den Faktor 2 größere durchschnittliche Korngröße liefert. Dies veranschaulicht die Verkleinerung der Korngröße durch das Voll-Vorwärts-Fließpressen.

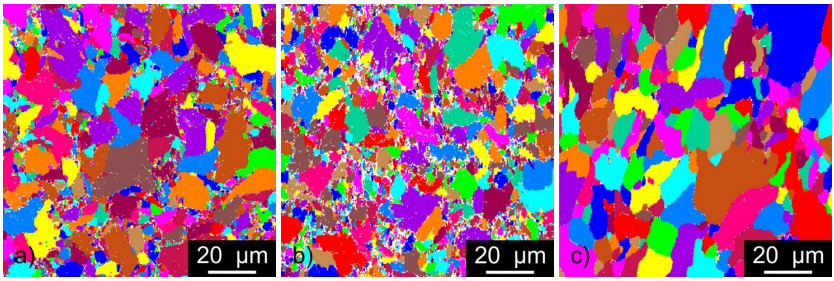


Bild 5: Korngrößenmaps in Querschliffen von Proben mit einem Schulteröffnungswinkel von a) 2α = 30°, b) 2α = 90° und c) im Ausgangszustand.
Figure 5: Grain size maps based on cross sections of samples with a) shoulder opening angle of a) 2α = 30°, b) 2α = 90° and c) in the initial state.

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Mittels des Mess- und Sensorsystems konnten die vom Schulteröffnungswinkel abhängigen Unterschiede in der Mikrostruktur in Form von Poren qualitativ und quantitativ zuverlässig detektiert werden. In metallografischen Analysen mit Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenrückstreubeugung konnte die Mikrostruktur bzw. deren Veränderungen validiert werden. Es wurde nachgewiesen, dass Proben mit dem Schulteröffnungswinkel 2α = 90° (hohe Schädigung) im Vergleich zu Proben mit dem Schulteröffnungswinkel 2α = 30° (geringe Schädigung) trotz vergleichbarer Härte, Mikrostruktur und Plastizität einen um ca. 2 % höheren elektrischen Absolutwiderstand aufweisen. Des Weiteren konnten mikrostrukturelle Veränderungen in intermittierenden Ermüdungsversuchen qualitativ und quantitativ detektiert werden, wobei diese für beide Schulteröffnungswinkel auf vergleichbarem Niveau lagen. Das entwickelte und erfolgreich validierte resistometriebasierte Mess- und Sensorsystem stellt eine zerstörungsfreie, zeiteffiziente und ressourcenschonende Methode zur Beurteilung des Schädigungszustandes dar.

Das System soll zukünftig zur Beurteilung der mikrostrukturellen Evolution infolge axial-torsionaler Beanspruchungen verwendet werden, auch bei reduzierter Prüftemperatur. Weitere mikrostrukturelle Analysen mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM) und 3D-Elektronenrückstreubeugung (3D-EBSD) werden wertvolle Erkenntnisse hinsichtlich mikrostruktureller Veränderungen liefern, um den Einfluss der umformprozessinduzierten duktilen Schädigung

auf die Leistungsfähigkeit näher zu charakterisieren. Mittels ergänzender computertomografischer (CT) Analysen können Poren im Volumen detektiert werden.

Danksagung – Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Förderung der Teilprojekte B01 und C01 im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB/ Transregio 188 "Schädigungskontrollierte Umformprozesse" (Nr. 278868966).

Literatur

[1] D. Gross; T. Seelig: Bruchmechanik. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2006).

[2] O. Hering: Schädigung in der Kaltmassivumformung: Entwicklung, Auswirkungen und Kontrolle. Dissertation, Technische Universität Dortmund (2020).

[3] Firma Keithley: Model 2182/2182A Nanovoltmeter: User´s Manual (2019).

[4] J. Fraden: Handbook of modern sensors: Physics, designs, and applications. Springer, New York (2004).

[5] M. Hennes: Konkurrierende Genauigkeitsmaße - Potential und Schwächen aus der Sicht des Anwenders. Allgemeine Vermessungs-Nachrichten: AVN (2007).

[6] H. Berns; W. Theisen: Eisenwerkstoffe-Stahl und Gusseisen. 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (2008).

[7] B. Sun: High-cycle fatigue damage measurement based on electrical resistance change considering variable electrical resistivity and uneven damage. International Journal of Fatigue 26 (2014) S. 457–462.

[8] A. Babutskyi; M. Mohin; A. Chrysanthou; Y. Xu; A. Lewis: Effect of electropulsing on the fatigue resistance of aluminium alloy 2014-T6. Materials Science and Engineering: A 772 (2020) 138679.

[9] M.Y. Murashkin; I. Sabirov; X. Sauvage; R.Z. Valiev: Nanostructured Al and Cu alloys with superior strength and electrical conductivity. Journal of Materials Science 51, 1 (2016) S. 33–49.

[10] P. Starke; F. Walther; D. Eifler: Model-based correlation between change of electrical resistance and change of dislocation density of fatigued-loaded ICE R7 wheel steel specimens. Materials Testing 60, 7-8 (2018) S. 669–677.

Untersuchung zum Einfluss radioopaker Zwischenschichten bei der in-situ CT geclinchter Verbindungen

Investigation of the Influence of Radiopaque Interlayers on the In-situ CT of Clinched Joints

D. Köhler*, R. Kupfer, J. Troschitz, M. Gude, Institut für Leichtbau und Kunststofftechnik, Technische Universität Dresden

Kurzfassung – Zur Qualitätssicherung von Clinchpunkten werden häufig ex-situ Methoden, wie etwa Schliffbildanalysen, eingesetzt. Diese ermöglichen jedoch nicht die Berücksichtigung von Phänomenen, die während der Belastung auftreten, da sich nach der Entlastung elastische Deformationen zurückbilden und Risse wieder schließen. Dagegen kann mit der in-situ Computertomographie (CT) der innere Deformationszustand des Clinchpunkts, z. B. während eines Scherzugversuchs, untersucht werden. Hierbei ist es für artgleiche Werkstoffe aufgrund der hohen Pressungen im Clinchpunkt schwierig, die Trennfläche zwischen den Fügepartnern im CT-Scan zu erkennen. Daher wird eine radioopake Zwischenschicht aus Zinn in die Trennfläche eingebracht. In dieser Arbeit wird der Einfluss der Zwischenschicht auf die in-situ CT-Scherzugprüfung untersucht. Hierzu werden sowohl Kraft-Verlängerungs-Kurven als auch die Geometrie der Clinchpunkte während der Belastung verglichen.

Stichwörter: Clinchen, Scherzugversuch, Computertomographie, In-situ CT

Abstract – Ex-situ methods, such as micrograph analyses, are often used for quality assurance of clinch points. However, these do not allow the consideration of phenomena occurring during loading, as elastic deformations regress and cracks close after unloading. In contrast, in-situ computed tomography (CT) can be used to examine the internal structure of the clinching point, e.g. during a shear tensile test. In the case of materials of the same type, it is difficult to identify the interface between the joining partners in the CT scan due to the high pressures at the clinching point. Therefore, a radio-opaque interlayer of tin is introduced into the interface. In this work, the influence of this interlayer on in-situ CT shear tensile test is investigated. For this purpose, both force-displacement curves and the geometry of the clinch points under load are compared.

Keywords: clinching, shear testing, computed tomography, in-situ CT

1 Einleitung

Die Charakterisierung von Clinchpunkten erfolgt unter anderem mittels ex-situ Scherzugversuchen hinsichtlich Tragfähigkeit und Versagensmoden [1]. Anhand nachgelagerter Schliffbildanalysen können die plastischen Deformationen gemessen werden. Ex-situ Analysen haben jedoch den Nachteil, dass sich der untersuchte Verformungszustand aufgrund von Relaxations- und Rissschließungseffekten von dem während der Belastung unterscheidet. Dem gegenüber stehen in-situ Untersuchungen, die es ermöglichen, die Deformations- und Schädigungsphänomene und deren Verlauf während der Prüfung zu untersuchen.

Eine weitere Möglichkeit zur zerstörungsfreien Untersuchung bietet die Computertomographie (CT), bei der ein digitales Volumen des Objekts erzeugt wird [2]. Im Bereich der industriellen Computertomographie wird diese Methode hauptsächlich für die Geometrie- und Strukturanalyse verwendet [4, 6]. Dabei dient sie der Analyse von Defekten wie Poren [3,4], Delaminationen und Faserbrüchen [5]. Auch im Bereich der Fügetechnik wird die CT eingesetzt, wie etwa bei Halbhohlstanznietverbindungen von Faserkunststoffverbunden (FKV) und Aluminium (Al) [6] sowie Bohrungen in FKV [7].

Die CT wird zunehmend auf die in-situ Untersuchung von Füge- und Prüfprozessen erweitert. Der Vorteil, Versagensprozesse in-situ zu untersuchen, wird beispielsweise durch Füßel et al. bei der Schädigungsanalyse von geklebten Nietverbindungen in Scherzugversuchen gezeigt [8]. Kunz et al. stellen in [9] eine Methode zur Ermittlung des internen Verschiebungsfeldes

von Klebstoffen vor. Pottmeyer et al. nutzen in [10] die in-situ CT, um die Schädigungsentwicklung in FKV-Fügezonen mit eingebetteten Inserts unter Zugbelastung zu analysieren. In [11] wird die in-situ CT-Methode für dir Scherzugprüfung von Clinchpunkten vorgestellt und das Kraft-Verlängerungs-Diagramm sowie die Kontur des Clinchpunkts im Querschnitt mit einem numerischen Modell qualitativ verglichen. Dabei wird aufgezeigt, dass aufgrund der begrenzten CT-Auflösung und der teilweisen Kaltverschweißung die Trennfläche im intakten Clinchpunkt im Hals- und Bodenbereich nicht erkennbar ist. Daher werden in [12] radioopake Substanzen als Schicht zwischen die Fügepartner eingebracht und deren Eignung untersucht, die Erkennbarkeit der Trennfläche in der CT-Aufnahme zu verbessern.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, geclinchte Aluminum-Proben im Scherzugversuch mittels in-situ CT zu untersuchen und einen möglichen Einfluss der radioopaken Zwischenschicht (ZS) auf das Belastungs- und Deformationsverhalten zu quantifizieren. Dazu werden Kraft-Verlängerungs-Diagramme sowie die äußeren Konturen und die Trennflächen der Clinchpunkte während der Belastung ausgewertet.

2 Materialien und Methoden

2.1 Probenvorbereitung und -geometrie

Entsprechend [12] wird vor dem Clinchen eine 0,01 mm dicke Folie aus Zinn (Rondendurchmesser = 12 mm) zwischen die Bleche gelegt. Für das Clinchen einseitig überlappende Scherzugproben wird der Stempel A50100[1] und die Matrize BE8012[1] sowie als stempel- und matrizenseitigen Fügepartner EN AW-6014-T4 (Dicke = 2,0 mm)[2] verwendet. Die geclinchten Proben werden anschließend bei 185°C für 20 min wärmebehandelt (T6). Um den Einfluss der ZS auf den Scherzugprozess zu untersuchen, werden zwei Varianten mit je 4 Wiederholungen gefertigt: ohne ZS (OZS) und mit ZS (MZS).

Aufgrund des geringen Bauraums innerhalb des in-situ CT-Systems werden schmale Einspannungen eingesetzt. Daher wird abweichend zur Norm ISO 12996 [1] eine verringerte Probenbreite 37 mm verwendet. Der Prüfaufbau und die Prüfkörperabmessungen können [11] entnommen werden. Nach ISO 12996 [1] werden die Prüfkörper mit Ausgleichsblechen versehen.

2.2 Scherzugversuch und CT-Messung

Die Prüfkörper werden an beiden Seiten in einer Universalprüfmaschine ZwickRoell Z250[3] eingespannt. Zwischen den Säulen der Universalprüfmaschine befindet sich das in-situ CT-System FCTS 160 - IS[4]. Es besteht aus einer Mikrofokus-Transmissionsröhre FORE 160.01C TT (160 kV, 1 mA, 80 W, min. Brennfleckgröße < 3 µm) als Röntgenquelle und einem digitalen Szintillationsdetektor PaxScan 4030E DRZ-Plus[5] basierend auf amorphem Silizium (3200 x 2300 Pixel, 14 Bit). Das CT-System rotiert um den Zugstrang, um Röntgenprojektionen in definierten Winkelschritten über 360° zu erzeugen. An fünf Verlängerungsstufen bleibt die Traversenposition konstant bis der CT-Scan (ca. 15 min) durchgeführt ist. Die CT- und Prüfparameter sind im Detail in aufgeführt.

---

[1] TOX PRESSOTECHNIK GmbH & Co.KG, Weingarten, Deutschland

[2] Advanz™ 6F-e170, Novelis Inc., Atlanta, USA

[3] ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland

[4] Finetec FineFocus Technologies GmbH, Garbsen, Deutschland

[5] Varian Medical Systems Inc, Palo Alto, USA

Tabelle 1 Parameter der CT-Messung und der Zugprüfung
Table 2 Parameter of the CT measurement and the tensile testing

Domäne	Parameter	Einheit	Wert
CT-Messung	Beschleunigungsspannung	kV	150
	Röhrenstromstärke	µA	30
	Röntgenprojektionen	-	1440 (4 per 1°)
	Belichtungszeit	ms	625
	Voxelgröße	µm	7,58
	Vergrößerung	-	16,8
	Brennfleckgröße	µm	ca. 3
	Physische Vorfilterung		0,35 mm Kohlenstoffdiamant
Zug-prüfung	Verlängerungsstufen für CT-Scans	mm	0; 0,3; 0,53; 0,76; 0,99
	Vorkraft	N	60
	Prüfgeschwindigkeit	mm/min	2

Die Volumen werden mit dem Feldkamp-Algorithmus in Cera eXplorer[6] rekonstruiert. Die anschließende digitale Bearbeitung erfolgt mittels Voxel-Analyseprogramm VG Studio Max[7]. Dazu wird zunächst die Oberfläche mittels globalem (iso-50%) Schwellwert bestimmt. Daraufhin werden Zylinder an die Matrizenseite des Clinchpunkts gefittet. Zudem wird der Koordinatenursprung an der Matrizenseite in der Drehachse des Zylinders festgelegt. Zuletzt werden für jedes Volumen in der Zylinderachse eine Schnittebene orthogonal zur Zugrichtung erzeugt. Hier wird an markanten Messstellen (MS) der Deformationszustand über Abstände ermittelt (**Bild** 1). Es werden die Außenkantenabstände (Messung des Abstandes von Außenkante zu Außenkante) gemessen (MS1). Weiterhin werden die Spaltmaße erfasst, welche sich beim Ausknöpfen zwischen den Fügepartnern ergeben (MS2 und MS3).

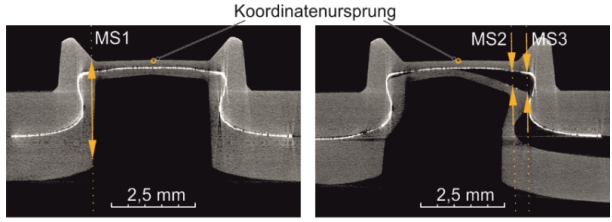


Bild 1**:** CT-Schnittbilder für Verlängerungsstufe 0 mm (a) und 0,3 mm (b) mit den gemessenen Außenkanten- und Spaltmaßabständen.
Figure 1**:** Cross sections of the CT volume for displacement level 0 mm (a) and 0.3 mm with the measured outer edge distances and gap dimensions.

Mit der Annahme, dass geometrische Abstände im Clinchpunkt sowie markante Punkte im Kraft-Verlängerungs-Diagramm normalverteilt sind, lässt sich anhand von Hypothesentests überprüfen, ob die Stichproben (MZS und OZS) der gleichen Standardabweichung und dem gleichen Erwartungswert folgen (Varianz- und Mittelwerthomogenität). Hinsichtlich der geometrischen Abstände im Clinchpunkt wird dies exemplarisch für den Außenkantenabstand bei MS1 sowie die Spaltmaße bei MS2 und MS3 an den Verlängerungsstufen 0,3 mm und 0,99 mm durchgeführt. Hinsichtlich des Kraft-Verlängerungs-Diagramms werden die lokalen Kraftmaxima zwischen den Verlängerungsstufen für die CT-Scans statistisch ausgewertet.

Bei der Varianzhomogenität wird mittels F-Test [13] die Hypothese zum Signifikanzniveau 5 % überprüft, ob die Standardabweichung an dem jeweiligen Auswertebereich i für beide

[6] Version 2.3.1 Siemens Healthcare GmbH, Erlangen, Deutschland
[7] Version 3.4, Volume Graphics GmbH, Heidelberg, Deutschland

Stichproben gleich ist (H_0: $\sigma_{OZS_i} = \sigma_{ZS_i}$. Der Freiheitsgrad ist $f = n - 1$, wobei n dem Stichprobenumfang entspricht. Die Testgröße F_{Test_i} wird nach Gleichung (1) berechnet und die kritischen Grenzwerte $F_{f;\frac{\alpha}{2}}$ und $F_{f;1-\frac{\alpha}{2}}$ werden [13] entnommen. Analog wird für die Mittelwerthomogenität mittels t-Test [14] die Hypothese zum Signifikanzniveau 5 % überprüft, ob der Erwartungswert an dem jeweiligen Auswertebereich i für beide Stichproben gleich ist $\left(H_0: \mu_{OZS_i} = \mu_{ZS_i}\right)$. Der Freiheitsgrad ist $f = 2 \cdot n - 2$, wenn die Standardabweichung beider Stichproben gleich ist. Analog werden die Testgröße t_{Test_i} nach Gleichung (2) berechnet und die kritischen Grenzwerte $t_{f;\frac{\alpha}{2}}$ und $t_{f;1-\frac{\alpha}{2}}$ [13] entnommen.

$$F_{Test_i} = \frac{s_{OZS_i}^2}{s_{MZS_i}^2} \quad (1) \qquad t_{Test_i} = \frac{\overline{x}_{OZS_i} - \overline{x}_{ZS_i}}{\sqrt{\frac{s_{OZS_i}^2 + s_{MZS_i}^2}{n}}} \quad (2)$$

3 Ergebnisse

3.1 Auswertung der CT-Messungen

Die Mittelwerte und die Standardabweichungen der Spaltmaße mit ZS sind größer als ohne (**Bild 2a,b**). Bei der Messung ergeben sich Messunsicherheiten im Bodenbereich, wo die Zinnschicht in die Aluminiumoberfläche eingepresst ist. Zusätzlich überstrahlt die Zinnfolie im CT-Scan (**Bild 1**), wodurch die äußere Oberfläche der Folie schwierig zu identifizieren ist. Da durch den Clinchprozess die Dicke der ZS aufgrund der Pressung tendenziell abnimmt, wird bei der Messung die Schichtdicke vernachlässigt.

Die Mittelwerte der Außenkantenabstände am MS1 (**Bild 2c**) sind mit ZS kleiner als ohne. Der Grund für die erhöhte Schwankung der Außenkantenabstände am MS1 bei allen Proben (c) liegt in der im CT-Scan stark verrauschten Oberfläche an der stempelzugewandten Clinchpunktseite und der sich dadurch erhöhten Messunsicherheit.

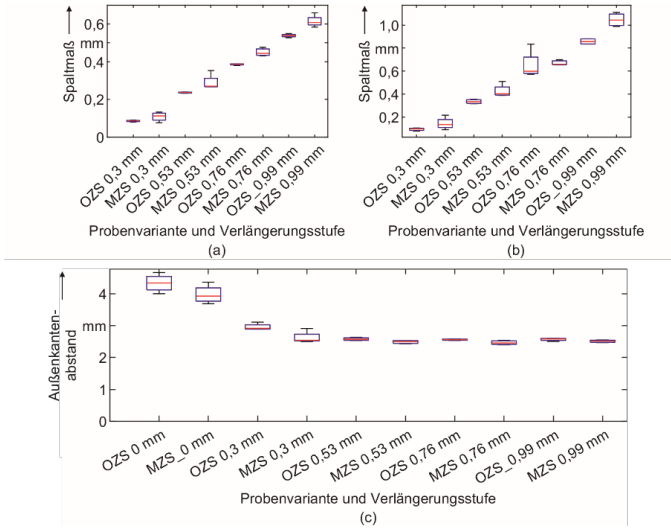


Bild 2: Spaltmaße an den MS2 (a) und MS3 (b) sowie die Außenkantenabstände am MS1 (c) für beide Probenvarianten und zu den ausgewerteten Verlängerungsstufen

Figure 2: Gap dimensions at the measurement point 2 (a) and 3 (b) and outer edge distances at the measurement point 1 (c) for both specimen categories and at the evaluated displacements.

Mittels F-Test wurde die Varianzhomogenität zwischen den Probenvarianten für die einzelnen Messstellen und Verlängerungspunkte überprüft. Für den Außenkantenabstand an der MS1 liegt F_{Test_i} innerhalb der kritischen Grenzwerte ($F_{3;0,025} < F_{Test_i} < F_{3;0,975}$ siehe **Tabelle** 3). Für die Spaltmaße an MS2 und MS3 liegt F_{Test_i} hingegen für mindestens eine Verlängerungsstufe außerhalb der kritischen Grenzwerte. Daher wird die Nullhypothese verworfen und es kann geschlussfolgert werden, dass die ZS einen signifikanten Einfluss auf die Streuung der gemessenen Spaltmaße hat.

Analog wurde mittels t-Test die Erwartungswerthomogenität überprüft. Entsprechend der Ergebnisse der Hypothesentests auf Varianzhomogenität wurden die Freiheitsgrade berechnet. Mit den kritischen t_{Test}-Werten (**Tabelle** 3) gilt $t_{f;0,025} < t_{Test_i} < t_{f;0,975}$ für MS1 (0,99 mm), MS2 (0,3 mm) und MS3 (0,3 mm). Bei allen anderen Punkten konnte ein signifikanter Einfluss der ZS auf den Erwartungswert der gemessenen Dimensionen beobachtet werden. Daher wird auch für den Erwartungswert die Nullhypothese verworfen.

Tabelle 3 Auswertung der in den CT-Bildern gemessenen Außenkantenabstände und Spaltmaße in mm. Testgrößen in rot liegen außerhalb des Konfidenzintervalls, Werte in grün liegen innerhalb des Intervalls.
Table 4 Evaluation of the gap dimensions and outer edge distances in mm measured in the CT images. Test statistics in red exceed the confidence interval. Values in green are within the confidence interval.

Messstelle und Maß	**MS1 – Außenkantenabstand**		**MS2 - Spaltmaß**		**MS3- Spaltmaß**	
Verlängerungsstufe	**0,3**	**0,99**	**0,3**	**0,99**	**0,3**	**0,99**
F_{Test_i}	0,30	1,19	0,00	0,05	0,01	0,41
$F_{f;\frac{\alpha}{2}}$ und $F_{f;1-\frac{\alpha}{2}}$	$F_{3;0,025} = 0,065; F_{3;0,975} = 15,44$					
t_{Test_i}	3,04	1,91	-2,53	-4,65	-3,05	-5,86
$t_{f;\frac{\alpha}{2}}$ und $t_{f;1-\frac{\alpha}{2}}$	$t_{6;0,025} = -2,4; t_{6;0,975} = 2,4$		$t_{3;0,025} = -3,2; t_{3;0,975} = 3,2$		$t_{6;0,025} = -2,4; t_{6;0,975} = 2,4$	

3.2 Auswertung der Kraft-Verlängerungs-Diagramme

Die Kraft-Verlängerungs-Diagramme sind in **Bild 3** für beide Probenvarianten dargestellt. Auffällig ist die starke Abweichung der Kurven bei Proben mit ZS im Verlängerungsbereich bis 0,3 mm. Davon abgesehen sind die lokalen Kraftmaxima zwischen den Verlängerungsstufen für die CT-Scans sowohl innerhalb der Variante als auch zwischen den Varianten ähnlich groß.

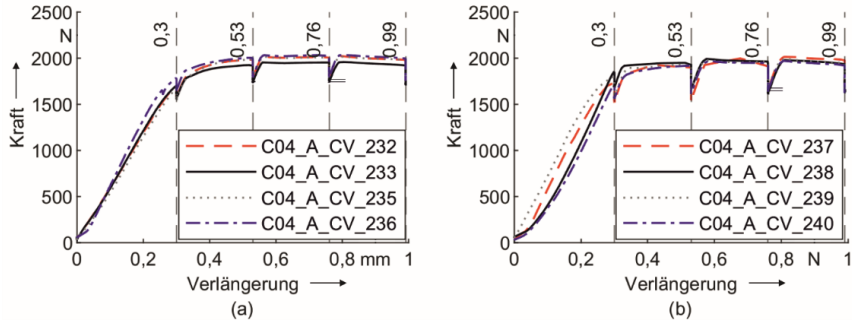


Bild 3: Kraft-Verlängerungs-Diagramme der Proben OZS (a) und MZS (b)
Figure 3: Force-displacement diagram of the specimens without interface layer (a) and with interface layer (b)

Mittels F-Test wurde die Varianzhomogenität zwischen den Probenvarianten für die einzelnen Verlängerungsbereiche überprüft. Mit den kritischen F_{Test} -Werten (**Tabelle 5**) kann geschlussfolgert werden, dass $F_{3;0,025} < F_{Test_i} < F_{3;0,975}$ für alle i gilt. Daher kann die Nullhypothese nicht verworfen werden. Folglich kann nicht geschlussfolgert werden, dass die ZS einen signifikanten Einfluss auf die Streuung der lokalen Kraftmaxima zwischen den Verlängerungsstufen für die CT-Scans im in-situ CT Scherzugversuch hat.

Analog wurde mittels t-Test die Erwartungswerthomogenität überprüft. Für alle Verlängerungsbereiche liegen die t_{Test}-Werte innerhalb der kritischen Grenzwerte (**Tabelle 5**). Daher kann die Nullhypothese nicht widerlegt werden und nicht geschlussfolgert werden, dass die ZS einen signifikanten Einfluss auf den Erwartungswert der lokalen Maxima der Kraft-Verlängerungs-Kurven im Scherzugversuch hat.

Allerdings wird im Verlängerungsbereich bis 0,3 mm eine Tendenz zu einer signifikant abweichenden Standardabweichungen erkannt. Insbesondere in diesem Bereich kommt es zu einer stärkeren Streuung der Kraft bei den Proben mit ZS, auch wenn die Mittelwerte in diesem Bereich für beide Varianten ähnlich ist (**Bild 4**).

Tabelle 5 Auswertung der Kraftmaxima in N der Kraft-Verlängerungs-Diagramme
Table 6 Evaluation of the maxima of the force displacement curve

Verlängerungsbereich	[0 0,3]	]0,3 0,53]	]0,53 0,76]	[0,76 0,99]
F_{Test_i}	0,50	6,23	6,41	3,21
$F_{f;\frac{\alpha}{2}}$ und $F_{f;1-\frac{\alpha}{2}}$	$F_{3;0,025} = 0{,}065; F_{3;0,975} = 15{,}44$			
t_{Test_i}	-1,59	2,21	1,19	1,00
$t_{f;\frac{\alpha}{2}}$ und $t_{f;1-\frac{\alpha}{2}}$	$t_{6;0,025} = -2{,}4; t_{6;0,975} = 2{,}4$			

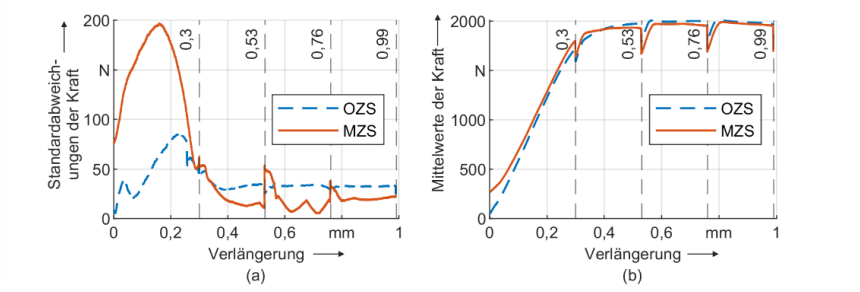


Bild 4: Standardabweichungen der Kraft von allen Proben der jeweiligen Variante gegen die Verlängerung (a) und die Mittelwerte der Kraft von allen Proben der jeweiligen Variante gegen die Verlängerung (b)
Figure 4 Standard deviations of the force of all specimens of each category over the displacement (a) and mean values of the force of all specimens of each category over the displacement (b)

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Hinsichtlich der statistischen Auswertung der Deformation des Clinchpunkts konnte an einzelnen Messstellen und Verlängerungsstufen eine signifikante Abweichung der Standardabweichung und des Mittelwerts zwischen den beiden Probenvarianten (mit und ohne ZS) festgestellt werden (zum Konfidenzniveau 5 %). Daher besteht eine Tendenz dahin, dass die ZS einen signifikanten Einfluss auf das Deformationsverhalten hat. Für eine genauere Aussage

müsste die Probenzahl erhöht werden (ca. $n = 10$). Zudem sollten weitere Messstellen bei der Auswertung der CT-Scans in Betracht gezogen werden, um zu überprüfen, welchen Einfluss das örtlich variierende Rauschen im CT-Scan auf die Messergebnisse hat.

Hinsichtlich der statistischen Auswertung der Kraft-Verlängerungs-Diagramme konnte an den untersuchten lokalen Kraftmaxima keine signifikante Abweichung der Standardabweichung und des Mittelwerts festgestellt werden. Hier konnte nur eine Tendenz zu einer signifikanten Abweichung der Standardabweichung im Verlängerungsbereich bis 0,3 mm festgestellt werden. Die Ursache hierfür könnte in den Setzvorgängen im Prüfaufbau liegen, die diesen Bereich stark prägen. Um einen möglichen signifikanten Einfluss der ZS auf die gesamten Kraft-Verlängerungs-Kurvenverläufe feststellen zu können, müsste die Probenzahl vergrößert werden (ca. $n = 25$).

Folglich konnte mit der gewählten Probenanzahl und Methode keine signifikante Abweichung des Kraft-Verlängerungs-Verhaltens, jedoch eine teils signifikante Abweichung des Deformationsverhaltens zwischen Proben mit ZS und ohne ZS festgestellt werden.

Danksagung – Diese Forschungsarbeit wurde finanziell unterstützt von der Deutschen Forschungsgesellschaft (DFG) innerhalb des Projekts SFB/Transregion 285 (TRR 285) (Projektnummer 418701707), Teilprojekt C04 (Projektnummer 426959879).

Literatur

[1] International Organization for Standardization. ISO 12996:2013(en), Mechanical joining — Destructive testing of joints — Specimen dimensions and test procedure for tensile shear testing of single joints; 25.160.10. Geneva: International Organization for Standardization; 2013.

[2] S. Carmignato, W. Dewulf, R. Leach: Industrial X-Ray Computed Tomography. Cham: Springer International Publishing (2018).

[3] A. Du Plessis, B. J. Olawuyi, W. P. Boshoff, S. G. Le Roux: Simple and fast porosity analysis of concrete using X-ray computed tomography. Mater Struct 49/1-2 (2016), S. 553–562.

[4] R. Böhm, J. Stiller, T. Behnisch, M. Zscheyge, R. Protz, S. Radloff et al.: A quantitative comparison of the capabilities of in situ computed tomography and conventional computed tomography for damage analysis of composites. Composites Science and Technology 110 (2015(, S. 62–8.

[5] W. Holub, U. Haßler: Detection and Evaluation of Ondulations in Glass-Fiber Reinforced Materials. In: 4th Conference on Industrial Computed Tomography (iCT), Wels, Austria, 2012.

[6] W. G. Drossel, R. Mauermann, R. Grützner, D. Mattheß: Numerical and Experimental Analysis of Self Piercing Riveting Process with Carbon Fiber-Reinforced Plastic and Aluminium Sheets. KEM 554-557 (2013), S. 1045–1054.

[7] L. Pejryd, T. Beno, S. Carmignato: Computed Tomography as a Tool for Examining Surface Integrity in Drilled Holes in CFRP Composites. Procedia CIRP 13 (2014), S. 43–48.

[8] R. Füßel, M. Gude, A. Mertel: In-situ X-ray computed tomography analysis of adhesively bonded riveted lap joints. In: 17th European Conference on Composite Materials. Munich, 2016.

[9] H. Kunz, E. Stammen, K. Dilger: Local displacement measurements within adhesives using particle tracking and In Situ computed tomography. The Journal of Adhesion 93/7 (2017), S. 531–549.

[10] F. Pottmeyer, J. Bittner, P. Pinter, K. A. Weidenmann: In-Situ CT Damage Analysis of Metal Inserts Embedded in Carbon Fiber-Reinforced Plastics. Exp Mech 57/9 (2017), S. 1411–1422.

[11] D. Köhler, R. Kupfer, J. Troschitz, M. Gude: In Situ Computed Tomography-Analysis of a Single-Lap Shear Test with Clinch Points. Materials 14/8 (2021).

[12] D. Köhler, R. Kupfer, J. Troschitz, M. Gude: Clinching in In-situ CT – Experimental Study on Suitable Tool Materials. ESAFORM 2021 (2021).

[13] Hedderich, Jürgen: Angewandte Statistik, Springer, Berlin, 2020 (17. Auflage).

[14] Student: The Probable Error of a Mean. Biometrika 6/1 (1908).

Vereinfachte dynamische Kalibrierung der Instrumentierung eines Split Hopkinson Pressure Bar Versuchsstandes

Simplified dynamic calibration of a split Hopkinson pressure bar device

S. Henschel, L. Krüger
Institut für Werkstofftechnik, TU Bergakademie Freiberg

Kurzfassung – Es wird eine einfache Methode vorgestellt, welche die Kalibrierung der Stabinstrumentierung eines Split Hopkinson Pressure Bar Versuchsstandes in einem Schritt ermöglicht. Zu diesem Zweck werden die Verschiebungen der Grenzflächen zwischen Eingangsstab, Probe und Ausgangsstab mit Hilfe eines optischen Extensometers gemessen. Die gemessenen Verschiebungen werden mit den aus den Signalen der Stabinstrumentierung (Dehnungsmessstreifen) berechneten Verschiebungen verglichen. Dadurch ist es möglich, auf die Annahme der Impulserhaltung zu verzichten. Weiterhin kann auf den Umbau der Stäbe, wie er bei der klassischen Kalibrierung notwendig ist, verzichtet werden. Es wird gezeigt, dass das Ergebnis der dynamischen Kalibrierung unabhängig von der Form des Eingangsimpulses ist. Somit kann die dynamische Kalibrierung auch anhand der Daten eines Versuches mit eingelegter Probe durchgeführt werden.

Stichwörter: Split Hopkinson Pressure Bar, Dynamische Kalibrierung, Optisches Extensometer

Abstract – A method for a one-step dynamic calibration of the bar instrumentation of a split Hopkinson pressure bar device is proposed. To this end, the displacements at the interfaces between the specimen and the incident and transmitted bars were measured by an optical extensometer. These measured displacements were compared with those displacements that can be calculated from the signals of the bar instrumentation, i.e. the strain gauges. It was found that the additional measurement of the striker velocity and the assumption of momentum conservation can be omitted by applying the new method. Furthermore, rearranging the bars, which is necessary during the conventional method, can be omitted. It is shown that the result of the dynamic calibration is independent of the shape of the incident pulse. Consequently, the dynamic calibration can also be performed during an actual test of a specimen.

Keywords: split Hopkinson pressure bar, dynamic calibration, optical extensometer

1 Einleitung

Üblicherweise sind die Stäbe eines Split Hopkinson Pressure Bar (SHPB) Versuchsstandes so instrumentiert, dass die axialen Stauchungen bzw. Dehnungen gemessen werden können [1]. Dafür werden Dehnungsmessstreifen (DMS) an der Stabmantelfläche eingesetzt. Die Stabdehnung ε bewirkt eine Widerstandsänderung, die wiederum mit einer geeigneten Messkette in Form einer elektrischen Spannungsänderung U gemessen werden kann. Wichtig ist somit die Kenntnis des Proportionalitätsfaktors K_ε, der den Zusammenhang zwischen ε und U herstellt:

$$\varepsilon = K_\varepsilon \cdot U \tag{1}$$

Alle weiteren Größen, insbesondere die Kraft F und die Verschiebung u innerhalb der Stäbe bzw. an den Grenzflächen, sind direkt mit der Stabdehnung verknüpft:

$$F = A \cdot E \cdot \varepsilon \tag{2}$$

$$u = c \int \varepsilon \, \mathrm{d}t \tag{3}$$

Hierbei sind A, E und c die Querschnittsfläche, der Elastizitätsmodul bzw. die Longitudinalschallwellengeschwindigkeit des Stabes.

Nach [1]–[4] wird K_ε anhand einer dynamischen Kalibrierung ermittelt. Diese Kalibrierung ist notwendig, da die DMS manuell auf den Stab geklebt werden und somit gewisse Ungänzen

bei der axialen Ausrichtung bzw. in der Klebeverbindung bestehen. Die dynamische Kalibrierung erfolgt durch axialen Aufschlag des Schlagstabes auf den zu kalibrierenden Stab mit einer bekannten Geschwindigkeit v_S. Wenn der Schlagstab und der zu kalibrierende Stab die gleiche Querschnittsfläche und den gleichen E-Modul besitzen, kann unter Annahme der Impulserhaltung die maximale Dehnung des eingeleiteten (nahezu) rechteckigen Impulses bestimmt werden:

$$\varepsilon_{\max} = \frac{v_S}{2c} \tag{4}$$

Somit kann die gemessene Spannung U in Beziehung zur erwarteten Dehnung $\varepsilon_{\max}$ gesetzt werden. Mit Hilfe von Gleichung 1 kann dann K_ε berechnet werden. Diese Art der Kalibrierung muss sowohl für den Eingangs- als auch den Ausgangsstab durchgeführt werden. Weiterhin muss hierbei c bekannt sein.

Im zweiten Teil der dynamischen Kalibrierung wird ein sog. Übertragungsfaktor K_σ bestimmt:

$$K_\sigma = \varepsilon_{\mathrm{I,max}} / \varepsilon_{\mathrm{T,max}} \tag{5}$$

Hierbei sind Eingangs- und Ausgangsstab in der endgültigen Position eingebaut und es befindet sich keine Probe zwischen Eingangs- und Ausgangsstab. Somit werden idealerweise 100 % des Eingangsimpulses in den Ausgangsstab übertragen. Abweichungen davon werden durch K_σ ausgedrückt.

Es ist ersichtlich, dass unterschiedliche Annahmen für die Ermittlung von K_ε und K_σ getroffen werden. Im ersten Fall wird von einer vollständigen Übertragung des Impulses ausgegangen, während im zweiten Fall diese Annahme bewusst nicht getroffen wird. Gama u. a. [5] begründen diese Vorgehensweise je nach Übertragungsweg mit unterschiedlichen Argumenten. Eine Unterscheidung zwischen scheinbaren und tatsächlichen Verlusten des Impulses findet bei dieser Art der Kalibrierung nicht statt.

In der vorliegenden Arbeit soll eine neue Methode zur dynamischen Kalibrierung vorgestellt werden. Entscheidend ist hierbei, dass keine Annahmen zur Impulserhaltung getroffen werden sollen. Weiterhin soll die Methode unabhängig von der Impulsform arbeiten. Es sind somit nicht unbedingt rechteckförmige Impulse notwendig. Dazu wird die Verschiebung der Grenzflächen zwischen Probe und dem Eingangsstab bzw. dem Ausgangsstab gemessen und mit der berechneten (scheinbaren) Verschiebung verglichen.

2 Experimentelle Details

2.1 Methoden und Werkstoff

Bild 1 zeigt schematisch den Aufbau des SHPB-Versuchsstandes. Alle Stäbe bestehen aus hochfestem Maraging-Stahl und haben den identischen Durchmesser von 19,8 mm.

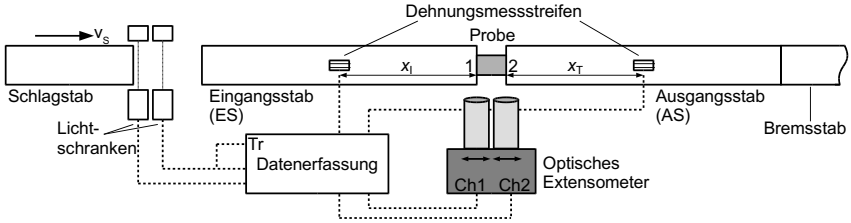


Bild 1: SHPB-Versuchsstand mit Instrumentierung zur Dehnungsmessung auf Ein- und Ausgangsstab und einem optischen Extensometer (schematisch). Schlaggeschwindigkeit v_S. Die rechte Lichtschranke wird zur Triggerung (Tr) der Datenerfassung genutzt.

Figure 1: SHPB setup with strain gauge instrumentation on incident and transmitted bars, and optical extensometer (schematic). Striker velocity v_S. The right light barrier is used to trigger (Tr) the data acquisition.

Die axiale Dehnung der Stäbe wurde mit DMS (Teil einer Wheatstone'schen Brückenschaltung) im Abstand von x_I und x_T zu den Grenzflächen 1 bzw. 2 gemessen. Zusätzlich zu den DMS wurde ein optisches Extensometer (Rudolph 200XR) genutzt, um die Verschiebungen u_1 und u_2 der Grenzflächen 1 bzw. 2 zu messen, vgl. **Bild 2**. Dafür waren Schwarz-Weiß-Kanten in unmittelbarer Nähe zu den Grenzflächen 1 und 2 notwendig.

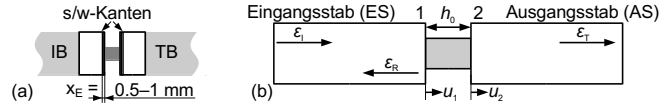


Bild 2: (a) Schwarz/Weiß-Kanten nahe der Grenzflächen 1 und 2 (Abstand x_E). (b) Definitionen: Dehnungen $\varepsilon_I, \varepsilon_R, \varepsilon_T$ infolge des einfallenden, reflektierten bzw. transmittierten Impulses; Verschiebungen u_1, u_2 an den Grenzflächen 1 bzw. 2; Höhe der Probe h_0.

Figure 2: (a) Locations of black-and-white edges at the distance x_E to the interfaces 1 and 2. (b) Definitions: Incident, reflected, and transmitted strain $\varepsilon_I, \varepsilon_R, \varepsilon_T$, respectively. Displacements u_1, u_2 at positions (interfaces) 1 and 2. Height of the specimen h_0.

Zur Erzeugung verschieden geformter Eingangsimpulse wurden an der Aufschlagstelle des Eingangsstabes Cu-Plättchen unterschiedlicher Dicke, sog. Impulsformer (IF) platziert.

Die Versuche wurden sowohl ohne als auch mit Probe durchgeführt. Hierfür wurden zylindrische Druckproben (6 mm Durchmesser d_0, 6 mm Höhe h_0) aus einem hochfesten Vergütungsstahl (G42CrMo4+QT) verwendet. Details zum Werkstoff sind in [6], [7] zu finden.

2.2 Berechnungen

Anhand der Definitionen in **Bild 2b** lassen sich die Beziehungen zwischen den Dehnungen und den Verschiebungen ableiten:

$$u_1(t) = c \int_0^t \left(\varepsilon_I(\tau - t_I) - \varepsilon_R(\tau + t_I)\right) \mathrm{d}\tau \tag{6}$$

$$u_2(t) = c \int_0^t \left(\varepsilon_T(\tau + t_T)\right) \mathrm{d}\tau \tag{7}$$

Hierbei gilt $0 \le t \le t_P$, wobei t_P die Impulslänge ist, die im Falle eines idealen Rechteckimpulses durch die Länge des Schlagstabes l_S bestimmt ist: $t_P = 2l_S/c$. Die Zeiten t_I und t_T ergeben sich durch den Abstand zwischen Messstelle und Grenzfläche: $t_{I/T} = x_{I/T}/c$. Der Zeitpunkt $t = 0$ soll definiert sein, wenn der Eingangsimpuls die Grenzfläche 1 durchquert.

Mit Hilfe der Gleichungen 1 und 6 bzw. 7 kann aus der gemessenen elektrischen Spannung die Verschiebung berechnet werden. Entscheidend hierfür ist die Kenntnis des Kalibrierfak-

tors K, der für Eingangs- und Ausgangsstab üblicherweise unterschiedlich ist. Die so berechnete Verschiebung wird mit der zugehörigen optisch gemessenen Verschiebung gleichgesetzt:

$$u_1(t) = K_1 \cdot c \int_0^t \left(U_\mathrm{I}(\tau - t_\mathrm{I}) - U_\mathrm{R}(\tau + t_\mathrm{I})\right) \mathrm{d}\tau \quad \stackrel{!}{=} u_{1,\mathrm{OE}}(t) \tag{8}$$

$$u_2(t) = K_2 \cdot c \int_0^t \left(U_\mathrm{T}(\tau + t_\mathrm{T})\right) \mathrm{d}\tau \quad \stackrel{!}{=} u_{2,\mathrm{OE}}(t) \tag{9}$$

Da K_1 und K_2 mittels linearer Regression einer Gleichung vom Typ $K \cdot x(t) = y(t)$ ermittelt werden, ist die Form des Eingangsimpuls irrelevant.

Die einzelnen Schritte werden in **Bild 3** schematisch zusammengefasst. Bei der konventionellen dynamischen Kalibrierung sind mindestens zwei Umbauten notwendig, um alle Kalibrierfaktoren, siehe Gleichungen 1 und 5, zu bestimmen. Bei der hier vorgestellten Methode ist dafür nur ein Schritt notwendig. Ein Umbau der Stäbe entfällt somit.

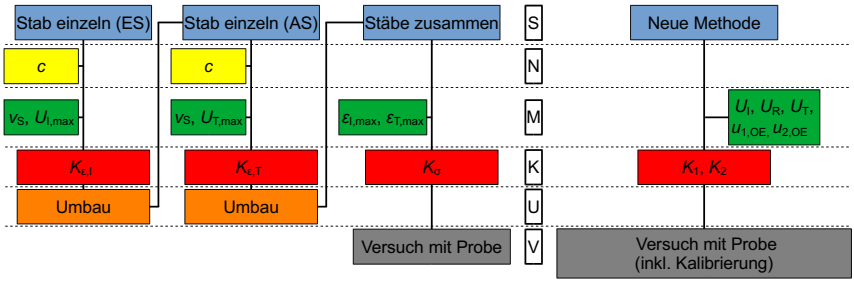


Bild 3: Abfolge der notwendigen Schritte bei der Kalibrierung: konventionell (links) und neu (rechts). Abkürzungen: S – Schrittbezeichnung, N – notwendiger Wert, M: gemessener Wert, K – Kalibrierfaktoren, U – Versuchsstand umbauen, V – Versuch durchführen

Figure 3: Sequence of calibration steps for conventional calibration (left) and proposed new method (right). Abbreviations: S – step name, N – necessary value, M – measured value, K – calibration constants, U – rearrange the test setup, V – perform actual test.

3 Ergebnisse und Diskussion

Bild 4 zeigt die gemessenen Signale von einfallendem und transmittiertem Impuls sowie die gemessenen Verschiebungen an den Grenzflächen 1 und 2. Ein reflektierter Impuls ist praktisch nicht vorhanden, da sich keine Probe zwischen den Stäben befand. Der Einfluss eines Impulsformers (IF) ist deutlich zu erkennen. Ein relativ dicker Impulsformer (**Bild 4b**) bewirkt eine verlängerte Anstiegszeit sowie ein schwach ausgebildetes Plateau. In diesem Fall wäre eine dynamische Kalibrierung mit Hilfe der üblichen Vorgehensweise nicht möglich. Weiterhin ist ersichtlich, dass deutlich ausgeprägt Dispersionseffekte in Form von sichtbaren hochfrequenten Schwingungen auftreten, wenn kein Impulsformer genutzt wird. In beiden Fällen konnte die Verschiebung der Grenzflächen 1 und 2 gemessen werden. Da sich keine Probe zwischen den beiden Stirnflächen befand, bestehen nur geringen Unterschiede zwischen $u_{1,\mathrm{OE}}(t)$ und $u_{2,\mathrm{OE}}(t)$. Diese Unterschiede werden mit dem (nicht beliebig) kleinen Abstand x_E zwischen der Schwarz/Weiß-Kante und der eigentlichen Grenzfläche begründet. Somit können zwischen den beiden Schwarz/Weiß-Kanten auch geringe elastische Verformungen entstehen.

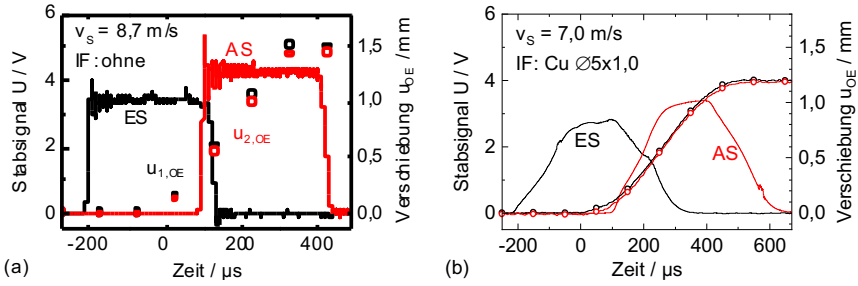


Bild 4: Gemessene Stabsignale (DMS) am Eingangs- und Ausgangsstab sowie optisch gemessene Verschiebungen an den Grenzflächen 1 und 2 (ohne Probe). (a) ohne Impulsformer, (b) mit Impulsformer.

Figure 4: Measured bar signals (strain gauges) at the incident and transmitted bars, optically measured displacements at the interfaces 1 and 2 (without specimen). (a) without pulse shaper, (b) with pulse shaper.

Bild 5 zeigt die Bestimmung der Kalibrierfaktoren anhand der Regressionsgeraden (Gleichungen 8 und 9) mit Daten aus **Bild 4**. Es ist ersichtlich, dass die ermittelten Kalibrierfaktoren unabhängig von der Form des Eingangsimpulses sind. Die Schallgeschwindigkeit könnte auch in den Kalibrierfaktor integriert sein. Dann wäre die Kenntnis der Schallgeschwindigkeit nicht notwendig.

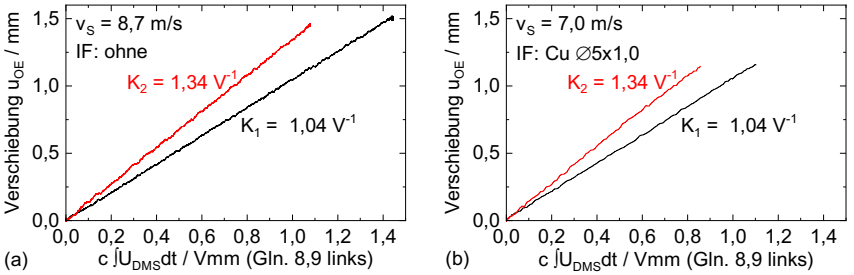


Bild 5: Ergebnis der Kalibrierung mit den Gleichungen 8 und 9: unabhängig von Impulsform. (a) Versuch aus Bild 4a, (b) Versuch aus Bild 4b.

Figure 5: Results of the calibration with Equations 8 and 9: independent of pulse shape. (a) Test in Figure 4a, (b) Test in Figure 4b.

Nach erfolgter Kalibrierung kann die schlagartige Beanspruchung der Probe erfolgen. **Bild 6a** zeigt typische gemessene Signale der DMS auf dem Eingangs- und Ausgangsstab sowie die mittels optischem Extensometer gemessenen Verschiebungen. Die aus den Stabsignalen berechneten Verschiebungen sind praktisch identisch mit den gemessenen Verschiebungen, vgl. **Bild 6b**. Kleinere Abweichungen zwischen den berechneten und den gemessenen Verschiebungen können auf eine kurze Zeit der Überlagerung von einfallendem und reflektiertem Impuls zurückgeführt werden.

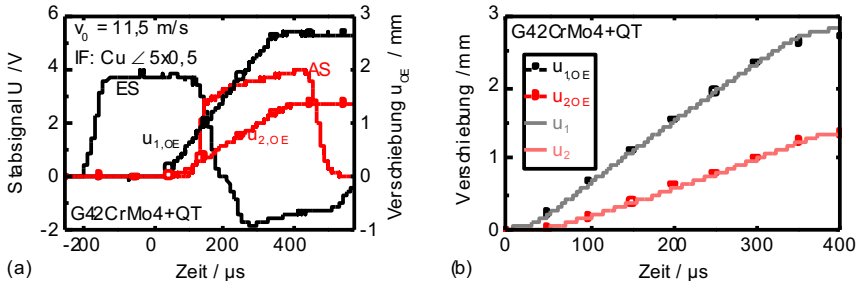


Bild 6: Typischer Versuch mit Impulsformer und Probe. (a) Gemessene Stabsignale und gemessene Verschiebungen, (b) Vergleich der gemessenen und berechneten Verschiebungen (nach erfolgter Kalibrierung) an den Grenzflächen 1 und 2.

Figure 6: Test with a pulse shaper and a specimen (a) Measured bar signals and measured displacements, (b) Comparison of measured and calculated displacements (after calibration) at the interfaces 1 and 2.

Aus **Bild 6b** ist auch ersichtlich, dass eine Kalibrierung vor dem Versuch mit Probe nicht unbedingt notwendig ist. Die Kalibrierfaktoren für Eingangs- und Ausgangsstab können direkt aus den Signalen eines Versuches mit Probe abgeleitet werden.

Die Genauigkeit der vorgestellten Methode hängt von der Ausrichtung des Extensometers in Bezug zur Stablängsachse ab. Durch geeignete Visierhilfsmittel kann die notwendige Rechtwinkligkeit einfach sichergestellt werden. Dies kann wiederum durch definiertes Verschieben der Grenzflächen überprüft werden, z.B. durch Einsetzen von Endmaßen.

4 Zusammenfassung

Im vorliegenden Beitrag wurde eine Methode zur dynamischen Kalibrierung eines Split Hopkinson Pressure Bar Versuchsstandes vorgestellt. Die Hauptmerkmale dieser Methode lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Statt der üblichen mehrteiligen Kalibrierung, bei der die Stabanordnung mehrfach geändert werden muss, wird die Kalibrierung in einem Schritt in der endgültigen Stabanordnung durchgeführt.
- Es werden keine Annahmen bzgl. Impulserhaltung getroffen. Die einzige Annahme ist die Wellenausbreitung in einem schlanken Stab. Weiterhin wird eine optische Zugänglichkeit zu den Grenzflächen 1 und 2 vorausgesetzt.
- Die Verschiebung der Grenzflächen 1 und 2 wird mit einem optischen Extensometer gemessen. Diese Verschiebungsbeträge werden mit den theoretischen Verschiebungen verglichen und ein Kalibrierfaktor je Stab abgeleitet.
- Die Ermittlung der Kalibrierfaktoren ist unabhängig von der gewählten Impulsform. Ebenso kann die Kalibrierung der Stabsignale anhand der Daten eines Versuches mit Probe erfolgen.

Danksagung – Gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – Projektnummer 169148856 – SFB 920, Teilprojekt C05.

Literatur

[1] G. T. Gray: Classic split-Hopkinson pressure bar testing. In: H. Kuhn, D. Medlin (Hrsg.): ASM Handbook. Mechanical Testing and Evaluation, Bd. 8, ASM International, Ohio, 2000, S. 462–476.

[2] J. R. Klepaczko: Introduction to experimental techniques for materials testing at high strain rates, Inst. of Aviation Scientific Publ. Group, Warsaw, 2007.

[3] W. W. Chen, B. Song (Hrsg.): Split Hopkinson (Kolsky) bar. Design, testing and applications, Springer, New York, 2011.

[4] M. A. Kariem, J. H. Beynon, D. Ruan: Misalignment effect in the split Hopkinson pressure bar technique. International Journal of Impact Engineering 47, 2012, S. 60–70.

[5] B. A. Gama, S. L. Lopatnikov, J. W. Gillespie, Jr.: Hopkinson bar experimental technique: A critical review. Applied Mechanics Reviews 57, 2004, S. 223–250.

[6] S. Henschel, D. Krewerth, F. Ballani, A. Weidner, L. Krüger, H. Biermann, M. Emmel, C. G. Aneziris: Effect of filter coating on the quasi-static and cyclic mechanical properties of a G42CrMo4 casting. Advanced Engineering Materials 15, 2013, S. 1216–1223.

[7] S. Henschel: Einfluss von Temperatur und Beanspruchungsrate auf das Festigkeits-, Verformungs- und Zähigkeitsverhalten des Stahls G42CrMo4 mit unterschiedlicher Einschlusscharakteristik, TU Bergakademie, Freiberg, 2018.

Ausscheidungsverhalten und Eigenschaften der schweißbedingten Wärmeeinflusszonen hochfester Stähle in Abhängigkeit der Mikrolegierungsroute

Precipitation behavior and properties of the weld-related heat-affected zones of high-strength steels depending on the micro alloy route

Nina Schröder [1], Michael Rhode [1,2], Thomas Kannengießer [1,2]

[1] Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
[2] Otto-von-Guericke Universität, Magdeburg

Kurzfassung – Für eine signifikante Festigkeitssteigerung von vergüteten, hochfesten Feinkornbaustählen mit einer Nominalstreckgrenze ≥ 690 MPa, ist die Zugabe von Mikrolegierungselementen, wie Nb und Ti, unerlässlich. Die Normvorgaben zur chemischen Zusammensetzung dieser Stähle (bspw. in DIN EN 10025-6) geben zur Erzielung der vorgeschriebenen Eigenschaften dabei oft nur Grenzgehalte für die Hersteller vor. Die Wirkung der Legierungselemente in der WEZ ist teilweise komplett konträr. Somit wird eine adäquate Vorhersage der Chargenabhängigkeit hinsichtlich der Schweißeignung und des Tragverhaltens der Schweißverbindung erschwert. Neben metallographischen Untersuchungen einzelner WEZ-Bereiche wurden unter Variation der chemischen Zusammensetzung, thermodynamische Phasenberechnungen mittels ThermoCalc durchgeführt. Hierdurch wird ein Verständnis zur Phasentransformation, Ausscheidungswachstum und -auflösung während des Schweißens in Abhängigkeit von Temperatur und Abkühlbedingungen geschaffen.

Stichwörter: Hochfester Feinkornbaustahl, Metall-Schutzgasschweißen, WEZ-Erweichung, Mikrolegierungseinflüsse, thermodynamische Modellierung.

Abstract – For a significant increase in the strength of high-strength fine-grained structural steels with a nominal yield strength ≥ 690 MPa, the addition of microalloying elements such as Nb and Ti is required. The standard specifications for the chemical composition of these steels (e.g., in DIN EN 10025-6) often only give the manufacturer limit contents to achieve the defined properties. The effect of the alloying elements in the HAZ is sometimes completely contrary. This makes it difficult to adequately predict the batch dependency regarding weldability and the load-bearing behavior of the welded joint. In addition to metallographic investigations of individual HAZ areas, thermodynamic phase calculations were carried out using ThermoCalc, following variations in the chemical composition. This provides an understanding of phase transformation, precipitation growth and dissolution during welding as a function of temperature and cooling conditions.

Keywords: High-strength structural steel, gas metal arc welding, HAZ-softening, microalloying influences, thermodynamic modelling.

1 Einleitung

Der wirtschaftliche und ökologische Nutzen in der Anwendung hochfester mikrolegierter Stähle hängt stark vom Einsatz hochproduktiver Schweißverfahren, geeigneter Schweißzusatzwerkstoffe und einer geeigneten Schweißnahtkonfiguration ab. Daher ist das grundlegende Verständnis des Einflusses moderner Schweißverfahren auf die Gefügeveränderung und die mechan. Eigenschaften von Schweißgut aus hochfestem mikrolegiertem Stahl erforderlich. Der konstruktive Leichtbau bedingt einen zunehmenden Einsatz von hochfesten Baustählen mit Streckgrenzen ≥ 690 MPa. Das Hauptaugenmerk liegt hierbei auf der Maximierung der Tragfähigkeit bei geringem Eigengewicht. Um die geforderten mechanischen Eigenschaften einer Schweißkonstruktion zu erreichen, ist beim Schweißen eine angemessene Wärmeeinbringung (Streckenenergie, Vorwärm- und Zwischenlagentemperatur) von entscheidender Bedeutung. Die mechanisch-technologischen Eigenschaften einer Schweißverbindung werden durch das Schweißnahtgefüge und speziell die Wärmeeinflusszone (WEZ) bestimmt. Aufgrund der aktuell gültigen Normvorgaben (DIN EN 10025-6) [1] bezüg-

lich der Mikrolegierungsintervalle unterscheiden sich die Legierungskonzepte der hochfesten Baustähle und Zusatzwerkstoffe verschiedener Hersteller. Die Schweißbarkeit hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften der Schweißverbindung ändert sich schon bei geringen Nb- und Ti-Mikrolegierungsunterschieden stark [2, 3]. Die schweißtechnische Verarbeitung mittels Hochleistungsprozessen, wie bspw. dem Metall-Schutzgas-Schweißen (MSG) mit modifizierten Sprühlichtbogen, kann bei diesen Stählen zu örtlich beschränkter Erweichung oder Aufhärtung in der WEZ führen [4]. Insbesondere in der Praxis relevante, mehrlagige Schweißverbindungen können infolge ungünstiger Schweißwärmeführung (Anlasseffekte) sowohl eine Erweichung in den äußeren WEZ Bereichen als auch eine Aufhärtung in der Grobkorn-WEZ der Decklage aufgrund des fehlendes Anlasseffektes durch Folgelagen aufweisen.

2 Werkstoffe und Methoden

2.1 Material

Zur systematischen Untersuchung der Mikrolegierungsrouten wurden unterschiedliche Laborschmelzen unter Berücksichtigung der Herstellungsroute für vergütete Baustähle mit einer Blechstärke von 15 mm hergestellt und wärmebehandelt (voestalpine Grobblech GmbH, Linz, Österreich). Die variierten Ti- und Nb-Gehalte entsprechen dabei einer Grundgüte S690QL (vergüteter Feinkornbaustahl). **Tabelle 1** stellt die Schmelzanalyse der untersuchten Bleche und den artgleichen (Ø 1,2 mm) Massivdraht-Zusatzwerkstoff (SG) G69 dar.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung der untersuchten Werkstoffe (in Gew.-%, Fe – Rest).
Table 1 Chemical composition of the investigated materials (in wt.-%, Fe - balance).

Element	C	Si	Mn	Cr	Mo	Al	Nb	Ti	N
Referenz	0,086	0,3	1,68	0,17	0,31	0,11	···	···	0,0063
A (Nb)	0,085	0,3	1,68	0,17	0,31	0,11	0,026	···	0,0065
B (Ti)	0,085	0,3	1,61	0,17	0,31	0,1	···	0,017	0,0056
SG: **G69**	0,09	0,43	1,32	0,2	0,55	0,002	0,001	0,019	0,007

2.2 Dreilagenschweißungen

Die freischrumpfenden Dreilagenschweißungen erfolgten in PA-Position mittels Metall-Aktivgas-Schweißen (MAG) mit modifizierten Sprühlichtbogen. Als Schutzgas wurde ein M21-Aktivschutzgas mit 82 % Ar und 18 % CO_2 verwendet. Die Schweißgeschwindigkeit für alle drei Lagen lag konstant bei 400 mm/min. Die Variation der Streckenenergie (Maß für Energie, die beim Schweißprozess zugeführt wird) erfolgte über die Drahtvorschubgeschwindigkeit. Diese betrug für die Wurzellage 8 m/min, für die zweite Lage 8,5 m/min und die Decklage 9,5 m/min. Der Schweißstrom lag zwischen 262 A und 280 A, die Lichtbogenspannung bei 24 V bis 26 V. Die mittlere Streckenenergie betrug 1 kJ/mm und die mittels Laserpyrometer gemessene mittlere $\Delta t_{8/5}$-Zeit (Dauer der Abkühlung von 800 °C auf 500 °C im Schweißgut) lag bei 7,7 s. Die Vorwärm- und Zwischenlagentemperatur betrug 100 °C. Der Nahtöffnungswinkel lag bei 30° (Bild 1 **c**). Die Schweißnaht hatte eine Länge von 300 mm. Zur Aufzeichnung der Abkühlbedingungen in der Schweißnaht wurden sowohl auf der Probenoberseite als auch wurzelseitig je vier Typ-K-Thermoelemente (Drahtstärke Ø 0,25 mm) verwendet (Bild 1 **a** und **b**).

2.3 UCI-Härtemessung

Zur Beurteilung der Härteverteilung in der Schweißnaht wurden flächenhafte Härtemessungen an Querschnittsproben mit dem UCI-Verfahren (DIN 50159-1 [5]) durchgeführt. Die Här-

teeindrücke wurden an geschliffenen, polierten und angeätzten Proben unter Verwendung eines Härtescanners UT-200 der Firma BAQ GmbH realisiert. Die Prüfkraft betrug 4,903 N (HV 0,5), wobei die Eindrücke mit einem Abstand von 0,2 mm (jeweils in x- und y-Richtung) und einer Haltezeit von 0,5 s gesetzt wurden.

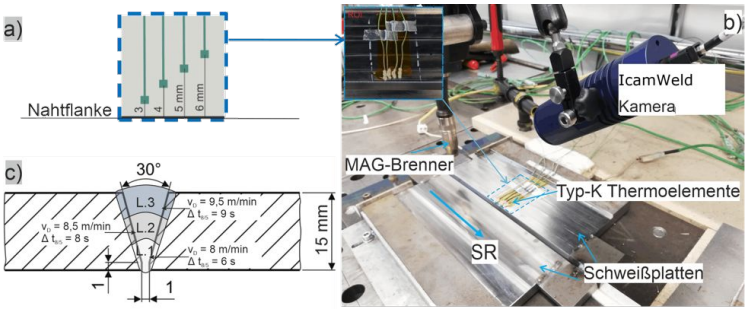


Bild 1: Schweiß-Setup für dreilagige Schweißungen: a) Positionierung der Typ-K Thermoelemente, b) Versuchsaufbau für Schweißversuche (SR = Schweißrichtung) und c) Skizze für Nahtlagenaufbau einer dreilagigen Schweißung
Figure 1: Welding setup for three-layer welds: a) Positioning of the type-K thermocouples, b) Test setup for welding tests (SR = welding direction) and c) Sketch for seam layer setup of a three-layer weld.

2.4 Thermodynamische Simulation des Ausscheidungsverhaltens mittels Thermo-Calc

Komplementär zu den experimentellen Untersuchungen wurden thermodynamische Modellierungen mittels der Software ThermoCalc 2022b (Gleichgewichts-Phasendiagramme) [6] und Anwendung des Moduls TC-PRISMA (Simulation des Ausscheidungsverhaltens) durchgeführt. Es wurden die Eisen-Datenbank „TCFE11“ und die Kinetik-Datenbank „MOBFE6“ verwendet. Das Modul TC-PRISMA ermöglicht Modellierungen der Keimbildung [7] und insbesondere Wachstum und Vergröberung von dispergierten Teilchen unter dem numerischen Einsatz der CALPHAD-Methode [8]. Zur Ermittlung der Existenzbereiche und Grenzen der Gleichgewichts-Phasenstabilität wurden für die Grundwerkstoffe (**Tabelle 1**) Phasendiagramme als Funktion des Phasenvolumenanteiles (Gesamtsystemgröße = 1 mol) und der Temperatur (zwischen 500 °C bis 1600 °C) berechnet. Das Ausscheidungsverhalten unter den nicht-isothermen Bedingungen beim Schweißen wurde mithilfe des Modul TC-PRISMA durchgeführt.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 UCI-Härteverteilung

Die Härteverteilung der Dreilagenschweißungen sind in Bild 2 dargestellt. Sowohl die Referenzlegierung (Bild 2 **a**) als auch die Legierung A (Nb) (Bild 2 **b**) und Legierung B (Ti) (Bild 2 **c**) weisen eine deutliche Erweichung in den äußeren WEZ Bereichen (interkritische und teilangelassene WEZ) auf. Die bei allen Schweißungen auftretende hohe Härteverteilung (zwischen 400 und 450 HV 0,5 (UCI)) in der Grobkorn-WEZ der Decklage lässt sich auf den fehlenden Anlasseffekt durch Folgelagen erklären. Das Gefüge der Grobkorn-WEZ der Wurzel- und Folgelage und das der jeweils darunter liegenden Lage des Schweißguts wird durch die doppelte Umkristallisation beim Erwärmen bzw. Abkühlen sehr stark gefeint. Somit wird die Härte durch die Wärme jeder Lage in der WEZ und im SG verringert. Die Referenzlegierung zeigt eine stark ausgeprägte Erweichung, nicht nur in den äußeren WEZ Bereichen, sondern auch direkt entlang der Schmelzlinien. Der A (Nb) S690QL weist eine mäßige

Erweichung der WEZ auf, wobei diese in den äußeren WEZ Bereichen der Decklage weniger ausgeprägt ist als in der Füll- und Wurzellage. Außerdem zeigt die Probe A (Nb) im Vergleich zur Probe B (Ti) eine breite Aufhärtungszone in der Grobkorn-WEZ der Decklage auf. Der B (Ti) S690QL weist hingegen eine intensive Erweichung in den äußeren WEZ-Bereichen auf.

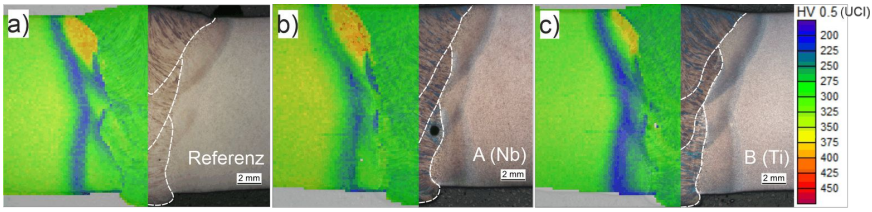


Bild 2: UCI-Härteverteilung: a) Referenz-Probe (ohne Nb und Ti), b) Nb-mikrolegierter und c) Ti-mikrolegierter S690QL. (Gestrichelte Linien in lichtmikroskopischen Aufnahmen sind angedeutete Schmelzlinien)
Figure 2: UCI hardness distribution: a) reference sample (without Nb and Ti), b) Nb-microalloyed and c) Ti-microalloyed S690QL. (Dashed lines in light microscope images are indicated melting lines).

3.2 Mikrostrukturanalyse

Bild 3 stellt eine Übersicht ausgewählter Bereiche des Schweißnahtgefüges der Legierung A (Nb) dar. Das Schweißgut-Gefüge (Bild 3 **a**) besteht aus nadelförmigem Ferrit, welches sich intragranular ausgehend von Einschlüssen anordnet.

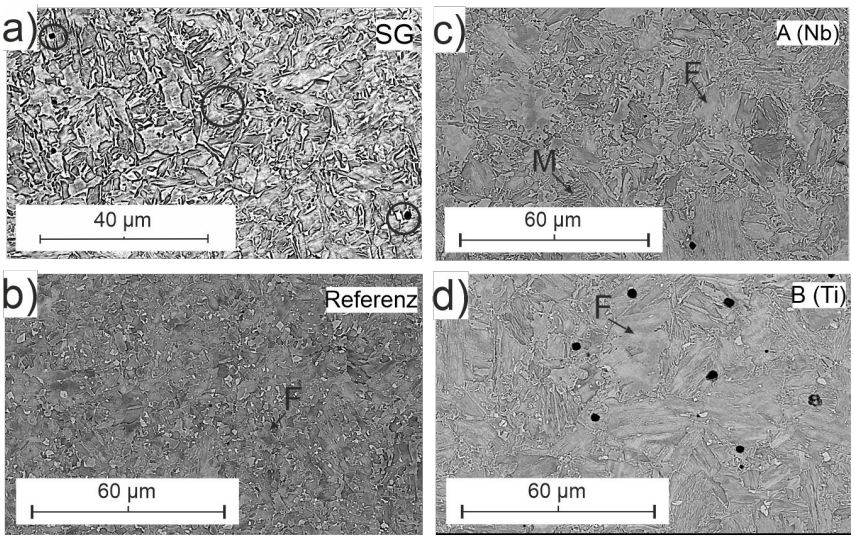


Bild 3: REM-Mikrostrukturaufnahmen (BSE Modus): a) Schweißgut, b) Referenz-Probe, c) A (Nb)-Probe und d) B (Ti)-Probe, Aufnahmen aus der Rekristallisationszone der WEZ der Fülllagen (F=Ferrit, M=angelassener Martensit).
Figure 3: SEM microstructural images (BSE mode): a) weld metal, b) reference sample, c) A (Nb) sam-

ple and d) B (Ti) sample, images from the recrystallisation zone of the HAZ of the filler layers (F=ferrite, M=annealed martensite).

Bezogen auf die niedrige Abkühlrate von $\Delta t_{8/5} = 9$ s des Schweißguts ist davon auszugehen, dass sich zwischen den Ferritplatten Restaustenit oder Martensit-Austenit-Bestandteile befinden. Die EDX-Analyse an einem im Schweißgut identifizierten Einschluss (Bild 3 **a** schwarz umrandet) ergab, dass es sich hierbei um eine komplexe, oxidische Verbindung aus Al, Ti und Mn handelt. Ti-reiche Oxide oder Nitride stellen dabei in Kombination mit Al-reichen Oxiden oder Mangansulfiden (MnS) bevorzugte Nukleationsorte für den o. g. genannten nadelförmigen Ferrit dar [9]. In dieser Studie wurde besonders die Rekristallisationszone betrachtet (Bild 3 **b** - **d**). Dieser auch als Anlasszone bezeichnete Bereich der WEZ ist durch eine niedrige Mikrohärte gekennzeichnet. Diese charakterisiert zumeist eine abgesenkte Festigkeit (vergleichbar mit einer Wärmebehandlung mit einem anschließenden Anlassen in der 4. Anlassstufe: zwischen 500 °C und 650 °C), welche in der Vergröberung der Ausscheidungen, Ausheilen von Defektstrukturen durch Kristallerholung und der Rekristallisation (Auflösung der nadelförmigen Martensitstruktur in Ferritkristalle) begründet sind. Beim Überschreiten der Anlasstemperatur des Grundwerkstoffs (zwischen 560 °C und 660 °C) [10] können Karbide aus dem martensitischen Mischkristall ausgeschieden werden. Bei den hochfesten Feinkornbaustählen wird die Anlasszone durch eine geringe Härte, reduzierte Festigkeit und Zähigkeit charakterisiert [11]. In der Referenz und der A (Nb) Anlasszone der Fülllage liegen fein verteilte Al-Ausscheidungen, welche sich als Al-, Nb- und Carbid-Ausscheidungen charakterisieren lassen. Im Gegensatz dazu weist die Anlasszone einer B (Ti) Probe grobe Ti-Ausscheidungen auf. Die Ferritinseln in der Ti-mikrolegierten Probe scheinen größer zu sein als in der A (Nb)-mikrolegierten und Referenz-Probe, was die intensivere Erweichung erklärt [12].

3.3 Thermodynamische Simulation

Gleichgewichts-Simulation (ThermoCalc)
Die thermodynamische Simulation der Phasendiagramme unter Gleichgewichtsbedingungen erfolgte für die untersuchten Werkstoffe jeweils mit den in **Tabelle 1** aufgeführten Legierungselementen. Alle Legierungen wiesen ein ähnliches Phasenumwandlungsverhalten auf. So lagen die A_{c1}-Temperaturen bei 680 °C, A_{c3} bei 840 °C und die Solidus-Temperatur bei rund 1480 °C. Die wichtigeren Erkenntnisse der Simulation liegen in den berechneten Temperaturen der jeweiligen Ausscheidungen in Abhängigkeit des Mikrolegierungskonzeptes. Die Referenzlegierung weist nur AlN-Ausscheidungen auf, welche sich ab ca. 1200 °C in der ferritischen Matrix während der Abkühlung bilden. Kongruent scheidet sich AlN auch im A Nb-legierten Werkstoff aus, gefolgt von NbC bei rund 1100 °C. Der B Ti-mikrolegierte Werkstoffweist demgegenüber ein gänzlich verschiedenes Ausscheidungsverhalten auf. So scheiden sich schon bei einer Temperatur von über 1480 °C Ti(C,N)-Ausscheidungen aus. AlN-Ausscheidungen bilden sich ebenfalls, allerdings sinkt deren Ausscheidungstemperatur (1060 °C) und der Volumenanteil in der Matrix nimmt ab. Hieraus kann die hohe thermische Stabilität der Ti-Ausscheidungen numerisch bewiesen werden.

Nichtgleichgewichts-Simulation (TC-PRISMA)
Für die Simulation des realen Ausscheidungsverhaltens beim schnellen Abkühlen der Schweißnaht (TC-PRISMA) wurde eine nicht-isotherme Simulation für den Ungleichgewichtszustand durchgeführt (Bild 4 **a**). Hierbei wurden speziell nur die Ausscheidungsphasen Ti/Nb(C,N) und AlN an Korngrenzen als Keimbildungsorte in der ferritischen Matrix betrachtet.

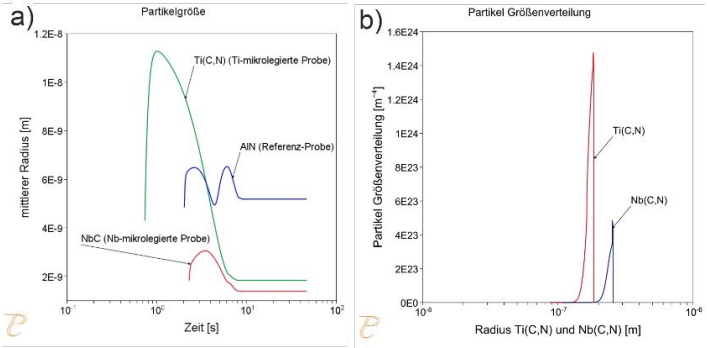


Bild *4*: Simulation des Ausscheidungsverhaltens der Grundwerkstoffe: a) nicht-isotherme Simulation der Partikelgröße (Abkühlbedingungen der Decklage, $\Delta t_{8/5}$-Zeit = 9 s, Temperaturabfall von 1200 °C auf 300 C in 46,5 s) und b) isotherme Simulation: T = 1000 °C für 2000 s.
Figure 4: Simulation of the precipitation behavior of the base materials: a) non-isothermal simulation of the particle size (cooling conditions of the top layer, $\Delta t_{8/5}$-time = 9 s, temperature drop from 1200 °C to 300 °C in 46.5 s) and b) isothermal simulation: T = 1000 °C for 2000 s.

Bild 4 b zeigt eine isotherme Simulation der Ti/Nb(C,N)-Ausscheidungen bei 1000 °C. Beide Ausscheidungen zeigen eine monomodale Größenverteilung auf, wobei die Ti(C,N) eine höhere Größenverteilung aufweisen als die Nb(C,N). Im Vergleich dazu zeigt eine nicht-isotherme Simulation ein ähnliches Ausscheidungsverhalten auf. Die ersten Ergebnisse deuten darauf hin, dass sich die Größenverteilungen der Ausscheidungen beider Werkstoffe ähnlich verhalten. Dies würde für beide Werkstoffe bedeuten, dass eine kontinuierliche Korngrenzenbelegung mit Ausscheidungen unterschiedlicher thermischer Stabilität ein divergierendes WEZ-Verhalten aufweisen würde.

4 Zusammenfassung

Die UCI-Härteverteilung hat gezeigt, dass alle untersuchten Werkstoffe eine stark ausgeprägte erweichte WEZ aufweisen, sowie eine Aufhärtung in der Grobkorn-WEZ der Decklage. Die Ti-legierte Probe wies im Gegensatz zu der Nb-mikrolegierten Probe eine starke Erweichung der äußeren WEZ-Zonen auf.

Für die dedizierte mikrostrukturelle Grundlage und Bewertung der Härteverteilung sind weitere umfassende experimentelle Untersuchungen (TEM, EBSD) notwendig, um das Ausscheidungsverhalten und die Phasencharakterisierung zu bestimmen.

Modellierungen mittels ThermoCalc ergaben unter Gleichgewichtsbedingungen erste Erkenntnisse über die Ausscheidungstemperaturen der unterschiedlichen Mikrolegierung und ihrer Volumenanteile. Hierbei konnte die hohe thermische Stabilität von Ti-Ausscheidungen nachgewiesen werden, wodurch ein divergentes metallurgisches Verhalten in der WEZ der Legierung A (Nb) und B (Ti) zu erwarten und erklärbar ist.

Literatur

[1] *DIN EN 10025-6*, in *Warmgewalzte Erzeugnisse aus Baustählen - Teil 6: Technische Lieferbedingungen für Flacherzeugnisse aus Stählen mit höherer Streckgrenze im vergüteten Zustand*. 2020, Beuth Verlag GmbH: Berlin.

[2] Zhang, L. and T. Kannengiesser, *Austenite grain growth and microstructure control in simulated heat affected zones of microalloyed HSLA steel.* Materials Science and Engineering: A, 2014. **613**: p. 326-335.

[3] Zhang, L., et al., *Effect of cooling rate on microstructure and properties of microalloyed HSLA steel weld metals.* Science and Technology of Welding and Joining, 2015. **20**(5): p. 371-377.

[4] Zhang, L. and T. Kannengiesser, *HAZ softening in Nb-, Ti-and Ti+ V-bearing quenched and tempered steel welds.* Welding in the World, 2016. **60**(2): p. 177-184.
[5] *DIN 50159-1 Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach dem UCI-Verfahren – Teil 1: Prüfverfahren*. 2022, Beuth Verlag GmbH: Berlin.
[6] Andersson, J.-O., et al., *Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science.* Calphad, 2002. **26**(2): p. 273-312.
[7] Chen, Q., et al., *Modeling precipitation kinetics during heat treatment with calphad-based tools.* Journal of materials engineering and performance, 2014. **23**(12): p. 4193-4196.
[8] Saunders, N. and A.P. Miodownik, *CALPHAD (calculation of phase diagrams): a comprehensive guide*. 1998: Elsevier.
[9] Komizo, Y.-i., *In-situ Observation Techniques of Solidification and Phase Transformation during Welding.* Transactions of JWRI, 2011. **40**(2): p. 7-20.
[10] Egger, R., *Herstellung und Eigenschaften von hochfesten, vergüteten Grobblechen.* BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte, 2012. **157**(8): p. 332-339.
[11] Maurer, W., et al., *Evaluation of the factors influencing the strength of HSLA steel weld joint with softened HAZ.* Welding in the World, 2015. **59**(6): p. 809-822.
[12] Zhang, L., *Microstructure-property relationship in microalloyed high-strength steel welds*, ed. B.D. (155). 2017, Berlin: Eigenverlag Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung (BAM).

Mechanisches Verhalten von Silica-Aerogelen in Abhängigkeit von der Druckdehnung

Mechanical behavior of silica aerogels as a function of compressive strain

B. Fekadu, A. Rege, M. Heyer, Y. Besel, B. Milow, M. Bartsch
Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR), Institut für Werkstoff-Forschung, Köln

Kurzfassung – Silica Aerogele sind dreidimensionale Netzwerke aus amorphem Siliziumoxid, die durch Sol-Gel Synthese und anschließende überkritische Trocknung hergestellt werden. Sie weisen eine sehr hohe Porosität von bis zu 99,8 % auf. Die Eigenschaften der Silica Aerogele werden durch den Herstellungsprozess kontrolliert und hängen von der dabei erzeugten Mikro- bzw. Nanostruktur ab. Sie zeigen weitgehend sprödes Bruchverhalten mit sehr geringen Zugfestigkeiten, wogegen sie unter Druckbelastung bereits bei geringen Spannungen komprimiert werden und ihre Eigenschaften irreversibel verändern. Das mechanische Verhalten der Aerogele ist noch wenig untersucht, insbesondere fehlen Verfahren, mit denen quantitative Aussagen über ihr Verhalten unter mechanischer Beanspruchung getroffen werden können. Die aktuelle Arbeit zielt darauf, hier den Kenntnisstand zu erweitern. Dazu wurden Silica Aerogele mit unterschiedlichen Dichten bzw. Porositäten hergestellt. An Proben aus diesen Aerogelen wurden in Druckversuchen dehnungsabhängige elastische und nichtelastische Eigenschaften untersucht. Die Ergebnisse werden im Kontext numerischer Simulationen diskutiert.

Stichwörter: Silica Aerogele, Porosität, Drucktest, Kompressibilität, Deformationsmechanismen

Abstract – Silica aerogels are three dimensional networks made of amorphous silica, which are synthesized by a sol gel process and subsequent supercritical drying. They have a high porosity up to 99.8 %. The properties of silica aero gels are controlled by the processing conditions and depend on the resulting micro- and nano-structures. They exhibit largely brittle fracture behavior with very low tensile strength, while they are compacted under compression at low stresses entailing irreversible changes of their mechanical properties. There exists limited literature on the mechanical behavior of aerogels. Especially procedures for quantitative characterization of their behavior under mechanical load are missing. The actual study aims at contributing to the respective knowledge. For this purpose, silica aerogels of different density resp. porosity were processed. By means of compressive tests on samples of these aerogels the strain dependent elastic and nonelastic properties were investigated. The results are discussed in the context of numerical simulations.

Keywords: Silica aerogels, porosity, compression test, compressibility, deformation mechanism

1 Einleitung

Silica Aerogele sind nanostrukturierte offenporige Werkstoffe, die sich durch eine sehr hohe Porosität von bis zu 99,8 % und korrespondierend eine geringe Dichte (im Bereich von 0,003 bis 0,500 g/cm^3) sowie niedrige Wärmeleitfähigkeit (bis zu 0,01 W/(m·K)) auszeichnen [1]. Da Aerogele vor allem für ihre Isolationseigenschaften bekannt sind, wurden die thermischen Eigenschaften der Aerogele jahrzehntelang intensiv untersucht. Dagegen sind bei den klassischen Silica-Aerogelen die mechanischen Eigenschaften noch wenig untersucht. Es gibt eine Reihe von Publikationen über die Untersuchung mechanischer Eigenschaften von Aerogelen [2, 3] jedoch für praktische Anwendungen mit mechanischer Beanspruchung fehlen charakteristische Kennwerte und einfache Methoden, solche Kennwerte zu ermitteln und zu bewerten. Das liegt daran, dass aufgrund der komplexen Mikrostruktur unter mechanischer Last im Material Verformungsmechanismen auftreten, die u. a. Nichtlinearitäten, nicht-elastische bleibende Verformungen, Recovery-Effekte und eine Abhängigkeit der Eigenschaften vom Dehnungszustand zur Folge haben. Eine weitere Herausforderung für die mechanische Charakterisierung ist bei vielen Aerogelen die geringe Festigkeit und hohe Sprödigkeit. Sie sind häufig bereits nach der Herstellung von zahlreichen Rissen durchzogen und zerbrechen selbst bei vorsichtiger Handhabung. Es ist dann kaum möglich, aus den hergestellten Materialien mittels mechanischer Bearbeitung normgerechte Proben zu ferti-

gen. In dieser Studie erfolgte deshalb die mechanische Charakterisierung mittels Druckprüfung von flachen Zylindern, so wie sie bei der chemischen Prozessierung hergestellt wurden.

Eine Eigenschaft, die mit dem mechanischen Verhalten korreliert, ist die Dichte. In mehreren Publikationen wird z. B. die Korrelation zwischen E-Modul und Dichte mit einem Potenzgesetz beschrieben:

$$E \propto \rho^m \quad (1)$$

wobei E der E-Modul, ρ die Dichte und m der Exponent des Potenzgesetzes ist. Der Exponent lässt auch Rückschlüsse auf die Mikrostruktur des Materials zu. Für den Fall von Aerogelen mit hochgradig bzw. ideal vernetzter offenporiger Struktur sollte nach der Gibson-Ashby Theorie der Exponent m gleich 2 sein [4]. Da Aerogele eine zufällige Konnektivität aufweisen, liegt der Exponent zwischen 2 und 4 [5]. Die Dichteabhängigkeit des E-Moduls der Silica Aerogele wird weiterhin experimentell und mittels numerischer Simulationen untersucht [6,7]. Da bei einer mechanischen Belastung die Verformung der Silica Aerogele praktisch immer elastische und nichtelastische Anteile enthält, muss die nichtelastische Verformung, insbesondere bei großen Dehnungen, genauer untersucht werden. Nichtelastische Verformungen sind auf der mikrostrukturellen Ebene mit Schädigungen des Aerogel-Netzwerks verbunden. Hinweise auf die Entwicklung von Schädigungen im vernetzten Aerogel gibt das Verformungsverhalten in wechselnden Be- und Entlastungszyklen. In der Aerogel-Literatur gibt es dazu nur sehr wenige Studien [8, 9]. Deshalb werden in dieser Arbeit in Druckversuchen an Proben aus Silica-Aerogelen unterschiedlicher Dichte neben den dehnungsabhängigen elastischen Eigenschaften die bleibende nichtelastische Dehnung und die dissipierte Energie nach Be- und Entlastungszyklen ermittelt.

2 Experimentelle Untersuchungen

2.1 Herstellung und Eingangscharakterisierung

Die Silica-Aerogel-Proben wurden auf Basis der Methode synthetisiert, die in Berkefeld et al. [10] detailliert beschrieben ist. Abweichend von [10] wurde die Temperatur auf 50 °C und die Säurekonzentration mit $2 \cdot 10^{-3}$ M HCl eingestellt. Die verdünnte Salzsäurelösung wird mit der 6,4 – fachen Molmenge im Verhältnis zum Tetraethylorthosilicat (TEOS) für den Start der Hydrolysereaktion in die Lösung hinzugegeben. Über die Einstellung der Feststoffgehalte mittels Variation des Molverhältnisses von 1 TEOS zu Ethanol von 6-16 wurden Aerogele mit sechs verschiedenen umhüllenden Dichten zwischen 0,056 und 0,107 g/cm^3 hergestellt. Jeweils eine Dichtereihe wurde in einem Becherglas gemischt. Nach Zugabe von Ammoniaklösung wurde das Sol zur Gelierung auf die jeweiligen zylindrischen Probenbecher aufgeteilt. Die Probenbecher wurden dann für 48 h bei 50 °C im Ofen gealtert. Im nächsten Schritt wurden die Gele dreimal mit 99 prozentigem Ethanol der Firma Geyer gewaschen. Anschließend erfolgte die überkritische Trocknung der Gele in einem Autoklaven der Firma Eurotechnica bei 115 bar und 60°C.

Die Dichtebestimmung der Proben erfolgte manuell. Nach Einwaage der zylindrischen Proben wurden der Durchmesser und die Probenhöhe zweimal, um 90 ° versetzt, gemessen. Daraus wurde das Probenvolumen und im Anschluss die Dichte berechnet, die im Folgenden als umhüllende Dichte bezeichnet wird. Die skelettale Dichte entspricht der Dichte des Netzwerks ohne die zwischenliegenden Hohlräume und wird mittels eines Gaspyknometer (AcuPyc 1340) der Firma Micromeritics bestimmt. Aus umhüllender und skelettaler Dichte wird die Porosität berechnet.

Die innere Oberfläche der Aerogele wurde durch Gasadsorption mit einer TriStar II der Firma Micromeritics untersucht. Die Auswertung der Daten erfolgte hinsichtlich der Oberfläche mithilfe der BET (Brunauer, Emmet, Teller) - Methode.

Eine Übersicht der ermittelten Daten findet sich in **Tabelle 1**.

Tabelle 1 Umhüllende und skelettale Dichte, Porosität und innere Oberfläche der hergestellten Proben
Table 1 Envelope density, skelettal density, porosity, and inner surface of the processed samples

Versuchsreihe	umhüllende Dichte	skelettale Dichte	Porosität	Innere Oberfläche
	[g/cm³]	[g/cm³]	[%]	[m²/g]
0001	0,056	1,5844	96,48	848
0002	0,067	1,5947	95,79	802
0003	0,076	1,6212	95,29	751
0004	0,086	1,5940	94,62	803
0005	0,092	1,5823	94,20	821
0006	0,107	1,6758	93,60	712

2.2 Mechanische Charakterisierung

Die mechanische Charakterisierung der Silica Aerogele erfolgte mittels Druckprüfung an den prozessierten flachen Zylindern, da eine mechanische Bearbeitung der Proben aufgrund ihrer Fragilität nicht möglich war. Geometrische Ungenauigkeiten wie unebene und nicht planparallele Flächen für die Krafteinleitung wurden in Kauf genommen. Von jeder Dichtereihe wurden 6 Proben gefertigt, von den Proben mit der geringsten Dichte konnten nur 4 Proben getestet werden, da 2 Proben vor dem Test bei der Handhabung zerbrochen waren. Die Proben mit geringerer Dichte sind transparent und lassen zahlreiche innere Risse erkennen. Mit zunehmender Dichte werden die Proben opak und zeigen weniger Risse, s. **Bild 1**.

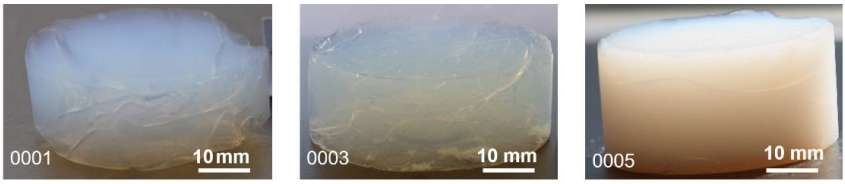


Bild 1: Silica Aerogel Proben mit von links nach rechts zunehmender Dichte
Figure 1: Silica aerogel samples with increasing density from the left to the right

Für die Druckprüfungen ist eine Universalprüfmaschine der Firma INSTRON mit einer 5 kN Kraftmessdose verwendet worden. Die Proben wurden zwischen zwei planparallele Druckstempel gelegt und auf Druck belastet. Die Versuche waren weggesteuert mit einer Verfahrgeschwindigkeit von 1 mm/min bei Be- und Entlastung. In einem Teil der Versuche wurde der Vorschub der Maschine kontinuierlich bis zu einer maximalen Probendehnung von 50 % verfahren und dann die Probe wieder entlastet. In weiteren Versuchen wurde die Maximaldehnung in mehreren aufeinanderfolgenden Be- und Entlastungsphasen mit jeweils ansteigender Dehnung erreicht. Die maximalen Dehnungen der Belastungszyklen betrugen 2 %, 10 %, 20 %, 30 %, 40 % und 50 %. Da die Maschine im Vergleich zu den Proben sehr steif ist und deshalb die Druckdehnung der Maschinenkomponenten im Lastpfad vernachlässigbar ist, wurde aus dem aufgezeichneten Maschinenweg und der Anfangshöhe der Proben die Probendehnung berechnet. Für die Bestimmung der Druckspannung wurde nicht versucht, den Probenquerschnitt mit den geometrischen Ungänzen der Proben exakt zu vermessen, sondern die Kraft wurde auf den nominellen Querschnitt bezogen. Die Versuche

wurden mit einer Videokamera aufgenommen, um ggf. die Ursache für Unregelmäßigkeiten im Spannungs-Dehnungsverlauf zu ermitteln.
In **Bild 2** sind exemplarisch die Spannungs-Dehnungskurven eines Experiments mit aufeinander folgenden Be- und Entlastungszyklen im Vergleich zu einem Experiment mit nur einem Be- und Entlastungszyklus gezeigt. Beide Versuche wurden an Proben der Dichtereihe 1 bis zu einer maximalen Dehnung von 50 % durchgeführt. Die Unterschiede zwischen den beiden Kurven liegen im Bereich der versuchsbedingten Streuung. Die beobachteten spontanen Spannungsabfälle bei der Belastung konnten anhand der mitlaufenden Videoaufnahmen makroskopischen Schädigungen wie Rissbildung und -ausbreitung oder Abplatzungen zugeordnet werden. Im Verlauf der Belastung ist kein Bereich mit einem linearen Verhältnis zwischen Spannung und Dehnung erkennbar, und nach der Entlastung tritt bereits nach geringen Maximaldehnungen von 2 % eine bleibende Verformung auf, s. eingefügtes Diagramm in **Bild 2**. Daraus folgt, dass bei der Belastung das Aerogel-Netzwerk schon bei sehr kleinen Verformungen geschädigt wird und aus der Belastungskurve streng genommen kein E-Modul bestimmt werden kann. In der Literatur wird jedoch aus Druckversuchen häufig ein E-Modul für den Anfangsbereich der Belastung angegeben. Für den Vergleich mit solchen Literaturdaten und den Vergleich der hier untersuchten Proben aus verschiedenen Dichtereihen untereinander wurde aus dem Anfangsbereich der Belastungskurven bis zu einer Dehnung von 5 % ein ‚Vergleichs-E-Modul' bestimmt, der in Abhängigkeit von der umhüllenden Dichte zwischen 0,032 und 0,14 MPa lag. In **Bild 2** fällt auf, dass bei erneuter Belastung nach einem abgeschlossenen Lastzyklus die Spannungs-Dehnungskurve nicht genau auf der vorangegangenen Entlastungskurve liegt. Die Probe dehnt sich offensichtlich nach der Entlastung wieder aus, was auf Erholungs- bzw. Relaxationsprozesse des Aerogel-Netzwerks zurückgeführt werden kann. Die Dehnung, die durch Relaxationsprozesse entsteht, ist zeitabhängig und wurde in dieser Studie nicht systematisch untersucht.

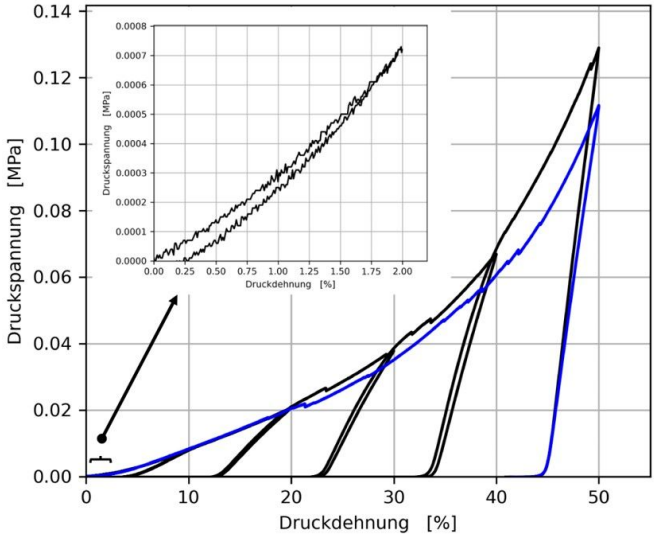


Bild 2: Beispiel von zwei Spannungs-Dehnungsverläufen an Proben der Dichtereihe 1, wobei in einem Versuch die Maximaldehnung in einem Be- und Entlastungszyklus erreicht wird (blaue Kurve) und im anderen nach mehreren aufeinander folgenden Be- und Entlastungsphasen mit jeweils ansteigender Dehnung (schwarze Kurve).

Figure 2: Exemplary stress-strain curves achieved from experiments on samples of the series 1 with lowest density, in one experiment the maximum strain was achieved within one load cycle

(blue curve) and in the other experiment with subsequent loading- and unloading sequences of successively increased maximal strain (black curve)

In der Entlastungsphase ist der Spannungs-Dehnungsverlauf über einen weiten Bereich nach Beginn der Entlastung linear. Aus der Steigung der Entlastungskurve wurde für alle Lastzyklen ein ‚Entlastungs- E-Modul' bestimmt. Die ermittelten E-Modulwerte sind in Abhängigkeit von der Maximaldehnung in **Bild 3** in einem Diagramm dargestellt.

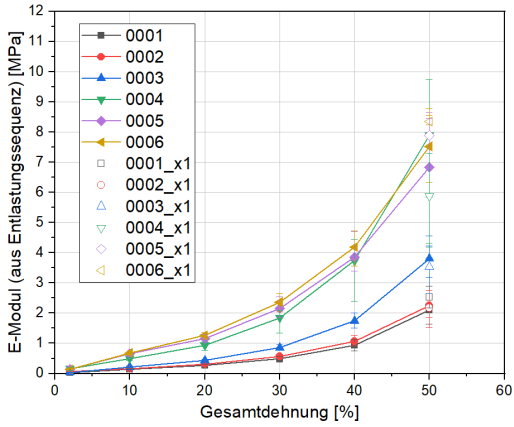


Bild 3: E-Modulwerte aus der Auswertung der Entlastungskurven der Drucklastzyklen für die verschiedenen Dichtereihen; ausgefüllte Symbole stehen für Versuche mit mehreren aufeinanderfolgenden Be- und Entlastungszyklen

Figure 3: Elastic modulus derived from unloading sequences of the compressive load cycles for samples belonging to different density series; filled symbols represent experiments with multiple loading and unloading cycles

Zur Charakterisierung des nichtelastischen Verformungsverhaltens wurde für die einzelnen Lastzyklen der prozentuale Anteil von elastischer bzw. nichtelastischer Dehnung an der Gesamtdehnung bestimmt. Dazu wurde die direkt nach der vollständigen Entlastung beobachtete bleibende Dehnung verwendet. In **Bild 4** ist der nichtelastische Anteil gezeigt.

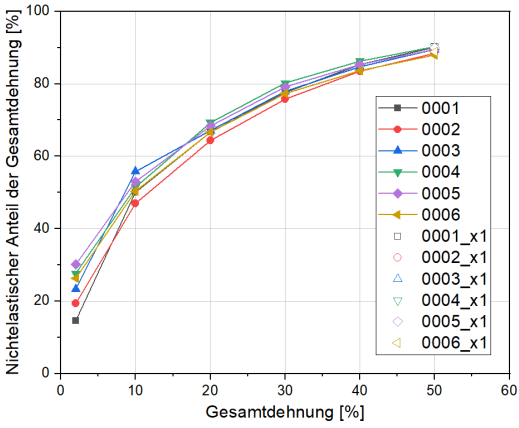


Bild 4: Nichtelastischer Anteil an der Gesamtdehnung für die verschiedenen Dichtereihen

Figure 4: Nonelastic fraction of the total strain for samples belonging to different density series

3 Diskussion der Ergebnisse und Ausblick

Die vorliegende Studie zeigt, dass sich auch sehr fragile Aerogel-Proben mit Hilfe von Druckversuchen hinsichtlich elastischer und nichtelastischer Eigenschaften charakterisieren lassen. Unzulänglichkeiten wie geometrische Abweichungen von der Planparallelität und fertigungsbedingte Risse werden durch die hohe Kompressibilität des Materials ausgeglichen, so dass die Streuung der Daten gering ausfällt, s. die Bandbreite der E-Modul-Ergebnisse in **Bild 3**. E-Modul und Anteil der nichtelastischen Dehnung an der Gesamtdehnung hängen deutlich von der Druckdehnung ab. Unterschiede in der Probendichte wirken sich auf die ermittelten E-Modulwerte und etwas weniger deutlich auf den nichtelastischen Verformungsanteil aus. Der nichtelastische Anteil lag z. B. nach Erreichen einer Druckdehnung von 50 % für alle Dichtereihen bei 88 – 90 %. Interessant ist, dass nicht allein die umhüllende Dichte, sondern auch die innere Oberfläche und die skelettale Dichte einen Einfluss auf den E-Modul haben. Die zugrundeliegenden Verformungsmechanismen auf mikrostruktureller Ebene werden mit Hilfe von numerischen Simulationen untersucht. Dazu soll ein kürzlich entwickeltes Rechenmodell zum Einsatz kommen, das zur Modellierung von Silica-Aerogelen entwickelt wurde [6]. Mit Hilfe des diffusionsbegrenzten Cluster-Cluster-Aggregationsalgorithmus wurden Silica-Aerogele mit unterschiedlichen Dichten auf mikrostruktureller Längenskala modelliert und die repräsentativen Volumenelemente der Mikrostruktur in einem Finite-Elemente-Programm simuliert, um ihre mechanischen Eigenschaften zu bestimmen. Bisher wurde nur das linear-elastische Verhalten des Aerogel-Netzwerks beschrieben. Dabei wurde auch gezeigt, dass über 90 % der Bindungen zwischen den Teilchen im Aerogel-Netzwerk unter Verformung spannungsfrei bleiben. Darüber hinaus war es möglich, die Bindungen mit hoher Spannung zu visualisieren. Es ist geplant, die vollständige nichtelastische Verformung des Aerogel-Netzwerks mit diesen Modellen zu beschreiben. Dabei sollen die Ergebnisse der in diesem Artikel beschriebenen mechanischen Charakterisierung zum Vergleich herangezogen werden.

Danksagung – Die Autoren des Beitrags danken Herrn Eric Dietrich für seine Unterstützung bei der Konfiguration des Versuchsaufbaus und Frau Dr. Maria Schestakow für hilfreiche Diskussionen zur Interpretation der experimentellen Ergebnisse.

Literatur

[1] N. Hüsing, U. Schubert: Aerogels - Airy materials: chemistry, structure, and properties. Angewandte Chemie - International Edition 37(1-2) (1998), S. 22-45

[2] H. Lu, H. Luo, N. Leventis: Mechanical Characterization of Aerogels. In Leventis, N. (Hrsg.): Advances in Sol-Gel Derived Materials and Technologies, Springer Verlag, 2011, S. 499-535

[3] T. Woignier, J. Primera, A. Alaoui, F. Despeti, S. Calas-Etienne, A. Faivre, L. Duffours, C. Levelut, P. Etienne: Techniques for characterizing the mechanical properties of aerogels. Journal of Sol-Gel Science and Technology 93 (2020), S. 6-27

[4] L.J. Gibson, M.F. Ashby: Cellular solids: structure & properties. Cambridge university press, 1999

[5] J. Groß, J. Fricke: Scaling of elastic properties in highly porous nanostructured aerogels. Nanostructured Materials 6 (1995), S. 905-908

[6] R. Abdusalamov, C. Scherdel, M. Itskov, B. Milow, G. Reichenauer, A. Rege: Modeling and Simulation of the Aggregation and the Structural and Mechanical Properties of Silica Aerogels. The Journal of Physical Chemistry B, 125(7) (2021), S. 1944-1950

[7] J.C.H. Wong, H. Kaymak, S. Brunner, M.M. Koebel: Mechanical properties of monolithic silica aerogels made from polyethoxydisiloxanes. Microporous and Mesoporous Materials 183 (2014), S. 23-29

[8] A. Katti, N. Shimpi, S. Roy, H. Lu, E.F. Fabrizio, A. Dass, L.A. Capadona, N. Leventis: Chemical, Physical, and Mechanical Characterization of Isocyanate Cross-linked Amine-Modified Silica Aerogels. Chemistry of Materials 18 (2006), S. 285-296

[9] V. Santos-Rosales, G. Alvarez-Rivera, M. Hillgärtner, A. Cifuentes, M. Itskov, C.A. Garcia-Gonzáles, A. Rege: Stability Studies of Starch Aerogel Formulations for Biomedical Applications. Bio-macromolecules 21(12) (2020), S. 5336-5344

[10] A. Berkefeld, M. Heyer, B. Milow: Silica aerogel paper honeycomb composites for thermal insulations. Journal of Sol-Gel Science and Technology 84(3) (2017), S. 486-495

Prototypenfreie Charakterisierung der Garn-Auszugskraft

Prototype-free characterization of yarn pull-out force

M. Strangfeld, FILK Freiberg Institute gGmbH, Freiberg;
C. Falck, Sächsisches Textilforschungsinstitut e.V., Chemnitz

Kurzfassung – Die Faden- oder Garnauszugskraft dient als Qualitätskriterium in der Herstellung Technischer Textilien. Zur Einsparung von zeitaufwändigen und teuren Prozessschritten zur Herstellung von gewebten Prototypen oder Probenmaterial für diese Prüfung wurde eine Methodik entwickelt, welche auf Basis der Faden/Faden-Reibung zweier kurzer Einzelfäden die Fadenauszugskraft bestimmbar macht. Dies eröffnet die Möglichkeit, diesen wichtigen Kennwert abzuschätzen, ohne vorher das Garn zu einem Textil verarbeiten zu müssen. Aus den einmal bestimmten Garn-Garn-Reibungseigenschaften lassen sich anhand theoretischer Zusammenhänge die Fadenauszugskräfte für viele verschiedene Webarten bestimmen, was wiederum den Prüfaufwand deutlich reduziert. Mit Hilfe der entwickelten Methodik werden damit die Möglichkeiten zur gezielten Steuerung der Materialeigenschaften textiler Flächengebilde erheblich verbessert und neue Parameter der Qualitätsüberprüfung geschaffen.

Stichwörter: Fadenreibung, Fadenauszugskraft, technische Textilien

Abstract – The thread or yarn pull-out force serves as a quality criterion in the manufacture of technical textiles. In order to save time-consuming and expensive process steps for the production of woven prototypes or sample material for this test, a methodology was developed which makes it possible to determine the yarn pull-out force on the basis of the yarn/thread friction of two short individual yarns. This opens up the possibility of estimating this important characteristic value without first having to process the yarn into a textile. Once the yarn friction properties have been determined, the yarn pull-out forces for many different weaves can be determined on the basis of theoretical relationships, which in turn significantly reduces the testing effort. With the help of the developed methodology, the possibilities for the targeted control of the material properties of textile fabrics are considerably improved and new parameters for quality control are created.

Keywords: yarn friction, yarn pull-out force, technical textiles

1 Einleitung

Technische Textilien müssen vor ihrer Verwendung als Bezugsstoff, Beschichtungs- oder Verstärkungsmaterial spezielle Anforderungen erfüllen. Für die spätere Beschichtung stellen beispielsweise Verzüge des textilen Trägers typische Fehler dar. Der Verzug der gewebten Struktur beeinflusst sowohl die mechanischen Eigenschaften und damit die Funktionsfähigkeit als auch den optischen Eindruck des späteren Verbundmaterials.

Der Verzug wird dabei durch die Festigkeits-, Dehnungs- und Oberflächeneigenschaften der Fadensysteme sowie der Konstruktion des textilen Flächengebildes beeinflusst. Die Kombination der Eigenschaften führt zu Reibung, welche die an den textilen Kontaktstellen auftretenden entgegenwirkenden Kräfte beschreibt. Die physikalischen Eigenschaften von textilen Materialien werden in erster Linie anhand von Zugversuchen ermittelt. Besonders bei Anwendungen wie dem Drapieren von Textilien ist der Kennwert der Fadenauszugskraft wichtig. Die Fadenauszugskraft ist jene Kraft, welche erforderlich ist, einen Faden parallel aus einem Textil herauszuziehen. Dies erfordert jeweils die Herstellung des Textils vorab. Die Herstellung, das Weben, eines Textils ist jedoch mit einem hohen Aufwand verbunden.

Im Rahmen eines Forschungsprojektes wurde eine Möglichkeit gesucht, die Aussagen der Fadenauszugskraft aus dem einfacher zu bestimmenden Faden-Faden-Reibungswert abzuschätzen. Dazu wurde ein Messsystem und eine Prüfmethodik entwickelt, welche die Reibsituation im Gewebe abbildet und diese reproduzierbar in einen Kennwert umwandelt. Des Weiteren wurde eine Möglichkeit gesucht die Reibkräfte unter variierenden Belastungsbedingungen zu ermitteln, um die Abhängigkeit von verschiedenen Prozessstufen oder Be-

lastungsbedingungen bestimmbar zu machen und so diese ermittelten Einflüsse im Sinne der Materialoptimierung zu nutzen.

2 Messsystem und Prüfmethodik

2.1 Messsystem

Teilziel des Projektes war die Entwicklung eines alternativen Prüfverfahrens für Fadenreibung. Aktuelle Geräte zur Bestimmung der Reibungseigenschaften von derartigen Materialien basieren jeweils auf der Umsetzung der Eytelweinschen Seilreibungsformel, welche sich aus den Fadenzugkräften vor und nach dem Reibkontakt und dem Umschlingungswinkel zusammensetzt. Weitere Untersuchungen an kürzeren Fasern wurden an verschiedenen Messinstrumenten durch die Bestimmung der Kräfte beim Auseinanderziehen einer definierten Anzahl „ineinander gesteckter" Fasern gewonnen [1-7]. Diese Verfahren besitzen entweder den Nachteil der Messung an ganzen Faserscharen oder die Restriktion des Einsatzes von Garnspulen sowie die Reibung an immer neuen Kontaktstellen.

Für die messtechnische Erfassung der Fadenreibung wurde daher im Rahmen des Projektes ein Fadenreibungsmodul (FRM) entwickelt, welches an einem handelsüblichen Rheometer adaptiert wurde und welches es erlaubt, an kurzen Fadenstücken von wenigen Zentimetern Reibkoeffizienten zu ermitteln. Der Aufbau des Systems ist in **Bild 1** dargestellt.

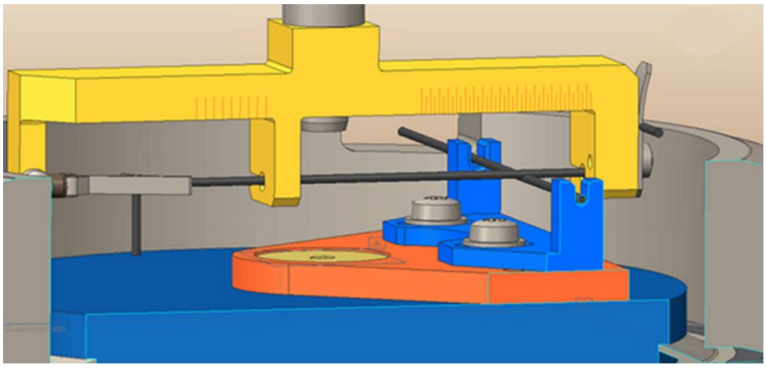


Bild 1: Aufbau des Fadenreibungsmoduls am Rheometer (schematisch)
Figure 1: Structure of the yarn friction module on the rheometer (schematic)

Das neue Messsystem hat als integralen Bestandteil eine reproduzierbare Faser- oder Garneinspannung. Es besteht aus dem Kontakt zweier Fäden, wobei der obere Faden drehbar gelagert ist. Der außerhalb der Drehachse gelegene Kontaktpunkt kann in seinem Abstand variabel definiert werden (siehe **Bild 2**). Hierbei werden die Fasern oder das Garn mit einer definierten Vorspannung, welche über einen Federkraftmesser genau eingestellt werden kann, beaufschlagt. Ausgewertet wird hierbei der Reibkoeffizient, also das Verhältnis von notwendiger Reibkraft zum Verschieben der Fäden und der angelegten Normalkraft. Gemessen wird zunächst das Reibmoment an der Drehachse. Dies wird über die mittlere Distanz von Drehachse zu Fadenkontakt in eine Reibkraft umgerechnet. Damit kann eine Unterteilung in Haft- und Gleitreibung bestimmt werden. Das System reibt damit stets auf derselben Stelle und ist somit auch für Verschleißanalysen nutzbar. Mit dem Reibungsmesssystem können die Reibkräfte zwischen zwei gleichen oder unterschiedlichen Materialien bestimmt werden. Es ist somit auch möglich, neben der Faden/Faden-Reibung ebenfalls die Reibkräfte gegen Metalldorne oder Folien zu prüfen. Für die Korrelation zur Fadenauszugskraft ist der Haftreibkoeffizient entscheidend, da dieser genau die notwendigen Kräfte beschreibt, die notwendig sind, um die Fäden gegeneinander zu verschieben.

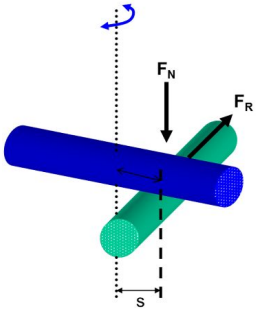


Bild 2: Reibungskontaktsituation (schematisch)
Figure 2: Frictional contact situation (schematic)

2.2 Prüfmethodik

Zur Ableitung einer möglichst praxisnahen Messmethodik wurden die während des Herstellungsprozesses von technischen Textilien und die im Praxiseinsatz auftretenden chemischen, thermischen und mechanischen Belastungen auf die Fäden erfasst und für die Messvorschrift berücksichtigt. Die Vorschrift enthält die folgenden wichtigen Schritte für eine Standardmessung: Der Ober- und Unterfaden wird mit einer definierten Vorspannung eingespannt und im Winkel von 90° zueinander in Kontakt gebracht. Dies ist die Nullstellung. Anschließend wird eine definierte Normalkraft zwischen den Fäden aufgebracht (0,2 N). Diese wird über die gesamte Messzeit kontinuierlich geregelt. Die Messung erfolgt oszillierend über 200 s bei konstanter Temperatur mit einem Auslenkwinkel φ von ±10°. Die Oszillationsfrequenz beträgt 0,1 Hz.

2.3 Referenzbestimmung

Für den späteren Vergleich der Ergebnisse der Einzelfaden-Reibbestimmung und der Ableitung der Auszugskraftvorhersage wurden die Fadenauszugskräfte an gewebten Textilien (STFI-interne Prüfung) bestimmt. Dazu wurde in eine Zugprüfmaschine eine Gewebematerialprobe der Größe 50 x 50 mm eingespannt, welche in der Mitte bis auf 1 Faden aufgetrennt wurde (**Bild 3**). Mit einer Prüfgeschwindigkeit von 25 mm/min und 1 N Vorspannkraft wurde die Probe nun auf eine Auszugslänge von 40 mm auseinandergezogen und dabei die Höchstzugkraft (N) als auch die Dehnung (%) bestimmt. Die Dehnung ist ein Maß für die Elastizität des gewebten Textils und die Höchstzugkraft ist die Kraft, die benötigt wird um den Faden zum Abgleiten an den Verwebungspunkten zu bringen.



Bild 3: Bestimmung der Fadenauszugskraft am Textil
Figure 3: Determination of the yarn pull-out force at textile

3 Ergebnisse

3.1 Vorhersage der Fadenauszugskraft

Unter Berücksichtigung der Reibkoeffizienten, der Fadendichte, des Fadendurchmessers, der Anzahl der Fäden sowie der Bindungsart kann die Fadenauszugskraft vorhergesagt werden. Über geometrische Beziehungen kann aus dem Fadendurchmesser und dem Schussfadenabstand der Umschlingungswinkel bestimmt werden. Dieser wird dann multiplikativ mit der durch Schussdichte und Bindungsart gegebenen Anzahl an Umschlingungen auf eine definierte Gewebebreite hochgerechnet. Dadurch entsteht eine Reiblänge, welche wiederum in Verbindung mit der Reibungskraft die Fadenauszugskraft abschätzt (**Bild 4**).

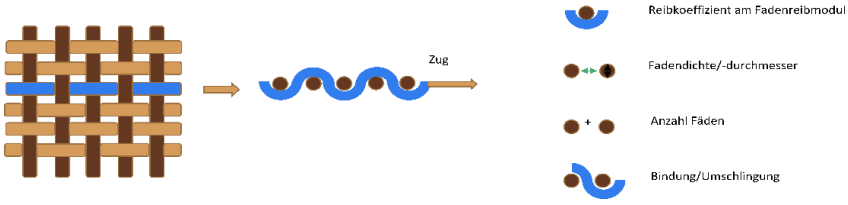


Bild 4: Ableitung der Fadenauszugskraft über FRM
Figure 4: Derivation of the yarn pull-out force with FRM

Eine hohe Fadenauszugskraft entspricht starker Haftreibung zwischen den Fadensystemen. Es wurden an den im Projekt gewebten Proben die Fadenauszugskräfte mittels Zugprüfmaschine und am Reibmodul (FRM) die Reibkoeffizienten der verwebten Garne bestimmt und daraus die Fadenauszugskraft abgeschätzt. Vorteil dabei ist, dass somit für die Auszugskraftbestimmung das Textil nicht gewebt werden muss. **Bild 5** stellt die gemessenen Fadenauszugskräfte den berechneten gegenüber. Je näher die Punkte an der blauen Linie liegen, desto genauer ist die Berechnung und somit die Vorhersagbarkeit der Fadenauszugskraft.

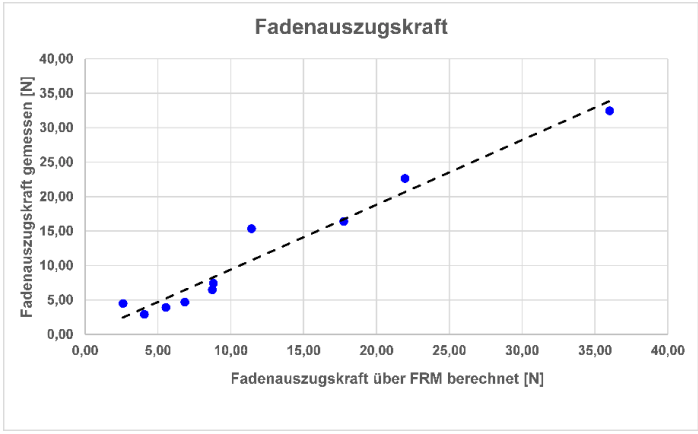


Bild 5: Bestimmung der Fadenauszugskraft
Figure 5: Determination of the yarn pull-out force

3.2 Qualitätskriterien

Mit dem vorgestellten System ist es nun auch möglich, qualitätsbasierte Kriterien zu untersuchen. Der eingangs erwähnte Verzug von Textilien ist ein wesentliches Qualitätsmerkmal. Der Verzug entsteht hierbei durch unterschiedliche Reibungsverhalten an den Verwebungspunkten. Werden somit Unterschiede in den Reibungskoeffizienten am FRM ermittelt, sind diese mit verantwortlich für den Verzug der Struktur und können im Umkehrschluss zur Materialoptimierung genutzt werden.

Die Qualität des Textils muss unter verschiedenen Belastungssituationen gegeben sein. Daher wurden u. a. Einflüsse hinsichtlich der mechanischen Belastung als auch der chemischen Belastung untersucht. Mechanische Belastungen entstehen sowohl bei der Herstellung des Textils (Spannen, Aufwickeln) als auch im späteren Gebrauch. Chemische Belastungen sind vor allem im Prozessschritt der Vorbehandlung von Textilien zu finden, welcher notwendig ist um beispielsweise die Haftung einer späteren Beschichtung zu verbessern oder das Textil zur finalen modischen Gestaltung einzufärben.

Die Reibung im textilen Gewebe ist bestimmt durch die vorherrschende Kontaktsituation. Sowohl die Schussdichte als auch die Bindungsart beeinflussen die Kraft, mit der die Fäden gegeneinandergedrückt werden. Daher wurde in Reibversuchen diese Normalkraft variiert (0,2 bis 1,5 N). Der Reibkoeffizient sinkt hierbei mit steigender Normalkraft. In Folge einer Biegebelastung, wie sie beispielsweise beim Aufwickeln entsteht, spielt die Relativgeschwindigkeit im Reibkontakt eine wichtige Rolle. Durch Versuche bei variablen Frequenzen konnte nachgewiesen werden, dass die Abhängigkeit des Reibkoeffizienten neben der Normalkraft auch von der Geschwindigkeit (Oszillationsfrequenz 0,1 und 1 Hz) abhängt. Höhere Frequenzen führen dabei zu niedrigeren Reibungskoeffizienten (**Bild 6**).

Zur Verbesserung der Haftung der späteren Beschichtungsmasse werden bspw. Textilien einem Waschprozess unterzogen um Hilfsstoffe (Avivagen) herauszulösen. Dabei konnte festgestellt werden, dass sich je nach Waschart (Variation Ultraschallbad, Temperatur, Tensid) der Reibungskoeffizient ändert. Mit Hilfe des Fadenreibmoduls konnten auch Unterschiede beim Färben der Textilien in den resultierenden Reibungseigenschaften aufgedeckt werden. Unterschiedliche Farben führten zu unterschiedlichen Reibungskoeffizienten. Unter Berücksichtigung der starken Korrelation zur Fadenauszugskraft können hier ebenfalls Ursachen für Fehler aufgedeckt werden. Stellt man sich nun mehrfarbige Textilien vor, ist es vorstellbar, dass diese Unterschiede zu fehlerhaften Materialverhalten, speziell dem Verzug des Textils, führen können.

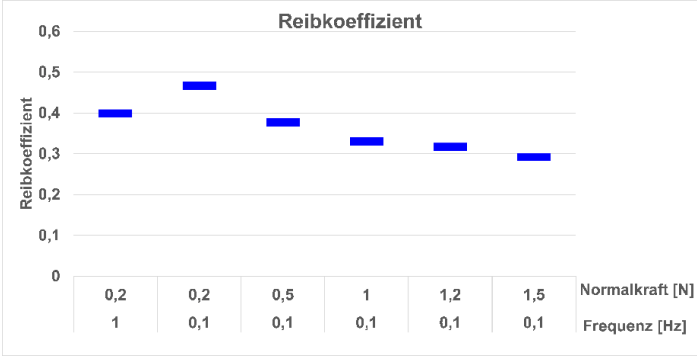


Bild 6: Einfluss der Normalkraft und Geschwindigkeit
Figure 6: Influence of the normal force and the velocity

4 Zusammenfassung

Das Fadenreibungsmodul (FRM) stellt damit eine neuartige Möglichkeit dar, anhand kurzer Fäden/Garne/Fasern Reibungs- und Verschleißgrößen z. B. in Abhängigkeit verschiedener Prozessschritte (Färben, Beschichten, Waschen, Weben…) zu charakterisieren. Auf Basis der Fadenreibung kann mit Kenntnis der Bindungsart (Umschlingungswinkel des Fadens) und der Fadendichte die Fadenauszugskraft eines Gewebes berechnet werden. Das eröffnet die Möglichkeit, diesen wichtigen Kennwert abzuschätzen, ohne vorher den Faden zu einem Textil verarbeiten zu müssen. Damit entfallen zeitaufwändige und teure Prozessschritte zur Herstellung von Prototypen oder Probenmaterial. Aus den einmal bestimmten Faden-Faden-Reibungseigenschaften lassen sich anhand der theoretischen Zusammenhänge die Fadenauszugskräfte für viele verschiedene Webarten bestimmen, was wiederum den Prüfaufwand deutlich reduziert. Mit Hilfe der entwickelten Methodik werden damit die Möglichkeiten zur gezielten Steuerung der Materialeigenschaften textiler Flächengebilde erheblich verbessert.

Danksagung – Das IGF-Vorhaben (18529 BR) der Forschungsvereinigung „FILK Freiberg Institute gGmbH, Meißner Ring 1-5, 09599 Freiberg“ wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der „Industriellen Gemeinschaftsforschung und –entwicklung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Wir bedanken uns für die gewährte Unterstützung. Insbesondere geht der Dank an die Firma Anton Paar Group AG für die im Rahmen des Projektes getätigte Unterstützung bei der Entwicklung des Fadenreibungsmoduls.

Literatur

[1] E. H. Mercer, K. R. Makinson (1947): 20 -The frictional properties of wool and other textile fibres, Journal of the Textile Institute Transactions, 38:5, T227-T240

[2] J. L. Taylor, R. B. Belser; frictional properties of cotton fibres, georgia tech project A-843, Georgia Institute of Technology, (1968)

[3] D. Tabor, Friction, lubrication and wear of synthetic fibres, Wear, Volume 1, Issue 1, August (1957), Pages 5-24

[4] A. Sinoimeri, Friction in textile fibers and its role in fiber processing, Wear, Volume 267, Issues 9–10, September (2009), Pages 1619-1624

[5] B. J. Briscoe, F. Motamedi; Role of Interfacial Friction and Lubrication in Yarn and Fabric Mechanics, Textile Research Journal (1990) 60: 697

[6] S. Nowrouzieh, Inter Fiber Frictional Model, RJTA, Vol. 11, No. 4, (2007)

[7] M. J. Schick; Friction and Lubrication of Synthetic Fibers: Part III: Effect of Guide Temperature, Loop Size, Pretension, Denier, and Moisture Regain on Fiber Friction, Textile Research Journal (1973) 43: 254

Spannungszustandseinflüsse auf die Spaltbruchinitiierung in modernen krz-Stählen

Stress state effects on cleavage fracture in modern bcc steels

S. Münstermann, Lehr- und Forschungsgebiet für Werkstoff- und Bauteilintegrität, RWTH Aachen
J. Lian, Aalto University
F. Shen, Lehr- und Forschungsgebiet für Werkstoff- und Bauteilintegrität, RWTH Aachen

Kurzfassung – Die Spaltbruchaktivierung in krz-Stählen beruht auf der Überwindung der Spaltbruchspannung durch lokale Zugspannungen im Werkstoff. Je nach Beanspruchungssituation wird die Spaltbruchspannung erst nach Verfestigung des Werkstoffs infolge plastischer Verformung erreicht. In diesen Fällen zeigt die zur Spaltbruchaktivierung benötigte plastische Vergleichsdehnung eine ausgeprägte Spannungszustandsabhängigkeit. In modernen Werkstoffen mit hohem Reinheitsgrad führt dies je nach Probengeometrie zu unerwartet großer Duktilität des Werkstoffs.

Stichwörter: Spaltbruchaktivierung, Spannungszustandsabhängigkeit, Spaltbruchspannung

Abstract – The activation of cleavage fracture in bcc steels is based on the overcoming of the cleavage fracture stress by local tensile stresses in the material. Depending on the loading situation, the cleavage fracture stress is only reached after the material has hardened as a result of plastic deformation. In these cases, the equivalent plastic strain required for cleavage fracture activation shows a pronounced stress state dependence. In modern materials with a high degree of purity, this leads to unexpectedly high ductility of the material, depending on the specimen geometry.

Keywords: Cleavage fracture initiation, state of stress dependence, cleavage fracture stress

1 Einleitung

Bei der Auslegung von Bauteilen aus Stahl kommt dem Sprödbruchausschluss eine herausragende Bedeutung zu, dementsprechend ist die Entwicklung von aussagekräftigen Konzepten zur Prognose des spröden Bauteilversagens nach wie vor von großer Bedeutung für die Ingenieurwissenschaften. Aussagekräftige Modelle zur Spaltbruchvorhersage können in zwei unterschiedlichen Anwendungsgebieten wichtige Dienste leisten:

- Bei der Bauteilauslegung können Spaltbruchmodelle eingesetzt werden, um den sicheren Betrieb von Komponenten bei gleichzeitig möglichst großer Ausnutzung der Werkstoffeigenschaften zu gewährleisten.
- Beim Werkstoffdesign können Spaltbruchmodelle im Kontext des „Integrative Computational Materials Engineering“ (ICME) verwendet werden, um in einem skalenübergreifenden Modellierungsansatz besonders spaltbruchresistente Mikrostrukturen zu identifizieren.

Dieser Beitrag widmet sich der Spannungszustandsabhängigkeit der Spaltbruchinitiierung. Insbesondere wird dabei aufgezeigt, dass es in modernen Stählen selbst bei tiefen Temperaturen (-196°C) zur Aktivierung des Spaltbruchmechanismus nach makroskopisch großen plastischen Verformungen kommen kann.

2 Grundlagen

Das makroskopisch spröde Bruchverhalten von ferritischem Stahl ist auf mikroskopische Spaltbruchvorgänge zurückzuführen, die auf dem Überwinden von atomaren Kohäsionskräften beruhen [1]. Die Spaltbruchinitiierung in krz-Stählen beruht demnach auf der Überwin-

dung der werkstoffabhängigen Spaltbruchspannung durch die aus äußerer Beanspruchung resultierenden Zugspannungen. Formal lässt sich dieser Zusammenhang durch ein Kriterium beschreiben, welches auf die erste Hauptspannung am Ort der Spaltbruchinitiierung zurückgreift. Nach Orowan [2] breitet sich ein Riss aus, wenn die Hauptspannung σ_1 die werkstofftypische mikroskopische Spaltbruchspannung σ_f überschreitet.

Die Formulierung dieses einfachen Spaltbruchkriteriums führt automatisch zur Prognose einer ausgeprägten Spannungszustandsabhängigkeit der Spaltbruchinitiierung. Um dies zu veranschaulichen, wird auf die Spannungsmehrachsigkeit und den normierten Lodewinkel zurückgegriffen, mit deren Hilfe sich in isotropen Werkstoffen der Spannungszustand adressieren lässt:

- Spannungsmehrachsigkeit $\eta = \frac{I_1}{\sqrt{3 J_2}}$, (1),
- Normierter Lodewinkel $\bar{\theta} = 1 - \frac{2}{\pi} \cos^{-1}\left(\frac{3\sqrt{3}}{2} \frac{J_3}{J_2^{\frac{3}{2}}} \right)$, (2).

Hierin sind I_1, J_2 und J_3 die Invarianten des Spannungstensors und seines Deviators, die aus den Hauptspannungen σ_1, σ_2 und σ_3 berechnet werden können. Ebenso wird auch die Vergleichsspannung σ_e aus allen drei Hauptspannungen berechnet:

$$\sigma_e = \sqrt{\frac{1}{2} \cdot \left[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \right]}, \quad (3).$$

Demnach sind sowohl die zur quantitativen Ansprache des Spannungszustands verwendeten Parameter Spannungsmehrachsigkeit und normierter Lodewinkel als auch die Vergleichsspannung Funktionen der drei Hauptspannungen. Durch Umformen und Einsetzen ergibt sich somit auch, dass die Vergleichsspannung als Funktion der ersten Hauptspannung sowie der Spannungsmehrachsigkeit und des normierten Lodewinkels ausgedrückt werden kann:

$$\sigma_e = \frac{\sigma_1}{\eta + \frac{2}{3} \cos\left(\frac{\pi}{6} \cdot (1 - \bar{\theta}) \right)}, \quad (4).$$

Gleichzeitig formuliert die im Zugversuch ermittelte Fließkurve eines Werkstoffs einen formalen Zusammenhang zwischen der Vergleichsspannung und der plastischen Vergleichsdehnung. Beispielsweise gilt nach Swift:

$$\sigma_e = A \cdot \left(\bar{\varepsilon}^p + \varepsilon_0 \right)^n, \quad (5).$$

Hierin bezeichnet $\bar{\varepsilon}^p$ die plastische Vergleichsdehnung. Durch Gleichsetzen von Gl. 4 und Gl. 5, die beide die Vergleichsspannung definieren, ergibt sich:

$$\sigma_1 = A \cdot \left(\bar{\varepsilon}^p + \varepsilon_0 \right)^n \cdot \left[\eta + \frac{2}{3} \cos\left(\frac{\pi}{6} \cdot (1 - \bar{\theta}) \right) \right], \quad (6).$$

Gleichung 6 quantifiziert somit die sich einstellende Hauptspannung σ_1 bei definierter plastischer Vergleichsdehnung unter Berücksichtigung des lokalen Spannungszustands. Für den charakteristischen Zustand der Spaltbruchinitiierung, in dem die Hauptspannung σ_1 die Spaltbruchspannung σ_f erreicht, darf für σ_1 der Wert der Spaltbruchspannung eingesetzt werden. Im Ergebnis zeigt sich nach entsprechender Umformung von Gl. 6 eine ausgeprägte Spanungszustandsabhängigkeit der zum Spaltbruch führenden plastischen Vergleichsdehnung:

$$\bar{\varepsilon}^p{}_f = \left(\frac{\sigma_f}{A \cdot \left[\eta + \frac{2}{3} \cos\left(\frac{\pi}{6} \cdot (1 - \bar{\theta}) \right) \right]} \right)^{\frac{1}{n}} - \varepsilon_0, \quad (7).$$

In **Bild 1** ist die Abhängigkeit der zur Spaltbruchaktivierung führenden plastischen Vergleichsdehnung von der Spannungsmehrachsigkeit für verschiedene Werte des normierten

Lodewinkels dargestellt. Dabei wurden für die Fließkurvenbeschreibung die Werte eines modernen Rohrleitungsstahls eingesetzt (A = 930 MPa, n = 0,13, ε_0 = 0,002, σ_f = 2000 MPa). Es zeigt sich eine erhebliche Abhängigkeit der kritischen plastischen Vergleichsdehnung von der Spannungsmehrachsigkeit bei gleichzeitig nur geringfügiger Abhängigkeit vom normierten Lodewinkel. Im Bereich großer Spannungsmehrachsigkeiten sind die kritischen plastischen Vergleichsdehnungen äußerst gering, wohingegen sie im Bereich niedriger Spannungsmehrachsigkeiten äußerst große Werte annehmen (besonders ist hier zu beachten, dass die plastische Vergleichsdehnung nicht wie technische Dehnungen in % angegeben wird).

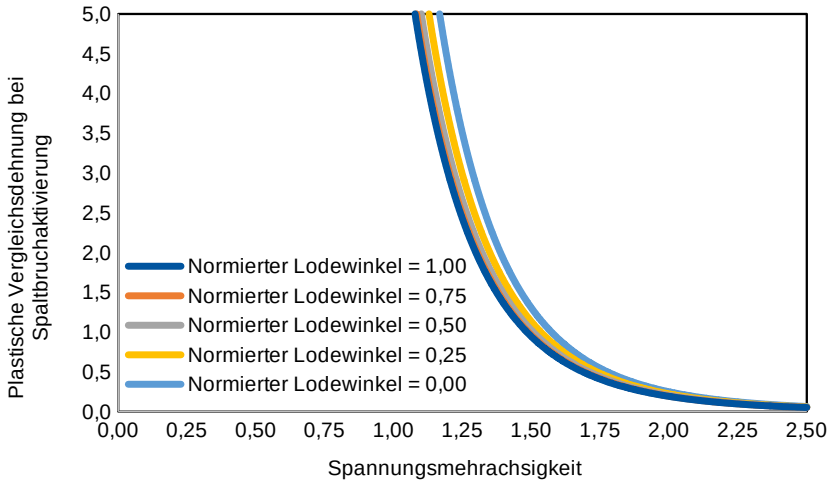


Bild 1: Abhängigkeit der zur Spaltbruchaktivierung führenden plastischen Vergleichsdehnung von der Spannungsmehrachsigkeit für verschiedene normierte Lodewinkel.

Figure 1: Dependence of equivalent plastic strain to cleavage fracture from stress triaxiality for different normalized Lode angles.

Aus der Darstellung lassen sich verschiedene Schlussfolgerungen ziehen. So werden für den Bereich großer Spannungsmehrachsigkeiten, der üblicherweise durch Bruchmechanikproben abgedeckt wird, äußerst geringe Dehnungswerte angegeben, und tatsächlich tritt bei krz-Stählen der Spaltbruch im Bruchmechanikversuch bei -196°C in der Regel makroskopisch ohne nennenswerte und mikroskopisch nur mit kleinen lokalen plastischen Dehnungen auf. Hier werden also die Erwartungen erfüllt. Weiterhin lässt die Darstellung die Erwartung zu, dass es im Bereich niedriger Spannungsmehrachsigkeit makroskopisch zu großen plastischen Verformungen kommen sollte, die möglicherweise sogar zur Aktivierung des Gleitbruchmechanismus führen können. Um diese Hypothese zur überprüfen, wurden unterschiedliche Proben aus einem modernen Rohrleitungsstahl der Sorte X70, die aufgrund ihrer Geometrie verschiedene Spannungszustände abdecken, bei -196°C experimentell und numerisch untersucht.

3 Versuchsergebnisse

Der für die Untersuchungen ausgewählte Werkstoff der Sorte X70 wurde als warmgewalztes Grobblech angeliefert. Ihm wurden glatte Flachzugproben, gelochte Flachzugproben, ge-

kerbte Flachzugproben, Scherproben, Kerbschlagbiegeproben und Bruchmechanikproben entnommen, die jeweils bei Raumtemperatur und bei -196°C geprüft wurden.

Die Ergebnisse der quasistatischen Zugversuche an Flachzugproben bei -196°C und bei Raumtemperatur fasst **Bild 2** zusammen. Hier ist eindeutig zu erkennen, dass es infolge der Temperatursenkung sowohl zu einer Steigerung der Festigkeit als auch zu einer Vergrößerung der Gleichmaß- und Bruchdehnungen kommt, wobei diese Phänomene mit einer hier nicht weiter diskutierten Änderung der Verfestigung einhergehen.

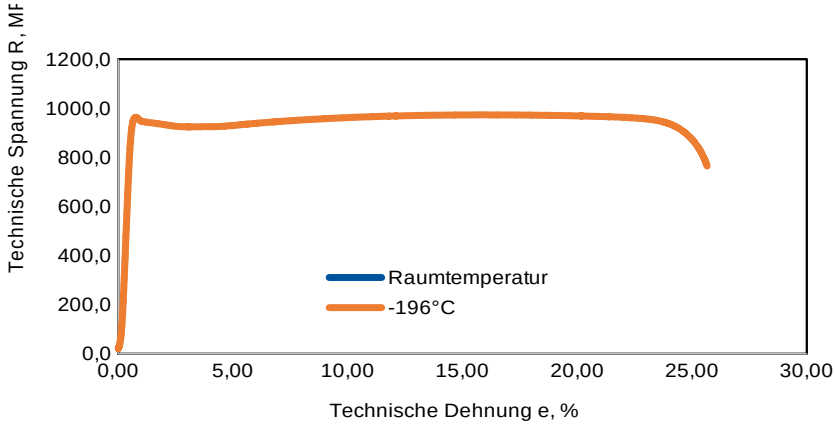


Bild 2: Ergebnisse von quasistatischen Zugversuchen an Flachzugproben bei Raumtemperatur und -196°C.
Figure 2: Results of quasi-static tensile tests on flat samples. Tests performed at room temperature and -196°C.

Aufgrund der im vorherigen Kapitel beschriebenen Zusammenhänge ist zu erwarten gewesen, dass es in ungekerbten Flachzuproben aufgrund des lokalen Spannungszustands (Spannungsmehrachsigkeit: 0,33, normierter Lodewinkel: 1,0) zu einer erheblichen Duktilität kommt. Rechnerisch ist für diesen Werkstoff eine wahre Dehnung von 370 zum Erreichen der Spaltbruchspannung notwendig. Allerdings ist dieser Wert absolut unrealistisch, insofern wurde erwartet, dass auch bei -196°C – genau wie bei Raumtemperatur – der klassische Gleitbruch mit Grübchen auf den Bruchflächen auftritt. Der in **Bild 3** gezeigte Vergleich der Bruchflächen aus den Versuchen bei -196°C und Raumtemperatur zeigt jedoch auf, dass es zu einem Wechsel des Bruchmechanismus gekommen ist.

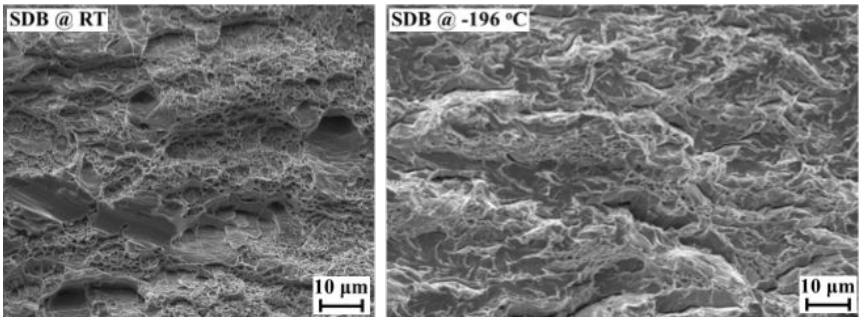


Bild 3: Bruchflächen aus quasistatischen Zugversuchen an Flachzugproben bei Raumtemperatur und -196°C.
Figure 3: Fracture surfaces from quasi-static tensile tests on flat samples. Tests performed at room temperature and -196°C.

Ein Erklärungsansatz für diese Beobachtung kann wie folgt formuliert werden:

- Beim untersuchten Werkstoff handelt es sich um einen höchstzähen Rohrleitungsstahl mit exzellentem Reinheitsgrad. Die Erfüllung der in den Bauteilsicherheitsnachweiskonzepten formulierten Zähigkeitsanforderungen erfolgt durch gezielte Gefügeeinstellung und basiert mikromechanisch auf einem hohen Widerstand gegen Porennukleation bei plastischer Umformung. Dementsprechend können große plastische Verzerrungen auftreten, bevor es zur Aktivierung des Gleitbruchmechanismus mit Porenbildung, -wachstum und -vereinigung kommt.
- Sobald sich allerdings erste Anrisse nach dem Gleitbruchmechanismus gebildet haben, kommt es zu entsprechenden Spannungsumlagerungseffekten, die zu einer erheblichen Verschärfung des Spannungszustands an der Rissspitze führen. Infolgedessen liegt die zur Spaltbruchaktivierung notwendige plastische Vergleichsdehnung nun erheblich tiefer und kann erreicht werden, sodass es nach der ersten Anrissbildung nach dem Gleitbruchmechanismus zur Aktivierung des Spaltbruchs kommt.
- Es ist zudem zu erwarten, dass ältere Stähle mit weniger exzellentem Reinheitsgrad und einem niedrigeren Hochlagenzähigkeitsniveau das hier beschriebene Verhalten nicht oder zumindest nur in erheblich reduzierter Ausprägung zeigen, weil in diesen Werkstoffen vermutlich die zur Anrissbildung benötigte plastische Umformung viel geringer ausfällt.

Zur Überprüfung des hier postulierten Erklärungsansatzes wurden Schliffuntersuchungen mit dem Ziel durchgeführt, die duktilen Anrisse nachzuweisen. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen zeigt **Bild 4**, in denen die Mikrodefekte unterhalb der Bruchflächen deutlich zu erkennen sind.

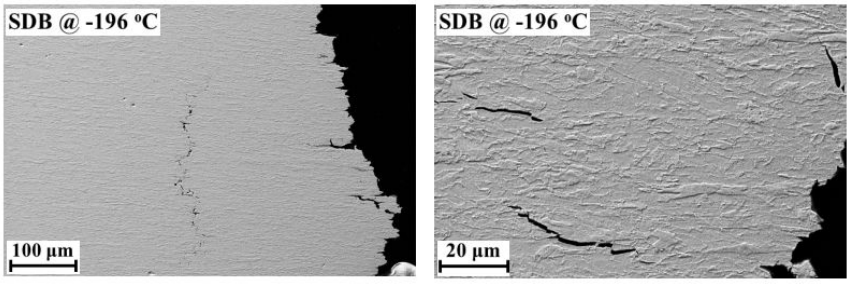


Bild 4: Metallographische Schliffuntersuchungen zum Nachweis duktiler Anrisse.
Figure 4: Metallographic investigations to identify ductile micro defects.

Tabelle 1 fasst die Ergebnisse aller anderen Versuche zusammen. Hier wird aufgezeigt, welche Bruchmechanismen aktiviert wurden und ob dem Bruchereignis große plastische Verformungen vorausgingen. Es zeigt sich, dass bei Probenformen, in denen große Spannungsmehrachsigkeiten vorliegen, reiner Spaltbruch vorliegt, der nach höchstens geringfügigen plastischen Verformungen aktiviert wird. Hierzu gehören Kerbschlagbiegeversuche an normgerechten Spitzkerbproben sowie Bruchmechanikversuche an eingeschwungenen SENB-Proben. Weiterhin wird deutlich, dass sich bei den gekerbten oder gelochten Flachzugproben ähnlich wie bei den glatten Flachzugproben der Spaltbruchmechanismus trotz

der großen plastischen Verformungen als dominant erweist, die Aktivierung dieses Mechanismus jedoch erst dadurch möglich wird, dass sich Mikrodefekte dehnungskontrolliert nach dem Gleitbruchmechanismus bilden. In der Scherprobe hingegen gelingt es selbst bei -196°C nicht, den Spaltbruchmechanismus zu aktivieren. Stattdessen wird reiner Gleitbruch beobachtet.

Tabelle 1 Klassifizierung der Versuchsergebnisse bei -196°C.
Table 1 Classification of test results at -196°C.

	Glatte Flachzugprobe	Scherprobe	Gelochte Flachzugproben mit Kerbradius r = 2 mm	Gekerbte Flachzugproben mit Kerbradius r = 30 mm	Gekerbte Flachzugproben mit Kerbradius r = 10 mm	Gekerbte Flachzugproben mit Kerbradius r = 6 mm	Kerbschlagbiegeprobe	Bruchmechanikprobe mit natürlichem Anriss
Erhebliche plastische Verformung vor Bruch	ja	ja	ja	ja	ja	ja	nein	nein
Bruchmechanismus*	Sb dom.	Gb	Sowohl Sb als auch Gb nachweisbar, aber Sb dominant				Sb	Sb

*Sb: Spaltbruch, Gb: Gleitbruch, Sb dom.: Spaltbruch dominant

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Aus den hier beschriebenen Untersuchungen lassen sich die folgenden Schlussfolgerungen ziehen:

- Die Spaltbruchaktivierung beruht auf dem Überschreiten der Spaltbruchspannung durch im Werkstoff auftretende Zugspannungen.
- Je nach Beanspruchungssituation kommt es zur Plastifizierung des Werkstoffs vor Aktivierung des Spaltbruchs. In diesen Fällen trägt die Verfestigung des Werkstoffs dazu bei, dass die Spaltbruchspannung erreicht werden kann.
- Die zum Erreichen der Spaltbruchspannung notwendige plastische Vergleichsdehnung zeigt eine erhebliche Spannungszustandsabhängigkeit. Besonders im Bereich niedriger positiver Spannungsmehrachsigkeiten sind diese kritischen Dehnungen sehr groß.
- Insbesondere in modernen Stählen mit besonders großer Zähigkeit kann die zur Spaltbruchaktivierung erforderliche Verfestigung dazu führen, dass sich dehnungskontrolliert Anrisse nach dem Gleitbruchmechanismus bilden. Die an diesen Anrissen auftretende Verschärfung des lokalen Spannungszustands führt dann umgehend zur Aktivierung des Spaltbruchs.

Literatur

[1] Cotrell, A. H., Theory of Brittle Fracture in Steel and Similar Metals, Trans. Metall. Soc. AIME 212, 1958, S. 192

[2] Orowan, E., Classical and Dislocation Theories of Brittle Fracture, Fracture, Proc. Int. Conf. Atom. Mech. Fract., Swampscott Mass., 1959, S. 147

Untersuchung des Einflusses des vorliegenden Bindemechanismus auf die Körperschalldämpfung in Clinchverbindungen

Investigation of the Effect of the present Binding Mechanism on the Damping of Structure-Borne Sound in Clinched Joints

A. Brosius, R. Stephan, Professur für Formgebende Fertigungsverfahren,
Technische Universität Dresden
U. Füssel, J. Kalich, Professur für Fügetechnik und Montage,
Technische Universität Dresden

Kurzfassung – Clinchen ist ein umformtechnisches Fügeverfahren, welches vor allem einen Form- und Kraftschluss zwischen den Fügepartnern erzeugt. An einigen Stellen der Fügeverbindung kann ein Stoffschlussanteil bei EN AW 1050A [1] und bei EN AW 6014 [2] erzeugt werden. Ein großer Kraft- und / oder Stoffschlussanteil in der Fügeverbindung verbessert die Leitfähigkeit für elektrischen Strom und Wärme. In diesem Beitrag wird experimentell evaluiert, ob die Leitung von mechanischer Energie – in Form von Schallwellen – durch die Clinchverbindung ebenfalls von den vorliegenden Bindemechanismen dominiert wird. Dafür wurden niederfrequente Schallwellen (500 Hz - 15 kHz) durch die Fügestelle geleitet und die dissipierte mechanische Energie gemessen. Mittels eines Scanning Laser-Doppler-Vibrometers wurde die Auswirkung der veränderten Dämpfung auf das Dynamikverhalten der Clinchprobe visualisiert. Die geclinchten Proben wurden unterschiedlich ausgelegt, um die Anteile der Bindemechanismen zu variieren. Auf dieser Basis werden die Wechselwirkungen zwischen Schalldämpfung im Clinchpunkt und Bindemechanismus diskutiert.

Stichwörter: Clinchverbindung, Bindemechanismus, Körperschall, Dämpfung, Dissipation

Abstract – Clinching is a joining by forming process that primarily creates a form- and force-closure. At some spots in the joint, a material-closure can be created with EN AW 1050A [1] and EN AW 6014 [2]. A large proportion of force- and/or material-closure in the joint improves the conductivity for electrical current and heat. Here, it is experimentally evaluated whether the conduction of mechanical energy - in the form of structure-borne sound waves - through the clinched joint is also dominated by the existing binding mechanisms. For this purpose, low-frequency sound waves (500 Hz – 15 kHz) are passed through the joint, and the dissipated mechanical power is measured. A scanning Laser-Doppler-Vibrometer is used to visualize the effect of the changed damping on the dynamic behavior of the clinch specimen. The clinched samples are prepared differently to vary the proportions of the binding mechanisms. On this basis, the interactions between sound damping at the clinching point and the binding mechanism are discussed.

Keywords: clinched joints, binding mechanism, structure-borne sound, damping, dissipation

1 Einleitung

Das Clinchen als umformtechnisches Fügeverfahren ermöglicht Werkstücke durch lokales Umformen ohne Zusatzteil und Wärmeeinwirkung zu fügen. Je nach konstruktiver Gestaltung der formgebenden Werkzeuge, kann die Fügeelementausbildung in einem geschlossenen Gesenk oder in geteilten Matrizen - mit sich öffnenden Lamellen - erfolgen [3]. Einen detaillierten Überblick über die Clinchverfahren und über die Verfahrensgrenzen gibt [4]. Prüf- und Charakterisierungsmethoden sowohl zerstörend als auch zerstörungsfrei von geclinchten Fügeverbindungen aus Aluminiumwerkstoffen werden in Kupfer [5] umfangreich beschrieben. Groche stellt in [6] die auftretenden Schlussarten Form- und Kraftschluss fest, wobei darin auf die Wirkung des Kraftschlusses nicht eingegangen wird. In Abhängigkeit der Fügeteilwerkstoffe und deren Dicke kann zusätzlich die Schlussart Stoffschluss auftreten [1]. Die mechanischen Eigenschaften solcher Fügeverbindungen werden im Wesentlichen durch die Dimension der Fügeverbindung (d_0), die Halsdicke (t_n) und den Hinterschnitt (f) bestimmt, deren Ausbildung von der Geometrie der Fügewerkzeuge und der eingestellten Bodendicke (t_b) ab-

hängt, vgl. [4]. Gehen die Anforderungen an eine geclinchte Fügeverbindung über die mechanischen Eigenschaften hinaus z. B. bei einer Übertragung elektrischer Ströme [7] oder einer Wärmeübertragung, so ist eine Quantifizierung der Eigenschaften über die Anteile der Schlussarten Kraft- und Stoffschluss möglich [2]. Über die Auswahl der Fertigungsparameter wie z. B. Matrizengeometrie, Stempelgeometrie [8], Durchsetztiefe und die Oberflächenzustände der Fügeteile können Bindemechanismen über die Anteile der jeweiligen Schlussart in Grenzen verändert werden. Der Oberflächenzustand nimmt dabei eine dominierende Wirkung ein, welche in [2] mit Blick auf die elektrischen Widerstände und einem Torsionsmoment beschrieben wird. Nach dem Fügevorgang ist eine gezielte Beeinflussung des Kraftschlussanteiles z. B. durch eine Wärmebehandlung der Bauteile im Zuge einer Ausscheidungshärtung oder eine Bestromung der Fügestelle möglich.

Die Dissipation mechanischer Energie in Schraubverbindungen untersuchen Wang et al., um die Vorspannkraft der Verbindung zu bestimmen [9]. Wolf et al. stellen für ein steigendes Anziehdrehmoment einen sinkenden Energieverlust über einer Schraubverbindung fest [10]. Köhler et al. zeigen in einer numerischen Studie, dass die Variation der Bodendicke am Clinchpunkt einen Einfluss auf die Dämpfung mechanischer Wellen in der Fügeverbindung hat [11]. Gezielt Schallwellen auf einer Seite des Fügepunktes ins Material einzuleiten und auf dem anderen Fügepartner die durchgehende Schallwelle zu messen und daraus auf Unregelmäßigkeiten Rückschlüsse zu ziehen, wird als Methode benannt. Kupfer et al. erklären, dass diese transiente dynamische Analyse - kurz TDA - genannte Methode ein hohes Potenzial für die Prozessüberwachung von Clinchen hat, weil sie zerstörungsfrei ist und mit hoher zeitlicher Auflösung stattfinden kann [5].

In diesem Beitrag wird die Wirkung der Variation des Bindemechanismus auf die Dissipation der mechanischen Leistung des Körperschalls in der Clinchverbindung untersucht. Zur Weiterentwicklung der TDA hinsichtlich der Prüfung von Clinchverbindungen werden die Einflüsse der Bindemechanismen auf die TDA abgeleitet und Rückschlüsse auf die Erkennbarkeit bestimmten Unregelmäßigkeiten durch die TDA diskutiert.

2 Versuchsaufbau und Methoden

Für diese Untersuchung wurden geclinchte Proben unterschiedlich präpariert, um den Anteil der Bindemechanismen zu variieren. In einem speziellen Versuchsstand, siehe **Bild 3**, wurden in die Proben definiert Schallwellen eingeleitet und die mechanische Leistung der eingehenden und ausgehenden Schallwellen gemessen und zueinander ins Verhältnis gesetzt.

Probenpräparation

Für die durchgeführten Untersuchungen wurde das Clinchverfahren einstufig, Rundpunkt ohne Schneidanteil mit einem Nenndurchmesser von d_0 = 8 mm eingesetzt. Es wurde die Aluminiumlegierung 3.6014 [12] im Zustand T4 mit einer Einzeldicke von t = 2,0 mm unter Verwendung der Probengeometrie aus **Bild 1** gefügt. Nach dem Fügen erfolgte die Ausscheidungshärtung der Proben in Anlehnung an die Herstellerangaben [12] in den Zustand T6 bei 185 °C für 20 min.

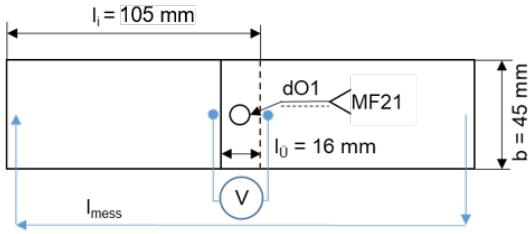


Bild 1: Probengeometrie nach DVS/EFB 3480-1, einschnittig überlappte Scherzugprobe und Messpunkte elektrische Widerstandsmessung
Figure 1: Specimen geometry according to DVS/EFB 3480-1, overlapped shear load specimen and measuring points electrical resistance measurement

Um den Einfluss des vorliegenden Bindemechanismus aufzuzeigen, bestand die Notwendigkeit geclinchte Fügeverbindungen so auszulegen, dass variierende Schlussartanteile vorliegen. Um die Vergleichbarkeit sicherzustellen, wurden die Fügeteile und die Clinchwerkzeuge als feste Parameter gesetzt. Der Oberflächenzustand der Fügeteile bildete den variablen Parameter, um die Schlussarten in Ihren Anteilen zu variieren, indem das tribologische System während des Fügevorganges beeinflusst wurde. Hierfür wurden vier Oberflächenzustände definiert eingestellt (**Tabelle 1**) und zwei weitere Proben präpariert, um Einfluss auf den Kraftschlussanteil zu nehmen.

Tabelle 1: Serienübersicht

Table 1: Series overview

Serie	Probenpräparation	Elektrischer Widerstand	Maximalkraft im quasistatischen Scherzug
Serie a	Lieferzustand	R_V = 23,3 µΩ s = 2,88 µΩ	F_{SRZ} = 2075 N s = 50,6 N
Serie b	Gereinigt	R_V = 12,02µΩ s = 0,15 µΩ	F_{SRZ} = 3249 N s = 218,8 N
Serie c	Gereinigt + definiert beölt	R_V = 17,2µΩ s = 0,84 µΩ	F_{SRZ} = 2476 N s = 24,1 N
Serie d	Lieferzustand + 3° gedreht und zurückgedreht	R_V = 21,4µΩ s = 0,07 µΩ	F_{SRZ} = 2148 N s = 49,6 N
Serie e	Laserstrukturiert, gereinigt	R_V = 11,7µΩ s = 0,01 µΩ	F_{SRZ} = 3427 N s = 35,7 N
Serie f	Impulsbestromt	R_V = 54,7µΩ s = 0,09 µΩ	F_{SRZ} = 1816 N s = 448,7 N

Die Quantifizierung des Ausgangszustandes wurde zunächst über die Messung des elektrischen Widerstandes (Vier-Leiter-Methode) durchgeführt (**Bild 1**). Die Werte der elektrischen Widerstände korrelieren mit den Kraft- und Stoffschlussanteilen. Für die Serie a (**Bild 2**) wurden die Proben im Lieferzustand gefügt, d. h. bei diesen Proben erfolgte keine Oberflächenvorbehandlung oder -vorbereitung. Der gemessene elektrische Widerstand der Proben betrug R_V = 23,3 µΩ. Die relativ große Standardabweichung s kennzeichnet den nicht definierten Oberflächenzustand.

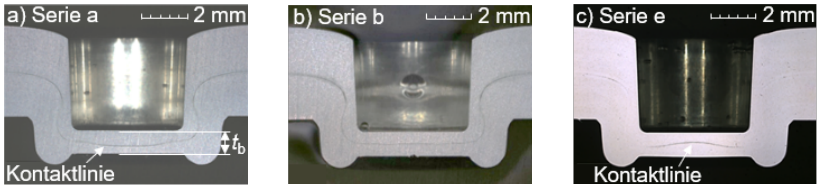


Bild 2: Schliffbilder von Clinchpunkten **a)** Serie a **b)** Serie b **c)** Serie e
Figure 2: Microsection of clinch points **a)** Series a **b)** Series b **c)** Series e

Durch eine Reinigung mit Isopropanol (Serie b) wurde die Reibung zwischen den Fügeteilen während des Clinchvorganges vergrößert. Der im Anschluss gemessene elektrische Widerstand verringerte sich signifikant auf 12,02 µΩ bei gleichzeitiger Reduzierung der Standardabweichung *s*. Visuell ist dieser Unterschied in den Schliffbildern in **Bild 2** im Bodenbereich zu erkennen. Die Anteile der einzelnen Fügepartner an der Gesamtbodendicke t_b und die Wölbung der Kontaktlinie zwischen den Fügepartnern im Bodenbereich sind stark verändert. Die Serie d und die Serie f wurden mit einem identischen Oberflächenzustand wie Serie a gefügt. Bei Serie d wurden die Fügepartner nach dem Clinchen gegeneinander um 3° verdreht und wieder zurückgedreht, um die stoffschlüssigen Punkte in der Verbindung voneinander zu trennen. Die Proben von Serie f wurden zur Beseitigung des Kraftschlussanteiles mit einem Kurzschlussstrom von 10 kA für 1 s bestromt. Die bei dieser Bestromung auftretende Übertemperatur im Clinchpunkt infolge der Widerstanderwärmung führt zu einem Abbau der Kontaktkraft und damit des Kraftschlussanteiles zwischen den Fügeteilen im Bereich des Clinchpunktes, was sich über den deutlich angestiegenen Widerstand von R_V = 54,7 µΩ äußert. Die Serie e (**Bild 2**) wurde zur weiteren Erhöhung der Reibung zwischen den Fügeteilen mit einer linienförmigen Struktur mittels Laser versehen. Die erhöhte Reibung und die damit verbundene Einebnung der Rauheitsspitzen der Bauteiloberfläche in der Fügezone führt zu einer vergrößerten Kontaktfläche und damit zu einer Verringerung des elektrischen Widerstandes auf R_V = 11,7 µΩ und einer weiteren signifikanten Reduzierung der Standardabweichung. Ein vergleichbares Verhalten wie die elektrischen Widerstände weisen die Ergebnisse einer quasistatischen Scherzugprüfung auf (**Tabelle 1**). Die quasistatische Scherzugprüfung wurde entsprechend den Vorgaben der DVS/EFB 3480-1 durchgeführt. Hier zeigt sich, dass die übertragbaren Kräfte mit den elektrischen Widerständen korrelieren. Die Proben der Serie e weisen die größte Scherzugkraft F_{SRZ} bei gleichzeitig kleinstem Streuband auf. Hier tritt ein vollständiges werkstoffliches Versagen durch Abscherung des Halses im stempelseitigen Fügepartner auf. Die Proben der Serie f weisen durch die kurzzeitige Wärmeeinwirkung infolge der Impulsbestromung die niedrigste Scherzugkraft mit dem größten Streuband auf. Neben dem Abbau der Kraftschlusskomponente könnte die kurzzeitige Erwärmung und schnelle Abkühlung eine festigkeitsreduzierende Gefügeänderung im Clinchpunktbereich verursacht haben.

Versuchsaufbau für die TDA

Die geclinchten Proben wurden in einem Probenhalter an den beiden Enden definiert geklemmt. Die vier Schrauben zur Aufbringung der Klemmkraft, wurden mit einem Drehmomentschlüssel auf 10 Nm angezogen (**Bild 3**). Auf der linken Seite der Einspannung befindet sich der piezoelektrische Stapelaktor (Typ P-016.00H PI Ceramic GmbH), welcher den Schall in den Versuchsaufbau einleitet. Zwischen Probe und Aktor sind ein Kraftsensor (Typ 8230-001 Hottinger Brüel & Kjaer GmbH) und ein Beschleunigungsaufnehmer (Typ 4519-003 Hottinger Brüel & Kjaer GmbH) mit hoher Empfindlichkeit (22 mV/N bzw. 100 mV/g) angebracht. Auf der Aktor-abgewandten Seite der Probe sind typgleiche Kraft- und Beschleunigungssensoren angebracht.

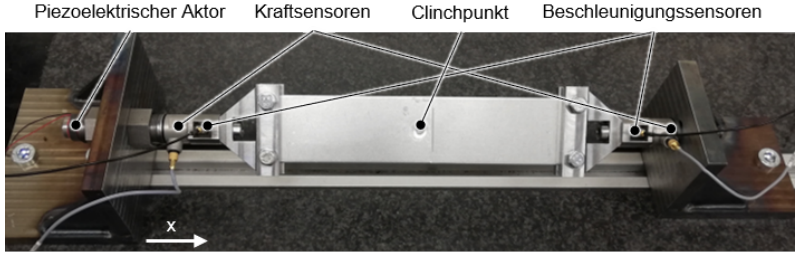


Bild 3: Foto des Versuchsaufbaus
Figure 3: Photo of the experimental setup

Die Signale dieser vier Sensoren wurden durch einen analogen Signalkonditionierer (Typ M208B Metra Mess- und Frequenztechnik in Radebeul e.K.) gefiltert und in ein -5 bis 5 Volt Signal umgewandelt. Um induktive Einflüsse durch umstehende elektrische Geräte auf der Netzfrequenz 50 Hz zu vermeiden, wurde jeweils ein Hochpassfilter mit einer Grenzfrequenz von 100 Hz (Butterworth 2. Ordnung) gesetzt. Zur Vermeidung von Aliasing wurde auf jedem Kanal ein Tiefpassfilter mit einer Grenzfrequenz von 30 kHz (Butterworth 4. Ordnung) verwendet. Die vier gefilterten analogen Signale wurden von der Messkarte (Typ 6356 National Instruments Corp.) mit der 8-fachen Signalfrequenz abgetastet. Das Anregungssignal für den Stapelaktor wurde vom Signalgenerator der Messkarte erzeugt und durch einen Piezoverstärker (Typ HV-LE150-100-EBW piezosystem jena GmbH) um den Faktor 30 verstärkt. Ein Scanning Laser-Doppler-Vibrometer (Hersteller Optomet GmbH) - kurz SLDV - ermöglicht zudem die flächige Messung der Schallschnelle an der Oberfläche der geclinchten Proben auch in höheren Frequenzbereichen.

Bestimmung des Leistungsverhältnisses

Die an einem Ort in einer bestimmten Richtung wirksame Körperschallleistung P_i ergibt sich aus der Multiplikation der an diesem Ort gemessenen Kraft F_i und der dadurch hervorgerufenen Schallschnelle v_i [13]:

$$P_i = F_i \cdot v_i \tag{1}$$

Im vorliegenden Versuchsaufbau wurde lediglich die mechanische Leistung in *x*-Richtung bestimmt. Die Messung von Kraft und Schwingbeschleunigung wurde so nah wie möglich zueinander im experimentellen Aufbau umgesetzt. Statt der Schallschnelle wurde die Schwingbeschleunigung gemessen und später daraus rechnerisch die Schallschnelle ermittelt, womit dann die Leistung berechnet werden konnte. Die Leistung wurde an zwei Stellen im Versuchsaufbau bestimmt, um die in die Probe ein- und die wieder ausgeleitete mechanische Leistung bestimmen zu können. Der Quotient dieser beiden Leistungen wird hier Leistungsverhältnis η_{SL} genannt:

$$\eta_{SL} = \frac{P_{Nichtaktorseite}}{P_{Aktorseite}} \tag{2}$$

Das Leistungsverhältnis dient als Maß zur Bewertung des Dämpfungsvermögens einer Verbindung. Für die Ermittlung des Leistungsverhältnisses einer Probe wurden dreißig Leistungsverhältnisse jeweils zur harmonischen Anregung von 500 Hz bis 15.000 Hz in Schritten von 500 Hz ermittelt und gemittelt. Die Amplitude des Spannungssignals am Aktor betrug 30 Volt.

Zu beachten ist beim Leistungsverhältnis, dass auch Dämpfung und Verluste entstehen, welche nicht durch den Clinchpunkt oder dessen Präparationsmethode entstehen. Reibung in der Probenklemmung, werkstoffintrinsische Dämpfung und Luftschallemissionen sind Verluste, die ebenfalls auftreten. Durch das definierte Anziehdrehmoment sollten die Verluste, die aus der Probenklemmung resultieren bei allen Proben nahezu gleich sein. Die Verwendung des gleichen Werkstoffs für alle Proben mit den gleichen äußeren Abmessungen sorgt für unveränderte werkstoffintrinsische Dämpfung. Um die Größe dieser hier unvermeidlichen Verluste zu quantifizieren, wurde das Leistungsverhältnis eines Blechs ohne Clinchpunkt bestimmt.

3 Ergebnisse und Diskussion

Die optische Messung mit dem SLDV ermöglicht eine visuelle flächige Betrachtung des dynamischen Verhaltens der Proben. In **Bild 4** ist das Messergebnis exemplarisch bei einer Frequenz von 52 kHz einer Probe aus der Serie f und einer Probe aus der Serie a dargestellt.

Aus der Abbildung ist ersichtlich, dass die Schallschnelle für beide Proben auf dem anregungsseitigen Blech größer ist als auf dem Blech, welches der Anregung abgewandt ist. Diese Abschwächung resultiert - zumindest zum Teil - aus der schalldämpfenden Wirkung des Clinchpunktes. Im Falle der Probe aus Serie f, fällt diese Abschwächung sehr viel stärker aus verglichen mit der Probe aus Serie a. Die schalldämpfende Wirkung des impulsbestromten Clinchpunktes scheint deutlich stärker zu sein, als die des anderen Clinchpunktes.

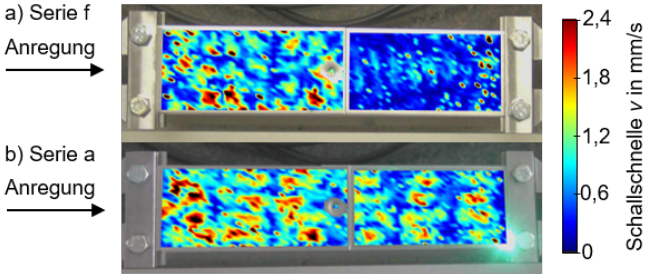


Bild 4: Schallschnelle gemessen mit SLDV bei 52 kHz **a)** Serie f **b)** Serie a
Figure 4: By SLDV measured surface velocity at 52 kHz **a)** series f **b)** series a

In **Bild 5** ist das für die jeweilige Probenserie gemittelte Leistungsverhältnis η_{SL} also der Quotient der mechanischen Leistung, welche in die Probe eingeleitet wurde und der Leistung, welche von der Probe an die Umfassungskonstruktion abgegeben wurde. Das Leistungsverhältnis des ungeclinchten Bleches beträgt 0,63. Die Leistungsverluste im Form von Reibung in der Einspannung, werkstoffintrinsischer Dämpfung und Luftschallemission wurden damit auf ca. ein Drittel der Schallleistung im hier verwendeten Versuchsaufbau zwischen den beiden Messstellen beziffert. Da die Messung des Leistungsverhältnisses am ungeclinchten Blech nur ein Mal durchgeführt wurde, kann dafür keine Standardabweichung angegeben werden.

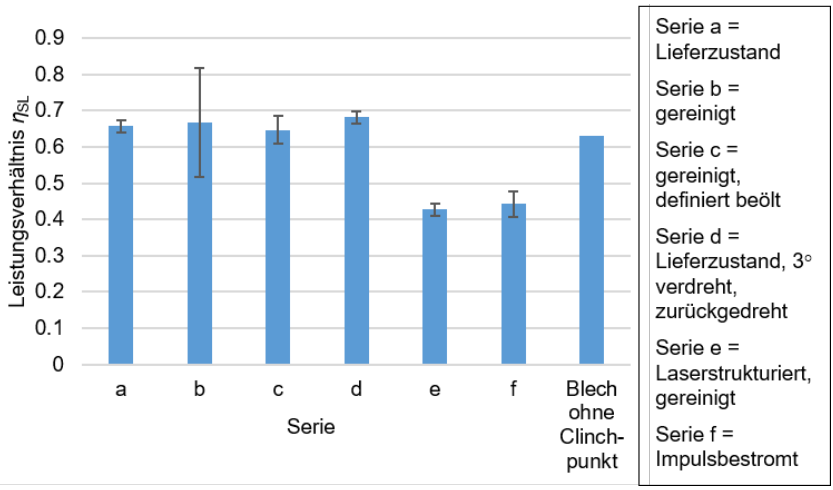


Bild 5: Gemessenes und über die Serie gemitteltes Leistungsverhältnis η_{SL}
Figure 5: Measured power ratio η_{SL} averaged over the series

Die gemittelten Leistungsverhältnisse der Serien a – d liegen zwischen 0,64 und 0,68 und entsprechen damit beinahe dem Leitungsverhältnis des ungeclinchten Blechs von 0,63. Damit

kann bei diesen Proben keine Dämpfung des Körperschalls im Clinchpunkt festgestellt, und voneinander unterschieden werden. Auffällig ist jedoch, dass die Messungen des Leistungsverhältnisses und der Scherzugkraft der gereinigten Proben (Serie b) eine größere Standardabweichung aufweisen als die anderen Serien. Das ist im Gegensatz zum elektrischen Widerstand bei dieser Serie, welcher eine deutlich verringerte Standardabweichung aufweist. Vor dem Hintergrund der niedrigen Probenanzahl von drei pro Serie wird auf die weitere Auswertung der Standardabweichung verzichtet. Diese Auffälligkeit sollte in Untersuchungen mit größerer Probenanzahl bewertet werden.

Die Serie f weist ein deutlich reduziertes Leistungsverhältnis von 0,45 auf. Ein signifikanter Teil (ca. 20 %) der eingebrachten Schallleistung wird bei dieser Serie im Clinchpunkt dissipiert. Es bestätigt sich der Eindruck aus **Bild 4**, dass die impulsbestromten Clinchpunkte eine deutlich vergrößerte Dämpfung des Schalls verursachen als die Probe, welche keine besondere Präparation erfahren hat. Dieses Ergebnis passt als Anzeichen eines defekten Fügepunkts zum hohen elektrischen Widerstand und der niedrigen Maximalkraft im Scherzugversuch.

Auffällig ist das geringe Leistungsverhältnis der laserstrukturierten Serie e. Auch bei dieser Serie wird ein signifikanter Teil der Schallleistung im Clinchpunkt dissipiert. Das steht im direkten Widerspruch zu den Ergebnissen der elektrischen Widerstandsmessung, welche mit dem geringsten Widerstandswert von allen Serien auf eine gute Verbindung hindeutet, siehe **Tabelle 1**. Im Scherzugversuch erreichen die Proben der Serie die größten Kräfte bei geringer Standardabweichung und bestätigen damit den Eindruck einer guten, weil besonders tragfähigen Verbindung. Da die Struktur auf der Oberfläche beim Umformprozess eingeebnet wird, kann sie die Körperschalldämpfung nicht direkt verursachen. Die Struktur verändert aber die Tribologie während des Clinchprozesses, sodass sich die Anteile an der Gesamtbodendicke der Fügepartner sowie die Wölbung der Kontaktlinie im Clinchpunktboden ändert, siehe **Bild 2 c)**. Diese geometrischen Änderungen könnten die Körperschallleitung beeinflussen.

4 Schlussfolgerungen

Anhand des Leistungsverhältnisses können die Serien a – d sowie das ungeclinchte Blech praktisch nicht unterschieden werden, obwohl zwischen den Serien große Unterschiede hinsichtlich der mechanischen Beanspruchbarkeit bestehen. Die Messung des elektrischen Widerstands eignet sich besser zur Bewertung der Verbindungsqualität. Im Hinblick auf die Bindemechanismen kann geschlussfolgert werden, dass der geringfüge Stoffschlussanteil, welcher bei Serie a – c vorhanden und bei Serie d nicht vorhanden ist, keinen wesentlichen Einfluss auf die Körperschallleitung hat.

Die Impulsbestromung der Serie f verringert signifikant den Kraftschlussanteil im Clinchpunkt. Dieser Fügepunktdefekt ist mittels Sichtprüfung nicht erkennbar, äußert sich aber in einem hohen elektrischen Widerstand und einer starken Dämpfung des Körperschalls. Letzteres konnte sowohl berührungslos mittels SLDV als auch mit der Bestimmung des Leistungsverhältnisses erkannt werden. Für die TDA ist eine so stark den Kraftschluss reduzierende Schädigung eines Clinchpunktes erkennbar, unter der Voraussetzung, dass das Dämpfungsverhalten für einen fehlerfreien Clinchpunkt des gleichen Werkstoffs bekannt ist.

Die vor dem Clinchen laserstrukturierten Proben der Serie e zeigen verbesserte mechanische Eigenschaften bei der Prüfung mittels Scherzug. Trotz der hohen statischen Beanspruchbarkeit der Fügestelle zeigt sie ein ebenso starkes Dämpfungsverhalten gegenüber Körperschall wie die stromimpulsgeschädigte Serie f. Die Schlussfolgerung daraus ist, dass eine hohe Körperschalldämpfung nicht in jedem Fall einen defekten Fügepunkt aufzeigt. Sie kann auch bei mechanisch hoch belastbaren Verbindungen auftreten. In Verbindung mit der Widerstandsmessung lassen sich die Proben dennoch von den Proben anderer Serien unterscheiden. Eine Kombination aus TDA und Widerstandsmessung erscheint sinnvoll. Die Verwendung

derart laserstrukturierter Oberflächen zum Clinchen könnte für die Fertigung schwingungsärmerer und damit leiserer Strukturen bei verbesserten mechanischen Eigenschaften genutzt werden.

Danksagung – „Gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – Projektnummer 418701707 – TRR 285“.

Literatur

[1] F. Riedel: Eigenschaftsverbesserung von Durchsetzfügeverbindungen durch die Kombination mit Stoffschlussverbindungen, Dissertation, Chemnitz, 1997

[2] J. Kalich, U. Füssel: Design of clinched joints on the basis of binding mechanisms, Prod. Eng. Res. Devel. 16 (2022) 213–222

[3] G. Meschut, M. Merklein, A. Brosius, D. Drummer, L. Fratini, U. Füssel, M. Gude et al.: Review on mechanical joining by plastic deformation, Journal of Advanced Joining Processes 5 (2022) 100113

[4] DVS EFB (Hrsg.), Merkblatt 3420: „Clinchen – Überblick“, DVS Media GmbH, Düsseldorf, 2012

[5] R. Kupfer, D. Köhler, D. Römisch, S. Wituschek, L. Ewenz, J. Kalich, D. Weiß et al.: Clinching of Aluminum Materials – Methods for the Continuous Characterization of Process, Microstructure and Properties, Journal of Advanced Joining Processes 5 (2022) 100108

[6] P. Groche, S. Wohletz, M. Brenneis, C. Pabst, F. Resch: Joining by forming—A review on joint mechanisms, applications and future trends, Journal of Materials Processing Technology 214 (2014) 1972–1994

[7] U. Füssel, J. Kalich, S. Großmann, S. Schlegel, A. Ramonat: Optimierung umformtechnischer Fügeverfahren zur Kontaktierung elektrischer Leiter, Europäische Forschungsgesellschaft für Blechverarbeitung e.V, Hannover, 2019

[8] C. Steinfelder, J. Kalich, A. Brosius, U. Füssel: Numerical and experimental investigation of the transmission moment of clinching points, IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 1157 (2021) 12003

[9] F. Wang, L. Huo, G. Song: A piezoelectric active sensing method for quantitative monitoring of bolt loosening using energy dissipation caused by tangential damping based on the fractal contact theory, Smart Materials and Structures 27 (2017) 15023

[10] A. Wolf, R. Lafarge, A. Brosius: A non-destructive testing method for joints by the measurement of the energy dissipation, Prod. Eng. Res. Devel. 13 (2019) 99–106

[11] D. Köhler, B. Sadeghian, R. Kupfer, J. Troschitz, M. Gude, A. Brosius: A Method for Characterization of Geometric Deviations in Clinch Points with Computed Tomography and Transient Dynamic Analysis, KEM 883 (2021) 89–96

[12] Novelis Global Automotive, Datasheet Automotive. Novelis Advanz™ 6F—e170, Kuesnacht, 2019

[13] A. Schmidt: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zur konstruktiven Einflußnahme auf die Körperschalleitung in ebenen Strukturen, Dissertation, Clausthal-Zellerfeld, 1998

Zur Frage der Verwendung von Untermaßprobenergebnissen des Kerbschlagbiegeversuchs – eine ernüchternde Bilanz

On the use of sub-sized Charpy pendulum impact test piece results – a disenchanting current status

W. Baer, P. Wossidlo,
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Kurzfassung – Der Kerbschlagbiegeversuch ist seit der ersten Hälfte des letzten Jahrhunderts standardisiert und seit langem als Prüfverfahren international genormt. Weltweit sind zu garantierende Werte der Kerbschlagenergie (*KV*) und Übergangstemperaturen ($T_{ü}$) in Produktnormen und Regelwerken festgelegt. Unter bestimmten Bedingungen besteht dabei die Option, statt Normalproben Untermaßproben zu prüfen. Im Rahmen einer Untersuchung der BAM wurde der aktuelle Status von Prüf- und Produktnormen sowie Regelwerken zur Bewertung der Bauteilintegrität hinsichtlich ihres Umgangs mit Untermaßprobenergebnissen erfasst. Zur Schaffung einer geeigneten aktuellen Datenbasis wurden an ISO-V-Proben der Dicken 2,5, 5,0, 7,5 und 10,0 mm aus vier aktuellen Baustählen KV_2-T-Kurven ermittelt. Es wurden unterschiedliche Vorgehensweisen zur Kurvenanpassung und Festlegung von Übergangstemperaturen praktiziert. Ferner kamen verfügbare Ansätze zur Skalierung von Untermaßprobenergebnissen auf die Werte von Normalproben zur Anwendung. Das Ausmaß des Probendickeneffektes ist werkstoff- und temperaturabhängig. Im Bereich der Werkstoffprüfung ist akzeptiert, dass die Ergebnisse von Normal- und Untermaßproben nicht ohne Weiteres ineinander überführt werden können. Der Stand der Produktnormung und der Regelwerke ist jedoch im besten Falle als unzureichend, vielfach jedoch schlicht als falsch zu bezeichnen. In einem weiten anwendungsrelevanten Temperaturbereich werden hier sogar deutlich nicht-konservative Skalierungsergebnisse geliefert. Die betroffenen Produktnormenreihen und Regelwerke müssen überarbeitet werden.

Stichwörter: Kerbschlagbiegeversuch, Untermaßproben, Normalproben, Skalierung von Ergebnissen

Abstract – The Charpy pendulum impact test has been regulated and internationally standardized as test method for more than 100 years. There are absorbed energy values (*KV*) and transition temperatures (T_t) worldwide specified in product standards and structural integrity assessment codes. Under certain circumstances, sub-size test pieces may be tested instead of standard test pieces. Subject of a BAM investigation was to compile the current status of test and product standards as well as assessment codes with respect to the way they treat sub-size test piece results. Correspondingly, KV_2-T curves of four popular modern structural steels were determined using ISO-V test pieces with thicknesses between 2,5 and 10 mm. Thus, a large experimental database was created. Different strategies for *KV*-*T* curve fitting, definition of transition temperatures as well as upper and lower shelf energy levels were followed, and different scaling procedures were applied to the sub-size test piece results. On the one hand, it is accepted in the field of materials testing that the test piece thickness effect depends on the test temperature and the material. On the other hand, the results show again that proportional scaling of sub-size to full-size test piece results in terms of *KV* should be disallowed since it is a wrong approach and frequently non-conservative scaling results may be achieved. Regulations still incorporating such procedures should be revised as soon as possible.

Keywords: Charpy pendulum impact test, sub-size test piece, standard test piece, scaling procedures

1 Einleitung

Der Kerbschlagbiegeversuch (KBV) [1][2] ist eines der wichtigsten mechanischen Werkstoffprüfverfahren. Können aus den zu bewertenden Halbzeugen oder Bauteilen keine Normalproben der Abmessungen 10 x 10 x 55 mm³ entnommen werden, besteht die Option, Untermaßproben mit reduzierter Probendicke zu fertigen. Die Prüfnormen [1][2] formulieren auch richtigerweise, dass nur Ergebnisse von Proben derselben Geometrie und Abmessungen verglichen werden können. Gemessen daran unterscheiden sich die Vorgaben zum Umgang mit Untermaßprobenergebnissen in Produktnormen und Regelwerken für die Bewertung der Bauteilintegrität leider signifikant, weil dort fast durchgängig eine proportionale Ska-

lierung der Untermaßprobenergebnisse vorgegeben wird. Diese Fehlpassung führt immer wieder zu misslichen Diskussionen zwischen Prüflaboratorien und Kunden oder mit Gutachtern. Die BAM hat daher den aktuellen Status zu dieser Fragestellung erhoben (**Tabelle 1**) und in einem umfangreichen Untersuchungsprogramm eine experimentelle Datenbasis erarbeitet, mit der die werkstoffmechanischen Zusammenhänge analysiert wurden [3]. Im Rahmen dieses Untersuchungsprogramms wurden ebenfalls bislang unzureichend genormte Fragen der mathematischen Anpassung von *KV*-*T*-Kurven und der Ableitung von Übergangstemperaturen untersucht. Diese Ergebnisse sind jedoch nicht Gegenstand des vorliegenden Artikels, Details dazu können [3] entnommen werden.

Tabelle 1 Behandlung von Untermaßprobenergebnissen in ausgewählten aktuellen Stahl-Produktnormen und Regelwerken für die Bauteilsicherheitsbewertung
Table 1 Management of sub-size test pieces results in a selection of current steel product standards and structural integrity assessment procedures

Norm / Regelwerk	Festlegungen bzgl. der Behandlung von Untermaßprobenergebnissen	
	Skalierung von *KV*	Absenkung der Prüftemperatur für dünnere Proben
prEN 10025-1:2011	[1)] Die Werte von Normalproben sind für Untermaßproben proportional zu deren Querschnitt zu reduzieren.	keine
EN 10025-2:2019		
EN 10025-3:2019		
EN 10025-4:2019		
EN 10025-5:2019		
EN 10025-6:2020		
EN 10028-1:2017		
EN 10028-2:2017		
EN 10028-3:2017		
EN 10028-4:2017		
EN 10028-5:2017		
EN 10028-6:2017		
EN 10028-7:2016		
EN 10149-1:2013		
EN 10149-2:2013		
EN 10149-3:2013		
EN 10225-1:2019		
EN 10225-2:2019		
EN 10225-3:2019		
EN 10225-4:2019		
ASTM A20/A20M:2020		
ASTM A673/A673M:2017		
ASTM A370:2020	[1)]	gemäß ASME BPVC VIII.1
EN 13445-2:2021	[1)]	Reduzierung der Prüftemperatur um 5 K bzw. 20 K für die Probendicke 7,5 mm bzw. 5 mm
AD 2000-Merkblatt HP 2/1:2021	[1)]	keine
AD 2000-Merkblatt HP 5/2:2019		
ISO 11960:2020 (entspricht API 5CT 10th edition)	Abminderungsfaktoren für *KV* von 0,55 bzw. 0,80 für die Probendicke 7,5 mm bzw. 5 mm	keine
ASME BPVC VIII.1:2019	[1)]	gestaffelt, abhängig von der Zugfestigkeit und der Untermaßprobendicke
ASME BPVC VIII.2:2019		
ASME BPVC VIII.3:2019		
BS 7910:2019	[1)]	Angabe einer Gleichung zur Umrechnung von T_t
API Standard 5L:2018	[1)]	keine
API Standard 620:2018		
API Standard 650:2021		

Wie aus **Tabelle 1** hervorgeht, ist der Entwicklungsstand der Produktnormen und Regelwerke nicht aktuell und teilweise fachlich falsch. Es besteht keine Kenntnis darüber, inwiefern diese Situation bereits zu Schäden und ökonomischen Verlusten geführt hat. Es lassen sich gleichwohl folgende unbefriedigende Szenarios ableiten:

- Option 1: Derzeitige Bauteilauslegungsvorschriften beinhalten sehr große Konservativitäten und sind daher unempfindlich gegen Fehler und Unsicherheiten aus der Interpretation von Kerbschlagbiegeversuchsergebnissen.
- Option 2: Es existieren zwar Schäden und ökonomische Verluste, jedoch werden sie nicht veröffentlicht, wodurch sie auf die Weiterentwicklung der Normung keinen nennenswerten Einfluss haben können.
- Option 3: Der Status quo wird als ausreichend betrachtet, vorhandene Risiken werden ignoriert und mögliche Verbesserungen der technischen Sicherheit sowie die Ausschöpfung vorhandener, aber infolge Überdimensionierung ungenutzter Potentiale, sind nicht von Interesse.
- Option 4: Die derzeitige Strategie, Untermaßprobenergebnisse proportional zu skalieren, funktioniert, solange einsatzerprobte Werkstoffe betrachtet werden. Sobald jedoch neue Werkstoffe oder/und Belastungsbedingungen bewertet werden müssen, bestünde ein erhöhtes Problemrisiko.
- Option 5: Beteiligte Parteien sind sich der Unzulänglichkeit der aktuellen Behandlung von Untermaßprobenergebnissen bewusst, scheuen aber den Aufwand, die Situation zu verbessern.
- Option 6: Es besteht eine Kommunikationslücke zwischen industriellen Anwendern und technischen Experten, die Normen und Regelwerke schreiben.

2 Experimente

Das Versuchsprogramm umfasste vier populäre Baustähle nach EN 10025 und deckte den breiten nominellen Streckgrenzenbereich von 235 MPa bis 960 MPa ab, **Tabelle 2**.

Tabelle 2 Versuchswerkstoffe und Zugversuchseigenschaften, bestimmt nach ISO 6892-1:2019 bei Raumtemperatur
Table 2 Designation and mechanical properties of test materials determined according to ISO 6892-1:2019 at room temperature

Stahlsorte	Werkstoffnummer	Produktnorm	R_{eH} [MPa]	$R_{p0.2}$ [MPa]	R_m [MPa]	Z [%]	A [%]
S235JR	1.0037	EN 10025-2	282	-	424	69	40,0
S355N	1.0545	EN 10025-3	381	-	502	71	36,5
S460N	1.8901	EN 10025-3	494	-	610	72	31,5
S960QL	1.8933	EN 10025-6	-	1015	1086	68	20,0

Aus den Halbzeugen wurden jeweils ISO-V-Normalproben der Dicke 10 mm sowie Untermaßproben der Dicken 2,5 mm, 5,0 mm und 7,5 mm gefertigt. In Kerbschlagbiegeversuchen nach ISO 148-1 [1] sowie ISO 14556 [4] wurden unter Nutzung eines instrumentierten 300 J-Wolpert-Pendelschlagwerkes mit 2 mm-Finne KV_2-T-Datensätze ermittelt, KV_2-T-Kurven angepasst und Übergangstemperaturen abgeleitet. Für die Kurvenanpassung wurde eine Funktion nach Kohout [5] (**Gleichung (1)**) verwendet, die sich im Vergleich als am geeignetsten erwiesen hat. Insgesamt wurden 1193 Proben geprüft und jede KV_2-T-Kurve mit mindestens 13 Prüftemperaturen abgedeckt.

$$KV = a + b\, sign(T - T_t)\left(\frac{2}{\pi}\arctan\left[\frac{\pi}{2}\left(\left|\frac{T - T_t}{c}\right|\right)^n\right]\right)^{\frac{1}{n}} \qquad (1)$$

3 Ergebnisse und Diskussion

In **Bild 1** sind die ermittelten KV_2-T-Kurven zusammenfassend dargestellt, wobei aus Gründen der Übersichtlichkeit hier auf die Darstellung der Einzelprobenergebnisse verzichtet wurde. Wie erwartet, nimmt die Hochlage der Schlagenergie grundsätzlich mit abnehmender Probendicke ab. Gleichzeitig wird der Übergangsbereich zu niedrigeren Temperaturen verschoben. Die Höhe auftretender probendickenabhängiger Änderungen ist aber werkstoffspezifisch und temperaturabhängig. Während die Verschiebung des Übergangsbereiches von der Dicke 10 mm zu 7,5 mm noch moderat ist, nimmt diese mit weiterer Dickenreduzierung bis 2,5 mm signifikant zu. Zurückzuführen ist dies auf starke Reduzierung der Dehnungsbehinderung in Dickenrichtung in den dünnsten Proben.

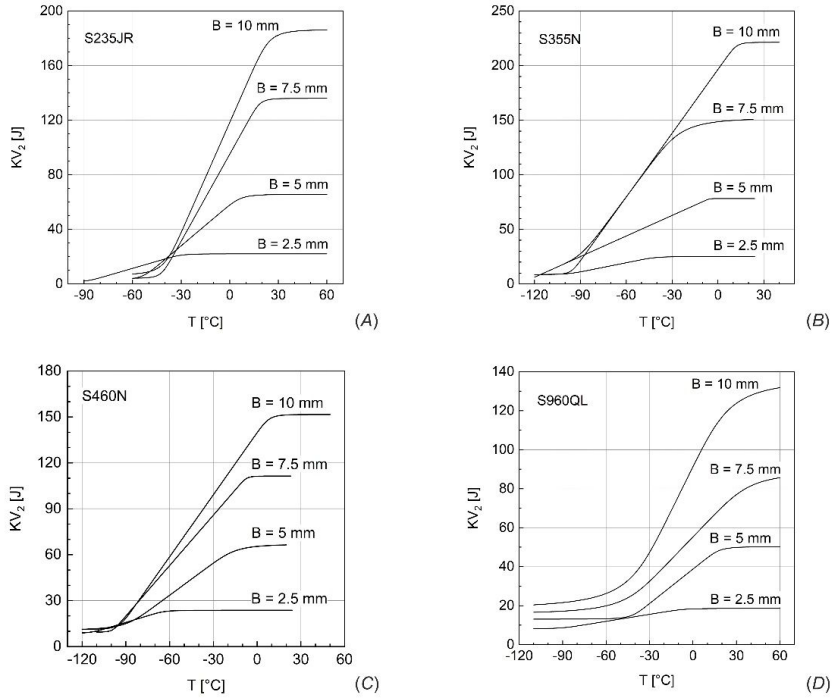


Bild 1: KV_2-T-Kurven der untersuchten Stähle: (A) S235JR, (B) S355N, (C) S460N, (D) S960QL
Figure 1: KV_2-T curves of the investigated steels: (A) S235JR, (B) S355N, (C) S460N, (D) S960QL

Bereits aus **Bild 1** ist ersichtlich, dass eine einfache proportionale Skalierung von Untermaßprobenergebnissen nicht möglich ist. Zur weiteren Verdeutlichung enthält **Bild 2** für ausgewählte Prüftemperaturen eine Darstellung des Fehlers, der durch eine proportionale Skalierung der Untermaßprobenergebnisse entsteht (schwarze Kurven). Während die offenen Marker die Realität abbilden, entsprechen die ausgefüllten runden Marker der falschen Skalierung der betreffenden Regelwerke. Das Verhältnis zwischen Untermaß- und Normal-Probenergebnissen ist werkstoffabhängig, nicht linear über der Temperatur und variiert mit der Probendicke. Wird eine proportionale Skalierung angewendet, ergeben sich im Bereich der Hochlage der Schlagenergie zwar bei allen Stählen und Probendicken konservative Schätzwerte der Normalproben-Schlagenergie (konservativ bedeutet, dass der abgeschätzte Wert kleiner ist als der gemessene Wert). Jedoch streut das Ausmaß der Konservativität stark und hängt von der Stahlsorte wie auch der Probendicke ab. Bei Absenkung der Prüf-

temperatur ergeben sich zunehmend nicht-konservative Schätzwerte von zum Teil beträchtlichem Ausmaß.

Als Beispiel für die Anwendung von nicht linearen Skalierungsprozeduren für Untermaßprobenergebnisse wurde ein von Wallin vorgeschlagener, aus Literaturdaten empirisch abgeleiteter und nach Auswertung der Quellenlage [3] als am weitesten entwickelt erscheinender Formalismus [6] auf die Versuchsergebnisse angewendet (rote Kurven in **Bild 2**).

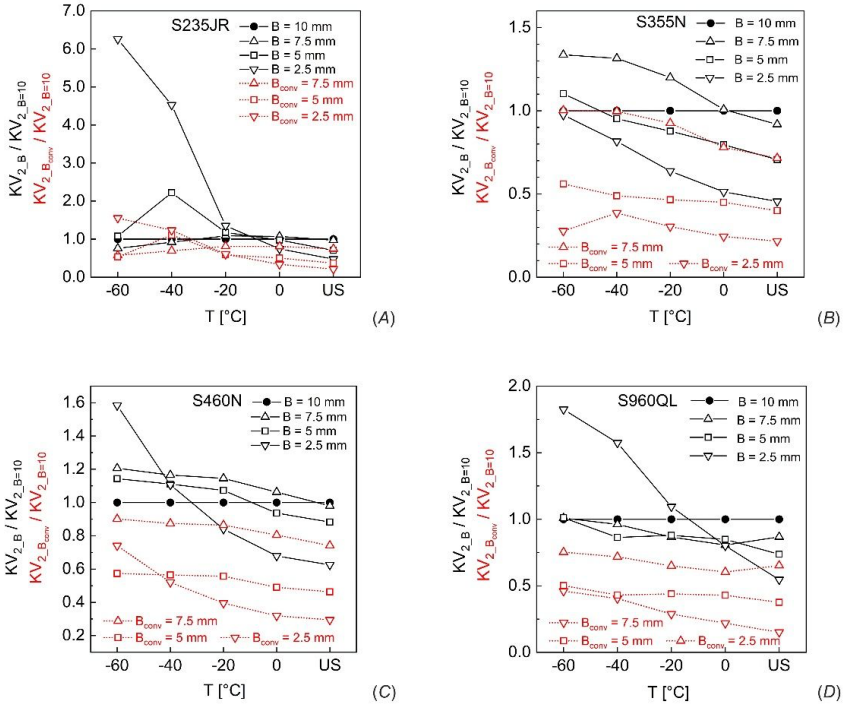


Bild 2: Fehler, der durch eine proportionale Skalierung von Untermaßprobenergebnissen entsteht, Darstellung für ausgewählte Prüftemperaturen, US – Hochlage der Schlagenergie, (A) S235JR, (B) S355N, (C) S460N, (D) S960QL;
Schwarze Kurven: $KV_{2_B}/KV_{2_B=10}$ bezeichnet das Untermaßprobenergebnis der Dicke B, welches proportional auf die Probendicke B = 10 mm skaliert wurde, normiert auf das Ergebnis der Normalprobe mit B = 10 mm;
Rote Kurven: KV_{2_Bconv} bezeichnet das Untermaßprobenergebnis der Dicke B, welches unter Verwendung einer nichtlinearen Skalierungsvorschrift nach Wallin [6] auf das Ergebnis der Normalprobe mit B = 10 mm skaliert wurde.

Figure 2: Error caused by proportional scaling of measured sub-size to measured full-size test piece results, selected test temperatures, US – upper shelf temperatures, (A) S235JR, (B) S355N, (C) S460N, (D) S960QL;
Black graphs: KV_{2_B} denotes the KV_2 value of a sub-size test piece with thickness B, which was proportionally scaled to the full-size test piece thickness B = 10 mm. KV_{2_B} values are normalized by $KV_{2_B=10}$, which are the full-size test piece results for thickness B = 10 mm. Red graphs: KV_{2_Bconv} denotes the KV_2 value of a sub-size test piece with thickness B, which is converted to the full-size test piece thickness B = 10 mm using a non-linear conversion procedure of Wallin [6].

Durch die Korrektur hat sich bei allen Stählen das Niveau der Nicht-Konservativität deutlich reduziert bzw. in Konservativität gewandelt. Zumindest bis -30 °C sind damit alle Schätzwerte konservativ. Jedoch haben sich ebenfalls bereits vorher vorhandene Konservativitäten durch die Korrektur in zum Teil erheblichem, wiederum werkstoff- und temperaturabhängig variierenden Ausmaß weiter erhöht, wodurch enormes Werkstoffeigenschaftspotential verschenkt würde. Das angestrebte Ziel, die 1:1-Gerade durch die Korrektur zu erreichen, wird deutlich verfehlt.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Vorgehensweise, die Schlagarbeitswerte von Untermaßproben proportional auf die Abmessungen der Normal-Probe zu skalieren, muss eingestellt werden, weil es ein bekannter Weise falscher Ansatz ist. Ein Anwender dieser Skalierung ist nicht in der Lage zu bewerten, ob das Resultat zufällig konservativ, nicht-konservativ oder richtig ist. Produktnormen wie auch Regelwerke, die noch eine proportionale Skalierung festlegen, müssen daher revidiert werden.

Es bleibt der Verantwortung der Anwender überlassen, derzeit verfügbare nicht-proportionale Skalierungsprozeduren anzuwenden. Auch im Falle einer solchen Anwendung bleibt jedoch offen, wie konservativ oder nicht-konservativ das erzielte Ergebnis dann ist. Die Ergebnisse der vorliegenden Untersuchungen zeigen, dass mit den verfügbaren empirischen Modellen weder eine durchgehende Konservativität noch ein angemessenes Niveau der Konservativität erreicht bzw. garantiert werden können. Das bedeutet letztlich, dass beim Anwender eine Unsicherheit in den zu treffenden Entscheidungen, potentiell ungenutzte Eigenschaftspotentiale oder verborgene Sicherheitsrisiken verbleiben.

Gleichwohl ist anzuerkennen, dass unter bestimmten Bedingungen die Prüfung von Untermaßproben nützlich sein kann. Ein praktischer Vorschlag, die Notwendigkeit zur Skalierung der Ergebnisse grundsätzlich zu vermeiden, könnte in der folgenden Vorgehensweise bestehen. Wenn bei relevanten Werkstoffen aus Halbzeugen Untermaßproben der in Frage kommenden Dicken entnommen und bei geeigneten Temperaturen dafür Nominalwerte der Schlagenergie bestimmt würden, könnten diese in den entsprechenden Produktnormen als Referenz etabliert werden. Das entspräche der für Normal-Proben eingeführten Praxis. Der für diese Vorgehensweise erforderliche experimentelle Aufwand erscheint gering.

Literatur

[1] ISO 148-1: Metallic Materials – Charpy pendulum impact test – Part 1: Test method, 2016

[2] ASTM E23: Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, 2018

[3] W. Baer, P. Wossidlo, B. Abbasi: On the Question of How to Analyze and Apply Charpy Pendulum Impact Test Results Correctly – Shortcomings in Corresponding Procedures and Standards, Journal of Testing and Evaluation, 50 (2022) 4, S. 2268-2293, https://doi.org/10.1520/jte20210781

[4] ISO 14556: Metallic Materials – Charpy pendulum impact test – Instrumented test method, 2015

[5] J. Kohout: Various regression functions fitting transition curves, in Proceedings of Charpy Centenary Conference "From Charpy to Present Impact Testing", Poitiers, France, ed. D. Francois and A. Pineau, 2-5 October 2001, S. 81-88

[6] K. Wallin, P. Karjalainen-Roikonen, P. Suikkanen: Sub-sized CVN specimen conversion methodology, Procedia Structural Integrity 2 (2016), S. 3735-3742. https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.464

Gesicherte Aussagen zur Konformität von Prüfergebnissen - Anforderungen und Herausforderungen aus DIN EN ISO/IEC 17025

Reliable statements of conformity - requirements and challenges from DIN EN ISO/IEC 17025

S. Wieler, QUAISO GmbH, Marl
Dr. rer. nat. E. Schenuit, QUAISO GmbH, Marl
K. Kunze, QUAISO GmbH, Marl
Prof. Dr.-Ing. H. Frenz, Westfälische Hochschule, Recklinghausen

Kurzfassung – Werkstoffprüflabore werden häufig nicht nur mit der Durchführung von Prüfungen beauftragt, sondern zusätzlich mit der Feststellung der Übereinstimmung der ermittelten Prüfergebnisse mit vorgegebenen Spezifikationsanforderungen, also einer klassischen Konformitätsbewertung. Die Norm DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03 „Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“ [1] beinhaltet Vorgaben, damit Werkstoffprüflabore in einem prozessorientierten Ansatz mit dem Risiko falscher Konformitätsaussagen umgehen können. Das Regelwerk wird als Grundlage für Laborakkreditierungen durch die Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS) herangezogen und stellt den Stand der Technik dar. Die Umsetzung dieser Anforderungen mit einem risikobasierten Ansatz stellt die Labore mitunter vor signifikante Herausforderungen. In Akkreditierungsverfahren führt dieser Punkt oft zu kritischen Abweichungen. Im Folgenden werden die entscheidenden Prozessschritte dargestellt, die im Rahmen der Labortätigkeiten hinsichtlich Konformitätsaussagen berücksichtigt werden müssen. Es wird auf entsprechende Herausforderungen hingewiesen und mögliche Lösungsansätze werden vorgeschlagen.

Stichwörter: Messunsicherheit, Konformitätsbewertung, Entscheidungsregel, Akkreditierung

Abstract – Materials testing laboratories are often not only commissioned to carry out tests, but also to compare the test results determined with specified specification requirements, i.e., a classic conformity assessment. The standard DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03 "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories" [1] contains specifications in this regard in order to deal with the risk of false declarations of conformity in a process-oriented approach. The standard is used as the basis for laboratory accreditations by the German Accreditation Body GmbH (DAkkS) and represents the state of the art. The implementation of these requirements with a risk-based approach are significant challenges for laboratories. In accreditation procedures, this point often leads to critical non-conformities. The decisive process steps to be considered within the scope of laboratory activities are presented and respective challenges as well as possible solutions are identified.

Keywords: Measurement uncertainty, conformity assessment, decision rule, accreditation

1 Einleitung

DIN EN ISO/IEC 17025 beschreibt Kompetenzanforderungen an Prüf- und Kalibrierlaboratorien. Seit der letzten Revision des Regelwerks im Jahr 2018 sind sowohl die allgemeine Prozessorientierung als auch der Ansatz des risikobasierten Handelns ausdrückliche Anforderungen an die Laboratorien. In Bezug auf Aussagen zur Konformität von Prüfergebnissen mit Spezifikationsanforderungen lässt sich stets ein konkretes Risiko identifizieren, das an den entscheidenden Prozessschritten von den Laboratorien berücksichtigt werden muss, da jeder Messwert mit einer Messunsicherheit verbunden ist. Ein Messergebnis ist immer nur ein „Schätzer“ für den wahren Wert. Bedingt durch die Messunsicherheit besteht folglich bei jeder Entscheidung auf der Grundlage von Messwerten das Risiko einer falschen Annahme bzw. Rückweisung. Aus diesem Grund sind Laboratorien gefragt, mit dem Kunden eine konkrete Regelung zu treffen, eine so genannte Entscheidungsregel zu vereinbaren und anzuwenden: Eine Regel zur Entscheidung, wie im Rahmen der Konformitätsaussage mit der Messunsicherheit umgegangen wird. In DIN EN ISO/IEC 17025 wird der Umgang mit der

Entscheidungsregel, insbesondere in den Kapiteln 7.1 „Prüfung von Anfragen, Angeboten und Verträgen“ und 7.8 „Berichten von Ergebnissen“, behandelt.

2 Prüfung von Anfragen, Angeboten und Verträgen

DIN EN ISO/IEC 17025 fordert, dass sich Labore bereits vor der jeweiligen Prüftätigkeiten mit der anzuwendenden Entscheidungsregel befassen, falls die beabsichtigte Tätigkeit mit einer Konformitätsaussage verbunden ist. Konkret wird die Norm diesbezüglich in Kapitel 7.1.3 wie folgt:

„Wenn der Kunde für die Prüfung oder die Kalibrierung eine Aussage zur Konformität bezüglich einer Spezifikation oder Norm verlangt […] müssen die Spezifikation bzw. Norm sowie die Entscheidungsregel eindeutig definiert sein. Sofern sie nicht in der angeforderten Spezifikation bzw. Norm enthalten ist, muss die gewählte Entscheidungsregel dem Kunden mitgeteilt und mit diesem abgestimmt werden.“ [1]

Diese Anforderungen führen häufig zu Fehlinterpretationen und somit zu Abweichungen in Begutachtungsverfahren, da das Labor keine ausreichende bzw. vollständige Vereinbarung der anzuwendenden Entscheidungsregel mit dem Auftraggeber getroffen hat. In der **Tabelle 1** sind drei typische Situationen dargestellt, wie diese regelmäßig zu Herausforderungen im Auftragswesen von Werkstoffprüflaboratorien führen, wenn der Kunde eine Konformitätsbewertung wünscht. Ebenso sind mögliche Lösungsansätze aufgeführt, die zur Orientierung und Umsetzung dienen können. Zusätzlich zeigt **Bild 1** einen möglichen Prozessablauf zur Umsetzung der Anforderungen.

Tabelle 1 Beispielhafte Herausforderungen im Rahmen der Auftragsannahme
Table 1 Exemplary challenges in the context of order acceptance

Situation	Herausforderung	Lösungsansatz
Der Auftraggeber trifft keine Vorgaben bezüglich der anzuwendenden Entscheidungsregel. Häufig ist die Anforderung an eine Entscheidungsregel auftraggeberseitig nicht bekannt.	Dem Auftraggeber liegt ggf. kein (ausreichendes) Hintergrundwissen zu dem Themengebiet vor. Die Möglichkeiten einer fachlichen Abstimmung und die Akzeptanz des Kunden an die Notwendigkeit sind häufig begrenzt.	Das Labor kann diesbezügliche, grundlegende Informationen bereitstellen, beispielsweise durch Veröffentlichung einer entsprechenden Verfahrens- bzw. Prozessanweisung.
Das Labor ermittelt Werkstoffkennwerte, die anschließend mit den Spezifikationsanforderungen aus Produktnormen verglichen werden sollen. Der Auftraggeber gibt nur eine Werkstoffnummer und das Regelwerk vor.	Die angeforderte Spezifikation wie z. B. Produktnormen zu Halbzeugen der Stahlindustrie beinhaltet keine (angemessene) Entscheidungsregel.	Dem Auftraggeber sollte eine konkrete Entscheidungsregel vorgeschlagen werden bzw. eine Auswahl möglicher Verfahren, wie mit der Messunsicherheit umgegangen werden soll.
Die Norm zu dem angewandten Prüfverfahren (z. B. Zugversuch, Härteprüfung) beinhaltet eine generelle Information, die Messunsicherheit nicht im Rahmen von Konformitätsbewertungen anzuwenden.	Der Ansatz, dass Prüfergebnisse nicht mit der Messunsicherheit kombiniert werden sollen, berücksichtigt nicht das damit verbundene, auftrags-spezifische Risiko. Diese Vorgabe kann nicht ohne weitere Maßnahmen als Entscheidungsregel übernommen werden.	Das Labor muss sich des Risikos einer falschen Annahme/ Rückweisung bewusst sein. Die Konformitätswahrscheinlichkeit muss quantifiziert werden und das damit verbundene Risiko in den Aufzeichnungen zum Umgang mit Chancen und Risiken berücksichtigt werden.

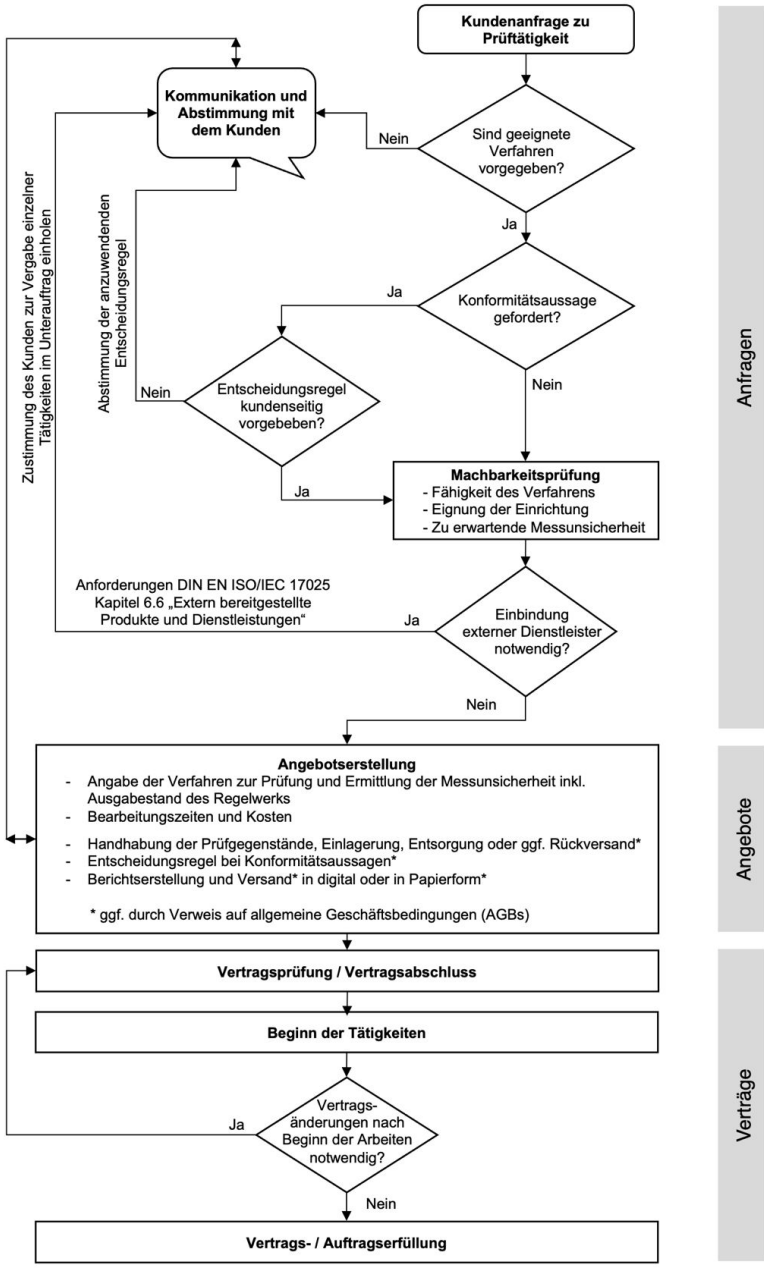


Bild 1: Ablaufdiagramm zur Prüfung von Anfragen, Angeboten und Verträgen
Figure 1: Flow chart for reviewing requests, tenders and contracts

3 Praxisbeispiel: Aussagen zu Konformität in Berichten

In dem folgenden Beispiel wird ein Prüflabor mit der Durchführung eines Zugversuchs nach DIN EN ISO 6892-1:2020-06 „Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur" [2] entsprechend beauftragt. Eine Konformitätsaussage ist Bestandteil der Tätigkeiten und es wurde die folgende Entscheidungsregel vereinbart, welche die erweiterte Messunsicherheit (k=2; 95 % Aussagesicherheit) berücksichtigt:

„Die Konformitätsaussage beruht auf den Prüfergebnissen unter Berücksichtigung der erweiterten Messunsicherheit (k=2; 95 % Aussagesicherheit) mit einem Überdeckungsintervall entsprechend min. 97,5 % Wahrscheinlichkeit der Konformität bzw. Nichtkonformität".

Es werden fünf normkonforme Proben aus dem kundenseitig bereitgestellten Blechwerkstoff entnommen und geprüft. Die folgenden Ergebnisse werden ermittelt:

Tabelle 2 Prüfergebnisse nach DIN EN ISO 6892-1:2020-06 inkl. erweiterter Messunsicherheit
Table 2 Test results acc. to DIN EN ISO 6892-1:2020-06 incl. extended measurement uncertainty

	0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$	**Zugfestigkeit** R_m	**Bruchdehnung** A_{80mm}
Mittelwert (n=5)	163 MPa	362 MPa	42 %
Erweiterte Messunsicherheit (k=2; 95 %)	± 5 MPa	± 8 MPa	± 1,5 %

In Kapitel 7.8.6 der DIN EN ISO/IEC 17025 [1] ist nun unter anderem die folgende Anforderung gestellt:

„Wenn eine Aussage zur Konformität zu einer Spezifikation oder Norm gemacht wird, muss das Laboratorium die angewandte Entscheidungsregel dokumentieren. Dabei ist das Risiko […] das mit der angewandten Entscheidungsregel verbunden ist, zu berücksichtigen und die Entscheidungsregel anzuwenden." [1]

Nun kann die Konformitätsaussage innerhalb des Ergebnisberichtes auf verschiedene Arten erfolgen, sowohl durch eine tabellarische Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den Spezifikationsgrenzen als auch in Textform. Beide Möglichkeiten sind im Folgenden dargestellt.

3.1 Aussagen zur Konformität durch eine Soll-/Ist-Wert Gegenüberstellung

Dem Praxisbeispiel weiter folgend, können die Prüfergebnisse in eine tabellarische Form den Spezifikationsanforderungen gegenübergestellt werden. In vielen Fällen ist den Laboratorien nicht bewusst, dass eine entsprechende Kenntlichmachung der Ergebnisse (z. B. farbliche Markierung, Fettdruck, Klammern) einer Konformitätsaussage entspricht, die sowohl die Anwendung einer Entscheidungsregel als auch das Berichten dieser erforderlich macht. Eine entsprechende Soll-/Ist-Wert Gegenüberstellung ist in **Tabelle 3** dargestellt.

Tabelle 3 Beispiel für eine Aussage zur Konformität in tabellarischer Form (grün: konform)
Table 3 Example of a statement of conformity in tabular form (green: conform)

	0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$	**Zugfestigkeit** R_m	**Bruchdehnung** A_{80mm}
Spezifikations-anforderung	120 bis 180 MPa	260 bis 350 MPa	min. 39 %
Mittelwert (n=5)	163 MPa	362 MPa	42 %
Erweiterte Messunsicherheit (k=2; 95 %)	± 5 MPa	± 8 MPa	± 1,5 %

In diesem Beispiel wäre somit eine Aussage der Konformität der Prüfergebnisse für die Parameter der 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Bruchdehnung A_{80mm} getätigt sowie eine Aussage der Nichtkonformität bezüglich der Zugfestigkeit R_m. Das Risiko einer falschen Annahme ($R_{p0,2}$ und A_{80mm}), als auch das Risiko einer falschen Ablehnung (R_m) ist berücksichtigt, da die Restwahrscheinlichkeiten einer falschen Annahme/Rückweisung, bedingt durch die Messunsicherheit, jeweils unter 2,5 % liegen. Wichtig ist hier, dass die Entscheidungsregel zusammen mit den Prüfergebnissen berichtet werden muss: „Die Konformitätsaussage beruht auf den Prüfergebnissen unter Berücksichtigung der erweiterten Messunsicherheit (k=2; 95 % Aussagesicherheit) mit einem Überdeckungsintervall entsprechend min. 97,5 % Wahrscheinlichkeit der Konformität bzw. Nichtkonformität".

3.2 Aussagen zur Konformität in Textform

Häufig werden Konformitätsaussagen in Ergebnisberichten als resümierende Information getätigt. Für das aufgeführte Praxisbeispiel könnte die folgende Aussage formuliert werden, nachdem die Ergebnisse entsprechend **Tabelle 2** in dem Ergebnisbericht dargestellt sind:

„Die mechanischen Eigenschaften, ermittelt nach DIN EN ISO 6892-1:2020-06, erfüllen nicht vollumfänglich *die Anforderungen des Werkstoffs DX56D+Z (1.0963), spezifiziert in DIN EN 10346:2015-10. Die* 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Bruchdehnung A_{80mm} *sind konform zu den Spezifikationsanforderungen. Die* Zugfestigkeit R_m *erfüllt nicht die Spezifikation. Diese Aussagen beruhen auf den Prüfergebnissen unter Berücksichtigung der erweiterten Messunsicherheit (k=2; 95 % Aussagesicherheit) mit einem Überdeckungsintervall entsprechend mindestens 97,5 %* Wahrscheinlichkeit der Konformität bzw. Nichtkonformität*."*

Somit wurden auch hier die Aussagen zur Konformität bzw. Nichtkonformität so getroffen, dass deutlich wird, für welche Ergebnisse diese Gültigkeit haben und welche Spezifikationen davon erfüllt bzw. nicht erfüllt werden. Ebenso ist die angewandte Entscheidungsregel eindeutig dokumentiert.

4 Auswahl und Anwendung einer angemessenen Entscheidungsregel

Zur Auswahl einer geeigneten und fachlich fundierten Entscheidungsregel bieten unter anderem die Veröffentlichungen JCGM 106:2012 „Evaluation of measurement data — The role of measurement uncertainty in conformity assessment" [3], ILAC G8 „Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity" [4] und EUROLAB Kochbuch Nr. 8 [5] den Laboratorien praktische Ansätze. Die ILAC G8 Richtlinie wird ebenfalls durch die Deutsche Akkreditierungsstelle DAkkS den Laboratorien zur Anwendung empfohlen. Eine deutsche Übersetzung wurde seitens der DAkkS erstellt und veröffentlicht. Ebenso sind praxisbezogene Ansätze für Werkstoffprüflabore in verschiedenen Veröffentlichungen der Autoren aufgeführt, wie beispielsweise zu dem Thema „Herausforderungen für DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierte Prüflabore - Anwendung von Messunsicherheitsbudgets im Rahmen von Konformitätsaussagen im Zugversuch nach DIN EN ISO 6892-1 und DIN EN ISO 6892-2" [6] und „Messunsicherheit und Konformitätsbewertung in der Werkstoffprüfung- Aktuelle Entwicklungen" [7]. Ein grundlegender Aspekt, der bei der Auswahl und Anwendung der Entscheidungsregel berücksichtigt werden muss, ist, dass sowohl das Risiko der falschen Annahme als auch der falschen Rückweisung im Rahmen von Konformitätsaussagen besteht, wie im vorherigen Abschnitt dieses Beitrags beschrieben wird. Häufig konzentrieren sich die Laboratorien nur auf eines der beiden Risiken, meist nur auf das Risiko einer falschen Annahme. Sollten Prüfaufträge mit einer Konformitätsbewertung und Aussage zur Konformität in den Ergebnisberichten durchgeführt werden, so sollten stets beide Risiken durch entsprechende Rege-

lungen mit dem Auftraggeber abgestimmt werden. Das **Bild 2** verdeutlicht diese Risiken schematisch.

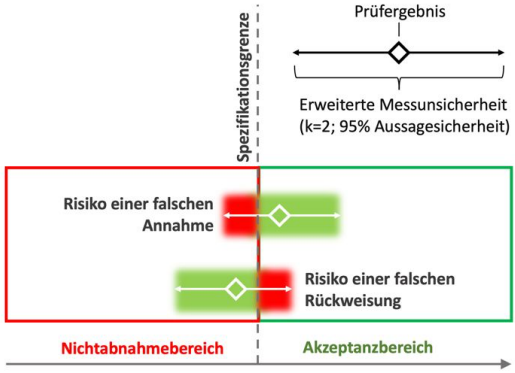


Bild 2: Risiko falscher Annahme und falscher Rückweisung
Figure 2: Risk of false acceptance and false rejection

5 Zusammenfassung

Ergebnisse aus der Werkstoffprüfung werden in der Regel dazu verwendet, die Übereinstimmung mit Spezifikationen zu bestätigen oder abzulehnen. Die für Prüflaboratorien mit oder ohne Akkreditierung relevante Norm DIN EN ISO/IEC 17025:2018 macht dazu eindeutige Vorgaben. Diese, als Konformitätsbewertung bezeichnete Aufgabe, orientiert sich an zwei Kriterien. Zunächst muss mit dem Kunden eine eindeutige Entscheidungsregel vereinbart werden. Diese muss das Risiko einer Fehlentscheidung berücksichtigen, dazu ist die zugehörige Messunsicherheit vom Prüflabor zu betrachten. Die ermittelten Prüfergebnisse sind hinsichtlich der konformen/nicht-konformen im zugehörigen Prüfbericht eindeutig zu kennzeichnen, die mit dem Kunden vereinbarte und angewandte Entscheidungsregel ist anzugeben. Die Umsetzung dieser Anforderungen ist für viele Laboratorien nach wie vor eine fachliche Herausforderung und führt in begleitenden Akkreditierungsverfahren häufig zu Abweichungen.

6 Literatur

[1] DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03 „Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“, Beuth Verlag, Berlin, 2018

[2] DIN EN ISO 6892-1:2020-06 „Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur“, Beuth Verlag, Berlin, 2020

[3] JCGM 106:2012 „Evaluation of measurement data — The role of measurement uncertainty in conformity assessment”, Joint Committee for Guides in Metrology, Sèvres (FR), 2012

[4] ILAC G8 „Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity“, International Laboratory Accreditation Cooperation. Silverwater (AU), 2019

[5] EUROLAB – Deutschland ”Kochbuch” Dok Nr. 08 Rev. 2019 „Entscheidung über Einhaltung von Spezifikationen unter Berücksichtigung der Messunsicherheit – Mögliche Strategien“, EUROLAB-Deutschland Chemische Analytik; Mess-und Prüftechnik e.V., Berlin, 2019

[6] „Herausforderungen für DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierte Prüflabore - Anwendung von Messunsicherheitsbudgets im Rahmen von Konformitätsaussagen im Zugversuch nach DIN EN ISO 6892-1 und DIN EN ISO 6892-2“; S. Wieler; QUAISO GmbH, Marl; H. Frenz, Westfälische Hochschule, Recklinghausen; E. Schenuit, Zwick GmbH & Co. KG, Ulm; Tagungsband Werkstoffprüfung 2021; Dezember 2021, VdEH, Düsseldorf

[7] „Messunsicherheit und Konformitätsbewertung in der Werkstoffprüfung- Aktuelle Entwicklungen“; H. Frenz, Westfälische Hochschule, Recklinghausen; E. Schenuit, Zwick GmbH & Co. KG, Ulm; Tagungsband Werkstoffprüfung 2015; Dezember 2015, VdEH, Düsseldorf

Bewertung des Einflusses von Reparaturschweißungen auf das zyklische Werkstoffverhalten von dickwandigem Gusseisen mit Kugelgraphit

Evaluation of the influence of repair welds on the cyclic material behavior of thick-walled nodular cast iron

C. Bleicher, S. Schönborn, Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF

Kurzfassung – Große Gussbauteile aus Gusseisen mit Kugelgraphit für Windenergieanlagen und die Schwerindustrie sind in der Regel nicht völlig frei von lokalen Werkstoffungänzen. Dabei wirken sich insbesondere lokale Ungänzen an der Bauteiloberfläche negativ auf die Lebensdauer aus, wenn hohe Beanspruchungen an der Oberfläche und scharfe Kerben oder Spannungsgradienten aus den Ungänzen resultieren bzw. mit diesen interagieren. Die Gießereien sind bestrebt, ihren Bauteilausschuss zu reduzieren, insbesondere, wenn es sich um Windenergiekomponenten mit Massen bis zu mehreren 10 Tonnen handelt. Eine Maßnahme hierzu besteht darin, die Ungänzen und deren Auswirkungen auf die Bauteillebensdauer durch ein definiertes Ausarbeiten und anschließendes Reparaturschweißen zu beseitigen. Im Rahmen des Forschungsprojektes „nodularWELD“ werden daher die Möglichkeiten des Schweißens von EN-GJS-400-18LT sowie EN-GJS-450-18 untersucht. Nach einem Schweißprozess mit verschiedenen Schweißelektroden an großen Gussblöcken mit Ungänzen wird das zyklische Werkstoffverhalten des Grundwerkstoffs, der Wärmeeinflusszone und des Schweißnahtwerkstoffs ermittelt. Zusätzlich werden integrale Proben untersucht, die quer über den Grundwerkstoff, die Wärmeeinflusszone und den Schweißnahtwerkstoff entnommen wurden. Die Ergebnisse dienen dazu, das zyklische Materialverhalten des Gussbauteils zu bestimmen und im weiteren Verlauf des Projekts ein Konzept zur Lebensdauerbewertung für die Praxis zu erarbeiten.

Stichwörter: Reparaturschweißung, Gusseisen mit Kugelgraphit, Windenergie, Großguss

Abstract – Large cast components made of nodular cast iron for wind turbines and heavy industry are generally not completely free of local material defects. In particular, local discontinuities on the component surface have a negative effect on lifetime if high stresses on the surface and sharp notches or stress gradients result from the discontinuities. Foundries are striving to reduce their component scrap, especially when it comes to wind energy components with masses of up to several 10 tons. One measure to achieve this is to eliminate the discontinuities and their effects on component service life by means of defined machining and subsequent repair welding. Therefore, the research project "nodularWELD" investigates the possibilities of welding EN-GJS-400-18LT as well as EN-GJS-450-18. After a welding process with different welding electrodes on large cast blocks with discontinuities, the cyclic material behavior of the base material, the heat affected zone and the filler metal will be determined. In addition, integral specimens removed across the base metal, the heat transfer zone and the filler metal are investigated. The results will be used to determine the cyclic material behavior of the cast component and, in the further course of the project, to develop a lifetime assessment concept for practical use.

Keywords: Repair welding, nodular cast iron, wind energy, thick-walled castings

1 Einleitung

Für den Einsatz in der Windkraftindustrie zeichnet sich Gusseisen mit Kugelgraphit (GJS) insbesondere durch die hohen vergießbaren Wanddicken, die große Spanne an Werkstofffestigkeiten und die gute Gießbarkeit aus. Allerdings treten auch hier lokal immer wieder Ungänzen im Gefüge auf, die bei randnaher Lage zur Reduktion der Bauteilbeanspruchbarkeit führen. Zertifizierungsorgane fordern daher in aller Regel das Ausarbeiten entsprechender Ungänzenbereiche, auch wenn dies mit einem hohen Nacharbeitsaufwand verbunden ist. Dabei führt dieses Vorgehen dazu, dass häufig Wandmindeststärken unterschritten werden und die lokal teilweise nur wenige cm großen, ausgearbeiteten Bereiche zum Ausschuss des Bauteils führen. Eine Möglichkeit dies zu umgehend bietet das arteigene und

artfremde Schweißen dieser Bauteilbereiche. Da das Schweißen von Gusseisen mit Kugelgraphit zwar technisch möglich ist, jedoch bisher nicht durch Abnahmerichtlinien der Zertifizierungsorgane geduldet wird, wurde im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen sowohl die Schweißbarkeit als auch die resultierende Werkstofffestigkeit für die GJS-Werkstoffe EN-GJS-400-18LT sowie EN-GJS-450-18 eingehend untersucht. Ziel der Untersuchungen ist es, je Werkstoff ein geeignetes Schweißverfahren zu identifizieren, das insbesondere in Gießereien und ggf. auf Baustellen für Windkraftanlagen Anwendung finden kann, die quasistatische sowie zyklische Beanspruchbarkeit der geschweißten Bereiche zu bewerten und zudem die Grundlagen für eine einfache Bemessung von Bauteilbereichen mit Schweißungen zu schaffen.

2 Werkstoffe und Schweißungen

Im Rahmen der Untersuchungen wurden mehrere Gussplatten mit einer Wanddicke von 200 mm durch die beteiligten Gießereien aus EN-GJS-400-18LT sowie EN-GJS-450-18 abgegossen. Hieraus wurden Schwingproben ohne Schweißung zur Ermittlung der Festigkeit des Grundwerkstoffs als Referenz für die weiteren Untersuchungen entnommen, **Bild 1**. An weiteren Gussplatten wurden Nuten eingefräst, die die in der Serie herausgearbeitete Ungänzenbereiche repräsentieren, die anschließend zugeschweißt wurden, **Bild 1**. Um die Schweißungen zu realisieren, wurden zunächst mit Projektpartnern quasi-statische Werkstoff-Voruntersuchungen an Proben mit Schweißungen durchgeführt, um die geeigneten Schweißzusatzwerkstoffe zu identifizieren. Dabei wurde gezielt auf das Elektrodenschweißen mit Warm- und Kaltschweißverfahren zurückgegriffen, da insbesondere die Kaltschweißung sehr einfach und nahezu überall durchgeführt werden kann. Bei den Voruntersuchungen an unterschiedlichen warm und kalt verschweißten Zusatzwerkstoffen zeigte sich, dass insbesondere bei den Kaltschweißverfahren mit den Elektroden CastoMag 45640 Ti (EN-GJS-400-18LT) sowie EnDo Tec Do 23 (EN-GJS-450-18) sehr gute Ergebnisse erzielt wurden, sodass mit diesen die weiteren Untersuchungen durchgeführt werden konnten. Nach den Schweißungen wurden Axialschwingproben aus den geschweißten Bereichen entnommen, **Bild 2**. Dabei wurden die Schwingproben sowohl in Länge der Schweißnaht aus der Schweißnaht (Schweißnahtwerkstoff), der Wärmeeinflusszone, aus dem Grundwerkstoff neben der Schweißnaht sowie auch als integrale Schwingproben quer über die Schweißnaht entnommen. Letztere umfassen damit im Prüfbereich der Schwingproben sowohl den Grundwerkstoff, die Wärmeeinflusszone wie auch den Schweißnahtwerkstoff, **Bild 2**.

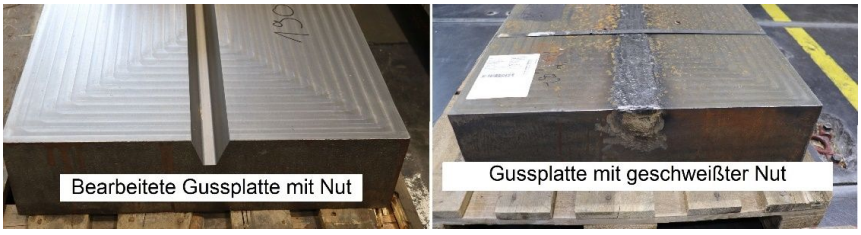


Bild 1: Links: Gussplatte mit vorbereiteter, gefräster Nut für die Reparaturschweißung; rechts: Gussplatte geschweißt vor der Probenentnahme
Figure 1: Left: Cast plate with milled groove for welding; right: cast plate welded before specimen removal

Nach der Entnahme der Schwingproben wurden diese zunächst radiographisch untersucht, um auftretende Ungänzen im Bereich der Schweißung zu identifizieren. In **Bild 3** ist beispielhaft ein digitalisiertes Röntgenbild dargestellt, das teilweise Poren im Bereich der Schweißnaht zeigt. Zudem zeigt **Bild 3** eine gebrochene Schwingprobe mit einer solchen Pore im Prüfquerschnitt der Schwingprobe.

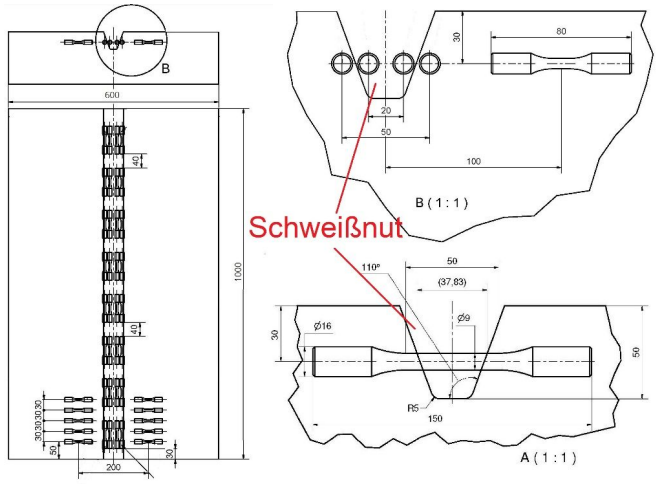


Bild 2: Links: Probenlage der Axialproben; rechts, oben: Entnahmesituation der Axialproben aus Grundwerkstoff, Wärmeeinflusszone und Schweißnahtwerkstoff; rechts, unten: Entnahmesituation der axialen Integralschwingproben

Figure 2: Left: Removal plan of axial specimens; right, upper: removal situation of axial specimens from base material, heat affected zone and welding filler; right, lower: removal situation of axial integral specimens

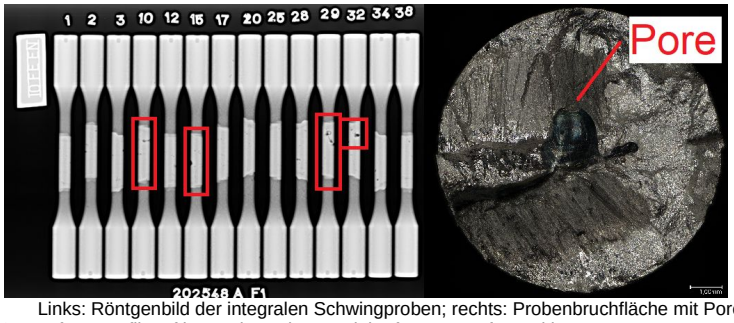


Bild 3: Links: Röntgenbild der integralen Schwingproben; rechts: Probenbruchfläche mit Pore

Figure 3: Left: X-ray film of integral specimens; right: fracture surface with pore

3 Schwingfestigkeitsuntersuchungen

Nachfolgend wurden spannungs- und dehnungsgeregelte Schwingfestigkeitsuntersuchungen bei den Lastverhältnissen $R_\sigma = -1$, $R_\sigma = 0$ und $R_\varepsilon = -1$ auf elektrischen sowie servohydrau-lischen Schwingprüfmaschinen bis zu einer Grenzschwingspielzahl $N_G = 1 \cdot 10^7$ oder bis zum Anriss der Proben durchgeführt. Die Auswertung der dehnungsgeregelten Schwingfestigkeitsuntersuchungen erfolgte anhand [1, 2, 3, 4, 5, 6] sowie diejenigen der spannungsgeregelten nach [7]. Beispielhaft zeigt **Bild 4** die Spannungswöhlerlinien für die Integralschwingproben beim Spannungsverhältnis $R_\sigma = -1$. Eine Zusammenfassung der ermittelten Schwingfestigkeitskennwerte unter Spannungsregelung für alle durchgeführten Werkstoffuntersuchungen zeigt **Tabelle 1**. Es zeigt sich, dass insbesondere durch die Schweißung die Schwingfestigkeit, ermittelt an den Integralschwingproben, deutlich gegenüber der des Grundwerkstoffs absinkt. Dies betrifft beide Werkstoffe sowie Spannungsverhältnisse. So re-

duziert sich die zyklische Beanspruchbarkeit im integralen Werkstoffzustand für den EN-GJS-400-18LT auf nur noch 63 % bei R_σ = -1 sowie 68 % bei R_σ = 0. Für den EN-GJS-450-18 (Wöhlerlinie nicht dargestellt) reduzieren sich die zyklischen Beanspruchbarkeiten sogar auf lediglich 27 % bei R_σ = -1 sowie 23 % bei R_σ = 0 bei jeweils N_G. Gleichzeitig verlaufen die Neigungen k im Bereich der Zeitfestigkeit für beide geschweißte Werkstoffzustände unter Wechselbeanspruchung, R_σ = -1, deutlich steiler, was auch auf den erhöhten Anteil an Poren und damit innere Kerben zurückzuführen ist. Parallel dazu steigt das Streumaß T_σ durch die vorliegenden Ungänzen deutlich an. So überschreitet der integrale Werkstoffzustand das für die Bemessung von dickwandigem Eisenguss typische Streumaß von T_σ = 1:1,30 deutlich, **Tabelle 1**.

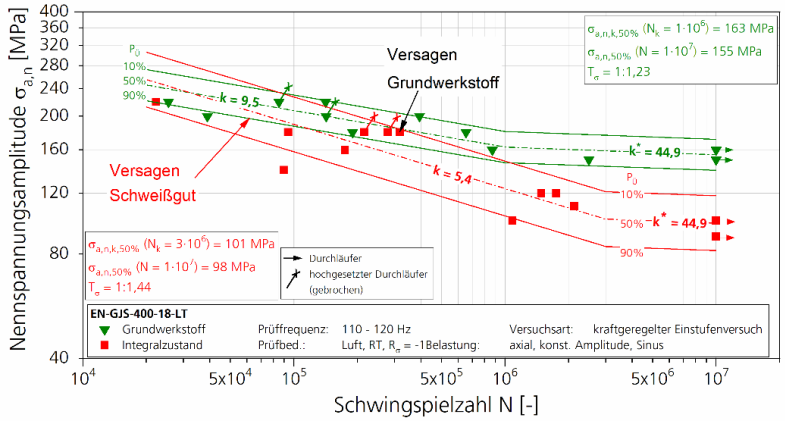


Bild 4: Schwingfestigkeit des EN-GJS-400-18LT für den Grundwerkstoff sowie den integralen Werkstoffzustand
Figure 4: Fatigue strength of EN-GJS-400-18LT for the base and integral material state

Tabelle 1 Ermittelte Schwingfestigkeiten
Table 1 Determined fatigue strength

Werkstoff	Zustand	Lastverhältnis R_σ	Neigung k	Abknickpunkt (×10⁵)	Nennspannungsamplitude bei N_G für $P_Ü$ = 50 %	Streumaß T_σ
EN-GJS-400-18LT	Grundwerkstoff	-1	9,5	10	155	1:1,23
		0	5,6	3	99	1:1,13
	Integralzustand	-1	5,4	3	98	1:1,44
		0	5,8	10	67	1:1,37
EN-GJS-450-18	Grundwerkstoff	-1	9,4	20	171	1:1,18
		0	14,7	20	125	1:1,20
	Integralzustand	-1	5,8	10	46	1:1,29
		0	8,5	20	29	1:1,36

Im Rahmen der dehnungsgeregelten Schwingfestigkeitsversuche wurden sowohl die Axialschwingproben aus dem Schweißnahtwerkstoff, dem Grundwerkstoff und der Wärmeeinflusszone sowie die Integralschwingproben im Hinblick auf das elasto-plastische und transiente Werkstoffverhalten untersucht.

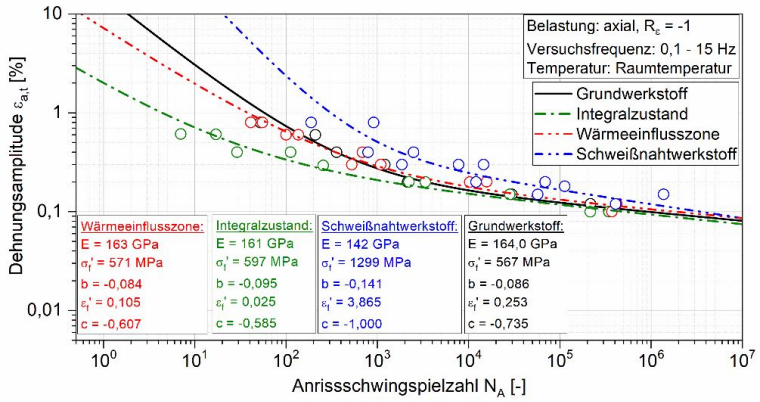


Bild 5: Ermittelte Dehnungswöhlerlinien des EN-GJS-400-18LT
Figure 5: Determined strain-life curves of the EN-GJS-400-18LT

Tabelle 2 Ermittelte Kennwerte aus den dehnungsgeregelten Schwingfestigkeitsuntersuchungen
Table 2 Determined parameters from the strain controlled fatigue tests

Zustand	E-Modul [GPa]	quasi-statische Streckgrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	zyklische Streckgrenze $R_{p0,2}$'[MPa]	Verfestigungskoeffizient K'[MPa]	Verfestigungsexponent n'[-]	zyklischer Spannungskoeffizient σ_f'[MPa]	zyklischer Dehnungskoeffizient ε_f'[-]	zyklischer Spannungsexponent b [-]	zyklischer Dehnungsexponent c [-]
	EN-GJS-400-18LT								
Grundwerkstoff	164	245	316	621	0,109	567	0,253	-0,086	-0,735
Wärmeeinflusszone	163	243	327	469	0,058	571	0,105	-0,084	-0,607
Schweißnahtwerkstoff	142	400	420	823	0,108	1299	3,865	-0,141	-1,000
Integralzustand	161	290	375	656	0,090	597	0,025	-0,095	-0,585
	EN-GJS-450-18								
Grundwerkstoff	168	278	403	625	0,071	704	0,128	-0,089	-0,655
Wärmeeinflusszone	168	305	406	769	0,103	791	2,102	-0,098	-1,027
Schweißnahtwerkstoff	148	380	405	586	0,060	1188	0,291	-0,127	-0,630

Bild 5 fasst die ermittelten Dehnungswöhlerlinien für die untersuchten Werkstoffzustände zusammen. Es zeigt sich, dass sowohl im Bereich der Kurz- bis hin zur Langzeitfestigkeit die Schwingfestigkeit des Werkstoffes der Wärmeeinflusszone vergleichbar ist zu der des Grundwerkstoffes. Jedoch weicht insbesondere der integrale Werkstoffzustand im Bereich der Kurzzeitfestigkeit deutlich in Richtung kürzerer Lebensdauern ab, während der Schweißnahtwerkstoff durchweg die höchste Schwingfestigkeit zeigt.

Die Zusammenfassung der ermittelten dehnungsbasierten Werkstoffkennwerte für beide Werkstoffe, ohne die des Integralzustandes des EN-GJS-450-18, zeigt **Tabelle 2**. Auffällig

ist hierbei insbesondere die meist sehr deutliche zyklische Verfestigung, die sich aus der Gegenüberstellung der Kennwerte der quasi-statischen und zyklischen Streckgrenzen ergibt. Ebenso interessant ist der deutlich reduzierte Elastizitätsmodul E, der sich im Bereich des Schweißnahtwerkstoffes in beiden Schweißzuständen ergibt. So ist dieser gegenüber dem nominellen Elastizitätsmodul E von 164 bzw. 168 GPa des Grundwerkstoffs auf 142 bzw. 148 GPa für den mit CastoMag 45640 Ti geschweißten EN-GJS-400-18LT bzw. EnDo Tec Do 23 geschweißten EN-GJS-450-18 reduziert. Dies ist in Anlehnung an Ergebnisse aus [6] mit dem Vorhandensein von lokalen Schweißungänzen, also Poren und Lunkern, erklärbar, die die Steifigkeit des Werkstoffes herabsetzen. Grundsätzlich zeigen jedoch beide Schweißnahtwerkstoffe gefolgt vom integralen Werkstoffzustand die höchsten Festigkeiten anhand der zyklischen Spannungs-Dehnungskurven im Vergleich zu Grundwerkstoff und Wärmeeinflusszone.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die gezeigten Untersuchungen geben einen ersten Eindruck von der Festigkeit zyklisch beanspruchter, geschweißter Bauteilbereiche im dickwandigen Eisenguss. Dabei zeigt sich, dass grundsätzlich mit geeigneten Verfahren dickwandiger GJS geschweißt werden kann, wobei sich in der Schweißnaht Poren und Lunker bilden, die die Schwingfestigkeit lokal reduzieren. Dabei kann für den EN-GJS-400-18LT mit einer hohen Schwingfestigkeit im integralen Werkstoffzustand sowie mit einer hohen Festigkeit (Spannungs-Dehnungskurve) im Bereich des Schweißnahtwerkstoffes gerechnet werden.

Mit den abgeleiteten, zyklischen Werkstoffkennwerten kann im Fall einer lokal aufgetretenen und durch Schweißen reparierten großen Ungänze am Bauteil eine lokale Bauteilbeanspruchbarkeit numerisch bewertet werden. Sowohl für einen spannungs- wie auch dehnungsbasierten Ansatz liegen damit entsprechende Kennwerte vor. In weiteren Schritten wird nun noch ein rein perlitischer EN-GJS-700-2 geschweißt und den komplementären Untersuchungen zugeführt. Anschließend wird ein Bauteilbewertungskonzept erarbeitet, um anhand der gewonnenen Ergebnisse aus nodularWELD eine Bemessung beliebiger, geschweißter Bauteilbereiche zu ermöglichen.

Danksagung – An dieser Stelle sei dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die Förderung des Forschungsprojekts „nodularWELD“ (Förderkennzeichen 020E-100499573 und 0324273A) gedankt. Ein Dank geht ebenso an die beteiligten Projektpartner, die durch ihre Teilnahme und tatkräftige Unterstützung zum Erfolg des Projektes beitragen.

Literatur

[1] L. A. Coffin: A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. Trans. ASME, Nr. 76, 1954, S. 931 – 950

[2] S. S. Manson: Fatigue: A complex subject – some simple approximations. Experimental Mechanics, 5, Nr. 7, 1965, S. 45 – 87

[3] O. H. Basquin: The exponentional law of endurance tests. American Society Test, Materials Proceedings, Nr. 10, 1910, S. 625 – 630

[4] J. D. Morrow: Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals, ASTM STP 378, American Society for Testing and Materials, 1965, S. 45 – 87

[5] W. Ramberg, W. R. Osgood: Description of stress–strain curves by three parameters. NACA Techn. Rep. 902, NACA, 1943

[6] C. Bleicher: Ein Beitrag zur Beurteilung der Schwingfestigkeit von Gusseisen mit Kugelgraphit mit besonderer Berücksichtigung der Auswirkungen von Lunkern auf die Bauteillebensdauer, Dissertation, Technische Universität Darmstadt, Fraunhofer LBF, Darmstadt, LBF-Bericht FB-246, 2016, ISBN 978-3-8396-1048-0.

[7] K. Störzel, J. Baumgartner: Statistical evaluation of fatigue tests using maximum likelihood. Materials Testing 63 (2021) 8, S. 714-720

Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit auf die Spannungsrisskorrosion mittels C-Ringen für eine stranggepresste Mg-Dy-Nd-Legierung

Effect of deformation speed on stress corrosion cracking using C-rings for an extruded Mg-Dy-Nd alloy

P. Maier[1], E. Pamidi[1], B. Clausius[1], N. Hort[2,3]

[1] Hochschule Stralsund, [2] Leuphana Universität Lüneburg, [3] Helmholtz-Zentrum Hereon

Kurzfassung – Der Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit im C-Ring Versuch in einer Ringer-Lösung auf die Rissinitiierungsparameter von stranggepresstem Mg10Dy und Mg10Dy1Nd steht im Mittelpunkt dieser Studie. Umformgeschwindigkeiten von 0,012 mm/min bis 4 mm/min erlauben maximale Korrosionszeiten von wenigen Minuten bis 24 Stunden. Es zeigt sich, dass sowohl die Kraft zur Risseinleitung (mit höheren Werten für Mg10Dy1Nd) und der Verformungsweg (mit höheren Werten für Mg10Dy) mit sinkender Verformungsgeschwindigkeit erst bis zirka eine Stunde Korrosionszeit ansteigen und dann sinken – stärker für Mg10Dy1Nd und dabei geringfügig stärker für den Verformungsweg gegenüber der Kraft bei den höheren Korrosionszeiten. Der Abfall der beiden Werte Kraft und Verformungsweg geht einher mit den höheren Korrosionszeiten. Korrosionsnarben werden an den Proben ab einer Versuchszeit von einer Stunde auf der zugbelasteten Seite sichtbar. Es wurde festgestellt, dass die Mg10Dy1Nd Legierung pro Verformungsgeschwindigkeit innerhalb geringerer Korrosionszeit versagt, obwohl die Kraft anfänglich über der Mg10Dy Legierung liegt. Der Einfluss von verformungsinduzierten Zwillingen auf die Korrosion wird diskutiert.

Stichwörter: Mg-SE-Legierung, C-Ring Versuch, Spannungskorrosion, Verformungsgeschwindigkeit

Abstract – The influence of the deformation rate in the C-ring test in Ringer solution on the crack initiation parameters of extruded Mg10Dy and Mg10Dy1Nd is the focus of this study. Forming rates from 4 mm/min to 0.012 mm/min allow maximum corrosion times from a few minutes to 24 hours. It can be seen that both the crack initiation force (with higher values for Mg10Dy1Nd) and the crack initiation displacement (with higher values for Mg10Dy) first increase with decreasing deformation speed up to about one hour corrosion time and then decrease - more for Mg10Dy1Nd and slightly more for the crack initiation displacement compared to the force at the higher corrosion times. The decrease in both the force and displacement values is associated with the higher corrosion times - corrosion pits are visible on the specimens from a test time of one hour onwards on the tensile loaded side. It was found that Mg10Dy1Nd fails overall per deformation speed in lower corrosion times, although the force is initially higher than that of Mg10Dy. The influence of deformation-induced twinning on corrosion is discussed.

Keywords: Mg-SE alloy, C-ring test, stress corrosion, deformation speed

1 Einleitung

Die hier im Mittelpunkt stehende Legierung Mg-Dy-Nd ist die Basis für Resoloy®, in der die zusätzlichen Legierungselementen Zn und Zr hinzugegeben sind und sich dadurch auch LPSO-Phasen bilden. Um vorerst nur den Einfluss von 1 Gew.-% Nd auf Mg10Dy zu untersuchen, wurde Zn und Zr vorerst eliminiert. Ähnliche Untersuchungen an Resoloy® sind geplant. Untersuchungen von Yang et al. [1] zeigten, dass die binäre Mg-Dy-Gusslegierung die beste Kombination von mechanischen und korrosiven Eigenschaften mit 10 Gew.-% Dy aufweist, wenn die Legierungen einen Dy-Gehalt von 5, 10, 15 und 20 Gew.-% aufweisen.

Dy hat im Vergleich zu Nd eine sehr hohe Löslichkeit in Mg im Festen (25,3 Gew.-%) und damit ist die Legierung hinsichtlich ihrer mechanischen und Korrosionseigenschaften durch Wärmebehandlung (z. B. Lösungsglühen) einzustellen. Bei in-situ-Erstarrungsversuchen mit Mg20Dy wurde $Mg_{24}Dy_5$ als sekundäre Phase gefunden [2]. Die Gleichgewichtsphase wurde auch von Li et al. [3] und Smola et al. [4] untersucht, und eine Alterungsreaktion mit einem Anstieg der Härte wurde festgestellt. Nd hat eine geringe Festkörperlöslichkeit in Mg und bil-

det über Ausscheidungshärten stabile intermetallische Phasen an den Korngrenzen. Außerdem verbessert Nd die Korrosionsbeständigkeit von Mg-Legierungen, indem es die Auswirkungen der galvanischen Korrosion zwischen den sekundären Phasen und der Matrix minimiert und zu verbesserten Passivschichten führt. Darüber hinaus zeigte eine Nd-haltige WE43-Legierung eine bemerkenswert verbesserte Zelladhäsion und Biokompatibilität [5-7].

Einige Mg-Legierungen sind anfällig für Spannungsrisskorrosion (SCC) in wässriger Umgebung, was zur Wasserstoffversprödung führen kann. Geeignete Legierungsauswahl kann die Beständigkeit gegen SCC erhöhen [8]. Nach Choudhary et al. [9], ist ZX50 spannungsrisskorrosionsanfälliger als WZ21 und WE43. Der SCC-Mechanismus beruht hier auf der Kombination aus wasserstoffunterstützter Rissbildung und anodischer Auflösung. Eine weitere Studie von Kannan et al. [10] zeigte eine erhöhte Beständigkeit gegen SCC sowohl in destilliertem Wasser als auch in 0,5 Gew.-% NaCl-Lösung für EV31A im Vergleich zu ZE41 und QE22. Seltene Erden, wie Nd, können die SCC-Beständigkeit von Mg-Legierungen verbessern (EV31A). Ein Test mit langsamer Dehnungsgeschwindigkeit zeigte, dass EV31A, eine Selten Erden und Zn haltige Legierung, weniger anfällig für SCC war als AZ91E [11]. Unter der geringen intensiven Belastung einer konstanten Last erwies sich EV31A sogar als beständig. Die Fraktographie von EV31A zeigte kaum Anzeichen von Wasserstoffversprödung. C-Ring-Proben werden bevorzugt zur Bestimmung der SCC-Anfälligkeit benutzt [12, 13]. Die C-Ring-Konfiguration führt zu einem komplexen Dehnungsfeld mit sehr hohen lokalen Zug- und Druckdehnungen. Als Korrosionsmedium wird häufig eine Ringerlösung verwendet, wenn das Korrosionsverhalten von biologisch abbaubaren Metallen von Interesse ist.

Die Motivation dieser Studie ist es, den Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit auf die Spannungskorrosionsanfälligkeit von Mg10Dy and Mg10Dy1Nd zu ermitteln. Es stellt sich die Frage, ob sehr langsame Verformungsgeschwindigkeiten (mit Korrosionszeiten bis zu 24h) immer noch durch Rissausbreitung aufgrund von Spannungskorrosion zum Versagen führen oder kein Versagen erfolgt wie an Versuchen ohne Ringer Lösung [14] oder das Versagen aufgrund von Korrosion mit dem Ergebnis der Querschnittsreduktion und damit aufgrund kleiner werdendem lasttragenden Querschnitt durch Kraftabfall erfolgt.

2 Materialien und Methoden

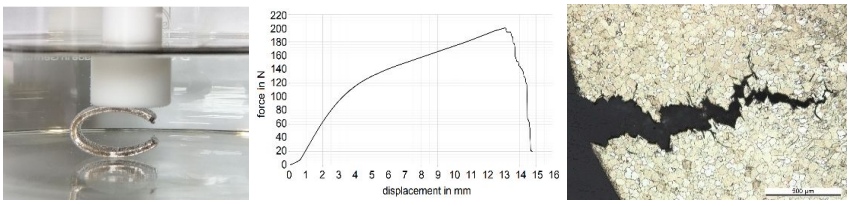
2.1 Materialien

Die Mg-Dy-Nd-Legierungen Mg10Dy und Mg10Dy1Nd und Mg1Nd) wurden am Helmholtz-Zentrum in Geesthacht, Deutschland, gegossen [14]. Nach einer kurzen Glühung bei 500°C für 15 min wurden die Rohre im Strangpresszentrum der TU Berlin bei einer Gesamttemperatur von 400 °C mit einer Stempelgeschwindigkeit von 1,5 mm/s und einem Extrusionsverhältnis von 19:1 indirekt extrudiert.

Die Korngröße, durch die Linienschnittmethode mit einem mit einem Leica DMi8 A bestimmt, ist nach [14] für Mg10Dy 36,2 ± 10,2 µm und für Mg10Dy1Nd 33,6 ± 9,7 µm. Die ternäre Legierung zeigt eine weniger homogene Mikrostruktur, die Zweitphasen sind in Strangpressrichtung an Körnern kleiner Korngröße angelagert. Die Zugfestigkeit von Mg10Dy1Nd ist leicht höher als von Mg10Dy, die Duktilität ist allerdings signifikant geringer [14]. Mg10Dy zeigt eine höhere Korrosionsrate in Tauchversuchen: 2,46 mm/Jahr gegenüber 1,53 mm/Jahr für Mg10Dy1Nd. Statische Spannungskorrosion bei 7 mm Verformungsweg (elastisch-plastischer Bereich) über 7 und 20 Tage zeigt eine deutlich stärkere Korrosion für Mg10Dy. Große Lochfraßstellen beschreiben die Korrosionsmorphologie am besten, deutlich stärker in Mg10Dy ausgeprägt. Auch nach einer Korrosionszeit von 20 Tagen waren die Proben trotz starker Korrosion (Querschnittminderung) intakt – Rissbildung an Lochfraß war nicht festzustellen. C-Ringversuche an 2 mm/min führen zu Rissbildung und -ausbreitung [14]. Der Außendurchmesser der stranggepressten Rohre mit einer Wandstärke von 5 mm betrug 35 mm.

2.2 Methoden

Aus den stranggepressten Rohren wurden C-Ring-Proben mit einem Außendurchmesser von 34 mm und einer Breite von 10 mm gefräst. Die Wandstärke wurde mit 2 mm gewählt. **Bild 1a** zeigt einen C-Ring im Spannungsrisskorrosionsversuch in der Ringerlösung, der Versuch wurde mit den Versuchsgeschwindigkeiten von 2 mm/min, 1 mm/min, 0,283 mm/min, 0,142 mm/min, 0,057 mm/min, 0,028 mm/min und 0,012 mm/min weggesteuert durchgeführt. Zur Bewertung der Festigkeit, des elastisch-plastischen Übergangs und der Duktilität wurden an je 3 Proben Kraft-Weg-Kurven aufgenommen (**Bild 1b**). Die maximale Verformung liegt bei 17 mm - ohne Ringerlösung wird der Wert bei 2 mm/min erreicht [14]. Mittels des Wertes der Maximalkraft in der Kraft-Weg-Kurve wird die Kraft und der Weg zur Risseinleitung bestimmt. Zur Ermittlung des Einflusses des Korrosionsmediums und der Verformungsgeschwindigkeit auf eine mögliche Wasserstoffversprödung wird der sich ausgebreitete Riss (**Bild 1c**) und die Korrosionsmorphologie mittels Querschliffen untersucht. Die plastisch verformten C-Ringe wurden in 4 Ebenen präpariert. Die Korrelation der Rissausbreitung mit der Mikrostruktur sowie die Menge und Art möglicher Lochfraßstellen sind grundsätzlich von Interesse.



(a) (b) (c)

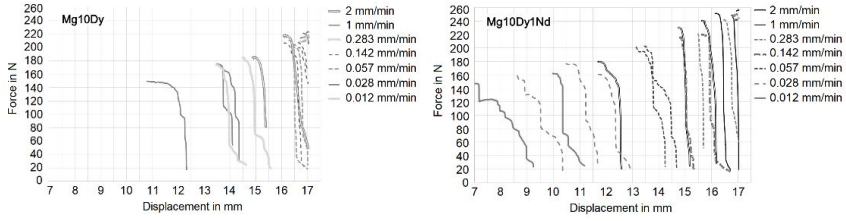
Bild 1: C-Ring-Versuch in Ringer-Lösung bei 37°C: im Versuch (a), Kraft-Weg-Kurve (b) und Mikrograph Rissausbreitung (c)

Figure 1: C-Ring-test in Ringer-solution at 37°C: during testing (a), force-displacement-curve (b) and micrograph crack propagation (c)

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Kraft-Weg-Verlauf ab Risseinleitung

Bild 2 zeigt den Kurvenabschnitt der Rissausbreitung ab Risseinleitung der Kraft-Weg-Kurven der C-Ringversuche von Mg10Dy (a) und Mg10Dy1Nd (b) bei den gewählten Verformungsgeschwindigkeiten. Der Beginn des gezeigten Kurvenabschnittes definiert die Kraft und den Verformungsweg bei der Risseinleitung. Es wird ein deutlicher Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit auf Kraft und Weg sichtbar. Zudem wird sichtbar, dass die Legierung Mg10Dy1Nd höhere Kräfte (bis 260 N) erreicht, aber auch geringere Verformungswege (bis 7 mm).

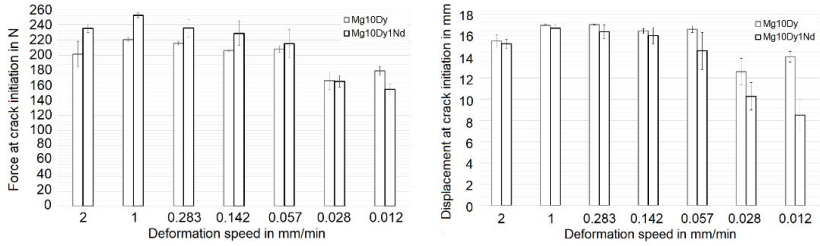


(a) (b)

Bild 2: Kraft-Weg-Kurven von Mg10Dy (a) und Mg10Dy1Nd (b) des Kurventeils der Rissausbreitung ab Risseinleitung

Figure 2: Force-displacement curves of Mg10Dy (a) and Mg10Dy1Nd (b) of the crack propagation part of the curve from crack initiation

Sowohl Kraft als auch Verformungsweg bis zur Risseinleitung nehmen erst mit sinkender Verformungsgeschwindigkeit leicht zu (siehe **Bild 3** für den Vergleich 2 mm/min und 1 mm/min) und dann konsequent ab. Bezüglich der Werte der Kraft, liegt diese für Mg10Dy1Nd höher im Vergleich zu Mg10Dy, wiederum sind die Werte für den Verformungsweg bei Mg10Dy höher, was mit den Ergebnissen aus [14] übereinstimmt. Prozentual fallen Kraft und Verformungsweg für Mg10Dy1Nd stärker ab als für Mg10Dy und das für den Verformungsweg stärker als die Kraft. Da die Mg10Dy1Nd Legierung eine inhomogenere Mikrostruktur aufweist und die Legierung auch schon ein Verlust an Duktilität im Zugversuch gegenüber der Mg10Dy gezeigt hat, werden natürlich aufgrund des früheren Versagens bei geringerer Verformung nur kleinere Kräfte erreicht.



(a) (c)

Bild 3: Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit auf die Kraft (a) und den Verformungsweg (b) bei Risseinleitung von Mg10Dy und Mg10Dy1Nd im C-Ringversuch

Figure 3: Influence of the deformation speed on the force (a) and on the displacement (b) in crack initiation of Mg10Dy and Mg10Dy1Nd in C-ring test

Wird für jede Verformungsgeschwindigkeit der Verformungsweg bis Risseinleitung in Zeit umgerechnet (weggesteuert), wird noch einmal mehr deutlich, dass die Mg10Dy1Nd Legierung schlechtere Werte für die Zeit bis Risseinleitung gegenüber der Mg10Dy zeigt. Was sich bei Verformungsgeschwindigkeiten bis zu 0,142 mm/min nicht merklich auswirkt (im Mittel 1 h 56 min für Mg10Dy zu 1 h 53 min für Mg10Dy1Nd) wird ab 0,057 mm/min auffälliger (im Mittel 4h 53 min für Mg10Dy zu 4 h 17 min für Mg10Dy1Nd) und bei 0,028 mm/min bzw. 0,012 mm/min deutlich signifikanter (im Mittel 7 h 26 min bzw. 19 h 45 min für Mg10Dy zu 6h 3 min und 12 h für Mg10Dy1Nd). Die Korrosionszeiten sind für das Korrosionsausmaß der beiden Legierungen im direkten Vergleich zu beachten.

3.2 Mikrographen der spannungskorrodierter C-Ringe

Bild 4 zeigt die lichtmikroskopischen Aufnahmen der C-Ringe im Querschnitt am Beispiel der Mg10Dy1Nd Legierung mit Rissen durch die Wandstärke verschiedener Verformungsgeschwindigkeiten: 2 mm/min (a), 1 mm/min (b), 0,283 mm/min (c), 0,142 mm/min (d), 0,028 mm/min (e) und 0,012 mm/min (f). Die entsprechenden Versuchszeiten liegen bei 8 min, 17 min, 1 h, 2 h, 6 h und 12 h. Es wird deutlich, dass sich der Riss beim Überschreiten der ursprünglich neutralen Faser in der druckverfestigten Seite weniger öffnet. Die Anzahl der Nebenrisse ist in der Region auch ausgeprägter. Zu langsameren Verformungsgeschwindigkeiten nimmt auch die Anzahl weiterer Oberflächenrisse zu.

Die Mikrographen der Probenoberflächen auf der zugbelasteten Seite der C-Ringe, in Bild **5a - f** für die Legierung Mg10Dy1Nd, diese erlauben die Diskussion des Einflusses der Verformungsgeschwindigkeit auf die Korrosionsmorphologie. Mit den Verformungsge-

schwindigkeiten von 2 mm/min, 1 mm/min, 0,283 mm/min, 0,142 mm/min und 0,028 mm/min zeigen sich Versuchszeiten über 8 min, 17 min, 1 h, 2 h, und 6 h. Es wird deutlich, dass erst ab einer Versuchszeit von 1 h Korrosionsnarben sichtbar werden (**Bild 5c**). Bei den höheren Korrosionszeiten (**Bild 5f)** entsteht Lochfraßkorrosion. Der oberflächennahe Bereich zeigt starke Zwillingsbildung, der erste Korrosionsangriff folgt oft diesen Verformungsspuren. Es stellt sich ein Wechselspiel zwischen Korrosionsnarben, Rissinitiierung und -ausbreitung und Lochfraß ein.

Die druckbelastete Seite der C-Ringe (hier nicht gezeigt) weisen auch Verformungszwillinge auf, diese führen aber nicht zu diesen auffälligen Korrosionsnarben. Ab einer Korrosionszeit von 4 h wird eine flache sehr breite Muldenkorrosion auf der druckbelasteten Seite deutlich.

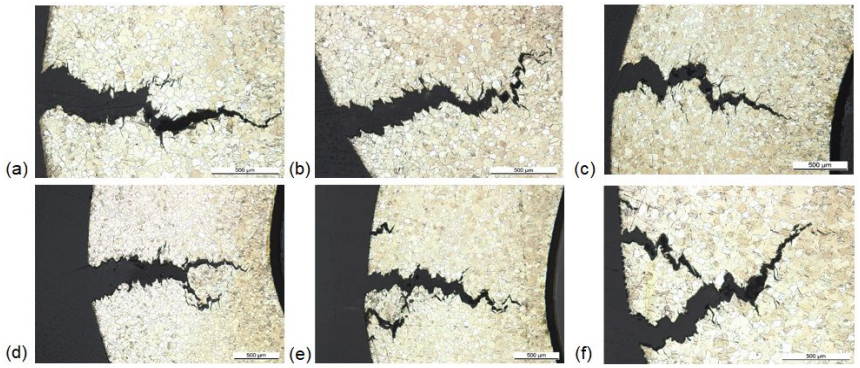


Bild 4: Mikrographen der Rissausbreitung in Mg10Dy1Nd C-Ringen, Verformungsgeschwindigkeit / Versuchszeit: 2 mm/min / 8 min (a), 1 mm/min / 17 min (b), 0,283 mm/min / ca. 1 h (c), 0,142 mm/min / ca. 2 h (d), 0,028 3mm/min / ca. 6 h (e), 0,012 mm/min ca. 12 h (f)

Figure 4: Micrographs of crack propagation in Mg10Dy1Nd C-rings, deformation speed / test time: 2 mm/min / 8 min (a), 1 mm/min / 17 min (b), 0,283 mm/min / ~1 h (c), 0,142 mm/min / ~2 h (d), 0,028 mm/min / ~6 h (e), 0,012 mm/min / ~12 h (f)

Es ist jedenfalls kein ausgeprägter Lochfraß unter Druckbelastung (gegenüber der Rissöffnung) festzustellen. Erst nach 20 h entstehen an unbelasteten Stellen des C-Ringes, z. B. am offenen Ende, vereinzelt große Korrosionslöcher.

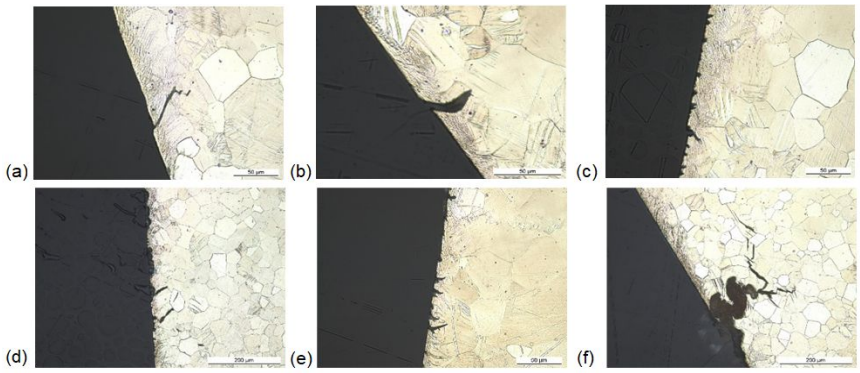


Bild 5: Mikrographen der Korrosionsmorphologie und von oberflächennahen Rissen in Mg10Dy1Nd C-Ringen auf der zugbelasteten Seite: Verformungsgeschwindigkeit / Versuchszeit: 2 mm/min / 8 min (a), 1 mm/min / 17 min (b), 0,283 mm/min / ca. 1 h (c), 0,142 mm/min / ca. 2 h (d), 0,028 mm/min / ca. 6 h (e, f)

Figure 5: Micrographs of corrosion morphology and near-surface cracks in Mg10Dy1Nd C-rings on the tensile side: deformation speed / test time: 2 mm/min / 8 min (a), 1 mm/min / 17 min (b), 0,283 mm/min / ~1 h (c), 0,142 mm/min / ~2 h (d), 0,028mm/min / ~6 h (e, f)

Die Abnahme der Kraft und des Verformungsweges im C-Ringversuch bei Korrosionszeiten ab 1 h (0,283 mm/min) hängt offensichtlich mit den Korrosionsnarben auf der zugbelasteten C-Ringseite zusammen, die sich unter Einfluss der Verformungszwillinge bilden. Diese Korrosionsnarben erzeugen eine Kerbwirkung und erleichtern damit die Risseinleitung. Somit hat die sehr langsame Verformungsgeschwindigkeit nicht den vermuteten Vorteil des späteren Einsetzens der Rissbildung – eine geringere Empfindlichkeit gegen Spannungskorrosion, wie in den statischen C-Ringversuchen [14] erwartet war. Dort war allerdings nur bei 7 mm Verformungsweg belastet worden, ein Wert, den alle Proben unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit ertragen haben.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Diese Studie macht den Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit im C-Ringversuch in Ringer-Lösung auf die Kraft und den Weg zur Rissbildung von stranggepresstem Mg10Dy(1Nd) sichtbar. Die Korrosionszeiten lagen zwischen wenigen Minuten bis 20 Stunden. Die Kraft zur Risseinleitung zeigt höhere Werte für Mg10Dy1Nd, hingegen ist der Verformungsweg größer bei Mg10Dy. Beide Werte steigen mit sinkender Verformungsgeschwindigkeit erst an und ab einer Korrosionszeit von 1 h sinken die Werte aufgrund der Bildung von Korrosionsnarben an der zugbelasteten Seite. Diese Korrosionsnarben bilden sich an den Verformungszwillingen auf der Zugseite und unterstützen aufgrund der Kerbwirkung die Rissbildung. Diese Wirkung ist bei höheren Korrosionszeiten aufgeprägter und somit bis zu 1 mm/min nicht festzustellen. Da auch die Druckseite verzwilligtes Gefüge zeigt, aber keine Korrosionsnarben bzw. Lochfraß, ist ein enger Zusammenhang zur Zugspannung und rissöffnenden Wirkung vermutet. Mg10Dy1Nd zeigt ursprünglich eine leicht höhere Festigkeit im Zug- und C-Ringversuch, versagt aber durch Rissbildung insgesamt pro Verformungsgeschwindigkeit in geringerer Korrosionszeit. Auf Grundlage einer Vorstudie ist festzuhalten, dass Mg10Dy1Nd kein vollständig rekristalliertes Gefüge zeigt, und die in Strangpressrichtung ausgeschiedenen Zweitphasen keine positive Wirkung auf die Spannungsrisskorrosion haben. Insgesamt versagen alle C-Ringe durch Rissausbreitung und nicht durch Querschnittsminimierung.

Literatur

[1] L. Yang, Y. Huang, Q. Peng, F. Feyerabend, K.U. Kainer, R. Willumeit: Mechanical and corrosion properties of binary Mg–Dy alloys for medical applications. Mater. Sci. Eng. B 176 (2011), S. 1827-1834

[2] D. Tolnai, P. Staron, A. Staeck, H. Eckerlebe, N. Schell, M. Müller, J. Gröbner, N. Hort: In Situ Synchrotron Radiation Diraction of the Solidification of Mg-Dy(-Zr) Alloys. Magnesium Technology 2016, S. 17-21

[3] D. Li, J. Dong, X. Zeng, C. Lu: Transmission electron microscopic investigation of the phase transformation in a Mg–Dy-Nd alloy. Mater. Charact. 61 (2010), S. 818-823

[4] B. Smola, I. Stulikova, J. Cerna, J. Cızek, M. Vlach: Phase transformations in MgTbNd alloy. Phys. Status Solidi A 208 (2011), S. 2741–2748

[5] W. Jin, G. Wu, H. Feng, W. Wang, X. Zhang, P.K. Chu: Improvement of corrosion resistance and biocompatibility of rare-earth WE43 magnesium alloy by neodymium self-ion implantation. Corros. Sci. 94 (2015), S. 142–155

[6] R. Arrabal, A. Pardo, M.C. Merino, M. Mohedano, P. Casajús, K. Paucar, G. Garcés: Effect of Nd on the corrosion behaviour of AM50 and AZ91D magnesium alloys in 3.5 wt.% NaCl solution. Corros. Sci. 55 (2012), S. 301–312

[7] R. Eifler, J.M. Seitz, C.M. Weber, S. Grundke, J. Reifenrath: MgNd2 alloy in contact with nasal mucosa: An in vivo and in vitro approach. J. Mater. Sci. 27 (2016), 25

[8] S. Jafari, S.E. Harandi, R.K. Singh Raman: A Review of Stress-Corrosion Cracking and Corrosion Fatigue of Magnesium Alloys for Biodegradable Implant Applications. JOM 67 (2015), S. 1143-1153

[9] L. Choudhary, R.K. Singh Raman, J. Hofstetter, P.J. Uggowitzer: In-vitro characterization of stress corrosion cracking of aluminium-free magnesium alloys for temporary bio-implant applications. Mater. Sci. Eng. C 42 (2014), S. 629-636

[10] M.B. Kannan, W. Dietzel, C. Blawert, A. Atrens, P. Lyon: Stress corrosion cracking of rare-earth-containing magnesium alloys ZE41, QE22 and Elektron 21 (EV31A) compared with AZ80. Mater. Sci. Eng. A 480 (2007), S. 529–539

[11] B.S. Padekar, R.K. Singh Raman, V.S. Raja, P. Paul: Stress corrosion cracking of a recent rare earth containing Mg alloy, EV31A, and a common Al-containing alloy, AZ91E. Corros. Sci. 71 (2013), S. 1-9

[12] R. Singh, Corrosion evaluation and monitoring practices. In Training Programme on Industrial Corrosion: Evaluation and Mitigation; NML: Jamshedpur, India (2007), S. 48-67

[13] ASTM International. Standard Practice for Making and Using C-Ring Stress-Corrosion Test Specimens; ASTM G38-01(2013); ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2013

[14] P. Maier, B. Clausius, J. Wicke, N Hort: Characterization of an Extruded Mg-Dy-Nd Alloy during Stress Corrosion with C-Ring Tests. Metals 10, 5 (2020), 584

Werkstoffentwicklung für extreme Bedingungen – Wichtige Prüfungen und neue Ansätze

Development of materials for extreme conditions – Important test methods and new approaches

C. Steinborn, Fraunhofer-Institut für keramische Technologien und Systeme IKTS
U. Gaitzsch, Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung IFAM

Kurzfassung – Im vorliegenden Beitrag werden verschiedene Prüfmethoden vorgestellt, die für die Entwicklung neuer Hochtemperaturwerkstoffe einen wichtigen Beitrag leisten. Es wird die Härteprüfung bei hohen Temperaturen gezeigt, die bei der Entwicklung von Schneidwerkstoffen und Randschichthärtung von Stählen Anwendung findet. Anhand der Entwicklung von Turbinenwerkstoffen wird die Untersuchung der Korrosionsstabilität im strömenden Brenngas, d. h. bei Temperaturen bis 1450 °C vorgestellt, die auch für die Entwicklung von Schutzschichten von Interesse ist. Am Beispiel von pulvermetallurgisch hergestelltem MoSiBTi wird aufgezeigt, wie anhand von Hochtemperaturbiegefestigkeitsprüfungen im Vakuum und begleitenden Gefügeanalysen, die Materialien charakterisiert und der Wärmebehandlung optimiert werden kann. Abschließend wird ein Verfahren zur Festigkeitsmessung vorgestellt, das flexibel für sehr kleine Proben und dünne Substrate genutzt werden kann, wie sie verstärkt in der Leistungselektronik eingesetzt werden.

Stichwörter: Hochtemperaturhärte, Heißgaskorrosion, Festigkeit und Bruchzähigkeit kleiner Proben und dünner Substrate

Abstract – In this paper, various special tests, for the development of thermo-mechanically and/or corrosively stressed materials, are presented. First, Vickers hardness testing at high temperatures is demonstrated for resistant cutting materials and surface hardened steel. Based on the development of turbine materials, the investigation of corrosion stability in flowing fuel gas, i.e., at temperatures up to 1450 °C, is presented, which is also of interest for the development of environmental barrier coatings. Further, the optimization of a heat treatment process for powder metallurgically produced MoSiBTi, based on high temperature bending strength tests in vacuum and additional microstructural analyses, is shown. Finally, methods for determination of strength are presented for cases where small or very thin samples, such as substrates for power electronics, are available.

Keywords: high temperature hardness, hot gas corrosion, strength and fracture toughness of small samples and thin substrates

1 Einleitung

Für die Entwicklung leistungsfähiger Werkstoffe, die hohen Einsatztemperaturen widerstehen und bei Einsatz in Verbrennungsprozessen zusätzlich korrosionsstabil sein müssen, bedarf es geeigneter Prüflösungen. Anhand von vier Beispielen werden Prüfmethoden vorgestellt, die für die Kennwertermittlung unter anwendungsnahen Bedingungen einen wichtigen Beitrag leisten.

2 Warmhärtemessung für die Schneidstoffentwicklung

Ein Beispiel sind neue Schneidwerkstoffe wie Co-freie Hartmetalle und SiAlON-Werkstoffe, die durch eine höhere Standzeit effizientere Zerspanungsprozesse ermöglichen. Mit einem am IKTS aufgebauten Warmhärteprüfstand, in **Bild 1** gezeigt, kann die Vickershärte bei erhöhter Temperatur gemessen werden, wie sie während der Zerspanung an der Werkzeugscheide auftreten und damit warmfeste Schneidstoffe mit belastungsadaptierten Härte-Zähigkeitsverhältnis entwickelt werden.

In **Bild 2** links ist die Vickershärte für zwei Hartmetalle mit unterschiedlichem Gehalt an Co-Binder gezeigt, einem für höhere Einsatztemperaturen modifizierten Binder und binderfreies Hartmetall.



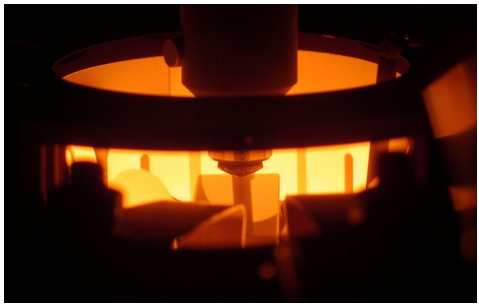
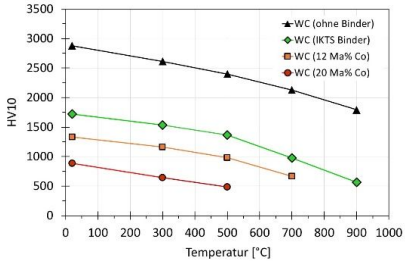


Bild 1: Warmhärteprüfanlage für Vickershärteprüfung bis 1500 °C (links); setzten von Härteeindrücke in die Probenoberfläche bei 900 °C, 10^{-5} mbar (rechts)
Figure 1: Set-up for high temperature Vickers hardness testing up to 1500 °C (left), positioning of the hardness indents at 900 °C, 10^{-5} mbar (right)

Die Warmhärte steht in Zusammenhang mit der Formstabilität der Werkzeugschneide und Standzeit des Fräsers. Die höchsten Härtewerte erreicht binderfreies WC. Der mit einer Anhebung der Härte einhergehende Zähigkeitsabfall ist für Schruppbearbeitung etc. ungünstig, da das Risiko für Ausbrüche an der Werkzeugschneide steigt. Durch Modifizierung der Binderzusammensetzung begleitet von Warmhärteprüfungen ist es gelungen, geeignete Hartmetalle zu entwickeln, die sich durch eine höhere Warmhärte bei ausreichender Zähigkeit auszeichnen. Die Warmhärteprüfanlage ist flexibel einsetzbar. Durch Absenkung der Prüflast können auch Randschichten zum Verschleißschutz bei höheren Temperaturen untersucht werden. In **Bild 2** rechts sind Härteverläufe eines randschichtgehärteten Stahls für 20 °C bis 400 °C gezeigt. Die Ergebnisse der Warmhärteprüfung zeigen, dass sich mit zunehmender Temperatur die Schichthärte dem Härteniveau des Kernwerkstoffs annähert. Damit kann eine kritische Einsatztemperatur ermittelt werden, oberhalb derer die Schicht keinen Beitrag mehr zum Verschleißschutz leisten kann.



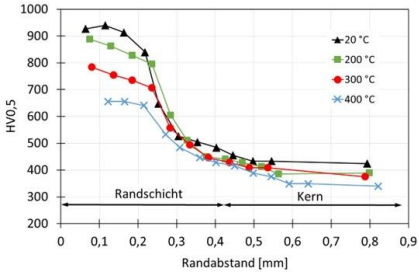


Bild 2: Vickershärte verschiedener Hartmetalle für Zerspanungsanwendungen im Temperaturbereich 20 °C bis 900 °C (links); Härteverläufe eines randschichtgehärteten Stahls für 20 °C bis 400 °C
Figure 2: Vickers hardness of tungsten carbides for cutting applications from 20 °C to 900 °C (left); hardness profiles of surface hardened steel from 20 °C to 400 °C

3 Heißgastests an neuen Turbinenwerkstoffen

Neben thermo-mechanischer Belastung werden Turbinenwerkstoffe zusätzlich durch Korrosion im Heißgasstrom beansprucht. Da für die Entwicklung heißgasstabiler Werkstoffe und Schutzschichten (EBC) statische Auslagerungsversuche unzureichend sind, wurde der in **Bild 3** gezeigte Heißgasprüfstand aufgebaut für Korrosionsuntersuchungen im strömenden Brenngas (50 m/s bis 100 m/s), bei Temperaturen von 950 °C bis 1450 °C [2]. In der Brennkammer wird über angesaugte Luft Methan (Stadtgas) verbrannt. Die entstehenden Rauchgase werden in eine Probenkammer geführt, wobei über ein Verdampfersystem zusätzlich Wasserdampf eingeleitet wird und darüber der Wasserdampfpartialdruck eingestellt [3]. Die Korrosionsbeständigkeit wird anhand Änderung der Probenmasse und begleitenden Gefügeanalysen, die für eine Bewertung der Schädigung wichtig sind, bewertet.

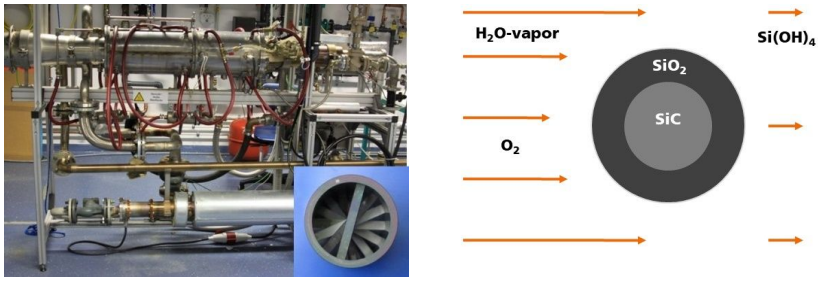


Bild 3: Heißgasprüfstand mit Probenhalter und Biegestabproben (3 mm x 4 mm x 36 mm) zur Prüfung der Korrosionsstabilität von Turbinenwerkstoffen und Schutzschichten (links); Schema Heißgaskorrosion mit 1. Oxidation, 2. Hydroxidbildung und 3. Abtrag der Hydroxide durch Gasstrom (rechts)
Figure 3: High temperature burner rig and sample holder with bending bars (3 mm x 4 mm x 36 mm) for corrosion tests of turbine materials and barrier coatings (left); schematic illustration of degradation processes: 1. oxidation, 2. formation of hydroxides, and 3. Removal of hydroxides (right)

Die Entwicklung neuer Turbinen mit deutlich höherer Effizienz ist ein wichtiger Forschungsschwerpunkt auf dem Weg, die angestrebten Klimaziele zu erreichen. Die Anhebung des Wirkungsgrades erfordert höhere Verbrennungstemperaturen, ohne dass durch aktive Bauteilkühlung Verluste die Gesamtbilanz verschlechtern. Neben der Entwicklung thermisch stabiler Beschichtungen wird der Ansatz verfolgt, thermisch hochbelastete Bauteile der Brennkammer durch keramische Faserverbundwerkstoffe zu ersetzen. Die geringe Dichte, die hohe thermische Stabilität (bis 1400 °C) und ein mittels Fasern eingestelltes quasiduktiles Bruchverhalten zeichnen diese Werkstoffklasse aus. In **Bild 4** links ist das Gefüge eines Modellwerkstoffs mit heißgasstabiler Yttriumsilikatmatrix nach Heißgaskorrosion (1200 °C, 150 h) gezeigt. Ohne Schutzschicht dringt Sauerstoff durch Defekte in die Werkstoffoberfläche ein. Durch einsetzende Oxidation der SiC-Fasern (SiO_2-Bildung) kommt es zur Expansion und Rissbildung, sodass die Schädigung weiter voranschreiten kann. Parallel kommt es im wasserdampfhaltigen Heißgasstrom zur Hydroxidbildung an der Oberfläche und damit zum Materialabtrag [3]. Die langfristige Folge dieser Schädigungsprozesse ist der Verlust der mechanischen Integrität, gekennzeichnet durch den starken Abfall der gemessenen Biegefestigkeit (**Bild 4** rechts). Basierend auf den Untersuchungen im Heißgasprüfstand wurden sowohl Substratwerkstoffe als auch Schichtsysteme (EBC) entwickelt und aufeinander abgestimmt.

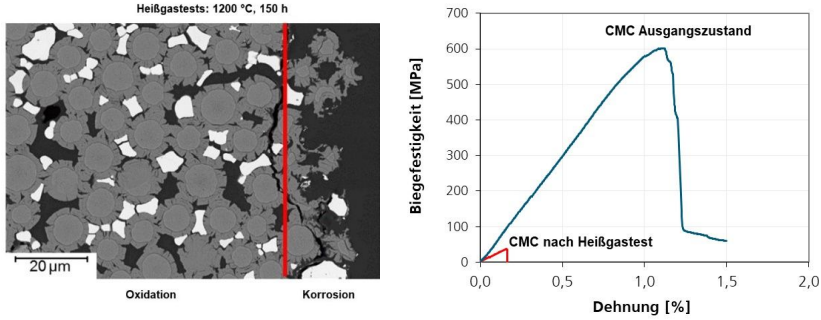


Bild 4: Gefüge eines keramischen Faserverbundwerkstoffs aus Yttriumdisilikat verstärkt mit hochtemperaturstabilen Siliziumkarbidfasern nach Heißgaskorrosion bei 1200 °C, 150 h, 100 m/s, p_{H2O}= 25,3 kPa (0,25 atm) (links); 4-Punkt-Biegefestigkeit: Material im Ausgangszustand und nach Heißgastest (rechts)
Figure 4: Microstructure of ceramic matrix composite (CMC) based on Yttria disilicate matrix and Silicon carbide fibers after burner rig test: 1200 °C, 150 °C, 100 m/s, p_{H2O}= 25,3 kPa (0,25 atm) (left), 4 point-bending-strength of CMC as received and after burner rig test

4 Festigkeitsmessung von MoSiB-Legierung bei hohen Temperaturen

MoSiB-Werkstoffe werden als Ersatz für Superlegierungen diskutiert, insbesondere bei der Anwendung in Gasturbinen. Dabei soll eine höhere Gasturbineneintrittstemperatur für einen höheren Wirkungsgrad sorgen. Pulvermetallurgische Herstellungsverfahren erlauben hier die Herstellung eines Werkstoffs mit metallischer Molybdän-Mischkristall-Matrix. Diese Art von Gefüge verleiht dem Werkstoff eine gewisse Duktilität, wohingegen Werkstoffe mit intermetallischer Matrix ausnahmslos spröde sind und in einer Turbinenanwendung nicht eingesetzt werden können. Die Zugabe von Titan erlaubt die deutliche Absenkung der Dichte von etwa 9,4 g/cm³ auf ca. 7,5 g/cm³, also unter den Wert von Ni-Basis-Superlegierungen. Darüber hinaus hat Titan noch zwei weitere Effekte in der Legierung. Eine der sich ausscheidenden intermetallischen Phasen wird destabilisiert, nämlich Mo_3Si, stattdessen bildet sich durch eutektoiden Zerfall das oxidationsstabilere und kriechresistentere $(Mo,Ti)_5Si_3$, mit Titan auf den Molybdänplätzen. Ferner sorgt das Titan in der Molybdän-Mischkristallmatrix für die Ausscheidung von $(Ti,Mo)_5Si_3$ – Nanopartikeln. Diese Partikel verhindern die Segregation von Silizium an den Korngrenzen und können so die Übergangstemperatur spröd-duktil senken. In der derzeitigen pulvermetallurgischen Herstellungsroute ist allerdings noch relativ viel Sauerstoff in den Einsatzstoffen, welcher in der Kompaktierung und Wärmebehandlung zu Titanoxid reagiert. Dieses wirkt versprödend. Ein Gefügebild ist in **Bild 5** dargestellt. Die Ausscheidungen in der hellsten Phase (Mo-Mischkristall) sind die angesprochenen Silizide. Die streifigen Bereiche sind die durch eutektoiden Zerfall entstandenen Gemische aus Mo-Mischkristall und $(Mo,Ti)_5Si_3$.

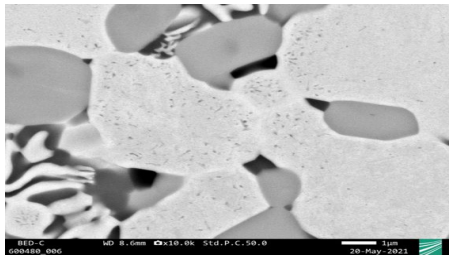


Bild 5: Gefügebild einer MoSiBTi-Legierung
Figure 5: Microstructure of MoSiBTi alloy

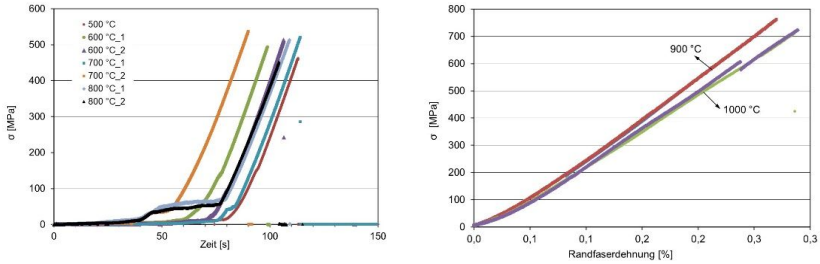


Bild 6: Optimierung von Wärmebehandlungsprozessen für MoSiBTi-Werkstoffe anhand von Biegefestigkeitsmessungen im Vakuum bei 500 °C bis 800 °C (links), Biegefestigkeit nach HIP Nachverdichtung für 900 °C und 1000 °C (rechts)
Figure 6: Optimization of heat treatment processes for MoSiBTi materials based on bending strength measurements in vacuum at 500 °C to 800 °C (left), bending strength after additional hot isostatic pressing (HIP) for 900 °C and 1000 °C (right)

Die Herstellung der Proben erfolgte hier über SPS (Spark Plasma Sintering). In der folgenden Wärmebehandlung zur Einstellung der nötigen Phasen bildet sich Diffusionsporosität. Die Biegekurven sind in **Bild 6** links dargestellt. Die Proben brechen durch die vorhandene Porosität im Temperaturbereich 500 °C bis 800 °C ausnahmslos spröde, interessanterweise bei dem gleichen Spannungsniveau von etwa 500 MPa. Die Nachverdichtung durch HIP sorgt für einen beginnende Zähigkeit bei etwa 900 °C. Die erzielte Dehnung ist allerdings noch deutlich kleiner als 1 % und lässt noch Raum für Optimierung. Die Festigkeit steigt durch die Eliminierung der Porosität auf etwa 700 MPa trotz Anhebung der Testtemperatur (**Bild 6** rechts).

5 Ball on 3 Ball Test für Festigkeitsprüfung dünner Substrate

Häufig ist bei der Entwicklung neuer Werkstoffe das zur Verfügung stehende Material begrenzt. Wichtige mechanische Kennwerte wie Zugfestigkeit, E-Modul und Bruchzähigkeit können dann nicht mit standardisierten Prüfverfahren wie Zug- und Biegeversuchen bestimmt werden. In dem Fall bedarf es neuer Prüfansätze. Ein Blick auf die Prüfung anderer Materialklassen kann helfen. Eine hohe Flexibilität bietet z. B. der ball-on-three-ball Test (B3B-Test) [4], der die Festigkeitsmessungen von sehr kleinen bis größeren Proben ermöglicht (**Bild 7** links und **Bild 8** rechts).

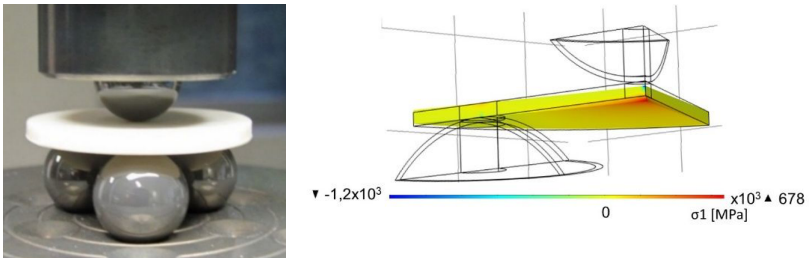


Bild 7: Festigkeitsmessung mit B3B-Tests (links); Simulation liefert Spannungsverteilung und effektiv belastetes Probenvolumen
Figure 7: Strength measurement by B3B-test (left), simulation for evaluation of stress distribution and loaded sample volume

Die zulässige Probengröße ist vorrangig durch die verfügbaren Auflagerkugeln begrenzt. Der Aufwand für die Probenpräparation ist gering. Für die Prüfung dünner Substrate aus

ZrO_2, AlN, Si_3N_4 mit Dicken unter 0,5 mm sind Biegeversuche für die Festigkeitsmessung ungeeignet. Aufgrund starker Durchbiegung des Prüfkörpers, die ein Vielfaches der Probendicke erreicht, treten nichtlineare Effekte auf, die Korrekturen bei der Spannungsberechnung erforderlich machen. Zugversuche stellen keine einfachere Alternative dar, da vergleichsweise viel Probenmaterial und Aufleimer für die Einspannung benötigt werden. Außerdem sind bei Materialien geringer Dehnung die Festigkeitswerte in besonderem Maße durch die Qualität der Schnittkanten beeinflusst. Für ein tiefergehendes Verständnis der Degradation der Substrate in Brennstoffzellen ist die Festigkeit bei Betriebstemperatur und nach Auslagerung in unterschiedlichen Gaszusammensetzungen wichtig [5]. Für die Bestimmung der HT-Festigkeit wurde die Auflagerkugeln durch temperaturstabile Si_3N_4-Kugeln ersetzt und der Aufbau in eine Universalprüfmaschine mit Ofentechnik integriert.

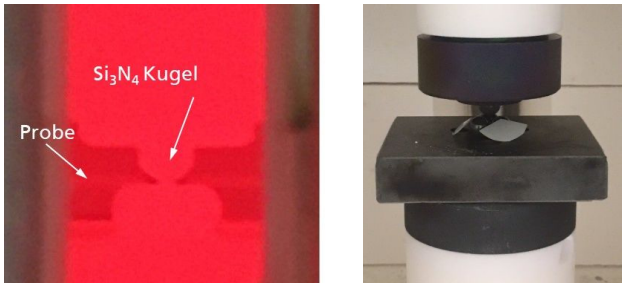


Bild 8: Biaxiale Festigkeitsmessung mit B3B-Test - ein Blick in den Ofen bei 850 °C (links), nach dem Versuch (rechts)
Figure 8: Biaxial strength measurement with B3B-test – a look inside the furnace at 850 °C (left), after the tests (right)

Für die Entwicklung derartiger Prüfmethoden ist die begleitende Simulation wichtig. Fragestellungen zu Spannungsüberhöhungen an den Auflagern, Gültigkeit der Spannungsberechnung und den zu Grunde gelegten bruchmechanischen Modellen können beantwortet und Fehlerquellen lokalisiert werden.

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Für die Entwicklung neuer Hochleistungswerkstoffe, die komplexen thermo-mechanischen bis korrosiven Beanspruchungen standhalten müssen, wie sie in Energieerzeugungsmaschinen auftreten, bedarf es geeigneter Prüfmethoden. Häufig liefern etablierten Verfahren, wie Festigkeitsmessungen bei Raumtemperatur und statische Auslagerungeversuche zur Bewertung der Korrosionsbeständigkeit Kennwerte, mit denen das Werkstoffverhalten unter Einsatzbedingungen nur unzureichend vorhergesagt werden kann. Dies ist Motivation für die Entwicklung neuer Prüfmethoden. Alternativ kann die Adaption von Prüfverfahren aus anderen Materialklassen Abhilfe schaffen.

Literatur

[1] H. Klemm, N. Nake, A. Bales: Bestimmung der Warmhärte von metallischen und keramischen Hochtemperaturwerkstoffen, HTM Journal of Heat Treat. and Mat. 66 (2011), S. 269-274

[2] M. Fritsch: Heißgaskorrosion keramischer Werkstoffe in H_2O-haltigen Rauchgasatmosphären, Dissertation TU Dresden, 2011

[3] W. Kunz: Entwicklung selbstheilender Materialien zum Korrosionsschutz für Keramiken in Hochtemperaturanwendungen, Dissertation TU Dresden, 2018

[4] R. Danzer, W. Harrer, P. Supancic, T. Lube: The ball on three balls test—Strength and failure analysis of different materials, Journal of European Ceramic Society 27 (2007), S. 1481-1485

[5] F. Fleischhauer, R. Bermejo, R. Danzer: High temperature mechanical properties of zirconia tapes used for electrolyte supported solid oxide fuel cells, Journal of Power Sources 273 (2015), S. 237-243

Deformationsverhalten einer laserpulverauftragsgeschweißten Korrosionsschutzbeschichtung aus 1.4301

Deformation behavior of a laser powder cladded anti-corrosion coating made of AISI 304

A.T. Zeuner, Technische Universität Dresden
L. Gerdt, Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS
P. Grün, Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS
M. Barbosa, Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS
J. Kaspar, Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS
M. Zimmermann, Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS
und Technische Universität Dresden

Kurzfassung – Mittels Laserpulverauftragschweißen können Korrosionsschutzschichten generiert werden, welche aufgrund der metallurgischen Verbindung hervorragende Anbindung an den Grundwerkstoff aufweisen. Der Stahl mit der Werkstoffnummer 1.4404 ist einer der am häufigsten verwendeten Beschichtungswerkstoffe der nichtrostenden, austenitischen Stähle. Dieser Werkstoff zeichnet sich zwar durch hervorragende Korrosionseigenschaften aus, bietet im Falle einer mechanischen Belastung jedoch einen vergleichsweise geringen Verschleißschutz. Der Stahl mit der Werkstoffnummer 1.4301 hingegen zeigt neben guten Korrosionseigenschaften ein deformationsinduziertes, martensitisches Transformationsverhalten, das zu einer deutlichen Zunahme mechanischer Kennwerte führen kann. Dies bietet das Potential, beim Auftreten von Verschleiß 1.4301 als kosteneffiziente Alternative zu nutzen. Im Rahmen der vorgestellten Arbeiten wurde das martensitische Transformationsverhalten einer laserpulverauftraggeschweißten Korrosionsschutzschicht aus 1.4301 unter statischer und zyklischer Eindringprüfung charakterisiert.

Stichwörter: Metastabiler austenitischer Stahl, Druckbelastung, sphärischer Indenter, Phasentransformation

Abstract – Laser powder cladding can be used to generate corrosion protection coatings which, due to the metallurgical bond, exhibit excellent adhesion to the base material. The steel AISI 316 is one of the most frequently used coating materials of austenitic stainless steels. Although this material is characterized by excellent corrosion properties, it offers comparatively low wear protection against mechanical loading. In contrast, the steel AISI 304 exhibits not only good corrosion properties but also a deformation-induced, martensitic transformation behavior that can lead to a significant increase in mechanical properties. This offers the potential to use AISI 304 as a cost-effective alternative when wear occurs. In the work presented here, the martensitic transformation behavior of a laser powder clad corrosion protection coating made of AISI 304 was characterized under static and cyclic compressive indentation loading.

Keywords: Metastable austenitic steel, compressive loading, spherical indenter, phase transformation

1 Einleitung

Viele in der technischen Anwendung etablierte, metallische Korrosions- und Verschleißschutzschichten enthalten hohe Mengen an spezifischen Elementen wie Chrom, Nickel oder Kobalt. Diese Elemente unterliegen zukünftig aber verstärkt dem Risiko einer stark eingeschränkten Verfügbarkeit auf dem Weltmarkt [1, 2]. Eisenbasierte Metallschutzschichten könnten hier für ausgewählte Anwendungen eine Alternative darstellen, da signifikant geringere Mengen der genannten Elemente zur Legierungsbildung verwendet werden, als es beispielsweise für Hartstoffschichtsysteme der Fall ist. Der Stahl mit der Werkstoffnummer 1.4301 zeigt gute Korrosionseigenschaften und eine verformungsinduzierte Phasentransformation von kubisch flächenzentriertem γ-Austenit in kubisch raumzentrierten α'-Martensit. Diese führt zu einer Steigerung der mechanischen Eigenschaften. Unter Ausnutzung der Phasentransformation könnte dieser Werkstoff eine vielversprechende Alternative zu dem bisher als Beschichtungswerkstoff in der Regel verwendeten Stahl mit der Werkstoffnummer 1.4404 darstellen. Da es sich bei Letzterem um einen stabilen Austenitstahl handelt, lässt sich in

diesem Fall der Effekt der Phasentransformation nicht als festigkeitssteigernder Mechanismus nutzen, so dass auf Chrom-, Nickel- oder Kobalt-Basislegierungen zurückgegriffen werden muss, wenn eine ausreichende Festigkeit mit einer hohen Korrosionsresistenz einhergehen soll. Das Verhalten eines metastabilen austenitischen Stahls unter zyklischer Zug-Druckbelastung (R = -1) wurde bereits von Krupp et al. untersucht [3]. Dabei konnte gezeigt werden, dass die deformationsinduzierte Martensitumwandlung bei zyklischer Belastung mittels einer Sigmoidfunktion beschrieben werden kann. Das bedeutet, dass die Phasentransformation nicht sofort einsetzt, sobald plastische Verformung in das Material eingebracht wird. Die Bedingungen zur Martensitbildung werden zuerst in Körnern erreicht, die über einen hohen Schmidfaktor verfügen.

Zur Herstellung hochwertiger Korrosions- und Verschleißschutzschichten wird zunehmend das Laserauftragschweißen in industriellen Anwendungen eingesetzt [4, 5]. Um das Anwendungspotential einer metastabilen austenitischen Beschichtung bewerten zu können, wurde das Deformationsverhalten einer laserpulverauftraggeschweißten Korrosionsschutzschicht aus 1.4301 untersucht. Hierbei kam eine Eindringprüfung mit sphärischem Indenter zum Einsatz, wobei Lasten statisch und zyklisch aufgebracht wurden.

2 Experimentelle Methoden

Ferritischer Stahl DD13 wurde als Substratwerkstoff und Pulver des Stahls 1.4301 mit einer Kornfraktion +45 -90 µm (NMD New Materials GmbH, Rosenheim, Deutschland) wurde als Beschichtungswerkstoff verwendet. Die chemische Zusammensetzung beider Werkstoffe ist in **Tabelle 1** dargestellt. Der am Fraunhofer IWS entwickelte Auftragschweißkopf COAXpowerline © kam für den Laserpulverauftragschweiß-Prozess zum Einsatz. Dabei handelt es sich um eine koaxiale Ringdüse mit einem Pulverfokusdurchmesser von 1,9 bis 2,2 mm. Die Größe des Pulverfokusdurchmessers wird durch die Pulverförderrate und den Trägergasvolumenstrom bestimmt.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung des verwendeten Substratstahls DD13 und des Beschichtungspulvers 1.4301 (HA – Herstellerangaben, EDX – Eingangskontrolle mittels REM/EDX)

Table1 Chemical composition of the used substrate steel DD13 and coating powder 1.4301 (HA - manufacturer's data, EDX - incoming inspection by means of SEM/EDX)

Element [wt-%]	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	C
1.4301 (HA)	bal.	19.10	10.60	1.50	0.60	k.A.
1.4301 (EDX)	bal.	19.70	10.50	1.60	0.60	k.A.
DD13 (HA)	bal.	0.02	0.02	0.33	0.01	0.02

Das Laserpulverauftragschweißen fand in einer Ar-Atmosphäre bei einem Arbeitsabstand von 13 mm statt. Für eine optimale Pulverausnutzung wurde ein Laserspotdurchmesser von 3,81 mm verwendet. Es wurde ein 4 kW Diodenlaser der Laserline GmbH eingesetzt. Die Gesamtpulverförderrate betrug 10 g/min. Alle Proben wurden mit einer Laserleistung von 1700 W und einer Prozessgeschwindigkeit von 700 mm/min geschweißt. Die beschichteten Proben wurden nach dem Auftragschweißen einer Wärmebehandlung bei T = 1100 °C für t = 30 min unterzogen, um eine vollständige Austenitisierung des Gefüges zu realisieren.

Die verformungsinduzierte martensitische Umwandlung wurde mittels statisch und zyklisch aufgebrachter Eindringprüfung im Beschichtungswerkstoff initiiert. Dafür wurde eine Kugel aus dem Stahl 100Cr6 (1.3505) als sphärischer Indenter mit einem Durchmesser von d = 8 mm verwendet und die Beschichtung mit einer Kraft von F = 8 kN belastet, wie schematisch in **Bild 1** gezeigt. Dabei wurde die Anzahl der Lastzyklen N = 1, 10.000 und 100.000 variiert. Für die Versuche mit N > 1 wurde stets eine Mindestkraft von 100 N gehalten, sodass

der Indenter während des Versuches nicht von der Probenoberfläche abhob. Für die Versuche mit N = 1 wurde die Belastung mit $\dot{F}$ = 1 kN/s aufgebracht. Die Vermessung der Eindrücke nach Aufbringen der statischen bzw. zyklischen Druckbelastung wurde mittels eines 3D-Digitalmikroskops der Firma Keyence (Osaka, Japan) an insgesamt drei Proben durchgeführt und die Mittelwerte der Eindrucktiefe und -fläche ermittelt. Die verformten Bereiche neben dem Eindruck wurden nachträglich mittels des Rasterelektronenmikroskops (REM) JEOL JSM 7800F (Akishima, Japan) mit dem Rückstreudetektor (EBSD) der Firma NordlysNano (Abingdon, UK) auf α'-Martensitbildung untersucht. Um eine gute Qualität der Kikuchi-Linien der EBSD-Messung zu gewährleisten, wurde die Oberfläche der Proben bereits vor der Druckbelastung metallographisch präpariert. Die Vorbereitungsmethodik umfasste das Schleifen der Oberfläche mit SiC-Papier bis zur Körnung 4000 und anschließendes elektrolytisches Polieren im A2-Elektrolyt der Firma Struers.

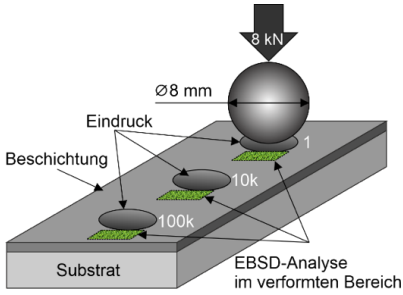


Bild 1: Versuchsanordnung zur Analyse der verformungsinduzierten martensitischen Umwandlung unter Druckbelastung.
Figure1: Experimental setup for analysis of deformation induced martensitic transformation under compressive stresses.

2.1 Ergebnisse und Diskussion

In **Bild 2a** sind exemplarisch die Darstellungen der 3D-Rekonstruktion der Eindrücke nach dem Aufbringen der Druckbelastung für die verschiedenen Lastzyklen dargestellt. Weiter sind die ermittelten Werte der Eindrucktiefe und -fläche aufgeführt. Es ist erkennbar, dass die Erhöhung der Anzahl von Lastzyklen zu keiner signifikanten Vergrößerung des Eindrucks führte. Das bedeutet, dass der Großteil der plastischen Verformung bereits nach dem ersten Lastzyklus erreicht wurde. Die Verformung wird unter anderem durch die Gleitbänder an der Oberfläche an den Eindruckrändern deutlich, was in **Bild 2b-d** gezeigt ist.

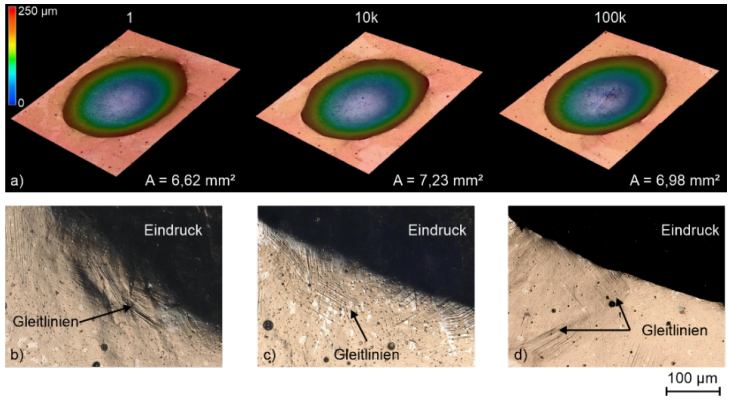


Bild 2: Analyse der Eindrücke, 3D-Rekonstruktion der Eindrücke für N = 1, 10.000, 100.000 (a), mittels REM untersuchte Gleitlinien an den Eindruckrändern für N = 1 (b), 10.000 (c), 100.000 (d).

Figure 2: Analysis of indentations, 3D reconstruction of indentations for N = 1, 10,000, 100,000 (a), slip lines at the indentation edges examined by SEM for N = 1 (b), 10,000 (c), 100,000 (d).

Die Gleitbänder beziehungsweise deren Kreuzungspunkte (letztere sind auf den in **Bild 2** dargestellten Oberflächen nicht erkennbar) gelten bei den metastabilen austenitischen Stählen als potentielle Keime für die Bildung des verformungsindizierten α'-Martensit [6]. Daher wurden diese Bereiche nachträglich nach dem Beaufschlagen der Druckbelastung an Querschliffen mittels REM-EBSD analysiert. Die EBSD-Aufnahmen sind in **Bild 3** zu sehen. Durch die relativ lange Glühdauer von 30 min bei 1100 °C wurde ein grobkörniges austenitisches Gefüge eingestellt, was in **Bild 3a-c** erkennbar ist. **Bild 3d-f** zeigt exemplarisch die Bereiche, in denen mehrere Gleitbänder für die unterschiedlichen Lastwechselzahlen untersucht wurden. **Bild 3g-i** zeigt die zugehörigen Phasenanalysen mittels EBSD.

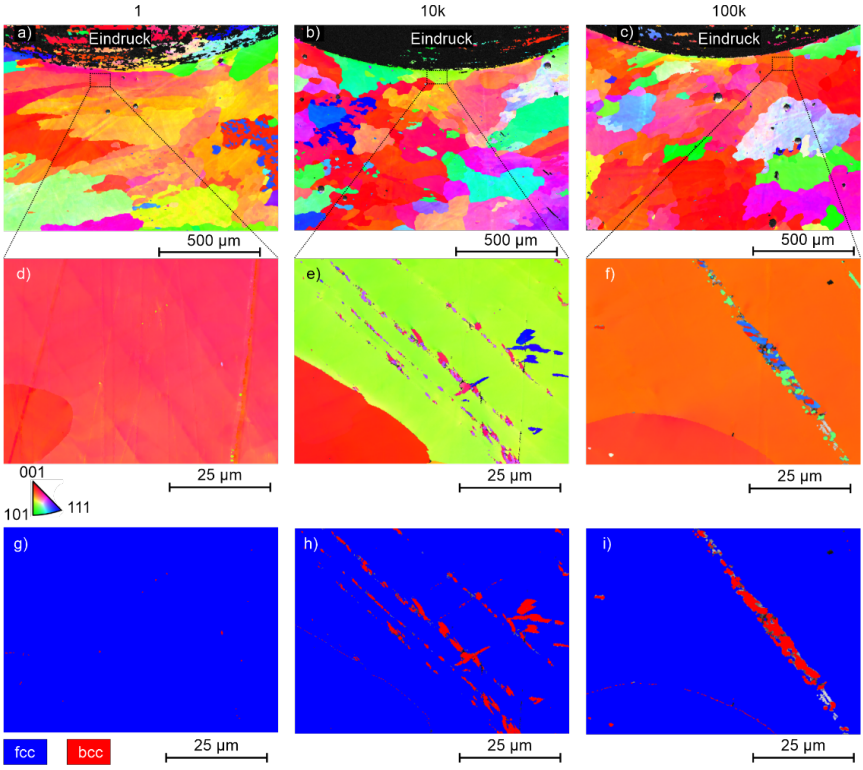


Bild 3: REM-EBSD Aufnahme der Kornorientierung als Übersichtsaufnahme mit N = 1 (a), 10.000 (b) und 100.000 (c) Zyklen, REM-EBSD Aufnahme der Kornorientierung des Verformungsbereichs neben dem Eindruck mit N = 1 (d), 10.000 (e) und 100.000 (f) Zyklen, REM-EBSD Phasenanalyse des Verformungsbereichs neben dem Eindruck mit N = 1 (g), 10.000 (h) und 100.000 (i) Zyklen.

Figure 3: SEM-EBSD image of grain orientation as overview image with N = 1 (a), 10,000 (b) and 100,000 (c) cycles, SEM-EBSD image of grain orientation of deformation region adjacent to indentation with N = 1 (d), 10,000 (e) and 100,000 (f) cycles, SEM-EBSD phase analysis of deformation region adjacent to indentation with N = 1 (g), 10,000 (h) and 100,000 (i) cycles.

Bei den Proben, welche nur mit einem einzigen Belastungszyklus beaufschlagt wurden, konnte keine krz-Phase und entsprechend keine martensitische Umwandlung festgestellt werden. Erst bei Erhöhung der Lastzyklenzahl auf 10.000 bzw. 100.000 wurden einzelne Bereiche mit krz-Struktur beobachtet, welche auf die Bildung eines verformungsinduzierten α‘-Martensits hinweisen. Diese Bereiche sind in den Gleitbändern vorzufinden. Eine quantitative Auswertung der Phasenumwandlung bei diesen Prüfbedingungen war nicht möglich. Dies war darauf zurückzuführen, dass die Bereiche mit α‘-Martensit sehr fein und inhomogen verteilt vorlagen, was dazu führte, dass für eine zuverlässige Identifizierung der krz-Phase die klassische Lichtmikroskopie ungeeignet war und die EBSD-Analyse eine relativ hohe Vergrößerung (>1000x-fach) und eine niedrige Schrittweite (0,1 µm) benötigte. Somit war der Aufwand für die Analyse der Phasenanteile aus einem großen Oberflächenbereich mittels EBSD nicht sinnvoll abbildbar. Die Ergebnisse deuteten jedoch daraufhin, dass durch die Erhöhung der Lastzyklenzahl von 10.000 auf 100.000 der Anteil an α‘-Martensit nicht in deutlichem Umfang zunahm.

Aus den hier vorgestellten Beobachtungen lässt sich daher ableiten, dass beim Aufbringen des ersten Belastungszyklus bereits ein Großteil der plastischen Verformung in den Werkstoff eingebracht wurde. Das Aufbringen weiterer Zyklen führte nicht zu einer signifikanten Zunahme der Eindruckfläche und -tiefe. Allerdings führte diese initiale plastische Verformung nicht zur α'-Martensitbildung. Das bedeutet, dass in diesem ersten Verformungsschritt die nötigen Voraussetzungen zur Phasentransformation nicht gegeben waren. Die Phasentransformation wird vor allem durch die chemische Zusammensetzung des Werkstoffs, die Höhe der plastischen Verformung und die bei der Verformung vorliegende Starttemperatur beeinflusst. Da die ersten beiden Größen für alle untersuchten Lastszenarien annähernd identisch waren, lässt sich die Vermutung aufstellen, dass durch den mehrachsigen Verformungszustand und die hohe Verformungsgeschwindigkeit während der Indentation der Werkstoff adiabatisch erhitzte. Damit wurde die Martensitstarttemperatur überschritten und es kam nicht zu einer α'-Martensitbildung. Das ist der Zustand, der für N = 1 eingefroren wurde.
Die chemische Zusammensetzung spielte in diesem Zusammenhang wahrscheinlich ebenfalls eine entscheidende Rolle, da mit über 10 % der Anteil an Nickel im Werkstoff sehr hoch war. Dieser hohe Anteil senkte die Neigung zur Phasentransformation deutlich, weswegen die Martensitstarttemperatur entsprechend niedrig ausfiel [7]. Erst durch das Einbringen hoher Verformungsgrade wurde sie in den Bereich der Raumtemperatur angehoben. Dementsprechend ist es denkbar, dass für eine Beschichtung mit deutlich niedrigerem Nickel-Gehalt um 8 % auch bei diesen Prüfbedingungen bereits beim ersten Lastzyklus α'-Martensit gebildet werden könnte. Durch das Aufbringen weiterer Lastzyklen wurde die nötige Energie bereitgestellt, um nach dem Unterschreiten der Martensitstarttemperatur den verformten γ-Austenit an Kreuzungspunkten der Gleitbänder martensitisch umwandeln zu lassen. Dies erfolgte vermutlich innerhalb eines oder einiger weniger Lastzyklen nach Unterschreiten der Martensitstarttemperatur, weshalb es zu keinem signifikanten Unterschied in der α'-Martensitbildung zwischen 10.000 und 100.000 Lastzyklen kam, da der Grad an plastischer Verformung für beide Zustände vergleichbar hoch ausfiel.

3 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die hier präsentierten Untersuchungen wurden mit dem Ziel durchgeführt, das Anwendungspotential von laserpulverauftragsgeschweißten Beschichtungen aus 1.4301 als Korrosionsschutzschicht mit erhöhtem Verschleißschutz zu bewerten. Der erhöhte Verschleißschutz im Vergleich zum stabilen austenitischen 1.4404 sollte durch die Phasentransformation von γ-Austenit zu α'-Martensit erreicht werden. Allerdings musste festgestellt werden, dass aufgrund der Prüfbedingungen und dem hohen Anteil an Nickel im Werkstoff innerhalb des ersten Belastungszyklus – der einen Großteil der plastischen Verformung umsetzte – kein α'-Martensit gebildet werden konnte. Somit fällt der Verschleißschutz im Vergleich zu einer stabilen austenitischen Beschichtung für N = 1 nicht höher aus. Erst durch das Aufbringen weiterer Lastzyklen kam es zur martensitischen Umwandlung.
Damit sich die Phasentransformation zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften nutzen lässt, muss die Neigung zur martensitischen Umwandlung erhöht werden. Dafür soll der Nickelgehalt deutlich in Richtung 8 % gesenkt werden. Außerdem kann die Oberfläche der Beschichtung bereits vorab mit einer plastischen Verformung beaufschlagt werden, um die α'-Martensitumwandlung zu beschleunigen. Dies kann durch Prozesse wie Kugelstrahlen oder Überwalzen realisiert werden.

Danksagung – Die Autorenschaft bedankt sich für die im Rahmen des BMBF-Vorhabens „Adaptive Metallbeschichtungen nach dem Prinzip der biologischen Modifikation“ (FKZ: 13XP5140) bereitgestellten Fördermittel.

Literatur

[1] Graedel, T.E., Harper, E.M., Nassar, N.T., Nuss, P., Reck, B.K. (2015). Criticality of metals and metalloids, Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, Vol. 112, No. 14, 4257–4262, doi: 10.1073/pnas.1500415112.

[2] Woydt, M., Gradt, T., Hosenfeldt, T., Rolf, L., Rienäcker, A., Wetzel, F.J., Wincierz, C. Tribology in Germany: Interdisciplinary technology for the reduction of CO2-emissions and the conservation of resources: An Expert Study of the German Society for Tribolo-gy, Gesellschaft für Tribologie e.V. – GfT.

[3] Krupp, U., West, C., Christ, H.-J. (2008). Deformation-induced martensite formation during cyclic deformation of metastable austenitic steel: Influence of temperature and carbon content, Materials Science and Engineering: A, 481-482, 713–717, doi: 10.1016/j.msea.2006.12.211.

[4] Renderos, M., Torregaray, A., Gutierrez-Orrantia, M.E., Lacoste, E., Girot Mata, F. (2021). CET Model to Predict the Microstructure of Laser Cladding Materials, In: Cavaliere, P. (ed.), Laser Cladding of Metals, Springer International Publishing, Cham, 59–135, doi: 10.1007/978-3-030-53195-9_4.

[5] Cavaliere, P. (ed.) (2021). Laser Cladding of Metals, Springer International Publishing, Cham, doi: 10.1007/978-3-030-53195-9.

[6] Bracke, L., Kestens, L., Penning, J. (2007). Transformation mechanism of α′-martensite in an austenitic Fe–Mn–C–N alloy, Scripta Materialia, Vol. 57, No. 5, 385–388, doi: 10.1016/j.scriptamat.2007.05.003.

[7] Nohava, J., Mušálek, R., Matějíček, J., Vilémová, M. (2014). A contribution to understanding the results of instrumented indentation on thermal spray coatings — Case study on Al2O3 and stainless steel, Surface and Coatings Technology, Vol. 240, 243–249, doi: 10.1016/j.surfcoat.2013.12.033.

Flexible Nutzung eines Mehraxial-Prüfstandes bei der Untersuchung von Hochtemperatur- und Reibermüdung sowie des Reibverschleißes

Flexible use of a multi-axial test rig in the investigations of high-temperature and friction fatigue as well as wear

P. Hahn und A. Thomas, Siempelkamp Prüf- und Gutachter-Gesellschaft mbH, Dresden
P. Duó und H. Schlums, Rolls-Royce Deutschland Ltd & Co KG, Dahlewitz

Kurzfassung – Eine valide Lebensdauervorhersage von Flugtriebwerkskomponenten erfordert neben der Abbildung des einaxialen Ermüdungsverhaltens die Berücksichtigung mehrachsiger Beanspruchungen. Im Rahmen eines Luftfahrtforschungs- und Technologieprogramms von Rolls-Royce wurde ein servohydraulischer Mehraxial-Prüfstand errichtet. Die Durchführung eines umfangreichen Testprogramms mit LCF-Versuchen bei erhöhten Temperaturen an Kreuzproben ermöglichte die Entwicklung und Validierung von Modellen zur Lebensdauervorhersage des Scheibenwerkstoffes Udimet720Li.

Aufgrund seiner flexiblen Bauweise konnte der Mehraxial-Prüfstand für Reibermüdungs- und Verschleißversuche umgerüstet werden. Statisch und dynamisch belastete Flachproben aus dem Schaufel- und Scheibenwerkstoff Ti-6Al-4V wurden dabei durch seitlich angepresste Reibpads beansprucht. Erste vielversprechende Ergebnisse ermöglichen Untersuchungen vom Zusammenwirken relevanter Beanspruchungsparameter und deren Auswirkungen auf Verschleiß und Ermüdung.

Stichwörter: Mehraxial-Prüfstand, Hochtemperaturermüdung, Verschleiß

Abstract – A valid service life prediction of aircraft engine components requires, in addition to the representation of uniaxial fatigue behavior, the consideration of multiaxial stresses. As part of a research and technology program of Rolls-Royce, a servo-hydraulic multi-axial test rig was set up. The extensive test program with LCF tests at elevated temperatures on cruciform specimens enabled the development and validation of life prediction models for the disc material Udimet720Li.

Due to its flexible design, the multi-axial test rig could be modified for friction fatigue and wear tests. Statically and dynamically loaded flat specimens made of the blade and disk material Ti-6Al-4V were stressed by pressed-on friction pads. First promising results allow investigations of the interaction of relevant loading parameters and their effects on wear and fatigue.

Keywords: Multi-axial test rig, high-temperature fatigue, wear

1 Einleitung

Eine valide Lebensdauervorhersage von Flugtriebwerkskomponenten erfordert neben der Abbildung des einaxialen Ermüdungsverhaltens die Berücksichtigung mehrachsiger Beanspruchungen. Für die experimentellen Untersuchungen wurden im Rahmen eines durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz geförderten Luftfahrtforschungs- und Technologieprogramms (LuFo-Projektnummer 20T9903) mit der Rolls-Royce Deutschland Ltd & Co KG ein servohydraulischer Mehraxial-Prüfstand errichtet. Teil 1 dieses Beitrags zeigt die wesentlichen Ergebnisse dieser Forschungsarbeit.

Das Projekt LuFoV/2 / "HiTTTurb" (Förderkennzeichen 20T1521) beinhaltete Untersuchungen, bei denen unter möglichst anwendungsnahen Beanspruchungen das Reibermüdungs- und Verschleißverhalten charakterisiert werden sollte. Der vorhandene Kreuzprobenprüfstand mit flexibel montierbaren servo-hydraulischen Prüfzylindern konnte schnell und kosteneffizient für die neue Versuchsart umgerüstet werden. Im zweiten Teil des Beitrages wird auf ausgewählte Ergebnisse der Verschleißversuche eingegangen.

2 Hochtemperaturermüdung

2.1 Experimentelles

Zur mehrachsigen Charakterisierung des zyklischen Ermüdungsverhaltens wurde ein umfangreiches Testprogramm mit Biaxial-Kreuzprobenversuchen (**Bild 1**) bei erhöhten Temperaturen durchgeführt. Untersucht wurde der Scheibenwerkstoff Udimet720Li. Die Beanspruchungen wurden lastgeregelt über zwei um 90° versetzte Hydraulikzylinder aufgebracht und orientierten sich an den Beanspruchungen von Membranbereichen der Turbinenscheiben. Insgesamt wurden 36 in-phase LCF-Versuche bei 650, 675 und 700 °C geprüft (Lastverhältnisse zwischen den Achsen: 1, 0,75, 0,5 und 0,25 mit Haltezeiten von 1 bzw. 120 s).

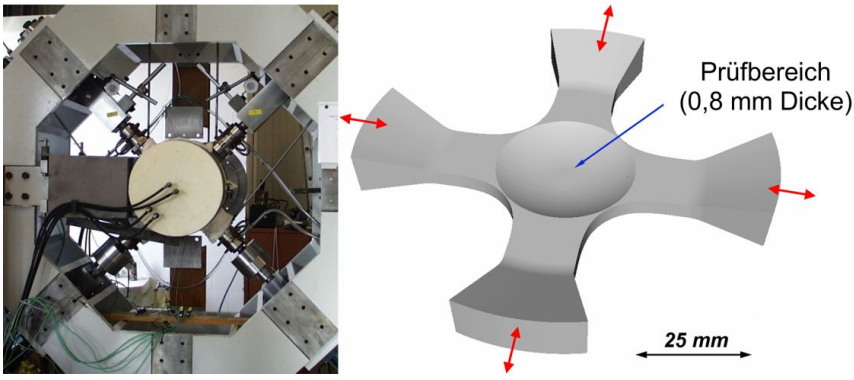


Bild 1: Mehraxial-Prüfstand mit 2 um 90° versetzten Hydraulikzylindern, Probe in Ofenkammer (links), schematische Darstellung der Kreuzprobe (rechts) [2]
Figure 1: Multi-axial test stand with 2 hydraulic cylinders offset by 90°, specimen in the furnace chamber (left), schematic view of the cruciform specimen (right) [2]

2.2 Ergebnisse und Diskussion

Die Kreuzprobenversuche wurden von Rolls-Royce mit Hilfe interner Finite-Element Lösungen nachgerechnet. Die Rechenansätze sind in [1] und [2] ausführlich diskutiert. Es wurde sowohl die Anrisslebensdauer als auch die Rissfortschrittslebensdauer berücksichtigt. In **Bild 2** sind die experimentell ermittelten Lebensdauern den berechneten für verschiedene Temperaturen und Lastverhältnisse gegenübergestellt. Ein großer Teil der Ergebnisse liegt innerhalb eines Streubandes mit dem Faktor 2. Insbesondere bei den Versuchen mit langer Haltezeit wird eine gute Vorhersagegenauigkeit erreicht. Die Ergebnisse zeigten zudem, dass bei kurzen Haltezeiten und kleinen Lastverhältnissen der Ermüdungsanteil an der Anrisslebensdauer dominiert. Die Kriechlebensdauer gewinnt bei größeren Lastverhältnissen und steigenden Temperaturen an Bedeutung. Grundsätzlich dominierte bei den Versuchen die Anrisslebensdauer im Vergleich zur Rissfortschrittslebensdauer. Erst bei langen Haltezeiten steigt der Anteil auf 20 bis 50 % von der Gesamtlebensdauer. [1, 2]

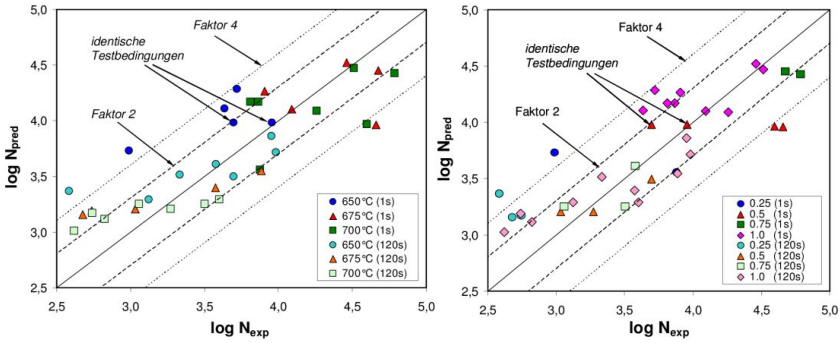


Bild 2: Vergleich von experimentell ermittelten und berechneten Lebensdauern der Biaxial-LCF-Versuche mit verschiedenen Temperaturen (links) und verschiedenen Lastverhältnissen (rechts) [1]

Figure 2: Comparison of experimental and calculated lifetimes of biaxial LCF tests at different temperatures (left) and different load conditions (right) [1]

2.3 Zusammenfassung Hochtemperaturermüdung

Nach der Planung und Errichtung eines Mehraxial-Prüfstandes wurde ein umfangreiches Testprogramm mit LCF-Versuchen durchgeführt. Die Kreuzproben wurden bei verschiedenen Beanspruchungen geprüft, auf deren Basis Werkstoffmodelle zur Lebensdauervorhersage erfolgreich entwickelt und validiert wurden. [1, 2]

3 Reibermüdung und -verschleiß

3.1 Experimentelles

Zur Charakterisierung des Reibermüdungs- und Verschleißverhaltens des Schaufel- und Scheibenwerkstoffs Ti-6Al-4V erfolgte ein Umbau des Mehraxial-Prüfstandes. In dem neuen Testaufbau wurden längskraftbeanspruchte Flachzugproben (Spannung T) durch beidseitig angepresste Reibpads (Anpresskraft P) beansprucht, die sich zudem zyklisch oszillierend bewegten (Reibweg ± d). Die Probenentnahme erfolgt direkt aus von Rolls-Royce Deutschland zur Verfügung gestellten Turbinenkomponenten.

Das Prüfkonzept der Reibermüdungsversuche orientiert sich an der Beanspruchung der Schaufelfüße beim Kontakt mit der Turbinenscheibe bei Starts und Landungen. Vergleichbare Versuchsaufbauten kamen in [3, 4, 5] zur Anwendung (**Bild 3)**.

Eine umfassende Instrumentierung der Proben gewährleistete eine genaue Datenerfassung der anliegenden Kräfte und Wege. Nach Beendigung der Versuche wurde die Verschleißtopografie der Kontaktflächen an Flachproben und Reibpads mit Hilfe einer optischen 3D-Vermessung erfasst. Zudem wurde bei einigen Proben der Masseverlust mithilfe einer Feinwaage bestimmt.

Im Rahmen des Prüfprogrammes wurden 85 Versuche mit unterschiedlichen T-Spannungen, Anpresskräften, Reibwegen, Frequenzen der Reibpad-Bewegung und Zyklenanzahlen durchgeführt.

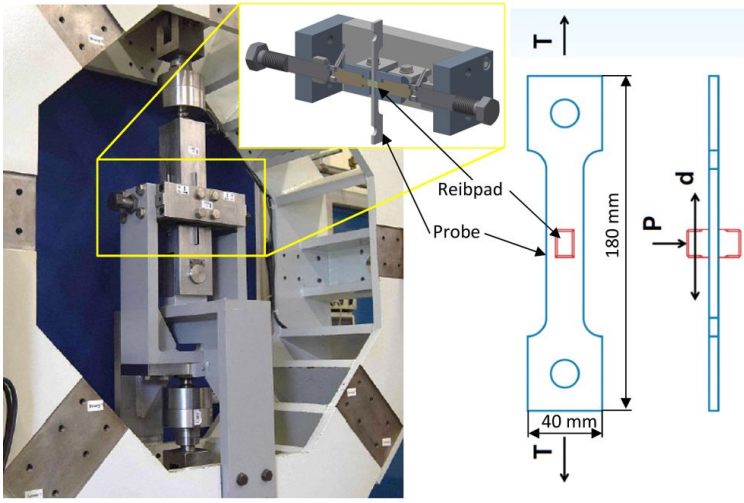


Bild 3: Mehraxial-Prüfstand mit Prüfeinrichtung für Verschleißversuche, Probe mit Reibpads
Figure 3: Multi-axial test stand with test equipment for wear tests, a specimen with friction body

3.2 Ergebnisse und Diskussion

Bild 4 zeigt den durch Verschleiß hervorgerufenen Masseverlust der Proben und Reibpads in Abhängigkeit des gesamten Reibweges (Aufsummierung der einzelnen Reibzyklen) und für verschiedene Anpressdrücke pm. Der Masseverlust, der erst ab einem gesamten Reibweg von ca. 25 m mit der eingesetzten Feinwaage messbar erscheint, steigt erwartungsgemäß mit zunehmendem gesamtem Reibweg an. Die Pads weisen mit Ausnahme einer Probe einen größeren Masseverlust auf als die Proben, d. h. sie verschleißen stärker.

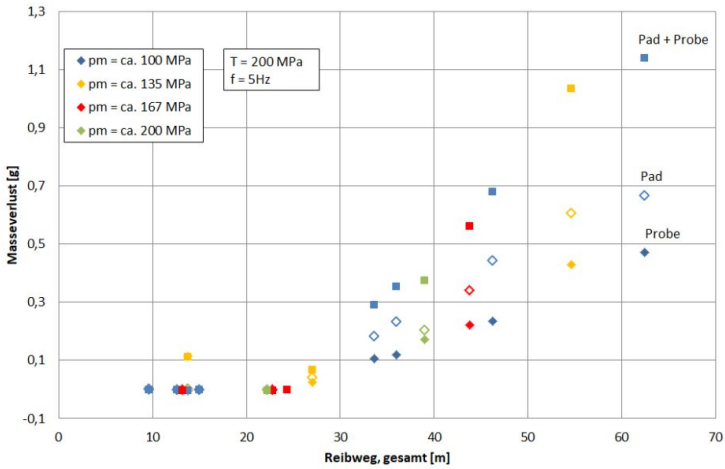


Bild 4: Masseverlust in Abhängigkeit des Reibweges und der Anpressdrücke der Reibpads
Figure 4: Mass loss as a function of the friction distance and the surface pressure of the friction bodies

In **Bild 5** ist der Frequenzeinfluss der Reibpads auf den Masseverlust von Proben und Pads dargestellt. Mit zunehmender Frequenz kommt es bei gleicher Zyklenanzahl und annähernd gleichem Reibweg zu einer leichten Erhöhung des Masseverlusts.

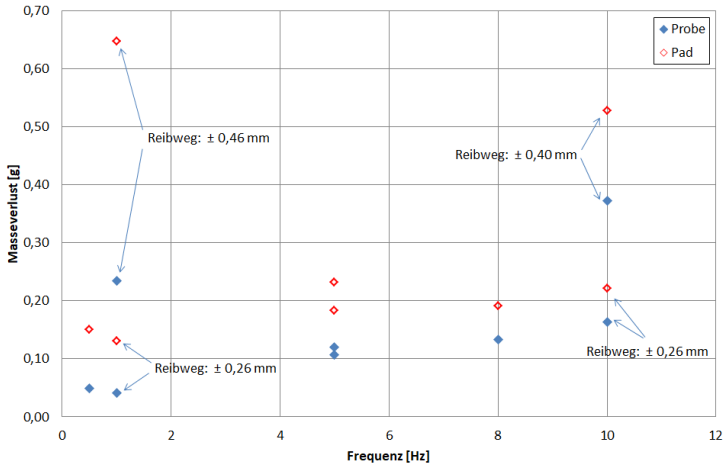


Bild 5: Masseverlust in Abhängigkeit von der Frequenz (T-Spannung = 200 MPa, 30.000 Zyklen)
Figure 5: Mass loss as a function of frequency (T-stress = 200 MPa, 30,000 cycles)

Nach Archard besteht ein annähernd linearer Zusammenhang zwischen abgetragenem Verschleißmaterial und der durch die Reibungskräfte verrichteten Arbeit bei Gleitverschleiß [6, 7]. Die Steigung beim Vergleich von berechnetem und gemessenem Verschleißvolumen ist dabei ein Maß für das Ausmaß des Verschleißes. Bei den durchgeführten Untersuchungen ergibt sich ein Anstieg von 1,49E-5 gemittelt für alle Anpressdrücke pm, was nach [7, 8] einem eher milden Verschleiß entspricht (**Bild 6**).

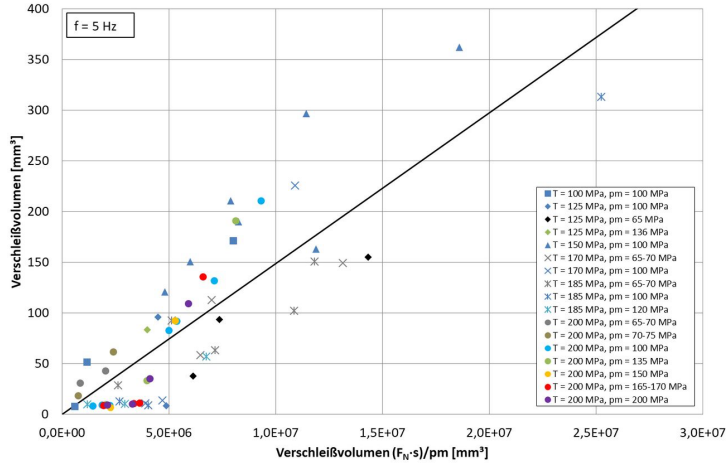


Bild 6: Auswertung der Verschleißvolumina nach [6, 7, 8]
Figure 6: Evaluation of wear volumes according to [6, 7, 8]

3.3 Zusammenfassung Reibermüdung- und -verschleiß

Die durchgeführten Reibermüdungs- und Verschleißversuche konnten erwartete Korrelationen bestätigen. Die Verschleißtiefe und der Masseverlust durch Verschleißabrieb nehmen annähernd linear mit dem Verschleißweg zu. Bei höheren Prüffrequenzen erhöht sich der Verschleiß ebenso. Es konnte kein eindeutiger Effekt der Probenlängskraft (T-Spannung) auf den Masseverlust und die Verschleißtopografie festgestellt werden.

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Die Versuchsdaten der umfangreichen LCF-Versuche bei erhöhten Temperaturen an Kreuzproben bildeten die Basis für eine erfolgreiche Entwicklung und Validierung von Modellen zur Lebensdauervorhersage. Die Rechenmodelle erzielten eine gute Genauigkeit bei der Nachrechnung der experimentell ermittelten Lebensdauern für den Scheibenwerkstoff Udimet720Li. [1, 2]

Die Ergebnisse der Reibermüdungs- und -verschleißversuche bilden eine Grundlage für die Entwicklung und Optimierung von Modellen und Gesetzmäßigkeiten zur Charakterisierung des Reibverschleißverhaltens der Ti-Legierung. Basierend auf den gewonnenen Ergebnissen und Erkenntnissen sollen zukünftig numerische Modelle entwickelt werden, mit deren Hilfe eine valide und genaue Vorhersage des Verschleißverhaltens möglich wird. Zudem wird die Charakterisierung weiterer Werkstoffe wie z. B. Nickelbasiswerkstoffe angestrebt. Auf Basis der erlangten Erfahrungen und Erkenntnisse sollen prüftechnische Optimierungen vorgenommen werden (z. B. motorisch gesteuertes Aufbringen der seitlichen Anpresskräfte P).

Danksagung – Mein besonderer Dank gilt dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die finanzielle Förderung der LuFo-Projekte (FKZ 20T9903 und 20T1521).

Literatur

[1] H. Schlums, W. Rothkegel, Á. Varga, A. Thomas: Lebensdauervorhersage von zweiachsig beanspruchten Kreuzproben der Nickelbasislegierung UDIMET720Li bei erhöhten Temperaturen. 39. Tagung des DVM-Arbeitskreises Bruchvorgänge, Dresden 2007

[2] H. Schlums, W. Rothkegel, Á. Varga, A. Thomas: Evaluation of Lifetime Prediction Methods for Multiaxial Fatigue on the Basis of Biaxial Testing of the Disc Alloy Udimet720Li at Elevated Temperatures. 6th Engineering Integrity Society International Conference on Durability and Fatigue, Cambridge UK 2007

[3] J. Bellecave, S. Pommier, Y. Nadot, J. Meriaux, J.A. Araújo: T-stress based short crack growth model for fretting fatigue. Tribology International 76 (2014), S. 23-34

[4] J. Meriaux, S. Fouvry, K. J. Kubiak, S. Deyber: Characterization of crack nucleation in TA6V under fretting-fatigue loading using the potential drop technique. International Journal of Fatigue 32 (2010), S. 1658-1668

[5] D. Nowell, D. Dini, D. A. Hills: Recent developments in the understanding of fretting fatigue. Engineering Fracture Mechanics 73 (2006), S. 207-222

[6] J.F. Archard: Contact and Rubbing of Flat Surfaces. Journal of Applied Physics 24 (1953), S. 981-988

[7] H. Czichos, K.-H. Habig, Tribologie-Handbuch, Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik, Springer Vieweg Verlag (1992)

[8] M.J. Davison: Investigation of material and porosity effects during labyrinth seal rubs in aeroengines. Master Thesis TU Berlin und Rolls-Royce Deutschland Ltd & Co KG, Dahlewitz (2021)

Zyklischer Ritztest an unterschiedlich dotierten amorphen Kohlenstoffbeschichtungen

Repetitive scratch test on differently doped amorphous carbon coatings

E. Wilsnack[1], M. Zawischa[1], S. Makowski[1], M. Zimmermann[1,2]
[1] Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik IWS, Dresden
[2] Technische Universität Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaft, Dresden

Kurzfassung – Der zyklische Ritztest ist eine alternative Versuchsführung zum herkömmlichen progressiven Ritztest. Er erlaubt Rückschlüsse über das Verhalten einer Beschichtung unter einer wiederholt aufgebrachten Belastung. In dieser Arbeit wurden verschieden dotierte amorphe Kohlenstoffbeschichtungen mit ähnlicher Schichtdicke mithilfe des zyklischen Ritztests untersucht, welche durch die unterschiedlichen zugegebenen Elemente teils sehr unterschiedliche Eigenschaften aufwiesen. Die dabei aufgenommenen Reibkraftdaten und Eindringtiefen erlaubten die Unterscheidung verschiedener Phasen des Versagens. Eine Schwäche des zyklischen Ritztests ist es, dass die entstehenden Schäden erst nach Abschluss der Versuche optisch untersucht werden können. Es wurde eine einfache Versuchsführung erprobt, um hier Abhilfe zu schaffen. Diese erlaubte verschiedene Zwischenstände optisch zu untersuchen und so das Versagen der Beschichtung besser charakterisieren zu können.

Stichwörter: Zyklischer Ritztest, Multi-pass Ritztest, amorphe Kohlenstoffbeschichtungen

Abstract – The repetitive or cyclic scratch test is an alternative test procedure to the conventional progressive scratch test. It allows conclusions to be drawn about the behavior of a coating under a repeatedly applied load. In this work, differently doped amorphous carbon coatings with similar layer thicknesses were investigated using repetitive scratch tests. Some of the coatings exhibited very different properties due to the different elements added. The recorded friction coefficients and penetration depths allowed different phases of failure to be distinguished. A weakness of the repetitive scratch test is that the resulting damages can only be examined visually after the tests have been completed. A simple test procedure was tested to remedy this. This allowed different intermediate states to be examined optically and thus easier characterization of the coating failure.

Keywords: repetitive scratch test, multi-pass scratch test, amorphous carbon coatings, DLC

1 Einleitung

In wasserstofffreien amorphen Kohlenstoffbeschichtungen liegt der Kohlenstoff sowohl im sp^2- als auch im sp^3-hybridisierten Zustand vor. Bei einem überwiegenden Anteil von sp^3-Bindungen, wird die Bezeichnung tetraedrisch amorphe Kohlenstoffbeschichtung (kurz ta-C) verwendet, andernfalls spricht man von amorphen Kohlenstoffbeschichtungen (a-C). Sowohl ta-C- als auch a-C-Beschichtungen weisen sehr gute tribologische und mechanische Eigenschaften auf. Besonders ist dabei die hohe Härte von bis zu 80 GPa hervorzuheben. Die Schichteigenschaften sind von dem Anteil von sp^3- bzw. sp^2-Bindungen abhängig. Dabei führt ein höherer sp^3-Anteil zu einer höheren Härte, Dichte und höherem E-Modul, aber auch zu teilweise sehr hohen Druckeigenspannungen. Durch die verwendeten Beschichtungsparameter kann die Bindungsbildung beeinflusst werden [1]. Außerdem können die Schichteigenschaften durch die Zugabe weiterer Elemente beeinflusst werden. Dies hat unter anderem auch das Ziel, die Zähigkeit der Beschichtungen zu erhöhen und die teils sehr hohen Schichteigenspannungen zu senken [2]. Des Weiteren sollen das Reibungs- und Verschleißverhalten der Beschichtungen verbessert werden.

Aufgrund ihrer guten tribologischen Eigenschaften werden amorphe Kohlenstoffbeschichtungen vor allem als Verschleißschutzschichten für beispielsweise Schneidwerkzeuge und Motorenbauteile eingesetzt.

Der Ritztest ist ein weit verbreitetes einfaches Verfahren, um Schichten hinsichtlich ihrer Haftfestigkeit, aber auch hinsichtlich ihres Versagensverhaltens zu untersuchen. Dabei wird ein Diamantstift mit bekannter Geometrie unter steigender Last über die Beschichtung geführt. Dies erzeugt einen komplexen Spannungszustand, welcher beim Überschreiten verschiedener Beanspruchungsgrenzen unterschiedliche Schadensereignisse hervorruft. Diese gewähren Rückschlüsse auf die Haftfestigkeit und/oder Rissfestigkeit der Beschichtung. Dabei wird zwischen kohäsiven (keine Schichtablösung) und adhäsiven (Schichtablösung) Schäden unterschieden. Die aufgebrachte Normalkraft, bei der erstmalig ein Versagenstyp auftritt, wird kritische Last L_C genannt. L_{C1} zeigt erste Risse, L_{C2} erste größere Schädigungen und L_{C3} das Durchreiben der Schicht in der Ritzmitte an. Die kritischen Lasten sind nicht allein von den Schichteigenschaften, sondern auch von den verwendeten Versuchsparametern abhängig [3].

Eine Schwäche des herkömmlichen progressiven Ritztests ist, dass er keine Aussagen über das Verhalten einer Beschichtung unter wiederholter unterkritischer Belastung gibt. Abhilfe kann der zyklische Ritztest schaffen, eine alternative Versuchsführung, bei der wiederholt eine konstante unterkritische Last in einer Ritzspur aufgebracht wird, um die Haltbarkeit und die Schädigungsmechanismen einer Beschichtung zu untersuchen. Anhand der während der Versuche aufgenommen Reibungskoeffizienten μ, der Eindringtiefe unter Last t_{load} und der nach Entlastung verbleibenden Tiefe t_{res} können Informationen über das Versagen der Schicht gewonnen werden [4; 5]. Da das Verfahren bisher noch nicht genormt ist, existiert keine allgemeingültige Vorgehensweise. So müssen die verwendeten Lasten und Zyklenzahlen anhand geeigneter Vorversuche frei gewählt werden. In dieser Arbeit soll untersucht werden, wie der zyklische Ritztest für die Untersuchung dotierter Kohlenstoffschichten verwendet werden kann.

2 Experimentelle Details

2.1 Untersuchte Beschichtungen

Es wurden vier Substratkörper aus gehärtetem Stahl (100Cr6) mittels Laser-Arc-Verfahren mit verschiedenen (t)a-C:X-Schichten beschichtet. Dabei gibt „X“ das jeweils zugefügte Element an. Des Weiteren wurden zwei weitere Kohlenstoffbeschichtungen ohne Dotierung hergestellt. Eine Liste der untersuchten Proben und einige ausgewählte Eigenschaften ist in **Tabelle 1** aufgetragen. Der Einfluss der zugefügten Elemente auf die gelisteten Schichteigenschaften steht aber nicht im Fokus dieser Arbeit.

Tabelle 1: Probenliste und ausgewählte Schichteigenschaften
Table 1: sample list and selected coating properties

Beschichtungstyp	Schichtdicke /μm	Härte /GPa	E-Modul /GPa	Eigenspannungen /GPa	Dotierstoffgehalt /%
ta-C	1,4 ± 0,2	52,2 ± 0,8	526 ± 13	-3,1 ± 0,4	0
a-C	1,3 ± 0,2	29,8 ± 0,8	311 ± 14	nicht gemessen	0
ta-C:B	1,6 ± 0,2	48,6 ± 1,4	528 ± 15	-3,3 ± 0,4	5,0
ta-C:Si	1,5 ± 0,2	41,9 ± 0,7	436 ± 8	-2,9 ± 0,3	5,7
a-C:Fe	1,6 ± 0,2	12,4 ± 0,2	162 ± 4	-2,6 ± 0,4	9,7
a-C:Mo	1,8 ± 0,2	25,8 ± 0,2	319 ± 8	-4,0 ± 0,5	5,4

2.2 Ritztest

Die Proben wurden in Vorbereitung der zyklischen Ritztests zunächst mittels des herkömmlichen progressiven Ritztests charakterisiert und die kritischen Lasten bestimmt. Auf jeder Probe wurden mindestens drei Ritze erzeugt. Dabei wurde L_{C2} von der Norm abweichend als das erste Auftreten von adhäsiven Schäden definiert. Diese traten in Form von Abplatzungen am Ritzrand oder dem Aufbrechen von Biegerissen in der Ritzmitte auf. Es wurden Indenter mit 20 µm Spitzenradius verwendet, um den Einfluss des Substrats möglichst gering zu halten [6]. Da die kritischen Lasten sich teilweise stark voneinander unterschieden, wurde für die zyklischen Ritztests ein Ansatz gewählt, in dem die verwendeten, konstanten Lasten anhand von L_{C2} bestimmt wurden. Es wurden drei Laststufen von 40 %, 60 % und 80 % von L_{C2} verwendet. Die bestimmten L_{C2} und die sich daraus ergebenden Prüflasten für die zyklischen Ritztests sind in **Tabelle 2** zusammengefasst.

Die zyklischen Ritztests wurden mit einer Ritzlänge von 0,5 mm und einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min durchgeführt. Pro Versuch wurden 50 Zyklen durchlaufen.
Außerdem wurde eine angepasste Versuchsführung des zyklischen Ritztests geprüft, bei der eine 1,5 mm lange Ritzspur in zehn gleichlange Abschnitte unterteilt und diese unterschiedlichen Zyklenzahlen ausgesetzt wurden. So wurden auf dem ersten Abschnitt fünf Zyklen, dem zweiten zehn Zyklen usw. durchgeführt, sodass der zehnte Abschnitt 50-mal überfahren wurde. Dies erlaubte die optische Auswertung der Versagensstadien. Diese Art der Versuchsdurchführung wird im Folgenden gestufter zyklischer Ritztest genannt. Alle Proben wurden bei 60 % von L_{C2} geprüft.

Tabelle 2: Kritische Last L_{C2} und die für die zyklischen Ritzteste verwendeten Lasten
Table 2: critical load L_{C2} and loads used in repetitive scratch tests

Beschichtungstyp	L_{C2} /N	0,4·L_{C2} /N	0,6·L_{C2} /N	0,8·L_{C2} /N
ta-C	0,87 ± 0,01	0,36	0,52	0,7
a-C	1,55 ± 0,13	0,62	0,93	1,24
ta-C:B	0,92 ± 0,01	0,37	0,56	0,74
ta-C:Si	0,94 ± 0,05	0,38	0,56	0,75
a-C:Fe	1,60 ± 0,25	0,64	0,96	1,28
a-C:Mo	1,42 ± 0,12	0,57	0,85	1,14

3 Ergebnisse

Die unterschiedlichen Laststufen führten wie erwartet zur Ausbildung verschiedener Grade der Schädigung der Schichten. Bei 40 % von L_{C2} beschränkten sich diese vor allem auf kohäsive Schädigungen, welche sich vor allem in Form von Rissen am Rand der Ritzspur auftreten. Lokal kommt es zu einer Überlagerung von kohäsiven Schäden, wodurch die Schicht zerrüttet wird. Dies wurde bei Beschichtungen mit höherer Härte (ta-C, ta-C:B und ta-C:Si) beobachtet. Die weichere a-C-Schicht wies geringere Schädigungen auf, die sich auf Risse am Ritzrand beschränkten, während bei der a-C:Mo-Beschichtung nach 50 Zyklen bei dieser Laststufe keine Schäden identifiziert werden konnten. Die aufgenommenen Reibkraftdaten wiesen kaum Auffälligkeiten auf. In den ersten Zyklen wurde das Verhalten von Ploughing dominiert, das heißt, der Reibungskoeffizient war stark erhöht, während die initiale Ritzspur erzeugt wurde. Anschließend fiel der Reibungskoeffizient auf ein mehr oder weniger konstantes Niveau ab. Neben dem Reibungskoeffizienten µ wurde auch die durchschnittliche Abweichung vom Mittelwert des Reibungskoeffizienten $\bar{d}(\mu)$ betrachtet. Diese kann als zusätzliches Indiz verwendet werden, um das Einsetzen des Schichtversagens zu identifizieren. Diese stieg bei einem Teil der Versuche bei 40 % von L_{C2} nach einigen Zyklen an, was auf eine Schädigung der Schicht hindeutet.

Bei den Versuchen auf der a-C:Fe-Schicht wurde ein anderes Verhalten beobachtet. Die Schicht platzte am Ritzrand großflächig auf und es kam vereinzelt zur Schichtablösung. In den aufgenommenen Reibkraftdaten lag ein starker Anstieg von μ und $\bar{d}(\mu)$ nach dem 28. Zyklus vor. Des Weiteren stiegen auch t_{load} und t_{res} ab dem gleichen Zyklus stark an.

Verhalten dieser Art wurde bei den beiden höheren Laststufen bei allen Schichten beobachtet. Bei härteren Beschichtungen bildete sich eine Ritzspur aus, in dem die Schicht in der Ritzmitte vollständig zerrüttet wurde und teilweise abgetragen wurde. An den Ritzspurrändern konnte lokal kohäsives Aufbrechen des umliegenden Schichtmaterials beobachtet werden. Beispielhafte Ritzbilder sind in

Bild *1* dargestellt. Auch hier wurde beobachtet, dass μ, t_{load} und t_{res} im Verlauf der Versuche anstiegen, wobei der Anstieg von μ deutlich eher einsetzte.

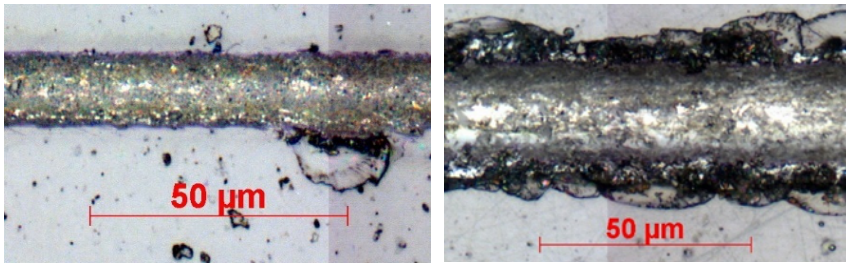


Bild 1: Ausschnitte aus Ritzbildern nach 50 Zyklen bei 0,6·L_{C2}; links: ta-C:Si, rechts: a-C:Mo
Figure 1: Sections of scratch images after 50 repetitions at 0.6·L_{C2}; left: ta-C:Si, right: a-C:Mo

Beschichtungen mit geringerer Härte wiesen deutlich stärkere Schädigungen an den Ritzrändern auf. Diese brachen häufig entlang der kompletten Ritzlänge auf und führten zur Schichtablösung. In der Ritzmitte wurde auch hier die Schicht vollständig zerrüttet und weitestgehend in nachfolgenden Zyklen abgetragen. Das Verhalten von μ, t_{load} und t_{res} ähnelte dem zuvor beschriebenen, es wurde jedoch beobachtet, dass nach dem μ ein Maximum erreichte, der Reibungskoeffizient absank und schließlich mehr oder weniger konstant blieb. Dieses Verhalten ist beispielhaft anhand der molybdändotierten Beschichtung in

Bild *2* aufgetragen

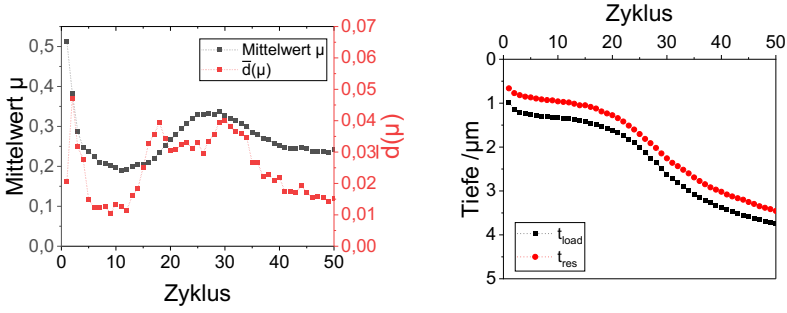


Bild 2: Ergebnisse des zyklischen Ritztests auf a-C:Mo nach 50 Zyklen bei 0,6·L_{C2}

Figure 2: Results of repetitive scratch test on a-C:Mo after 50 repetitions at 0.6·L_{C2}

Bei den gestuften zyklischen Ritztests lagen nach 50 Zyklen die gleichen Schadenserscheinungen wie bei den bisher beschriebenen Versuchen vor. Durch die Einteilung der Ritzspur konnten optische Analysen verschiedener Zwischenstadien durchgeführt werden. Aufgrund der Versuchsführung waren aber die aufgenommenen Reibkraftdaten und Eindringtiefen leicht verfälscht, wodurch nur noch eine qualitative Analyse der Ergebnisse möglich war.

4 Diskussion

Anhand der aufgenommenen Daten sowie der zusätzlichen Informationen, die aus den gestuften zyklischen Ritztesten gewonnen werden konnten, ist es möglich, das Versagen der Beschichtungen nachzuvollziehen.

Erstes Versagen tritt in der Form von Rissen am Ritzrand und teilweise in der Ritzmitte auf und führt zu einem Anstieg von μ und $\bar{d}(\mu)$. So kann ein kritischer Zyklus bestimmt werden, bei dem erste Schadensereignisse auftreten. Weitere Zyklen verursachen zusätzliche Schäden, weiten vorhandene Risse auf und führen so im Verlauf mehrerer Zyklen zur Zerrüttung des Schichtmaterials. Dieser Prozess führt zu einer Schwächung der Stützwirkung der Schicht, wodurch das unterliegende Substrat weiter verformt werden kann und t_{load} und t_{res} ansteigen. Zu diesem Zeitpunkt ist die Schicht stark geschädigt und weist kaum noch Schutzwirkung auf. Das zerrüttete Schichtmaterial in der Ritzmitte wird weiterhin überfahren und entweder abgetragen oder eingedrückt, wodurch die Ritzspur geglättet wird und der Reibungskoeffizient abfällt. Durch die stark ansteigende Eindringtiefe kommt es zur zusätzlichen Belastung der Ritzränder, wodurch, vor allem bei weicheren Schichten, zusätzliche starke Schädigungen verursacht werden.

Mithilfe der Reibkraftdaten wurden die Anzahl der Zyklen bis zu einem deutlichen Anstieg von μ oder $\bar{d}(\mu)$ für alle Beschichtungen bestimmt. Diese sind in

Bild *3* über der Schichthärte und den Schichteigenspannungen aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass härtere Schichten bei 40 % von L_{C2} ein tendenziell besseres Verhalten aufweisen als weiche Beschichtungen. Bei 60 % von L_{C2} kann aber im Gegensatz beobachtet werden, dass Schichten mit niedrigerer Härte später versagen. Dies ähnelt den Beobachtungen von Beake et al. und anderen Autor*innen, dass sich härtere Schichten nicht zwangsweise günstiger verhalten. Bei hoher Belastung und damit einhergehende plastische Verformung weisen weichere Beschichtungen einen höheren Widerstand gegen die Entstehung von Rissen auf. Bei geringen aufgebrachten Lasten verhalten sich wiederum härtere Beschichtungen günstiger [5].

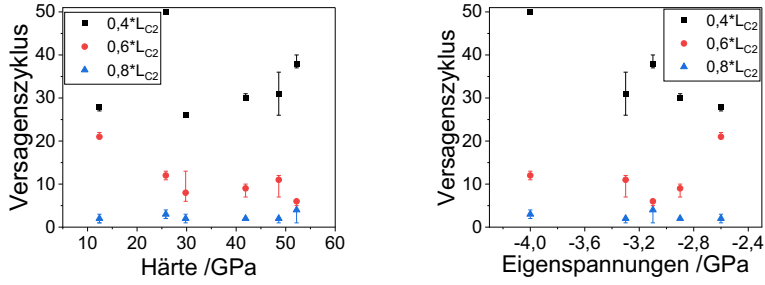


Bild 3: Versagenszyklen aufgetragen über der Härte (links) und den Schichteigenspannungen (rechts)
Figure 3: Repetitions to failure plotted against hardness (left) and residual stresses (right)

Des Weiteren scheinen hohe Schichteigenspannungen bei niedrigen Lasten frühes Versagen zu behindern, indem sie die Ausbreitung von Rissen erschweren. Bei höheren Lasten verschiebt sich das entstehende Spannungsmaximum in Richtung der Grenzfläche zwischen Schicht und Substrat, wo die hohen Schichteigenspannungen eine Schädigung eher begünstigen.

Dies zeigt deutlich, dass bei der Auswahl einer Beschichtung nicht allein die Schichteigenschaften relevant sind, sondern auch die erwartete Belastungsart zu beachten ist. Es ist aber auch zu beachten, dass die Beschichtungen nicht mit den gleichen absoluten Lasten geprüft wurden, sondern relativ zu ihrer kritischen Last im progressiven Ritztest. Dadurch wird ein direkter Vergleich erschwert.

Bei der höchsten Laststufe sind anhand des Versagenszyklus keine Unterschiede zwischen den Schichten mehr festzustellen. Aufgrund der sehr hohen Beanspruchung tritt das Schichtversagen bereits innerhalb der ersten Zyklen ein.

5 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde der zyklische Ritztest zur Charakterisierung verschieden dotierter Kohlenstoffbeschichtung verwendet und der gestufte zyklische Ritztest genutzt, um ein besseres Verständnis über die Versagensprozesse zu erlangen.

Es wurde eine Methodik vorgestellt, Schichten mit sich stark unterscheidenden Eigenschaften zu untersuchen, indem die verwendeten Prüflasten in Abhängigkeit der kritischen Last L_{C2} gewählt wurden, wodurch phänomenologisch sehr gut vergleichbare Ritze entstanden. Dieser Ansatz erschwert allerdings den quantitativen Vergleich der Beschichtungen hinsichtlich des Versagenszyklus.

Anhand des Reibungsverhaltens und der aufgezeichneten Ritzspurtiefe und der optischen Auswertung von Zwischenstadien, die der gestufte zyklische Ritztest erlaubt, konnten verschiedene Versagensphasen unterschieden und die Zyklen bestimmt werden, in denen das Versagen der Schicht einsetzt.

Literatur

[1] Kaulfuss, F.; Weihnacht, V.; Zawischa, M.; Lorenz, L.; Makowski, S.; Hofmann, F.; Leson, A.: Effect of Energy and Temperature on Tetrahedral Amorphous Carbon Coatings Deposited by Filtered Laser-Arc. Materials 14 (9) (2021), S. 1–13.

[2] Sánchez-López, J. C.; Fernández, A.: Doping and Alloying Effects on DLC Coatings. In: Donnet, C.; Erdemir, A. (eds): Tribology of Diamond-Like Carbon Films: Fundamentals and Applications (2008), S. 311–328.

[3] DIN EN ISO 20502: Hochleistungskeramik - Bestimmung der Haftung von keramischen Schichten mit dem Ritztest. Deutsches Institut für Normung e.V. (2016).

[4] Beake, B. D.: The influence of the H/E ratio on wear resistance of coating systems – Insights from small-scale testing. Surface and Coatings Technology (2022), S. 1–20.

[5] Beake, B. D.; McMaster, S. J.; Liskiewicz, T. W.: Contact size effects on the friction and wear of amorphous carbon films. Applied Surface Science Advances 9 (2022), S. 1–19.

[6] Zawischa, M.; Bin Mohamad Supian, M. M. A.; Makowski, S.; Schaller, F.; Weihnacht, V.: Generalized approach of scratch adhesion testing and failure classification for hard

coatings using the concept of relative area of delamination and properly scaled indenters. Surface and Coatings Technology 415 (2021), S. 1–9.

Auswirkung des Aufschlagimpulses auf das dynamische Bruchzähigkeitsverhalten von 42CrMo4 und EN-GJS-400-18

Effect of the impact pulse on the dynamic fracture toughness behavior of 42CrMo4 and EN-GJS-400-18

K. Koch, S. Henschel, L. Krüger,
Institut für Werkstofftechnik, Technische Universität Bergakademie Freiberg

Kurzfassung – Im vorliegenden Beitrag wird der Einfluss des Aufschlagimpulses beim dynamischen Bruchzähigkeitsversuch an einem instrumentierten Pendelschlagwerk untersucht. Es wurden low-blow Versuche an Charpy-Proben aus 42CrMo4 und EN-GJS-400-18 mit unterschiedlichen Anrissgeometrien bei mehreren Aufschlaggeschwindigkeiten durchgeführt. Auftretende Effekte an der Probe sowie an den Komponenten des Pendelschlagwerks wurden mithilfe von laserbasierten Verschiebungs- und Geschwindigkeitsmessungen identifiziert. Bei den dynamischen Bruchzähigkeitsversuchen kommt es zu einem unvollständigen Energieumsatz, da ein Teil der aufgebrachten Energie von den Komponenten des Pendelschlagwerks aufgenommen wird. Dies führt zu einer Überschätzung der Probenbeanspruchung.

Stichwörter: dynamische Bruchzähigkeit, Pendelschlagwerk, Trägheitseffekte

Abstract – In this article, the effect of the impact pulse in dynamic fracture toughness tests with an instrumented pendulum impact test machine is investigated. Low-blow tests were carried out on Charpy specimens made from 42CrMo4 casting steel and nodular cast iron EN-GJS-400-18 with different crack geometries at several impact velocities. Inertia effects occurring on the specimens and on the components of the pendulum impact test machine were identified with laser measurements of displacement and velocity. The dynamic fracture toughness tests showed an incomplete energy conversion, as a part of the applied energy is absorbed by the components of the pendulum impact test machine. This leads to an overestimation of the stress on the specimen.

Keywords: dynamic fracture toughness, impact testing machine, inertia effects

1 Einleitung

Für die Auslegung von Bauteilen und Strukturen, die im Betrieb eine schlagartige Beanspruchung erfahren, müssen entsprechende Kennwerte durch dynamische Prüfmethoden ermittelt werden. Eine wichtige Rolle spielt hierbei das dynamische Risswiderstandsverhalten bzw. die dynamische Bruchzähigkeit, die mithilfe von dynamischen Bruchzähigkeitsversuchen ermittelt wird [1]. Das entsprechende Vorgehen ist in [2] angegeben. Bei hohen Belastungsraten können Trägheitseffekte an der Probe und an den Komponenten des Prüfaufbaus auftreten. Dadurch kommt es oftmals zu einem unvollständigen Energieumsatz im Versuch [3]. Dynamische Bruchzähigkeitsversuche können mit einem instrumentierten Pendelschlagwerk durchgeführt werden [4]. Der Einsatz eines Fallwerks oder eines Split-Hopkinson-Pressure-Bars (Kolsky Bar) ist je nach Belastungsrate möglich [5,6].

Die Ursachen für den unvollständigen Energieumsatz bei Versuchen am Pendelschlagwerk wurden bereits umfangreich untersucht. Energieverluste entstehen durch geringe plastische Verformungen im Hertz‘schen Kontakt zwischen der Finne, der Probe und dem Auflager [7]. Aufgrund ihrer Nachgiebigkeit wird auch ein Teil der Energie als elastische Verzerrung in Finne und Auflager gespeichert [8,9]. Dies führt zu einer Überschätzung der in der Probe tatsächlich dissipierten Energie. Durch den Abbau der elastischen Verformungsenergie treten Schwingungen an Komponenten der Prüfmaschine auf. Diese sind abhängig von der Masse der jeweiligen Komponente und nehmen mit größer werdender Aufschlaggeschwindigkeit zu [10], sind jedoch bei längerer Versuchsdauer vernachlässigbar [11]. Bei duktilen Werkstoffen und hohen Aufschlaggeschwindigkeiten tritt zudem aufgrund von Trägheitseffekten eine Rotation des Pendels auf [9]. Eine Verminderung der Schwingungen im Versuch

kann beispielsweise durch die Verwendung von Maschinenkomponenten mit hoher Steifigkeit und einer reibungslosen Lagerung des Pendels erreicht werden.

Eine experimentelle Messung der Trägheitseffekte und der absorbierten Energiebeträge ist mittels laserbasierter Verschiebungs- und Geschwindigkeitsmessung möglich [12,13]. Die Schwingungen der einzelnen Komponenten können anhand ihrer charakteristischen Eigenfrequenz identifiziert werden [14,15].

Ziel dieses Beitrags ist es, den Energieumsatz von Werkstoffen mit unterschiedlichen Festigkeiten in dynamischen Bruchzähigkeitsversuchen am instrumentierten Pendelschlagwerk zu untersuchen. Insbesondere sollen Energieverluste bei niedrigen Aufschlagenergien identifiziert werden. Neben der Festigkeit des Werkstoffs wird ebenfalls die Nachgiebigkeit der Proben und die Aufschlaggeschwindigkeit der Hammerfinne berücksichtigt.

2 Werkstoffe und Methoden

Die vorliegenden Untersuchungen wurden am hochfesten Vergütungsstahl 42CrMo4 sowie am Gusseisenwerkstoff EN-GJS-400-18 durchgeführt. Die Herstellung des 42CrMo4 erfolgte in einem Stahlgusssimulator [16]. Anschließend wurden die Proben gehärtet (Austenitisieren bei 840 °C im Vakuum, 20 min, Abschrecken im He-Strom, 15 bar) und angelassen (450 °C, 1 h, N_2-Atmosphäre).

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die mechanischen Eigenschaften. Im Vergleich zum Stahlguss weist der verwendete Gusseisenwerkstoff eine deutlich niedrigere Festigkeit auf. Dies lässt sich mit dem ferritischen Matrixgefüge und dem Vorhandensein von festigkeitsmindernden Grafitkugeln begründen. Durch die Variation der Festigkeit soll der werkstoffbedingte Einfluss auf den Aufschlagimpuls bei dynamischen Bruchzähigkeitsversuchen untersucht werden.

Tabelle 1 Mechanische und physikalische Eigenschaften der verwendeten Werkstoffe
Table 1 Mechanical and physical properties of the used materials

Material	Zugfestigkeit in MPa	0,2%-Dehngrenze in MPa	Bruchdehnung in %	E-Modul in GPa
42CrMo4	1430	1290	10,0	207
EN-GJS-400-18	365	236	22,0	169

Für die dynamischen Bruchzähigkeitsversuche wurden Charpy-Proben mit dem Abmessungen 10 x 10 x 55 mm verwendet. Durch unterschiedliche Kerb- und Anfangsrisslängen wurde gezielt die Steifigkeit bzw. Nachgiebigkeit der Proben variiert. Neben ungekerbten Charpy-Proben wurden Proben mit einem V-Kerb sowie Proben mit einem V-Kerb und einem eingebrachten Ermüdungsriss geprüft. **Tabelle 2** gibt einen Überblick der verwendeten Kerb- und Anrissgeometrien.

Tabelle 2 Übersicht über die verwendeten Probengeometrien
Table 2 Overview of the used specimen geometries

Probengeometrie	Kerbtiefe in mm	Anrisslänge in mm	*a/W*
1	-	-	0
2	2	-	0,2
3	2	3	0,5

Die dynamischen Bruchzähigkeitsversuche wurden unter Dreipunkt-Biegung mit einem instrumentierten Pendelschlagwerk PSd 300 der Firma WPM Leipzig durchgeführt. In elastischen Versuchen bei niedrigen Aufschlagenergien wurden zunächst Energieverluste an der Probe sowie an den Komponenten des Pendelschlagwerks identifiziert. Anschließend wurden Versuche mit angerissenen Proben durchgeführt, um die Auswirkung von Energiever-

lusten bei der Berechnung des kritischen *J*-Integrals J_{cd} zu untersuchen. Die Aufschlaggeschwindigkeit v_0 wurde im Bereich von 0,22 bis 0,84 m/s variiert, was Aufschlagenergien E_0 im Bereich von 0,5 bis 7,0 J entspricht.

In **Bild 1** ist schematisch der Versuchsaufbau dargestellt. Die Kraftmessung während des Versuchs erfolgte mittels DMS auf der Hammerfinne. Für eine kraftunabhängige Bestimmung der Probendurchbiegung wurde in den Versuchen ein Einpunkt-Laser (Typ Polytec OFV-525) verwendet. Dieser ermöglicht die Messung von Verschiebungen und Geschwindigkeiten (nach einer Winkelkorrektur) in Kraftwirkungsrichtung unter Ausnutzung des Dopplereffekts. Über die so ermittelte Finnenverschiebung konnte die Probendurchbiegung für die Kraft-Verschiebungs-Kurve bestimmt werden. Ein In-Plane-Laser (Typ Polytec LSV-065) wurde zur Aufnahme der Probenschwingungen verwendet, s. **Bild 1b**. Dadurch sollten Ursachen für Energieverluste im Versuch identifiziert werden. Die Verschiebung des Auflagers in Kraftwirkungsrichtung wurde ebenfalls mittels Einpunkt-Laser gemessen.

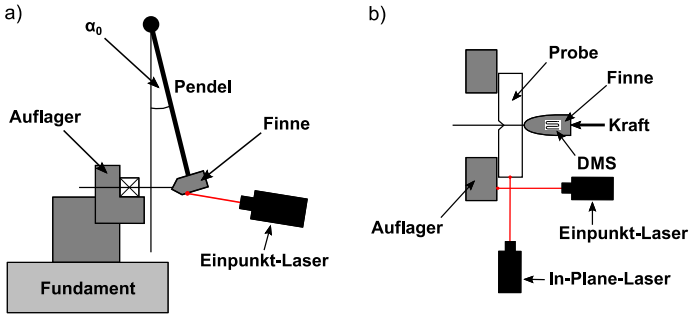


Bild 1: Versuchsaufbau, (a) Frontansicht und (b) Ansicht von oben
Figure 1: Test setup, (a) front view and (b) top view

3 Ergebnisse und Diskussion

In dynamischen Bruchzähigkeitsversuchen wurden Energieverluste durch das Auflager und die Finne bei elastischer Probenbeanspruchung identifiziert. Dazu wurden die Verschiebungs-Zeit- und Kraft-Verschiebungs-Kurven im Versuch aufgezeichnet und ausgewertet.

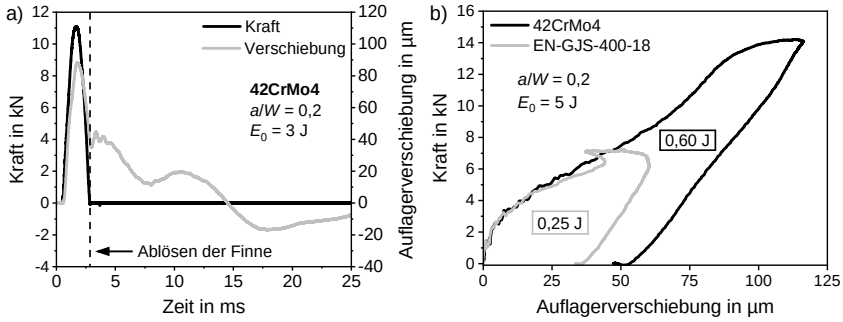


Bild 2: Verhalten des Auflagers in elastischen Versuchen (dissipierte Energie in Kästchen)
Figure 2: Behavior of the support in elastic tests (dissipated energy in boxes)

Mit zunehmender Prüfkraft kommt es zunächst zu einer Verschiebung des Auflagers in Kraftrichtung. Nach der Entlastung bleibt ein Teil der Verschiebung bestehen, dieser wird anschließend durch niedrigfrequente Schwingungen abgebaut, s. **Bild 2a**. Ein Teil der Aufschlagenergie wird vom Auflager aufgenommen und in elastische Verzerrungsenergie umgewandelt. Die Fläche unterhalb der Kraft-Verschiebungs-Kurve ist ein Maß für die dissipierte Energie, s. **Bild 2b**. Aus dem Entlastungsast der Kraft-Verschiebungskurve kann zudem die Nachgiebigkeit des Auflagers berechnet werden. Diese Nachgiebigkeit kann zur Korrektur der Verschiebungsmessung genutzt werden.

Analog dazu wurden Effekte an der Finne untersucht, s. **Bild 3a**. Die bleibende Verschiebung nach der Entlastung der Finne kann durch lokale plastische Verformungen der Probe begründet werden. Diese treten aufgrund der Hertz'schen Pressung im Kontakt zwischen Probe und Finne auf. Ein Teil der eingebrachten Aufschlagenergie wird dadurch von der Probe absorbiert und in plastische Verformungsenergie umgewandelt. Im Fall des Gusseisens ist zu beachten, dass es bereits bei geringen Beanspruchungen zu einer Schädigung im Kerbgrund bzw. an der Rissspitze durch Ablösen der Grafitpartikel von der Matrix kommen kann. In diesem Fall können die Versuche nicht als rein elastisch betrachtet werden. Der Vergleich beider Werkstoffe ist hier kritisch zu bewerten. Energieverluste durch elastische Verformungen sowie Schwingungen der Finne sind für die untersuchten Aufschlagenergien vernachlässigbar.

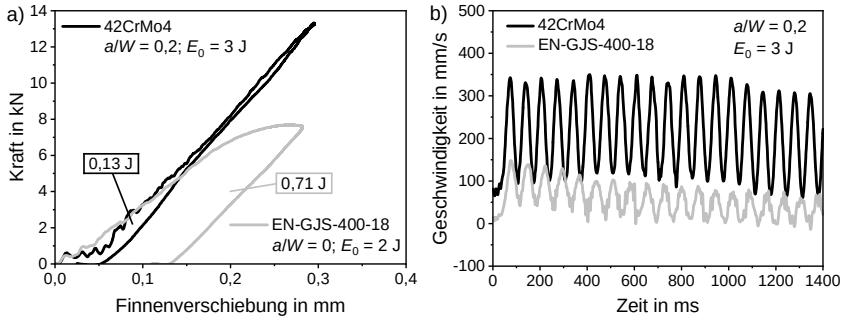


Bild 3: Verhalten von (a) Finne und (b) Probe in elastischen Versuchen (dissipierte Energie in Kästchen)

Figure 3: Behavior of (a) the tup and (b) the specimen in elastic tests (dissipated energy in boxes)

Nach der Entlastung wurden die Schwingungen der Proben aufgezeichnet, **Bild 3b**. Für beide Werkstoffe wurden Frequenzen im Bereich von 14 bis 15 kHz ermittelt. Mit zunehmender Aufschlagenergie konnte eine Vergrößerung der Schwingungsamplitude der Stahlproben beobachtet werden. Der Gusseisenwerkstoff zeigte unabhängig von der Aufschlagenergie nahezu konstante Schwingungsamplituden. Dies kann auf die Dämpfungseigenschaften des Gusseisens zurückgeführt werden. Die maximale dissipierte Energie betrug bei E_0 = 7,0 J ca. 0,5 mJ. In beiden Fällen ist der aus den Probenschwingungen resultierende Energieverlust vernachlässigbar gering.

Die bleibenden Verschiebungen des Auflagers und der Finne zum Zeitpunkt der Entlastung wurden für beide Werkstoffe in Abhängigkeit der Aufschlagenergie untersucht. Die Ergebnisse sind in **Bild 4** dargestellt. Grundsätzlich konnte bei beiden Werkstoffen ein ähnliches Verhalten beobachtet werden. Mit zunehmender Aufschlagenergie steigen die Verschiebungsbeträge des Auflagers und der Finne im Moment der Entlastung. Die elastische Verschiebung des Auflagers ist in Versuchen an 42CrMo4 stärker ausgeprägt, s. **Bild 4a**. Dies lässt sich mit der hohen Steifigkeit der Stahlproben und dem höheren Kraftniveau in den Versuchen begründen.

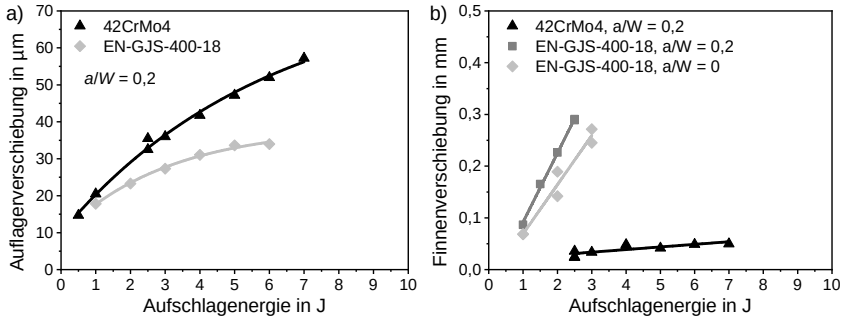


Bild 4: Einfluss der Aufschlagenergie auf die Verschiebung (a) des Auflagers und (b) der Finne
Figure 4: Effect of the impact pulse on (a) the support and (b) the tup displacement

Das Gusseisen zeigte bereits bei niedrigen Aufschlagenergien eine Schädigung. Dies führte zu einer höheren Energiedissipation durch die Probe und damit zu größeren Verschiebungen der Finne im Versuch. Dieser Effekt ist an gekerbten Proben stärker ausgeprägt, s. **Bild 4b**. Es ist zudem nicht auszuschließen, dass sich Auflagerverschiebung und plastische Verformung der Probe im Versuch überlagern. Bei hoher Aufschlagenergie führt dies zu einem Rückgang der Auflagerverschiebung infolge der Probenschädigung (s. **Bild 2b**). Ausgehend von den Ergebnissen der Verschiebungsmessungen und Energieberechnungen wurden dynamische Bruchzähigkeitsversuche an Proben mit V-Kerb und Ermüdungsanriss a/W = 0,5 durchgeführt. Die Berechnung von J_{cd} erfolgte auf Basis von ISO 26843. Unter Berücksichtigung der Auflagernachgiebigkeit wurde die Verschiebungsmessung korrigiert und für eine Korrektur von J_{cd} verwendet. Die korrigierten Ergebnisse wurden mit Messwerten verglichen, s. **Tabelle 3**. Im Falle von 42CrMo4 wurde bis zur instabilen Risseinleitung kein stabiles Risswachstum beobachtet, da es sich um einen relativ spröden Werkstoffzustand handelt. Die Berechnung des *J*-Integrals erfolgt für das Kraftmaximum im Versuch.

Tabelle 3 Einfluss von Energieverlusten auf die Berechnung des *J*-Integrals
Table 3 Effect of energy losses on *J*-integral calculation

Material	E_0 in J	J_{cd} (gemessen) in kJ/m²	J_{cd} (korrigiert) in kJ/m²	Abweichung in %
42CrMo4	2,0	32	28	13
	2,5	34	30	12
	3,5	29	24	17
EN-GJS-400-18	3,0	93	91	2

Ein Vergleich der Messwerte zeigt eine Abweichung des kritischen *J*-Integrals von über 10 % bei Versuchen an 42CrMo4 infolge von Energieverlusten. Die Abweichungen zeigen eine Abhängigkeit von der Aufschlagenergie. Der Effekt ist bei EN-GJS-400-18 deutlich schwächer ausgeprägt, was sich auf das niedrige Kraftniveau und die Festigkeit des Werkstoffs zurückführen lässt. Die Abweichungen führen zu einer Überschätzung der Probenbeanspruchung, wenn Energieverluste nicht berücksichtigt werden.

4 Zusammenfassung

In diesem Beitrag wurde der Einfluss von Trägheitseffekten auf die Energieumwandlung in dynamischen Bruchzähigkeitsversuchen untersucht. Mithilfe von laserbasierten Verschiebungsmessungen konnten Ursachen für Energieverluste bei einem Pendelschlagwerk charakterisiert werden. Die Beträge der Energieverluste und deren Auswirkung bei der Berechnung des *J*-Integrals wurden an Gusseisen und Stahl untersucht. Zum einen tritt eine unvollständige Energieumwandlung infolge der elastischen Verformung des Auflagers auf, die

auch nach der Entlastung der Probe bestehen bleibt. Dieser Effekt ist besonders bei Werkstoffen mit hoher Festigkeit und hohen Aufschlagenergien ausgeprägt. Weiterhin wurden Energieverluste infolge der plastischen Verformung im Bereich der Hertz'schen Pressung zwischen Finne und Probe festgestellt. Dieser Effekt ist besonders bei Werkstoffen mit niedriger Fließgrenze und hohen Aufschlagenergien ausgeprägt. Es ist hierbei zu beachten, dass die Untersuchungen bei insgesamt relativ niedrigen Aufschlaggeschwindigkeiten durchgeführt wurden. Die auftretenden Effekte können bei Versuchen mit höherer Aufschlaggeschwindigkeit ($v_0 > 1$ m/s) und in Abhängigkeit vom konkreten Prüfaufbau variieren.

Danksagung – Die Durchführung der hier dargestellten Untersuchungen wurde mit finanzieller Unterstützung der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) im Rahmen des SFB 920 – Projektnummer 169148856, Teilprojekt C05 realisiert. Die Autoren möchten sich an dieser Stelle bei allen involvierten Personen für die Unterstützung bedanken. Besonderer Dank gilt Herrn Dipl.-Ing. Moritz Roßberg für seine Unterstützung bei den experimentellen Untersuchungen.

Literatur

[1] A. Bhaduri: Mechanical Properties and Working of Metals and Alloys, Springer, Singapur, 2018

[2] ASTM E 1820, Standard test method for measurement of fracture toughness, 2020

[3] S. Henschel: Einfluss von Temperatur und Beanspruchungsrate auf das Festigkeits-, Verformungs- und Zähigkeitsverhalten des Stahls G42CrMo4 mit unterschiedlicher Einschlusscharakteristik, Dissertation, TU Bergakademie Freiberg, 2018

[4] ISO 26843, Metallic materials – Measurement of fracture toughness at impact loading rates using pre-cracked Charpy-type test pieces, 2015

[5] S. Henschel, L. Krüger: Crack initiation at high loading rates applying the four-point bending split Hopkinson pressure bar technique. International Journal of Fracture 201 (2016), S. 235–248

[6] S. Henschel, L. Krüger: Dynamic crack initiation measurements in a four-point split Hopkinson bending device. Engineering Fracture Mechanics 133 (2015), S. 62–75

[7] D. R. Ireland: Procedures and problems associated with reliable control of the instrumented impact test. In: T. S. Desisto (Hrsg.): Instrumented impact testing, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1974, S. 3–29

[8] M. P. Manahan, R. B. Stonesifer: The difference between total absorbed energy measured using an instrumented striker and that obtained using an optical encoder. In: T. A. Siewert (Hrsg.), M. P. Manahan (Hrsg.): Pendulum impact testing: a century of progress, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, 2000, S. 181–197

[9] S. Henschel, L. Krüger: Deflection measurement in low-blow Charpy impact tests. Materials Testing 57 (2015), S. 837–842

[10] K. Magnus, K. Popp, W. Sextro: Schwingungen: Grundlagen – Modelle – Beispiele, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2016 (10. Auflage)

[11] W. L. Server: Impact three-point bend testing for notched and pre-cracked specimens. Journal of Testing and Evaluation 6 (1978), S. 29–34

[12] J. P. Tronskar, M. A. Mannan, M. On Lai: Measurement of fracture initiation toughness and crack resistance in instrumented Charpy impact testing. Engineering Fracture Mechanics 69 (2002), S. 321–338

[13] T. Lorriot: Specimen loading determined by displacement measurement in instrumented Charpy impact test. Engineering Fracture Mechanics 65 (2000), S. 703–713

[14] H. Jäger, R. Mastel, M. Knaebel: Technische Schwingungslehre: Grundlagen - Modellbildung - Anwendungen, Springer Vieweg, Wiesbaden, 2016 (9. Auflage)

[15] W. Böhme, J. F. Kalthoff: The behavior of notched bend specimens in impact testing. International Journal of Fracture 20 (1982), S. R139–R143

[16] S. Dudczig, C. G. Aneziris, M. Emmel, G. Schmidt, J. Hubálková, H. Berek: Characterization of carbon-bonded alumina filters with active or reactive coatings in a steel casting simulator. Ceramics International 40 (2014), S. 16727–16742

Bruchmechanische Untersuchungen an hochfesten Schweißverbindungen zur Qualitätssicherung im Mobilkranbau

Fracture mechanics investigations on high-strength welded joints for quality assurance in mobile crane construction

U. Hähnel, Hochschule Mittweida / Fakultät Ingenieurwissenschaften
P. Hübner, 09600 Weißenborn
B. Kranz, SLV Halle GmbH

Kurzfassung – Hohe zulässige Traglasten und ein möglichst geringes Transportgewicht sind die wesentlichen Anforderungen an Mobilkrane. Daher werden für Gittermast- und Teleskopausleger hochfeste Feinkornbaustähle eingesetzt. Es bestehen jedoch Unsicherheiten bei der Bauteildimensionierung und Qualitätssicherung, da Schweißverbindungen hochfester Feinkornbaustähle nicht die Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften des Grundwerkstoffes erreichen. Besonderes Augenmerk wird hier auf die Auslegung gegen Sprödbruch gelegt. In einem Forschungsvorhaben wurden vergleichende bruchmechanische Untersuchungen an den Grundwerkstoffen S960QL und S355NL (Referenz) sowie dem entsprechenden Schweißgut durchgeführt, um quantitative Aussagen über das Zähigkeitsverhalten der Schweißverbindungen zu erhalten. Anhand ermittelter Rissinitiierungswerte J_i bei verschiedenen tiefen Temperaturen wurde durch Anwendung des Mastercurve-Konzepts eine Werkstoffzähigkeit J_{mat} im duktil-spröden Übergangsbereich für den Bruchsicherheitsnachweis abgeleitet.

Stichwörter: S960QL, S355NL, hochfeste Schweißverbindungen, bruchmechanische Kennwerte

Abstract – High permissible loads and the lowest possible transport weight are the essential requirements for mobile cranes. For this reason, high-strength fine-grain structural steels are used for lattice booms and telescopic jibs. However, there are uncertainties in component dimensioning and quality assurance, as welded joints of high-strength fine-grain structural steels do not achieve the strength and toughness properties of the base material. Special attention is paid to the design against brittle fracture. In a research project, comparative fracture mechanics investigations were carried out on the base materials S960QL and S355NL (reference) as well as the corresponding weld metal to obtain quantitative statements on the toughness behaviour of the welded joints. Based on the determined crack initiation values J_i at different low temperatures, a material toughness J_{mat} in the ductile-brittle transition area was derived for the fracture safety verification by applying the master curve concept.

Keywords: S960QL, S355NL, high-strength welded joints, fracture mechanical characteristic values

1 Einleitung

Die wesentlichsten Anforderungen an Mobilkrane im Baustelleneinsatz sind hohe Traglasten bis 1200 t bei einem möglichst geringem Transportgewicht im Straßenverkehr [1]. Die Dimensionierung hochbeanspruchter Bauteile moderner Mobilkrane wird durch die gesetzlich vorgeschriebenen Einzelachslasten von maximal 11,5 t beschränkt. Topologieoptimierungen an den Gittermast- und Teleskopauslegern sind weitestgehend ausgeschöpft. Mit dem Einsatzhochfester, schweißgeeigneter Stähle kann jedoch bei gleicher Beanspruchung eine Gewichtsreduktion > 60 % erzielt werden [2]. Die schweißtechnische Verarbeitung dieser höherfesten Feinkornbaustähle, vorrangig im MAG-Verfahren (Metall-Aktivgas), wird weitestgehend beherrscht. Es bestehen jedoch Unsicherheiten bei der Bauteildimensionierung und Qualitätssicherung im Fertigungsprozess. Die Schweißverbindungen hochfester Feinkornbaustähle erreichen nicht die Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften des Grundwerkstoffes (GW), was besonders bei der Auslegung gegen Sprödbruchversagen kritisch ist. Zum einen gibt es keine Schweißzusatzwerkstoffe am Markt, die für Verbindungsschweißungen an hochfesten Werkstoffen mit Streckgrenzen > 960 MPa gleiche oder höhere Festigkeiten erreichen. Zum anderen ist die gesteigerte Festigkeit gegenüber normalfesten Baustählen, wie S355NL, mit einem reduzierten, plastischen Dehnungsvermögen verbunden. D. h., die Fähigkeit zum Abbau durch Kerbwirkung verursachter lokaler Spannungsspitzen

mittels plastischer Verformung ist eingeschränkt. Dieses Verhalten wird bei hochfesten Feinkornbaustählen, wie S960QL, durch eine ungünstige Wärmeführung beim Schweißprozess begünstigt. Zu hohe Abkühlgeschwindigkeiten zwischen 800 °C und 500 °C ($t_{8/5}$ < 5 s) bergen die Gefahr der Aufhärtung und damit der Versprödung des Werkstoffes durch Bainit- und Martensitbildung. Aufhärtungs- oder wasserstoffinduzierte Risse im Bereich der Schweißnaht können die Folge sein. Zu geringe Abkühlgeschwindigkeiten ($t_{8/5}$ > 10s) fördern das Kornwachstum, so dass sich vermehrt Grobkorn in der Wärmeeinflusszone (WEZ) bildet. Mit steigendem Grobkornanteil nehmen die Korngrenzen als ein Hindernis für eine mögliche Rissausbreitung ab [3].

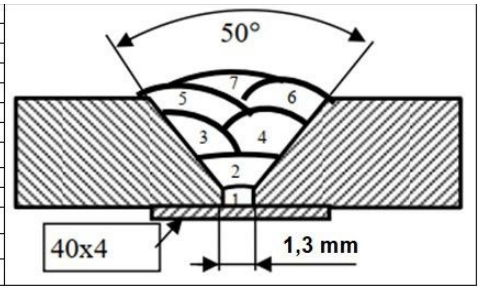
Im Rahmen eines Forschungsvorhabens in Kooperation mit der SLV Halle GmbH wurden an der Hochschule Mittweida vergleichende bruchmechanische Untersuchungen an den Grundwerkstoffen S960QL (1.8933) und S355 NL (1.0546) sowie dem entsprechenden Schweißgut (SG) durchgeführt, um das quasistatische Werkstoffverhalten – so wie im Betrieb eines Mobilkrans vorherrschend – bei tiefen Temperaturen und die damit verbundene Sprödbruchwahrscheinlichkeit quantitativ zu bewerten. Dazu wurden Risswiderstandskurven in Abhängigkeit von der Temperatur aufgenommen, Rissinitiierungswerte bestimmt und die bruchmechanischen Übergangstemperaturen T_{100} abgeschätzt. Mit dem Mastercurve-Konzept nach ASTM E1921 [4] soll im duktil-spröden Übergangsbereich ein statistisch begründeter Werkstoffwiderstand für den Bruchsicherheitsnachweis abgeleitet werden, der neben der Streuung und dem statistischen Größeneffekt auch die Temperaturabhängigkeit berücksichtigt.

2 Probenmaterial

Für die experimentellen Betrachtungen wurden als Stumpfstoß ausgeführte Verbindungsschweißungen an Blechen mit einer Dicke t = 12 mm aus vergütetem Feinkornbaustahl S960QL und normalgeglühtem Feinkornbaustahl S355NL als Referenzwerkstoff hergestellt. Beim S960QL handelt es sich nach DIN EN 10025-6 [5] um einen flüssigkeitsvergüten Stahl mit einer Mindestkerbschlagarbeit von KV = 27 J bei -40 °C. Der S355NL ist normalisierend gewalzt und hat eine Mindestkerbschlagarbeit von KV = 27 J bei -50 °C, vgl. DIN EN 10025-3 [6]. Die Nahtvorbereitung und Schweißparameter wurden gemäß **Tabelle 1** ausgeführt. Als Zusatzwerkstoffe wurden der ISO 14341-A G46 5 M21 4Si1 für den S355NL und der ISO 16834-A G89 6 M21 Mn4Ni2, CrMo für den S960QL verwendet. Um die Gefahr von wasserstoffinduzierten Kaltrissen beim S960QL zu vermeiden, wurde auf T_0 = 120 °C vorgewärmt. Die Schweißungen erfolgten vollmechanisiert mit einer Mensch-Roboter Kollaboration, Handlingsrobter UR10 von Universal Robots. Das gewährleistete eine konstante und somit vergleichbare Schweißbrennerführung bei allen Schweißungen.

Tabelle 1 Schweißparameter und Nahtvorbereitung/-aufbau
Table 1 Welding parameters and seam preparation/structure

Maße Probeblech	400x200 mm
Blechdicke	t=12 mm
Nahtvorbereitung	V-Naht α=50°
Schweißbadsicherung	Kupfer 40x4 mm
Spaltabstand	b=1,3 mm
Schutzgas	DIN EN ISO 14175 M21
Drahtdurchmesser	D=1,2 mm
Drahtvorschub	v_D=8,8 m/min
Schweißspannung	U=27,5-28 V
Schweißstrom	I=260-280 A
Schweißgeschwindigkeit	v_S=54 cm/min
Vorwärm-/Zwischenlagentemp.	T_0=120°C
Abkühlgeschwindigkeit	ca. $t_{8/5}$=5,5 s



Zur Durchführung der Bruchmechanikversuche an den Grundwerkstoffen und den entsprechenden Schweißgütern wurden SENB-Proben nach ISO 12135 [7] mit den Abmessungen

100x20x10 mm aus den geschweißten Blechen gefertigt. Die Tiefe des mechanisch eingebrachten Kerbs beträgt 8 mm.

3 Ermittlung bruchmechanischer Kennwerte

3.1 Versuchsdurchführung

Das Einschwingen der SENB-Proben erfolgte an der servohydraulischen Prüfmaschine MTS Landmark 100 kN bei Raumtemperatur (RT) mit einer Prüffrequenz f = 25 Hz und einem Spannungsverhältnis R = 0,1. Unter Anwendung des Lastabsenkungsverfahrens (für S960QL ΔK = 24 bis 18 MPa√m, für S355NL ΔK = 22 bis 16 MPa√m) wurde jeweils ein Ermüdungsanriss von 2-3 mm eingebracht, so dass sich eine Anfangsrisslänge a_0 = Kerbtiefe + Ermüdungsanriss von 10-11 mm ergab. Die SENB-Proben wurden anschließend seitengekerbt.

Die bruchmechanischen Versuche wurden als 3-Punkt-Biegeversuche unter statischer Beanspruchung bei RT, -20 °C, -40 °C und -60 °C durchgeführt. Für die Prüfungen wurde ebenfalls die servohydraulische Prüfmaschine MTS Landmark 100 kN genutzt. Zur Temperierung der Proben diente eine spezielle Kammer, die mit flüssigem Stickstoff über ein Proportionalventil beschickt wurde. Die Durchkühldauer vor jedem Tieftemperaturversuch betrug 15-20 min. Die Prüftemperatur konnte während der Versuchsdauer auf ±0,5 °C konstant gehalten werden. **Bild 1** zeigt den Versuchsaufbau. Alle Proben wurden durchbiegungsgeregelt mit Schrittweiten von 15 µm beim S960QL und 20 µm beim S355NL im Teilentlastungsverfahren geprüft. Die Erfassung der Risslänge erfolgte über die Messung der Kerbaufweitung mit einem COD-Clip (Crack Opening Displacement) und die Berechnung der momentanen Risslänge mithilfe der Compliance-Methode. Aus den Kraft-/Wegmessungen und der momentanen Risslänge wurden die J-Integral-Werte in Abhängigkeit von der stabilen Rissausbreitung Δa bestimmt. Nach den Versuchen wurden alle Proben mit vorhandenem Restligament zur Markierung der stabilen Rissausbreitung bei 250 °C ca. 30 min oxidiert. Alle Proben wurden anschließend in flüssigem Stickstoff gekühlt und spröd gebrochen.

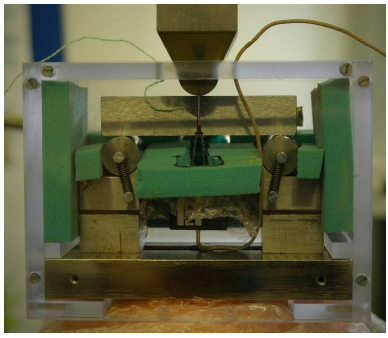


Bild 1 Aufbau Tieftemperaturversuch
Figure 1 Set-up of low-temperature test

Zur Verifikation der Compliance-Methode wurde die Risslänge auf den Bruchflächen vermessen. Für die Grundwerkstoffe stimmen die Ergebnisse der beiden angewendeten Methoden gut überein. Im Schweißgut zeigen sich teilweise hohe Abweichungen zur Compliance-Methode, die auf den inhomogenen Verlauf der Rissfront zurückzuführen sind. Anhand der optisch ermittelten Werte erfolgte eine Korrektur der im Bruchmechanikversuch eingesetzten Compliance-Koeffizienten, die zusammen mit den gemessenen Risslängen bei der Versuchsauswertung Anwendung fanden.

3.2 Versuchsauswertung

Die Probenzustände S960QL-GW, S960QL-SG, S355NL-GW und S355NL-SG zeigen im untersuchten Temperaturbereich unterschiedliches Risswiderstandsverhalten:

- duktiles Versagen durch stabile Rissausbreitung bis Versuchsende – S960-GW / RT, S960-SG / RT / -20 °C, S355NL-GW / RT / -40 °C, S355NL-SG / RT / -40 °C
- zunächst duktiles Versagen durch stabile Rissausbreitung, anschließend sprödes Versagen durch instabilen Rissfortschritt bis Versuchsende – S960QL-GW / -20 °C, S355NL-GW / -60 °C, S355NL-SG / -60 °C
- teils sprödes Versagen durch instabilen Rissfortschritt bis Versuchsende nach anfänglicher stabiler Rissausbreitung, teils sprödes Versagen durch instabilen Rissfortschritt und Bruch der Proben – S960QL-GW / -40 °C, S960QL-SG / -40 °C
- sprödes Versagen durch instabilen Rissfortschritt und Bruch der Proben – S960QL-GW / -60 °C
- sprödes Versagen durch instabilen Rissfortschritt bis Versuchsende nach sehr geringer, anfänglich stabiler Rissausbreitung – S960QL-SG / -60 °C

Für die aufgetretenen Versagensverhalten finden unterschiedliche Auswerteroutinen gemäß [7] Anwendung. Im Fall einer duktilen Rissinitiierung und zunächst stabilen Rissausbreitung Δa wurden die ermittelten Versuchsdaten in einem J-Δa-Diagramm aufgetragen. Die Darstellung als Risswiderstandskurve (R-Kurve) kann erfolgen, wenn mindestens sechs Messpunkte zwischen Exclusionline 1 und 2 vorlagen und diese mit der Potenzfunktion (1) gefittet wurden.

$$J = \alpha + \beta \cdot \Delta a^{\gamma} \tag{1}$$

Für die Anwendung von **(1)** gilt α und $\beta \geq 0$, sowie $0 \leq \gamma \leq 1$. Die J-R-Kurven sind am Bsp. der Probenzustände S960QL-SG / RT / -20 °C / -40 °C in **Bild 2** dargestellt.

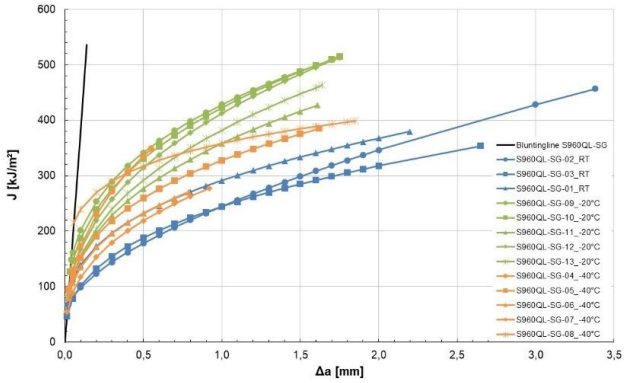


Bild 2 J-R-Kurven vom S960QL-SG bei RT, -20 °C und -40 °C
Figure 2 J-R-curves of S960QL-SG at RT, -20 °C and -40 °C

Die Festlegung des Punktes der Rissinitiierung und damit die Bestimmung des Rissspitzenparameters J_i erfolgte zunächst analytisch über den Schnittpunkt der Potenzfunktion der R-Kurve (1) mit der Rissabstumpfungsgeraden bzw. Bluntingline (2).

$$J = 3{,}75 \cdot R_m \cdot \Delta a \tag{2}$$

Eine Ermittlung der physikalischen Rissinitiierungswerte J_i nach [7] ist jedoch nur zulässig, wenn auf der Bruchfläche eine eindeutige Unterscheidung zwischen Stretchzone und stabiler Rissausbreitung möglich ist. In diesem Fall ergibt sich J_i über den orthogonalen Schnittpunkt der Stretchzonenweite Δa_{SZW} mit der Potenzfunktion der R-Kurve (1). Mithilfe einer Bruchflächenanalyse am Rasterelektronenmikroskop EVO 40 der Fa. Zeiss zur Ermittlung der Δa_{SZW}-Werte konnte auch für die Fälle duktilen Versagens jeweils die typische Verformungsbruchfläche ohne Spaltbruchanteile nachgewiesen werden. **Bild 3** zeigt die Bruchflächenanalyse am Bsp. des Probenzustandes S960QL-SG / -40°C.

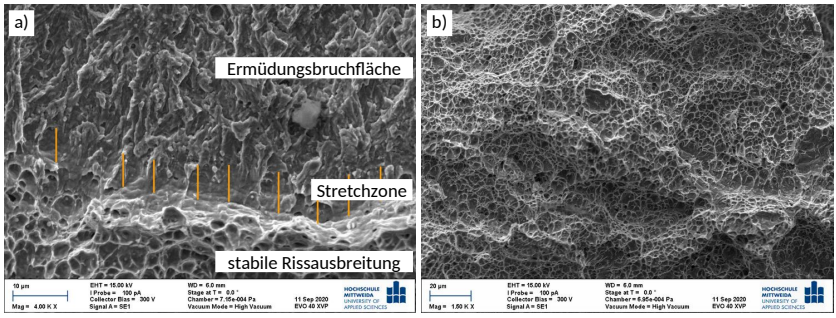


Bild 3 Bruchfläche der Probe S960QL-SG-06 / -40 °C, **a)** Δa_{SZW}-Messstelle, **b)** Verformungsbruch im Bereich Δa

Figure 3 Fracture surface of specimen S960QL-SG-06 / -40 °C, **a)** Δa_{SZW} measuring point, **b)** ductile fracture in the zone of Δa

Die Gültigkeit der ermittelten Werte der Probenzustände mit vollständiger oder teilweiser (Ergebnisdarstellung als R-Kurve möglich) stabiler Rissausbreitung nach [7] und deren Übertragbarkeit auf andere Bauteilabmessungen ist gegeben, da jeweils die Bedingung (3) erfüllt wurde.

$$J_i < J_{max} \tag{3}$$

mit dem Minimum aus **(4)** und **(5)**

$$J_{max} = (W - a_0) \cdot \frac{R_m + R_e}{20} \tag{4}$$

$$J_{max} = B \cdot \frac{R_m + R_e}{20} \tag{5}$$

Beim Auftreten eines instabilen Rissfortschritts nach einer anfänglichen stabilen Rissausbreitung (Ergebnisdarstellung als R-Kurve nicht möglich) oder bereits zu Versuchsbeginn wird zunächst das Lastverhältnis F_{max}/F_Q betrachtet, wobei F_{max} die Maximallast aus der je Probe aufgenommenen F-COD-Kurve repräsentiert. F_Q wird als Schnittpunkt der F-COD-Kurve mit einer Geraden definiert, deren Anstieg $\Delta F/F$ 95 % des Anstiegs der F-COD-Kurve im linearen Abschnitt entspricht. Da für alle betreffenden Proben F_{max}/F_Q > 1,10 gilt, erfolgt die Ermittlung des J-Wertes bei der Kerbaufweitung COD_{FQ} gemäß folgenden Bedingungen:

- $\Delta a < 0{,}2\,mm + \left(\frac{J}{3{,}75\,R_m}\right) \rightarrow J_{c(B)}$ (6)
- $\Delta a \geq 0{,}2\,mm + \left(\frac{J}{3{,}75\,R_m}\right) \rightarrow J_{u(B)}$ (7)
- Δa auf der Bruchfläche nicht messbar $\rightarrow J_{uc(B)}$ (8)

Die Bruchwiderstände $J_{c(B)}$, $J_{u(B)}$ und $J_{uc(B)}$ sind geometrieabhängig und damit nicht auf andere Bauteildicken übertragbar. Die Bruchflächenanalysen bestätigen das Auftreten von Spalt-

bruch am Übergang von stabilem zu instabilem Rissfortschritt bzw. in Fällen, bei denen kein *Δa* auf der Bruchfläche messbar war (S960QL-GW / -40 °C teilweise, S960QL-GW / -60 °C).

Eine statistische Auswertung der Bruchmechanikversuche kann mit dem Mastercurve-Konzept nach Wallin [4] erfolgen. Es beschreibt die Sprödbruchwahrscheinlichkeit auf Basis des J-Integrals und kombiniert eine theoretische Beschreibung der Streuung, den statistischen Größeneffekt sowie eine empirisch ermittelte Temperaturabhängigkeit der Bruchzähigkeit. Die Form der entstehenden Kurve (9) wird dabei für alle ferritischen Stähle als gleich vorausgesetzt.

$$K_{mat}(T) = K_{min} + \left[77 \cdot \left(e^{\frac{T-T_{100}}{52}}\right) + 11\right] \cdot \left[\ln\left(\frac{1}{1-P_f}\right)\right]^{0,25} \tag{9}$$

Diese so genannte Masterkurve und damit die dargestellte Bruchzähigkeit K_{mat} werden durch den einzigen werkstoffabhängigen Parameter, die bruchmechanische Übergangstemperatur T_{100}, beschrieben. Diese gibt Auskunft über die Temperatur, bei der eine Bruchzähigkeit von K_{mat} = 100 MPa√m auftritt. Zur Ermittlung von T_{100} werden die jeweilige Prüftemperatur und das gemessene kritische J-Integral herangezogen, aus dem über (10) die äquivalente Bruchzähigkeit berechenbar ist.

$$K_{mat} = \sqrt{\frac{J_{i,c,u} \cdot E}{(1-\nu^2)}} \tag{10}$$

Eine belastbare Berechnung von T_{100} durch logarithmisches Auftragen von K_{mat} über der Prüf-temperatur T und lineare Regression ist anhand der ermittelten Versuchsdaten noch nicht möglich, da im untersuchten Temperaturbereich keine signifikante Temperaturabhängigkeit zu erkennen ist. Für die Probenzustände S960QL-GW und S960QL-SG konnte jedoch aufgrund vorliegender Ergebnisse aus Kerbschlagbiegeversuchen die Abschätzung der bruchmechanischen Übergangstemperatur nach Sanz (11) [4] zur Darstellung der Versuchsdaten in der Masterkurve vorgenommen werden. T_{100} nach Sanz beträgt für S960QL-GW -89 °C und für S960QL-SG -97 °C.

$$T_{100} = T_{27J} - 18\,°C \tag{11}$$

Der Ansatz nach Wallin geht von einer 3-parametrigen Weibullverteilung zur Beschreibung der Versagens- bzw. Bruchwahrscheinlichkeit P_f aus, wobei der Weibullexponent mit m = 4 und die minimale Bruchzähigkeit K_{min} = 20 MPa√m Erfahrungswerte für ferritische Stähle darstellen. K_{min} ist als untere Schranke definiert. Es wird angenommen, dass der Werkstoffwiderstand auch bei sehr tiefen Temperaturen im vollständigen Sprödbruch nicht kleiner als K_{min} sein wird. In der Masterkurve wird die berechnete Bruchzähigkeit K_{mat} über der Differenz T-T_{100} aufgetragen. Die Kurven stellen die Versagenswahrscheinlichkeiten von 5 %, 50 % und 95 % dar. Für eine bruchmechanische Sicherheitsanalyse werden üblicherweise die 5 %-Quantilwerte verwendet. **Bild 4** zeigt die Masterkurven für S960QL-GW und S960QL-SG. Die K_{mat}-Werte der untersuchten Schweißverbindungen liegen teilweise weit rechts der Linie der 5 %-Versagenswahrscheinlichkeit. Bei den betreffenden Prüftemperaturen liegt für den S960QL also noch kein duktil-sprödes Übergangsverhalten vor. D. h., dass mit abnehmender Temperatur noch kein signifikanter Zähigkeitsabfall nachweisbar ist. Über den gesamten untersuchten Temperaturbereich betrachtet kann sowohl der S960QL-GW als auch der S960QL-SG an der oberen Grenze des duktil-spröden Übergangsbereichs eingeordnet werden. Diese Aussage gilt ebenso für den Referenzwerkstoff S355NL, dessen Versuchsdaten einen Maximalwert der in der Masterkurve darstellbaren Bruchzähigkeit K_{mat}, den werkstoff- und geometrieabhängigen Zensuswert K_{cen}, vollständig (S355NL-GW) oder teilweise (S355NL-SG) übersteigen. In diesem Fall werden die K_{mat}-Werte mit dem Zensus-Wert gleichgesetzt. K_{cen} beträgt für S355NL-GW 164 MPa√m und für S355NL-SG 191 MPa√m.

Die Untersuchungsergebnisse im geprüften Parameterbereich zeigen für beide Feinkornbaustähle eine temperaturunabhängige Rissinitiierung. Die Auswertungsmethode nach Wallin ist jedoch nur für Bruchzähigkeiten K_{mat} anwendbar, die innerhalb der Quantilkurven gemäß (9) liegen. Das ist nicht für alle Prüftemperaturen zutreffend (vgl. **Bild 4**). Da im Rah-

men des Forschungsvorhabens bei der durchzuführenden Bruchsicherheitsbewertung auch erhöhte Beanspruchungsgeschwindigkeiten berücksichtigt werden sollen, ist eine Darstellung der Ergebnisse als Masterkurven dennoch sinnvoll. Diese lässt die Annahme einer entsprechenden Zähigkeitsreserve für die mit zunehmender Beanspruchungsgeschwindigkeit zu erwartende Verschiebung von T_{100} zu tieferen Temperaturen zu. Als Werkstoffwiderstand J_{mat} bzw. K_{mat} für den Bruchsicherheitsnachweis kann aufgrund der hohen ermittelten Zähigkeiten im untersuchten Temperaturbereich (RT bis -60°C) jedoch nur ein deterministischer unterer Grenzwert in Form der Minimalwerte $J_{mat,min}$ bzw. $K_{mat,min}$ einer gesamtheitlichen Stichprobe der experimentell ermittelten Rissinitiierungswerte $J_{i,\Delta aSZW}$ und der äquivalenten Bruchzähigkeiten K_{Ji} je Probenzustand S960QL-GW, S960QL-SG, S355NL-GW und S355NL-SG angegeben werden, **Tabelle 2**.

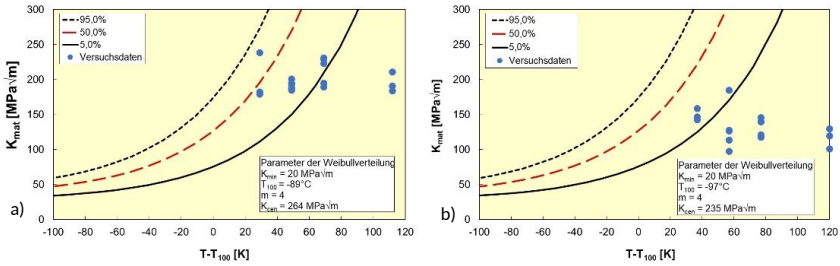


Bild 4 Masterkurven von **a)** S960QL-GW und **b)** S960QL-SG
Figure 4 Master curves of **a)** S960QL-GW and **b)** S960QL-SG

Tabelle 2 Werkstoffzähigkeiten für Bruchsicherheitsnachweis
Table 2 Material toughness for fracture safety verification

Werkstoff	J_{mat} [kJ/mm²]	K_{mat} [MPa√m]	Bemerkung
S960QL-GW	149	184	$J_{mat} = J_i$ bei RT
S960QL-SG	42	98	$J_{mat} = J_i$ bei -40 °C
S355NL-GW	162	191	$J_{mat} = J_i$ bei -60 °C; $K_{mat} = K_{cen}$
S355NL-SG	68	124	$J_{mat} = J_i$ bei -60 °C

4 Zusammenfassung und Ausblick

Quantitative Aussagen über das Zähigkeitsverhalten von hochfesten Schweißverbindungen mit Anwendung im Mobilkranbau lassen sich u. a. anhand statischer Bruchmechanikversuche treffen. Im untersuchten Temperaturbereich (RT bis -60 °C) zeigt der nach dem Mastercurve-Konzept über T-T_{100} dargestellte Werkstoffwiderstand J_{mat} bzw. K_{mat} für die Feinkornbaustähle S960QL und S355NL sowohl im Grundwerkstoff als auch im Schweißgut keine signifikante Temperaturabhängigkeit. D. h. ein Zähigkeitsverlust mit abnehmender Temperatur ist nicht nachweisbar. Über den gesamten untersuchten Temperaturbereich betrachtet liegen die experimentell ermittelten Zähigkeiten an der oberen Grenze des duktil-spröden Übergangsbereichs. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde als Werkstoffkennwert für einen Bruchsicherheitsnachweis ein Minimalwert $J_{mat} = J_{i,min}$ bzw. $K_{mat} = K_{Ji,min}$ festgelegt, da das Mastercurve-Konzept nach [4] nicht für die gesamtheitlichen Stichproben je Probenzustand S960QL-GW, S960QL-SG, S355NL-GW und S355NL-SG anwendbar ist.

Als weiterer wichtiger Aspekt wird im Rahmen dieses Forschungsvorhabens die Auswirkung innerer Unregelmäßigkeiten auf die Beanspruchbarkeit von Schweißverbindungen an hochfesten Stählen betrachtet. Der Mobilkranbau ist keinem gesetzlich geregelten Bereich zuzuordnen, verfügt aber über detaillierte Angaben zu Bemessungs- und Konstruktionsregeln. Dabei erfolgt zwar eine Zuordnung tragender Schweißverbindungen zu Bewertungsgruppen

nach DIN EN ISO 5817 [8], eine tatsächliche Verbindung von Schweißnahtqualität und Festigkeitsanforderungen besteht allerdings nicht. Es lassen sich keine konkreten Vorgaben für die durchzuführende Qualitätssicherung der schweißtechnischen Fertigung entnehmen. Daher besteht die Forderung, die Anwendbarkeit gemäß [8] geltender Bewertungsgruppen für innere Unregelmäßigkeiten an Schweißverbindungen hochfester Feinkornbaustähle zu prüfen. Dazu werden in Zerreißversuchen bei erhöhten Dehnungsgeschwindigkeiten und tiefen Temperaturen Zähigkeitskennwerte an Schweißgutproben mit definiert eingebrachten, inneren Defekten bestimmt. Eine anschließende bruchmechanische Bewertung nach der SINTAP-Prozedur unter Einsatz der experimentell ermittelten Materialparameter zeigt, ob die definiert eingebrachten, inneren Unregelmäßigkeiten nach [8] bei höherfesten Schweißverbindungen zulässig sind.

Danksagung – Die Autoren danken dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) für die Förderung dieser Forschungsarbeit.

Literatur

[1] Liebherr Deutschland, Mobil- und Raupenkrane, http://www.liebherr.com/de/deu/produkte/mobil-und-raupenkrane.html, recherchiert am 25.07.2022

[2] T. Heller, O. Hoffmann, U. Etzhold, K. P. Imlau: Neue Stähle für moderne Fahrzeugkarosserien. Sonderbände der praktischen Metallographie 36 (2004), S. 9-18

[3] SEW088: Schweißgeeignete un- und niedriglegierte Stähle. 5. Ausgabe, Stahlinstitut VDEh, Düsseldorf, 2017

[4] U. Zerbst, M. Schödel, S. Webster, R. Ainsworth: Fitness-for-Service Fracture Assessment of Structures containing Cracks. A workbook based on the European SINTAP/ FITNET procedure, Elsevier, 2007

[5] DIN EN 10025-6: Warmgewalzte Erzeugnisse aus Baustählen – Teil 6: Technische Lieferbedingungen für Flacherzeugnisse aus Stählen mit höherer Streckgrenze im vergüteten Zustand. Beuth Verlag, Berlin, 2020

[6] DIN EN 10025-3: Warmgewalzte Erzeugnisse aus Baustählen – Teil 3: Technische Lieferbedingungen für normalgeglühte/normalisierend gewalzte schweißgeeignete Feinkornbaustähle. Beuth Verlag, Berlin, 2019

[7] ISO 12135: Metallic materials – Unified Method of test for the determination of quasistatic fracture toughness. ISO copyright office, Schweiz, 2016

[8] DIN EN ISO 5817: Schweißen – Schmelzschweißverbindungen an Stahl, Nickel, Titan und deren Legierungen (ohne Strahlschweißen) – Bewertungsgruppen von Unregelmäßigkeiten. Beuth Verlag, Berlin, 2014

Ermittlung des Schwellenwerts gegen Ermüdungsrissausbreitung bei hohen Lastverhältnissen in kontrollierter Atmosphäre

Determination of the threshold against fatigue crack propagation at high load ratios under controlled atmosphere

J. A. Schönherr, M. B. Geilen, M. Klein und M. Oechsner, Technische Universität Darmstadt, Zentrum für Konstruktionswerkstoffe (MPA-IfW)

Kurzfassung – Die Atmosphäre hat einen teils ausgeprägten Einfluss auf das Rissfortschrittsverhalten kohlenstoffarmer Stähle. So kann die Luftfeuchte das Risswachstum durch korrosionsbedingte Metallauflösung im Vergleich zu in inerter Umgebung durchgeführten Risswachstumsversuchen beschleunigen – Korrosionsprodukte, konkret zwischen den Rissflanken eingeschlossene Oxidationsrückstände, können jedoch auch zu oxidinduziertem Rissschließen führen, wodurch das Risswachstum gebremst wird. In einer speziell entwickelten Klimakammer wurden Versuche zur Ermittlung des Schwellenwerts gegen Ermüdungsrissausbreitung bei hohen Lastverhältnissen durchgeführt und der Einfluss der Prüfatmosphäre untersucht. Erste Ergebnisse deuten darauf hin, dass eine moderat feuchte Umgebung bei hoher Prüffrequenz eine Reduktion des Schwellenwerts gegenüber unter Inertgas durchgeführten Rissfortschrittsversuchen ergibt. Dem entgegen führt die Erhöhung der Luftfeuchte und Reduktion der Prüffrequenz zu einer Erhöhung des Schwellenwerts gegen Ermüdungsrissausbreitung.

Stichwörter: Schwellenwert gegen Ermüdungsrissausbreitung, Umgebungseinfluss, Klimakammer, S690QL

Abstract – The atmosphere has a partly pronounced influence on the crack propagation behavior of low-carbon steels. Air humidity may accelerate the crack propagation due to corrosion driven metal dissolution. However, corrosion products, namely oxide particles, which are located in between the crack flanks, may lead to oxide induced crack closure, decelerating the crack propagation. In a specially developed climate chamber, tests to determine the threshold against fatigue crack propagation at high load ratios were carried out in order to investigate the influence of the atmosphere. First results indicate that a moderately humid environment and a high testing frequency lead to a reduction of the threshold compared to tests conducted in inert gas. In contrast, increasing the humidity and reducing the test frequency results in an increased threshold against fatigue crack propagation.

Keywords: Threshold against fatigue crack propagation, influence of environment, climate chamber, S690QL

1 Einleitung

Die genaue Kenntnis des Schwellenwerts gegen Ermüdungsrissausbreitung ΔK_{th} ist für die schadenstolerante Bauteilauslegung mithilfe bruchmechanischer Methoden von großer Bedeutung. Da bereits kleine Unterschiede im Schwellenwert große Änderungen in der berechneten Restlebensdauer eines geschädigten Bauteils bedeuten können [1], gilt es den im Werkstoffversuch ermittelten Kennwert mit gesicherter Konservativität auf das Bauteil übertragen zu können. Daher ist es erforderlich die externen Einflüsse und deren Wirkung auf das Risswachstum zu identifizieren und zu quantifizieren.

Dieser Beitrag beschäftigt sich mit dem Einfluss der Prüfatmosphäre auf den bei hohen Lastverhältnissen ermittelten Schwellenwert am Feinkornbaustahl S690QL. Bei Versuchsführung in feuchter Luft begünstigt eine Erhöhung der relativen Luftfeuchtigkeit das Auftreten oxidinduzierter Rissschließeffekte und damit eine Verlangsamung des Risswachstums durch die Reduktion der effektiv zum Rissfortschritt beitragenden Lastschwingweite [2,3]. Dem gegenüber steht die durch Korrosion vorangetriebene Auflösung des Werkstoffs und damit eine Beschleunigung des Risswachstums [4].

Zur Bewertung des Einflusses der Prüfatmosphäre auf ΔK_{th} wurde eine Klimakammer entwickelt, welche es gestattet, Versuche bei konstanter Temperatur und konstanter relativer Luftfeuchte, sowie unter Argon durchzuführen.

2 Experimentelle Details

2.1 Untersuchtes Probenmaterial

Die Rissfortschrittsversuche wurden an S690QL Feinkornbaustahl mit einer Blechdicke von 12 mm durchgeführt. Die mittels Funken-Emissionsspektrometrie ermittelte chemische Zusammensetzung und die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs sind den **Tabellen 1** und **2** zu entnehmen.

Tabelle 1 Chemische Zusammensetzung (in Massenprozent)
Table 1 Chemical composition in (weight percent)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	Nb	Fe
0,16	0,23	1,15	0,01	<0,01	0,41	0,18	0,04	0,08	0,02	0,04	97,65

Tabelle 2 Mechanische Eigenschaften
Table 2 Mechanical properties

Streckgrenze R_{eH} in MPa	Zugfestigkeit R_m in MPa	Elastizitäts-modul E in GPa	Bruchdeh-nung A in %	Kerbschlagar-beit KV_2 in J
810	825	207	16,5	126

Der Werkstoff weist ein feinkörniges, martensitisch-bainitisches Gefüge auf (**Bild 1**).

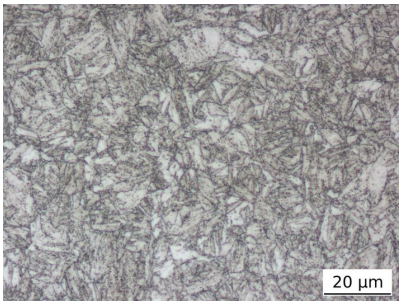


Bild 1: Mikrostruktur des untersuchten Werkstoffs
Figure 1: Microstructure of the invesitgated material

Die Durchführung der bruchmechanischen Untersuchungen erfolgte an einseitig gekerbten Biegeproben (SENB) mit den Abmessungen 19 x 6 x 108 mm^3. Als Ausrichtung der Proben wurde die Richtung T-L gemäß [5] gewählt, sodass die Rissfortschrittsrichtung parallel zur Walzrichtung liegt.

2.2 Versuchsaufbau

Zur Probeneinspannung wurde die in **Bild 2** gezeigte Achtpunkt-Biegevorrichtung, montiert in einer RUMUL TESTRONIC-Resonanzprüfmaschine, genutzt. Die Risslängenmessung erfolgte durch Bestimmung der Probennachgiebigkeit mit Hilfe eines Extensometers (Sandner EXR10-0.5o).

Zur Untersuchung des Einflusses der Prüfatmosphäre wurde eine Klimakammer entwickelt, mit welcher Versuche in Luft bei konstanter relativer Feuchte und konstanter Temperatur sowie unter Inertgasatmosphäre durchgeführt werden können. Die Kammer besteht aus zwei aus Acrylglas gefertigten Hälften, welche mittels eines Chloropren-Kautschuks („Neopren“) gegeneinander abgedichtet sind und die Biegevorrichtung umgeben. Im Inneren der Kammer sind großflächige, auf Kühlkörpern aufgeklebte, Widerstandsheizfolien verbaut, welche zur gleichmäßigen Erwärmung des Kammerinnenvolumens dienen. Die Befeuchtung erfolgt über einen externen Luftbefeuchter, das Inertgas wird durch eine Druckgasflasche bereitgestellt. Temperatur und Feuchte werden über einen in Probennähe angebrachten digitalen Sensor (Sensirion SHT85) gemessen. Bei Versuchsdurchführung unter Inertgas wird außerdem der Rest-O_2 Gehalt gemessen (DFROBOT SEN0322). Die Auswertung und Protokollierung der Sensorsignale sowie die Regelung der Klimakammer erfolgt mittels eines Mikrocontroller-Boards (Arduino UNO). Zur optischen Risslängenmessung sind auf beiden Seiten der Kammer Mikroskopkameras verbaut.

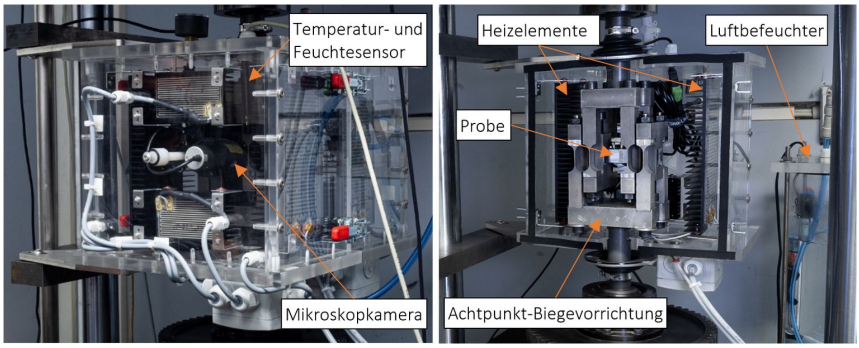


Bild 2: Projektspezifisch entwickelte Klimakammer mit Achtpunkt-Biegevorrichtung, montiert in einer RUMUL TESTRONIC-Prüfmaschine
Figure 2: Project-specifically developed climate chamber with eight-point bending fixture, mounted in a RUMUL TESTRONIC testing machine

Bei Versuchsdurchführung unter feuchter Luft wird ein eigens entwickelter Luftbefeuchter eingesetzt. Dieser funktioniert nach dem Prinzip einer Gaswaschflasche, wobei Umgebungsluft in ein beheiztes Wassergefäß eingeleitet und damit befeuchtet wird (**Bild 3**). Die Kammer wird kontinuierlich mit Luft durchströmt. Der Mikrocontroller regelt die Luftfeuchte in der Kammer durch Anpassung des Tastgrads des 3/2-Wegeventils.

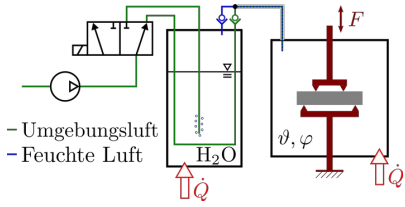


Bild 3: Aufbau der Luftbefeuchtung der Klimakammer (schematisch)
Figure 3: Air humidification system of the climate chamber (schematic)

Zur Versuchsdurchführung in Inertgasatmosphäre wird Argon aus Druckgasflaschen genutzt. Vor Versuchsbeginn wird das Kammervolumen mittels eines dynamischen Lufttrockners (Trockenmittel: Molekularsieb 3 Å) getrocknet und anschließend mit Argon geflutet (**Bild 4**). Zur Bewertung des Gasgemischs im Kammerinneren wird ein Sauerstoffsensor eingesetzt. Die Versuchsdurchführung erfolgt bei geschlossener und gedichteter Kammer. Da aufgrund der eingesetzten Materialien und Komponenten keine hermetische Abdichtung

erzielt wird, wird in der Kammer ein Überdruck bei kontinuierlicher Zuführung von Argon aufrechterhalten. So kann für die Dauer des Versuchs in der Klimakammer ein Restsauerstoffgehalt von < 1 % bei einer durch die eingesetzte Sensorik nicht mehr erfassbaren Restfeuchte gewährleistet werden.

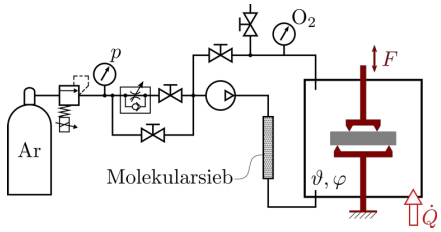


Bild 4: Versuchsaufbau Inertgas (schematisch)
Figure 4: Test setup inert gas (schematic)

2.3 Bruchmechanische Versuche

Um den Einfluss der Prüfumgebung auf den Schwellenwert gegen Ermüdungsrisswachstum bei hohen Lastverhältnissen zu ermitteln, wurden Lastabsenkungsversuche nach [5, 6] bei konstantem Lastverhältnis R = 0,8 durchgeführt. Abbruchkriterium der Versuche war das Erreichen einer Rissfortschrittsrate von ca. 10^{-8} mm/Zyklus. Das Anschwingen der Proben erfolgte konventionell unter Zug. Die Temperatur in der Klimakammer wurde konstant bei 35 °C gehalten. Die relative Luftfeuchte wurde zwischen ungeregelt (Laborluft) über 60 % relative Feuchte (60 % r.F.) und in Stichprobenversuchen 80 % r.F. variiert. Ferner wurden Versuche unter Argon durchgeführt. Ferner erfolgte eine Reduktion der Prüffrequenz durch Änderung der Zusatzmassen an der Resonanzprüfmaschine von 95 Hz auf 55 Hz (Frequenzen jeweils gemittelt über die Versuchslaufzeit), um den Effekt einer verlängerten Aussetzungsdauer in feuchter Atmosphäre zu untersuchen.

Die Rissfortschrittsrate wurde als Steigung abschnittsweiser linearer Regressionen über eine Rissverlängerung von 0,02 mm bestimmt. Die Ermittlung der Schwellenwerte aus den Rissfortschrittsdaten erfolgte nach der in [7] vorgestellten Methodik bei einer Rissfortschrittsrate von 10^{-8} mm/Zyklus, $\Delta K_{th,ISO}$ [6], und einer Rissfortschrittsrate von 10^{-7} mm/Zyklus, $\Delta K_{th,ASTM}$ [5].

3 Ergebnisse und Diskussion

In Summe wurden 22 Lastabsenkungsversuche zur Ermittlung des Schwellenwerts gegen Ermüdungsrissausbreitung durchgeführt. Die Ergebnisse sind als Mittelwert und Standardabweichung, gruppiert nach der jeweiligen Prüfatmosphäre in **Tabelle 3**, die Rissfortschrittskurven in **Bild 5** dargestellt. Zur besseren optischen Differenzierbarkeit ist in **Bild 5** je nur eine Rissfortschrittskurve je Prüfatmosphäre dargestellt. Es werden die Rissfortschrittsdaten der Probe einer Gruppe gezeigt, deren Schwellenwerte den Median der Gruppe repräsentieren.

Tabelle 3 Ergebnisse der Lastabsenkungsversuche, Mittelwert ± Standardabweichung
Table 3 Results of the load reduction tests, mean value ± standard deviation

Versuch	Anzahl	$\Delta K_{th,ISO}$ in MPa·m$^{1/2}$	$\Delta K_{th,ASTM}$ in MPa·m$^{1/2}$
Laborluft, 35 °C, 95 Hz	5	2,31 ± 0,04	2,81 ± 0,03
Luft, 60 % r.F., 35 °C, 95 Hz	7	2,20 ± 0,03	2,69 ± 0,02
Luft, 60 % r.F., 35 °C, 55 Hz	3	2,45 ± 0,09	2,85 ± 0,06
Luft, 80 % r.F., 35 °C, 55 Hz	2	2,62	2,88

Argon, 35 °C, 95 Hz	5	2,38 ± 0,02	2,90 ± 0,03

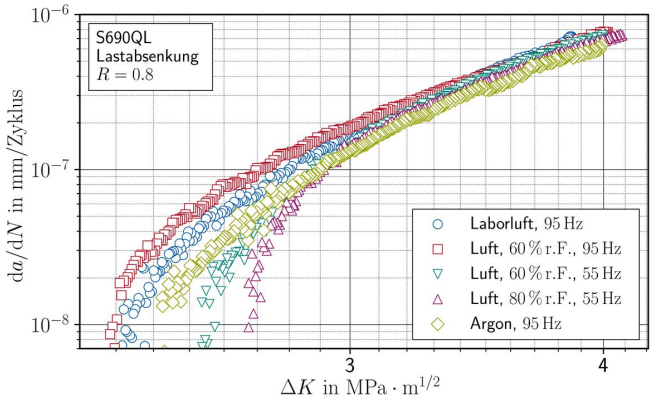


Bild 5: Rissfortschrittskurven
Figure 5: Crack propagation curves

Im Vergleich $\Delta K_{th,ISO}$ und $\Delta K_{th,ASTM}$ ist der bei einer Rissfortschrittsrate von 10^{-8} mm/Zyklus ermittelte Schwellenwert $\Delta K_{th,ISO}$ im Mittel rund 15 % kleiner als $\Delta K_{th,ASTM}$. Im Vergleich der Mittelwerte der einzelnen Teilversuche zeigen sich für $\Delta K_{th,ISO}$ stärker ausgeprägter Unterschiede als für $\Delta K_{th,ASTM}$, hervorgerufen durch ein Abknicken hin zu höheren Schwellenwerten.

Im direkten Vergleich der Ergebnisse von Versuchsführung in Laborluft (gemessene relative Feuchte: 16,6 ± 4,2 % r.F.) zu Versuchen bei 60 % r.F., jeweils bei regulärer Prüffrequenz (ca. 95 Hz), ergeben sich sowohl in den ermittelten Schwellenwerten wie auch in Lage und Verlauf der Rissfortschrittskurven nur kleine Unterschiede. Im Mittel ergeben die in feuchter Luft bei 60 % r.F. aufgenommenen Rissfortschrittskurven geringfügig kleinere Schwellenwerte. Eine mögliche Erklärung ist beschleunigtes Risswachstum aufgrund korrosionsbedingter Metallauflösung.

Durch eine Reduktion der Prüffrequenz auf im Mittel 55 Hz verlängert sich die Periodendauer eines Schwingspiels um rund 70 % und damit auch die während eines Schwingspiels zur chemischen Reaktion der Feuchte mit dem Stahl verfügbare Zeit. Sowohl der bei 10^{-8} mm/Zyklus ermittelte Schwellenwert, wie auch der bei 10^{-7} mm/Zyklus ermittelte sind im Vergleich zu den bei 95 Hz Prüffrequenz ermittelten Schwellenwerten in Laborluft bzw. feuchter Luft erkennbar größer. Bei Betrachtung der Rissfortschrittskurve zeigt sich ein leichtes Abknicken der Kurve bei einer Rissfortschrittsrate von kleiner 10^{-7} mm/Zyklus hin zu größeren Lasten, was auf das Vorhandensein von oxidinduzierten Rissschließen schließen lässt. Das Erhöhen der relativen Luftfeuchte auf 80 % r.F. verstärkt diesen Effekt.

Die in Argon bei 95 Hz ermittelten Rissfortschrittskurven liegen im Vergleich der bei 95 Hz ermittelten Daten bei gleicher Rissfortschrittsraten insgesamt leicht zu höheren Lasten hin verschoben und zeigen kein Abknicken.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Zur Untersuchung des Einflusses der Prüfatmosphäre auf den Schwellenwert gegen Ermüdungsrissausbreitung wurde eine Klimakammer entwickelt und vorgestellt. Mit dieser ist es möglich, während eines Rissfortschrittsversuchs konstante Umgebungsbedingungen im Prüfraum aufrechtzuerhalten. Rissfortschrittsuntersuchungen an einem Feinkornbaustahl zeigten bei einem Lastverhältnis von R = 0,8 einen Einfluss der Prüfatmosphäre auf den Schwellenwert gegen Ermüdungsrissausbreitung. Bei moderater Feuchte (95 Hz Prüffrequenz und maximal 60 % r.F.) reduziert sich der Schwellenwert gegenüber in Versuchen in Inertgasatmosphäre. Durch Reduktion der Prüffrequenz und Anhebung der relativen Feuchte im Prüfraum ergeben sich größere Schwellenwerte und die Rissfortschrittskurven zeigen ein Abknicken, was auf das Vorhandensein von Rissschließeffekten deutet. Hierzu werden weitere Untersuchungen, wie beispielsweise die Auswertung von Kraft-Rissöffnungs-Kurven, angestrebt.

Danksagung – Das IGF-Vorhaben 20530 N / 1263 „Ermittlung des intrinsischen Schwellenwerts und dessen Validierung als Werkstoffparameter“ der FOSTA – Forschungsvereinigung Stahlanwendung e. V., Düsseldorf, wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Das Vorhaben wurde an der Bundesanstalt für Materialforschung und Materialprüfung (BAM) Berlin und MPA-IfW Darmstadt durchgeführt.
Ferner danken wir Larissa Duarte, Dr. Mauro Madia und Prof. Dr. Uwe Zerbst von der BAM für die zahlreichen anregenden Diskussionen und die Endfertigung der eingesetzten Bruchmechanikproben.

Literatur

[1] U. Zerbst, M. Vormwald, R. Pippan, H.-P. Gänser, C. Sarrazin-Baudoux, M. Madia: About the fatigue crack propagation threshold of metals as a design criterion – A review. Engineering Fracture Mechanics 153 (2016), S. 190-243

[2] S. Suresh, G. F. Zamiski, R. O. Ritchie: Oxide-Induced Crack Closure: An Explanation for Near-Threshold Corrosion Fatigue Crack Growth Behavior. Metallurgical and Materials Transactions A 12 (1981), S. 1435–1443

[3] L. Duarte, J. A. Schönherr, M. Madia, U. Zerbst, M. B. Geilen, M. Klein, M. Oechsner: Recent developments in the determination of fatigue crack propagation thresholds. International Journal of Fatigue 107131 (2022)

[4] P. Smith: Oxide-Induced Crack Closure: The Effects of Moisture on the Fatigue Crack Growth Behaviour of a Low Alloy Steel Near Threshold. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures 10/4 (1981), S. 291–304

[5] ASTM E647:15e1: Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates. ASTM International, 2016

[6] ISO 12108:2018: Metallic materials – Fatigue testing – Fatigue crack growth method. ISO, 2018

[7] J. A. Schönherr, L. Duarte, M. Madia, U. Zerbst, M. B. Geilen, M. Klein, M. Oechsner: Robust Determination of Fatigue Crack Propagation Thresholds from Crack Growth Data. Materials 15, 4737 (2022)

Ermüdungsrisswachstum unter proportionaler und nicht-proportionaler räumlicher Mixed-Mode-Belastung

Fatigue crack growth under proportional and non-proportional spatial mixed-mode loading

P. Köster und M. Sander, Universität Rostock, Lehrstuhl für Strukturmechanik

Kurzfassung – Die theoretischen Hintergründe zur Beschreibung des Rissausbreitungsverhaltens bei räumlicher Mixed-Mode-Beanspruchung sind derzeit noch sehr begrenzt. Im Rahmen dieser Forschungsarbeit sollte ein besseres Verständnis der Wirkungsmechanismen und damit eine grundlegende Basis für die Entwicklung neuer Konzepte zur zuverlässigen Vorhersage des Ermüdungsrisswachstums unter solchen Bedingungen gewonnen werden. Dazu wurden Ermüdungsrisswachstumsversuche an einseitig gekerbten (SEN) Proben aus dem hochfesten Stahl 34CrNiMo6 mit einer Tension/Torsion-Prüfmaschine unter phasengleicher und phasenverschobener räumlicher Mixed-Mode-Beanspruchung durchgeführt. Im Einzelnen wurden die realen Rissfrontverläufe für ausgewählte Risstiefen mit der Markerload-Technik bzw. der Mehrproben-Technik untersucht. Darüber hinaus wurden für die teilweise verzweigten Risspfade auf beiden Seiten der Probe die Abknickwinkel und die Risslängen in Abhängigkeit von der Lastwechselzahl mittels digitaler Bildkorrelation (DIC) und einem erweiterten, automatisierten Auswertetool bestimmt.

Stichwörter: Zug-/Torsions-Last, Phasenverschiebung, Markerload-Technik, Digitale Bildkorrelation

Abstract – The theoretical background for describing crack propagation behavior under spatial mixed-mode loading is currently very limited. Within the scope of this research work, a better understanding of the effective mechanisms and therefore a fundamental basis for the development of new concepts concerning the reliable prediction of fatigue crack propagation under such conditions should be gained. For this purpose, fatigue crack growth tests were performed on single edge notched (SEN) specimens made of the high-strength steel 34CrNiMo6 using a tension/torsion testing machine under in-phase and out-of-phase spatial mixed-mode loading conditions. In detail, the real crack front progressions were determined for selected crack depths using the marker load technique or the multi-sample technique. In addition, the kinking angles and the crack lengths depending on the number of load cycles were determined for the partially branched crack growth paths on both sides of the specimen using digital image correlation (DIC) and an extended, automated evaluation tool.

Keywords: Tension/Torsion loading, Out-of-phase, Marker load technique, Digital Image Correlation

1 Einleitung

Zur Gewährleistung einer sicheren Nutzung und zur Vermeidung von Schadensfällen inklusive der damit verbundenen Folgen müssen Bauteile neben der klassischen Festigkeitslehre auch nach bruchmechanischen Gesichtspunkten ausgelegt werden. In diesem Zusammenhang ist die Kenntnis der vollständigen theoretischen Hintergründe und Abläufe im Zuge des Risswachstums erforderlich. Im Falle einer Überlagerung aller drei grundlegenden Rissbeanspruchungsarten ist dieses Wissen derzeit jedoch noch sehr begrenzt. Dies gilt insbesondere für nichtproportionale Beanspruchungen, da hierzu bisher vergleichsweise wenige Untersuchungen durchgeführt worden sind [1]. Zudem liefern die sehr unterschiedlichen Versuchsbedingungen oft kontroverse Ergebnisse [2, 3]. Ein weiteres Problem ist, dass bei einer phasenverschobenen, nichtproportionalen Belastung die Beanspruchung im Laufe eines Lastzyklus stark variiert. Für ein valides Konzept muss somit zunächst ein geeignetes Beanspruchungsmaß definiert werden, das die entsprechende Rissausbreitung mechanismenorientiert abbilden kann [4]. Die vorangegangenen Untersuchungen von Koester et al. [5] haben außerdem gezeigt, dass die resultierenden Bruchflächen infolge einer phasenverschobenen Mixed-Mode-Belastung sehr komplexe Topologien aufweisen. Darüber hinaus sind die Bruchflächen zum Teil massivem Abrieb ausgesetzt (**Bild 1**a). Dies macht es praktisch unmöglich, das Rissausbreitungsverhalten allein aus dem Bruchflächenverlauf nachzuvollziehen.

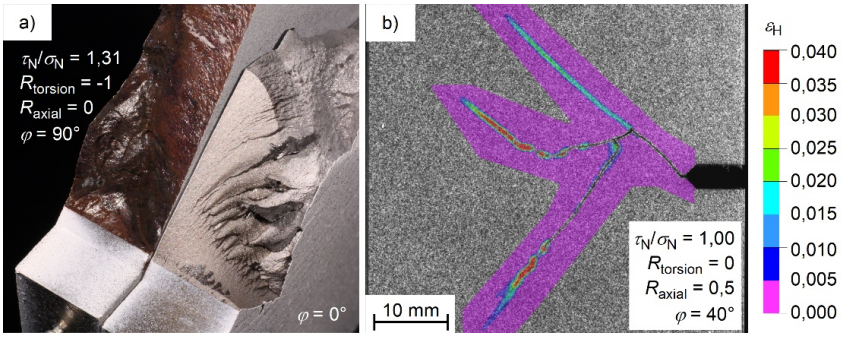


Bild 1: Ermüdungsbruchflächen nach phasengleicher und -verschobener Mixed-Mode-Beanspruchung (a) und Verzweigung eines Risses auf der Probenoberfläche dargestellt mit DIC (b)
Figure 1: Fatigue fracture surfaces after in-phase and out-of-phase mixed-mode loading (a) and branching of a crack at the specimen surface shown with DIC (b)

Ein zusätzliches Problem ist der Mode-Kopplungseffekt an den Oberflächen, wonach eine Mode II-Belastung hier auch stets eine Mode III-Beanspruchung hervorruft und umgekehrt [6-8]. Eine detaillierte Untersuchung der äußeren Risspfadentwicklung ist daher unabdingbar. In diesem Zusammenhang wurden in den Untersuchungen von Koester et al. [5] im Verlauf der Rissausbreitung zusätzliche Risse und Verzweigungen an den Probenoberflächen mittels DIC beobachtet (**Bild 1**b). Dies bedeutet, dass nicht alle Bereiche der Ermüdungsrisse auf der endgültigen Bruchfläche freigelegt werden, was die Bewertung weiter erschwert.

Um weitere Erkenntnisse auf diesem Gebiet zu gewinnen, wurden systematische experimentelle Untersuchungen durchgeführt. Diese dienten zum einen zur Bestimmung der realen Rissfront sowie deren Entwicklung im Probeninneren und zum anderen zur Ermittlung der genauen Rissverläufe auf den Probenoberflächen für verschiedene phasengleiche und phasenverschobene, räumliche Mixed-Mode-Probleme.

2 Experimentelles Setup

Für die Versuche wurden flache SEN-Proben mit einer Länge von 230 mm, einer Breite von 50 mm und einer Dicke von 10 mm verwendet. Die Erzeugung der einseitigen, V-förmigen Starterkerbe mit einer Breite von 3 mm, einer Tiefe von 8 mm und einem Kerbradius von ca. 150 µm erfolgte mittels Drahterosion. Als Material wurde der hochfeste Vergütungsstahl 34CrNiMo6 mit der chemischen Zusammensetzung in **Tabelle 1** und den mechanischen Eigenschaften in **Tabelle 2** verwendet. Um den Kerbeinflussbereich zu verlassen und somit vergleichbare und reproduzierbare Bedingungen zu schaffen, wurde ein Anriss unter Mode I-Bedingungen eingebracht. Hierzu wurde jede Probe mit einer zyklischen Zug-Druck-Belastung von F = ±30 kN bei R = -1 und f = 30 Hz über N = 100.000 Lastwechsel belastet. Sowohl die Rissinitiierung als auch die folgenden Experimente erfolgten an einer servohydraulischen Tension/Torsion-Prüfmaschine.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung des verwendeten Werkstoffs 34CrNiMo6 [9]
Table 1: Chemical composition of the tested material 34CrNiMo6 [9]

Bestandteil	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu
Massen-%	0,35	0,65	0,25	0,005	0,002	1,63	0,22	1,65	0,02	0,13

Tabelle 2: Mechanische Eigenschaften des verwendeten Materials 34CrNiMo6 [9]
Table 2: Mechanical properties of the tested material 34CrNiMo6 [9]

$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]	Härte [HBW]	E [MPa]	ν
750	894	18	284	210.000	0,3

Alle Versuche wurden bei einer konstanten Amplitudenbelastung mit F_{max} = 27,5 kN durchgeführt, so dass anfangs stets ein Lastniveau von $\sigma_{N,max}/R_{p0,2}$ = 0,07 vorlag. Die maximalen Torsionsmomente betrugen $M_{t,max}$ = 60,5 Nm bzw. 80 Nm und die getesteten Lastverhältnisse zwischen torsionaler und axialer Belastung somit τ_N/σ_N =0,76 und 1. Beide Belastungsarten wurden sowohl phasengleich als auch phasenverschoben überlagert, wobei das Torsionsmoment hier um den Phasenwinkel φ = 40° bzw. 90° zur Axiallast verschoben war. Weiterhin wurden verschiedene Kombinationen vom axialen und torsionalen Spannungsverhältnis geprüft (**Tabelle 3**).

Tabelle 3: Prüfmatrix der verschiedenen Lastbedingungen
Table 3: Test matrix of the different load conditions

$\sigma_{N,max}/R_{p0,2}$	0,07									
τ_N/σ_N	0,76 / 1,00									
φ [°]	0				40			90		
R_{axial}	0	0,5			0	0,5		0	0,5	
$R_{torsional}$	0	0,5	0	-1	0	0	-1	0	0	-1

Zur Verfolgung des Rissverlaufs auf den Oberflächen wurden beide Seiten jeder Probe mit jeweils einem LED-Strahler beleuchtet und einer Digitalkamera beobachtet. Im gewählten Beobachtungsbereich wurde mit den verwendeten 5 MP-Kameras (2448 × 2048 Pixel) ein Maßstab von 0,027 mm/Pixel erreicht. In diesem Zusammenhang wurde in jedem Versuch alle 4.000 Lastzyklen ein Bild bei der maximalen Kraft F_{max} mit der Software VIC-Snap aufgenommen. Die sich daraus ergebende Bildfolge über den Versuchsverlauf wurde anschließend im DIC-Nachbearbeitungsprogramm VIC-2D v6 ausgewertet.

3 Untersuchung der Risspfade an den Oberflächen

Die Ermittlung der Risslängen- und der Abknickwinkelverläufe aus den DIC-Daten ist mit erheblichem manuellem Aufwand verbunden und teilweise subjektiven Einflüssen ausgesetzt [4, 5]. Um diesen Prozess maßgeblich zu optimieren, wurde das „Automated Crack Detection and Measurement (ACDM)“ Tool von Gehri et al. [10] weiterentwickelt. Nachdem in VIC-2D für alle aufgenommenen Oberflächenfotos die Hauptdehnungen gemessen wurden, werden in dieser MATLAB-Routine zunächst für jedes Bild Grenzwertüberschreitungen gesucht. Im Anschluss werden die ermittelten Daten kombiniert und über morphologische Ausdünnung die zugehörigen Risspfade bestimmt. Die Erweiterung des Tools durch Panwitt et al. [11, 12] ermöglicht zudem die Zuordnung der Lastwechselzahl zur jeweiligen Position der Rissspitze. Auf diese Weise ist es möglich, den Zusammenhang zwischen der Risslänge a und der Lastwechselzahl N auch für abknickende und verzweigte Risse herzustellen. Da die Rissspitzenkoordinaten durch das automatisierte Tool bekannt sind, können außerdem die Abknickwinkel φ_0 zwischen ihnen bestimmt werden.

In **Bild 2** wird exemplarisch die Anwendung des erweiterten ACDM Tools dargestellt. Die Bruchfläche aus einem Versuch bei einer Phasenverschiebung φ = 90° (**Bild 2**a) offenbart, dass sich das Risswachstum im Probeninneren stark von dem im oberflächennahen Bereich unterscheidet. Während die Ermüdungsbruchfläche in der Probenmitte hell ist und vergleichsweise eben verläuft, ist sie nahe den Oberflächen durch abgedunkelte Bereiche, Facetten und einen zickzack-förmigen Verlauf gekennzeichnet. Diese Risspfadentwicklung spiegelt sich ebenso im letzten Bild des Post-Processings (**Bild 2**b) wider. Auch aus der automatisierten Routine (**Bild 2**c) ergibt sich, dass der Risspfad ständig seine Richtung wechselt, ohne dabei zusätzliche Verzweigungen auszubilden. Die zugehörigen Daten für den Abknickwinkel φ_0 und die Risslänge a in Abhängigkeit zur Lastwechselzahl N sind im Diagramm (**Bild 2**d) gegeben. Passend zum realen Verlauf an der Probenoberfläche wechselt auch die φ_0-N-Kurve mehrfach das Vorzeichen.

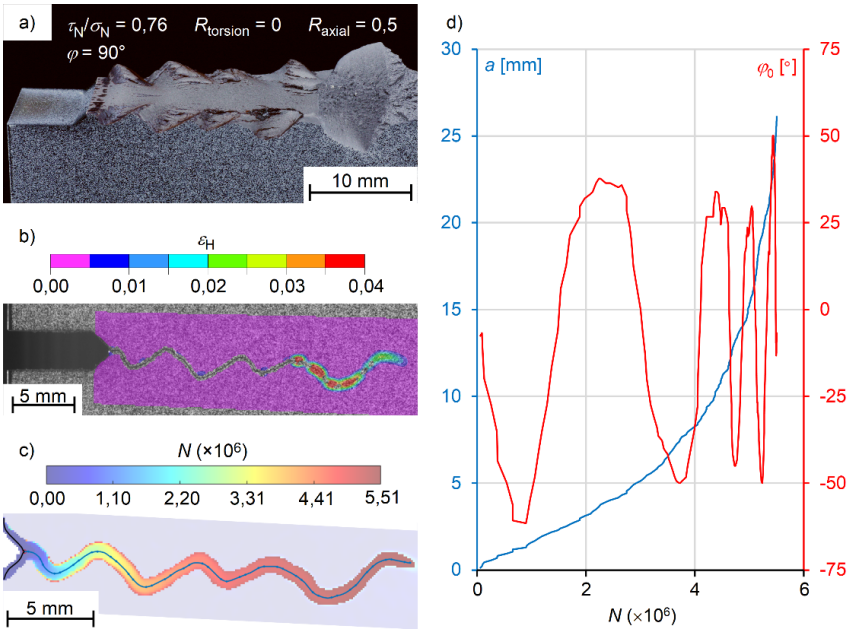


Bild 2: Anwendungsbeispiel des erweiterten ACDM-Tools mit Ermüdungsbruchfläche (a), Hauptdehnungsverteilung in der letzten DIC-Aufnahme (b), Risspfaderkennung mit zugeordneter Lastwechselzahl (c) [12] und Diagramm mit den Verläufen von a und φ_0 über N

Figure 2: Application example of the extended ACDM tool with fatigue fracture surface (a), principal strain distribution in the last DIC image (b), crack path detection with assigned load cycle number (c) [12] and diagram with the curves of a and φ_0 vs N

Im Weiteren wurden für alle Lastkombinationen aus **Tabelle 3** Versuche bis zum jeweiligen Restgewaltbruch durchgeführt. Mit Hilfe des erweiterten ACDM Tools konnten dazu die Daten von a, φ_0 und N ermittelt werden, um als Referenzwerte zu dienen.

4 Untersuchung der Rissfronten im Probeninneren

Für die Untersuchung des realen Rissfrontverlaufs im Probeninneren und dessen Entwicklung während des Rissfortschritts ist die Nutzung der Markerload-Technik prädestiniert. Im nächsten Schritt wurde daher deren Anwendbarkeit geprüft. Als Resultat konnte festgestellt werden, dass bei phasengleicher Mixed-Mode-Belastung die Erzeugung von Rastmarken durch Über- bzw. Unterlasten oder durch Blocklasten prinzipiell möglich ist. Während hierzu bei R_{axial} = 0 Überlasten mit einem Faktor von $Ü_{ol}$ = 2 zielführend sind (**Bild 3**a), eignen sich bei R_{axial} = 0,5 eher Unterlasten. Im Gegensatz dazu führt eine Phasenverschiebung der Belastungsarten auch bei R = 0 zu signifikanten Reibungseinflüssen, so dass die Rastmarken hier insbesondere nahe den Oberflächen kaum noch sichtbar sind. Dieser Einfluss steigt mit zunehmendem Phasenverschiebungswinkel φ (**Bild 3**b, c), sowie mit steigender Lastwechselzahl N (**Bild 3**c, d). Auch eine praktisch permanente Öffnung des Risses durch die Verwendung von zyklischen Lasten mit R = 0,5 führt zu keiner wesentlichen Verbesserung hinsichtlich des Erhalts der Rastmarken. Das Beispiel in **Bild 3**e weist wie die vorherigen Bruchflächen nach phasenverschobener Mixed-Mode-Beanspruchung die typischen Verdunkelungen an den oberflächennahen Bereichen und nahe des Mode I-Anrisses auf. Als Alternative zur Markerload-Technik ist bei Phasenverschiebung daher auf die Mehrproben-Technik zurückzugreifen.

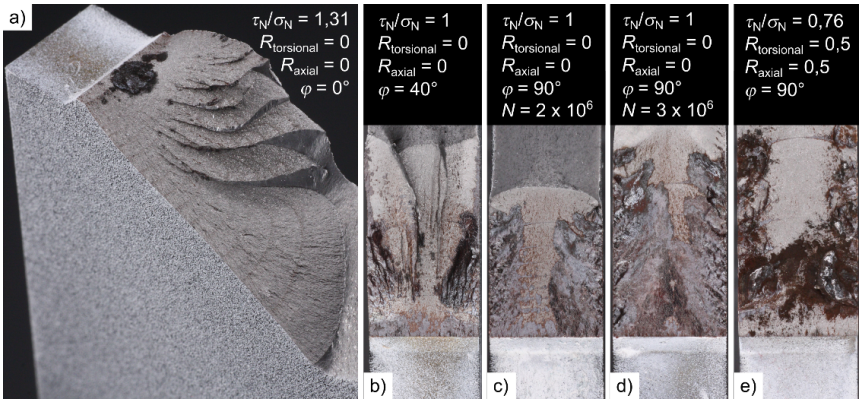


Bild 3: Ermüdungsbruchflächen mit Rastmarken infolge einzelner Überlasten für verschiedene Mixed-Mode-Belastungen (a - e)
Figure 3: Fatigue fracture surfaces with beach marks due to single overloads for different mixed-mode conditions (a - e)

Ein direkter Vergleich zwischen der Anwendung der Markerload- und der Mehrproben-Technik für phasengleich überlagerte Mixed-Mode-Belastung ist in **Bild 4** gegeben. Die Auswertung hat ergeben, dass die Überlasten signifikante Verzögerungseffekte hervorrufen. Diese sind über das automatische Tool jedoch quantifizierbar und bei Folgeversuchen entsprechend zu berücksichtigen. In Bezug auf das Abknick- und Verdrehverhalten des Risses zeigen die Bruchflächen (**Bild 4**a, b) und das φ_0-*a*-Diagramm in **Bild 4**c nahezu identische Ergebnisse. Die Überlasten bewirken in dieser Hinsicht also keine negative Beeinflussung.

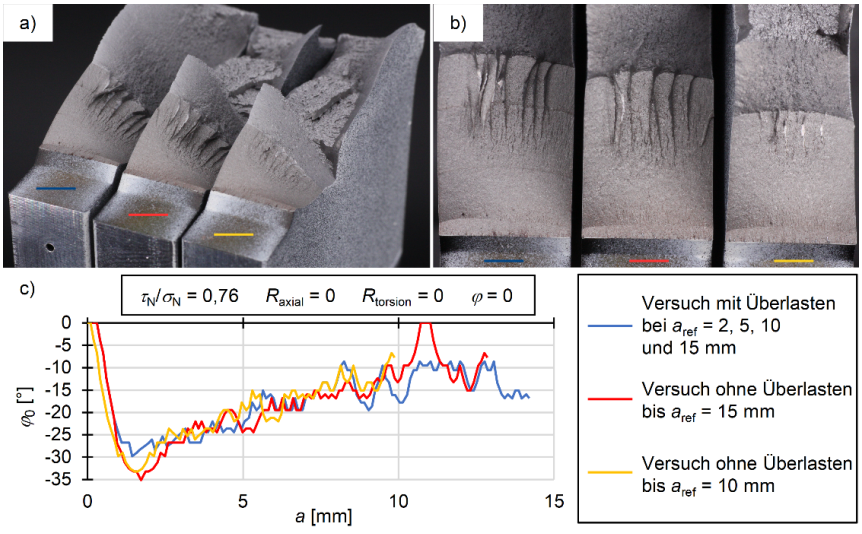


Bild 4: Vergleich der Anwendung von Markerload- und Mehrproben-Technik hinsichtlich der Ermüdungsbruchflächen (a, b) sowie der Verläufe von φ_0 über *a*
Figure 4: Comparison of the application of marker load and multi-sample technique with regard to the fatigue fracture surfaces (a, b) as well as the progressions from φ_0 over *a*

5 Schlussfolgerungen und Ausblick

Um die Phänomene bei räumlicher Mixed-Mode-Beanspruchung besser zu verstehen, wurde das Ermüdungsrisswachstum bei phasengleicher und phasenverschobener Belastung untersucht. Die verschiedenen systematischen Experimente haben gezeigt, dass das Rissausbreitungsverhalten unter solchen Bedingungen sehr komplex und schwer nachzuvollziehen ist. Es wurde aber auch deutlich, dass diese Unsicherheiten schrittweise aufgeklärt werden können. Ausgehend von der Erweiterung eines bestehenden MATLAB-Tools können auf Basis von DIC-Daten nun automatisch und sehr detailliert die Information zu a, N und φ_0 auch für abknickende und verzweigte Oberflächenrisse ermittelt werden. Darauf und auf entsprechenden Referenzversuchen aufbauend kann bei phasengleich überlagerter Belastung die Entwicklung der Rissfront im Probeninneren über die Markerload-Technik näher untersucht werden. Für den Fall von phasenverschobener Mixed-Mode-Belastung ist stattdessen die Mehrproben-Technik vorzuziehen.

Im weiteren Verlauf werden für alle Lastkombinationen die Rissfronten für fest definierte Risstiefen bestimmt und vermessen. Eine Auswahl dieser wird dann in FE-Modellen nachgebildet, um numerisch die Spannungsintensitätsfaktorlösungen zu berechnen. Zusammen mit den Rissausbreitungsdaten der DIC-Auswertungen soll damit eine Grundlage für zukünftige Rissausbreitungskonzepte geschaffen werden.

Danksagung – Die Autoren bedanken sich für die finanzielle Unterstützung dieses Forschungsprojekts (Projektnummer: 387114789) durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) in Bonn, Deutschland.

Literatur

[1] Vormwald, M.; Zerres, P.: Review of fatigue crack growth under non-proportional loading. In: Proceedings of the 4th International conference on Crack paths (CP 2012), Gaeta (Italy), 19-21 September, 2012, s. n.], [Gaeta, 2012, S. 1–14

[2] Fatemi, A.; Shamsaei, N.: Multiaxial fatigue: An overview and some approximation models for life estimation. In: International Journal of Fatigue (33), 2011, no 8, pp. 948–958. doi: 10.1016/j.ijfatigue.2011.01.003

[3] Socie, D. F.; Marquis, G. B.: Multiaxial fatigue. Society of Automotive Engineers Warrendale, PA, 2000

[4] Köster, P.: Untersuchung zum Ermüdungsrisswachstum bei proportionaler und nicht-proportionaler Mixed-Mode-Belastung, Universität Rostock, Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik, Dissertation, 2021

[5] Köster, P.; Benz, C.; Heyer, H.; Sander, M.: In-phase and out-of-phase mixed mode loading: Investigation of fatigue crack growth in SEN specimen due to tension–compression and torsional loading. In: Theoretical and Applied Fracture Mechanics (108), 2020, pp. 102586. doi: 10.1016/j.tafmec.2020.102586

[6] Sander, M.; Richard, H. A.: Experimental and numerical investigations on the influence of the loading direction on the fatigue crack growth. In: International Journal of Fatigue (28), 2006, no 5-6, pp. 583–591. doi: 10.1016/j.ijfatigue.2005.05.012

[7] Highsmith, S.: Crack path determination for non-proportional mixed-mode fatigue, Georgia Institute of Technology, George W. Woodruff School of Mechanical Engineering, PhD Thesis, May 2009

[8] Pook, L. P.; Campagnolo A.; Berto, F.; Lazzarin, P.: Coupled fracture mode of a cracked plate under anti-plane loading. In: Engineering Fracture Mechanics (134), 2015, pp. 391–403. doi: 10.1016/j.engfracmech.2014.12.021

[9] Schmiedewerke Gröditz GmbH: Inspection Certificate 3.1 - DIN EN 10204 for 34CrNiMo6+QT / 1.6582 / AISI 4340. Nr. S 1021, Germany, Gröditz (06.01.2020).

[10] Gehri, N.; Mata-Falcón, J.; Kaufmann, W.: Automated crack detection and measurement based on digital image correlation. In: Construction and Building Materials (256), 2020, pp. 119383. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.119383

[11] Panwitt, H.; Köster, P.; Sander, M.: Automated crack length measurement for mixed mode fatigue cracks using digital image correlation. In: Procedia Structural Integrity (39), 2022, pp. 20–33. doi: 10.1016/j.prostr.2022.03.068

[12] Panwitt, H.; Köster, P.; Sander, M.: Fatigue crack growth determination under in-phase and out-of-phase mixed-mode loading conditions using an automated DIC evaluation tool. In: International Journal of Fatigue (164), 2022, pp. 107122. doi: 10.1016/j.ijfatigue.2022.107122

Gezielte Werkstoffprüfung zur fail-safe-Bauteilauslegung am Beispiel eines Achsschenkels

Tailored materials testing for fail-safe design of a steering knuckle

W. Baer[1], M. Breidung[1], P. Wossidlo[1], K. Wahl[1], P. Gerwien[1], U. Zerbst[1], M. Madia[1], M. Küppers[2]
[1] Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
[2] MAN Truck & Bus, München

Kurzfassung – Bei der Auslegung von Achsschenkeln für Nutzfahrzeuge wird für den Überlastfall ein fail-safe-Kriterium (kontrolliertes Versagen) als Basisphilosophie angesetzt. Gefordert wird, dass sich der Achsschenkel auch unter Akzeptanz begrenzten Risswachstums hinreichend elastisch-plastisch verformen kann, ohne dass es zum Bruch kommt. Der Fahrer soll anschließend anhand der bleibenden Verformungen bemerken können, dass mit seinem Fahrzeug etwas nicht in Ordnung ist. Eine Voraussetzung für dieses Bauteilverhalten ist eine hinreichende Bruchzähigkeit des Werkstoffs. Diese, wie auch die Rissspitzenbeanspruchung, müssen ermittelt werden, um den bruchmechanischen Sicherheitsnachweis führen zu können. Zur Ermittlung der mechanisch-technologischen und bruchmechanischen Werkstoff-eigenschaften wurde ein Prüfkonzept entwickelt, bei dem die Proben an der potenziell kritischen Stelle direkt aus den geschmiedeten Achsschenkeln entnommen werden. Die experimentelle Werkstoffcharakterisierung bildet dann die Beanspruchungsbedingungen beim Überlastereignis ab. Im Rahmen der Produktion stehen jedoch nur Kerbschlagarbeitswerte zur Verfügung und aufwändige bruchmechanische Versuche sollen vermieden werden. Deshalb wurde eine Korrelation zur Abschätzung der vorhandenen Bruchzähigkeit aus der Kerbschlagarbeit herangezogen. Es ergibt sich eine Ergebnismatrix, die die Einflussgrößen Versagenswahrscheinlichkeit, Temperatur und Bruchzähigkeit verknüpft. Abschließend wird ein erster Vergleich der abgeschätzten mit den experimentell ermittelten Bruchzähigkeitswerten gezogen. Dieser weist aus, dass die abgeschätzten Werte geringfügig konservativ sind.

Stichwörter: Achsschenkel, fail-safe, bruchmechanische Auslegung, Korrelation, Kerbschlagarbeit

Abstract – Steering knuckles of commercial vehicles are designed considering a fail-safe design criterion (deformation before fracture). In case of an overload event and assuming a fatigue crack at the critical position of the steering knuckle, the latter shall be able to deform elastic-plastically without failure to such an extent that the driver is able to notice that something is wrong at the steering wheel. A prerequisite for such a behavior is an adequate fracture toughness of the material. Both, the fracture toughness as well as the crack driving force must be determined to perform the targeted fracture mechanics assessment. A test concept, in which the specimens are directly extracted at the critical positions of the forged component, has been set up for the determination of the mechanical and fracture mechanical material characteristics. All tests were carried out at loading conditions representing the overload event. Nevertheless, there are usually only Charpy energy values available within the manufacturing process and costly fracture mechanics tests should be avoided. Therefore, a correlation to estimate fracture toughness based on Charpy energy values was called on. A matrix of results is given, which comprises the influence factors failure probability, temperature, and fracture toughness. Finally, a comparison of experimentally determined and estimated fracture toughness values is provided. The estimated values are slightly conservative compared to the experimental values.

Keywords: Steering knuckle, fail-safe, fracture mechanics design, correlation, Charpy energy

1 Einleitung

Im Rahmen eines laufenden gemeinsamen Forschungsvorhabens der BAM Berlin und des FhI-LBF Darmstadt [1] zum Bruchverhalten bainitischer Schmiedestähle wird am Beispiel eines Nutzfahrzeug-Achsschenkels (**Bild 1**) die Anwendung des fail-safe-Kriteriums (kontrolliertes Versagen) untersucht. Gefordert wird, dass sich bei einem Überlastereignis der Achsschenkel auch unter Akzeptanz begrenzten Risswachstums hinreichend elastisch-plastisch verformen kann, ohne dass es zum Bruch kommt. Der Fahrer soll anschließend anhand der

bleibenden Verformungen bemerken können, dass mit seinem Fahrzeug etwas nicht in Ordnung ist.



Bild 1: Links: Typisches Nutzfahrzeug für den Verteilerverkehr bis 12 t zGG, Mitte: Achsschenkel mit Schmiedeaufmaß, rechts: bruchmechanisches Analysemodell
Figure 1: Left: Typical medium-sized commercial vehicle, middle: forged steering knuckle, right: model for fracture mechanics analysis

Eine Voraussetzung für dieses Bauteilverhalten ist eine hinreichende Bruchzähigkeit des Werkstoffs. Sowohl die Bruchzähigkeit als auch die Rissspitzenbeanspruchung müssen zunächst ermittelt werden, um den bruchmechanischen Sicherheitsnachweis führen zu können. **Bild 2** liefert ein Schema der BAM-Untersuchungen im Projekt [1].

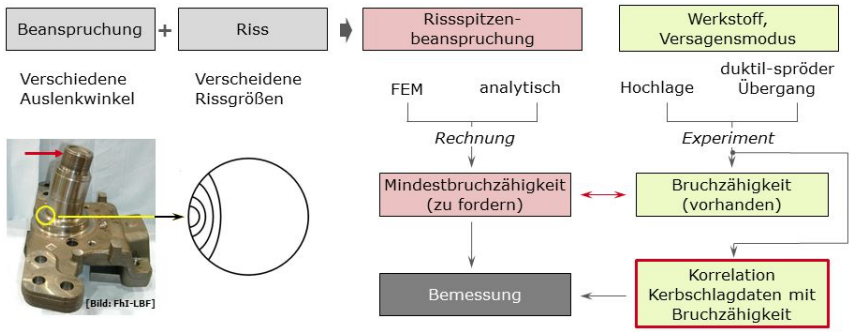


Bild 2: Schema zu analytischen/numerischen sowie experimentellen BAM-Untersuchungen in [1]
Figure 2: Schematic setup of analytical/numerical as well as experimental BAM investigations in [1]

Ausgehend von FEM-Bauteilanalysen wurde für die Beanspruchungsseite ein analytisch-hybrides Modell entwickelt. Mit diesem kann die vorhandene Rissspitzenbeanspruchung, die der erforderlichen Mindestbruchzähigkeit entspricht, in Abhängigkeit von Parametern wie der Rissgröße, dem Auslenkwinkel des Achszapfens und der Streckgrenze bestimmt werden [2, 3]. Der vorliegende Beitrag konzentriert sich jedoch nur auf die Seite der Beanspruchbarkeit.

Im Rahmen der Produktion stehen üblicherweise nur Kerbschlagarbeitswerte zur Verfügung und aufwändige bruchmechanische Versuche sollen vermieden werden. Deshalb wurde in dem hier erarbeiteten Konzept eine Korrelation zur Abschätzung der vorhandenen Bruchzähigkeit aus der Kerbschlagarbeit herangezogen, **Bild 2**.

2 Probenentnahme und experimentelle Untersuchungen

Alle Proben, Zugproben B5x25, ISO-V-Kerbschlagbiegeproben 10x10x55 mm³ und Bruchmechanikproben C(T)12,5, wurden an der potenziell kritischen Stelle, dem Übergangsradius vom Achszapfen zur Grundplatte, oberflächennah direkt aus den aus einem bainitischen Beispielwerkstoff geschmiedeten Achsschenkeln entnommen. **Bild 3** verdeutlicht dies am Beispiel der untersuchten C(T)12,5-Proben.

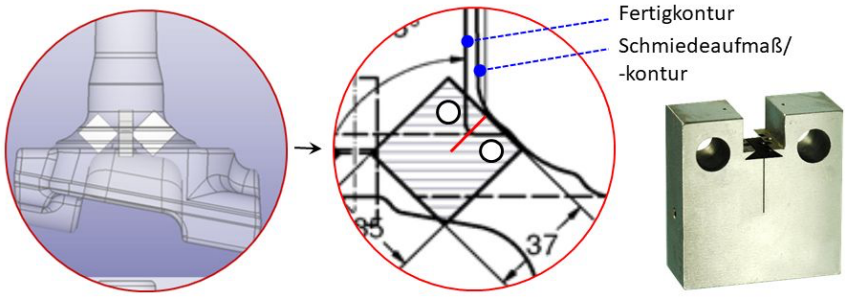


Bild 3: Probenentnahme aus dem Achsschenkel am Beispiel der untersuchten C(T)12,5-Proben
Figure 3: Extraction of C(T)12,5 specimens from the steering knuckle

In temperatur- und dehnratenabhängigen Zugversuchen wurden Fliesskurven sowie in Kerbschlagbiegeversuchen eine vollständige KV_2-T-Kurve ermittelt. Aus den vorgegebenen Beanspruchungsbedingungen beim dynamischen Überlastereignis (-20 °C, Dehnrate 0,01 s^{-1}) erfolgte über Äquivalenzbetrachtungen nach [4, 5] für die Parameter Temperatur, Dehnrate und Spannungsintensitätsfaktorrate die Ableitung einer Prüftemperatur von -60 °C für quasistatische Bruchmechanikversuche. In diesen wurden C(T)12,5-Proben mit einem Risstiefenverhältnis von 0,5 und 20 %-iger Seitenkerbung untersucht. Bei den Bruchmechanikversuchen richten sich Versuchsdurchführung und Auswertestrategie danach, ob sich der Werkstoff unter den gegebenen Beanspruchungsbedingungen in der Zähigkeitshochlage oder dem Übergangsbereich befindet (siehe **Bild 2**).

3 Ergebnisse und Diskussion

Im Ergebnis der quasistatischen Zugversuche bei Raumtemperatur wurde für den bainitischen Projektwerkstoff eine 0,2-Dehngrenze von 698 MPa ermittelt. **Bild 4** zeigt die KV_2-T-Kurve aus dem Kerbschlagbiegeversuch und die Bruchflächen von beispielhaften Proben in der Hochlage bzw. bei -20 °C. Aus der KV_2-T-Kurve wurden ein Hochlagenwert der Schlagenergie KV_{HL} von 156,7 J und eine Übergangstemperatur T_{27J} bei 27 J von 54,9 °C abgeleitet. In **Bild 5** sind die Ergebnisse der Bruchmechanikversuche unter den Beanspruchungsbedingungen des Überlastereignisses dargestellt. Sie weisen ein sprödes Bruchverhalten aus. Aufgrund dessen müssen die Bruchzähigkeitsdaten statistisch ausgewertet werden. Hierzu wurde die Methodik gemäß BS 7910:2019, Anhang L, Master Curve-Konzept, herangezogen [6]. Infolge des statistischen Größeneffektes, der hier zu berücksichtigen ist, ist die Bruchzähigkeit abhängig von der Rissfrontlänge l ($K_{mat(l)}$). Im Ergebnis wurden die in **Tabelle 1** zusammengefassten Werte der beim Überlastereignis bei -20 °C vorhandenen Werkstoffzähigkeit $K_{mat(l)} = K_{mat}$ ermittelt. Hierbei ist P_f die Fraktile der Bruchzähigkeitsverteilung, d. h. die Wahrscheinlichkeit, dass Versagen bei einer Bruchzähigkeit kleiner oder gleich K_{mat} auftritt. Nach [6] werden dabei risikoabhängig Werte von $P_f = 0{,}2$ bzw. $P_f = 0{,}05$ angesetzt, wenn das Bauteilversagen „loss of function“ bzw. „loss of life“ bedeuten würde. Die Ergebnisse sind tabelliert für die fünf ausgewählten Risskonfigurationen (Risstiefe/Rissbreite/Riss-

frontlänge, siehe auch **Bild 1**), die auch bei der numerischen sowie analytischen Ermittlung der Rissspitzenbeanspruchung im Bauteil untersucht wurden [2, 3].

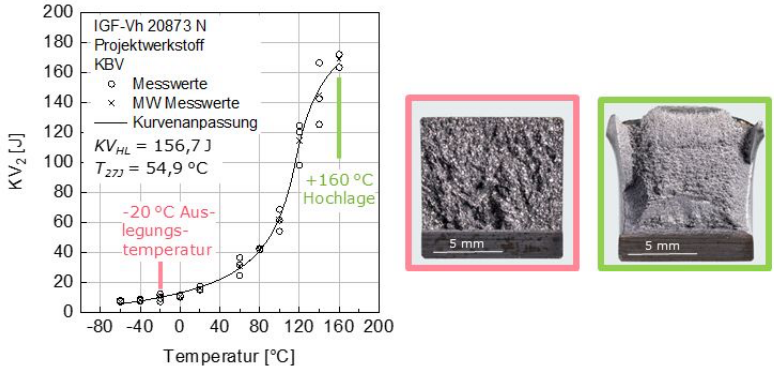


Bild 4: KV_2-T-Kurve und ausgewählte Bruchflächen
Figure 4: KV_2-T curve and selected fracture surfaces

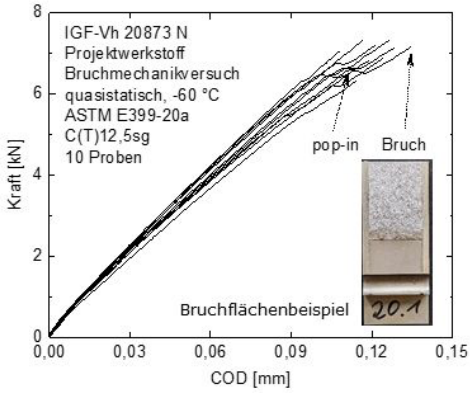


Bild 5: Ergebnisse der Bruchmechanikversuche unter den Beanspruchungsbedingungen des Überlastereignisses
Figure 5: Results of the fracture mechanics tests at the loading conditions of the overload event

Tabelle 1 Experimentell ermittelte Bruchzähigkeit K_{mat} bei den Beanspruchungsbedingungen des Überlastereignisses
Table 1 Experimentally determined Fracture Toughness K_{mat}, for the loading conditions at the overload event

			Mit P_f = 0,2	Mit P_f = 0,05
Risstiefe a [mm]	Halbe Rissbreite c [mm]	Rissfrontlänge l [mm]	$K_{mat(l)} = K_{mat}$ [MPa√m]	$K_{mat(l)} = K_{mat}$ [MPa√m]
1,0	1,0	3,1	37,1	31,9
2,0	3,1	7,8	33,6	29,4
3,0	5,3	12,5	32,1	28,4
4,0	7,7	17,3	31,1	27,7
5,0	10,3	21,9	30,5	27,3

Zur analytischen Abschätzung der Beanspruchbarkeit kam eine Korrelation zwischen der Kerbschlagarbeit und der Bruchzähigkeit zur Anwendung, die in BS7910 [6] vorgeschlagen wird. Grundlegend sind dabei zunächst die Ermittlung einer bruchmechanischen Referenztemperatur T_0 nach Gleichung (1) und die anschließende Abschätzung der Bruchzähigkeit mittels Gleichung (2). Als Parameter fließen die Übergangstemperatur T_{27J}, die 0,2-Dehngrenze, der Hochlagenwert der Kerbschlagarbeit KV_{HL}, die Bauteildicke B in der Rissebene (entspricht hier der Rissfrontlänge 3,1 mm) sowie der vorgegebene Parameter T_K = 30 °C ein. P_f ist die Versagenswahrscheinlichkeit. Die Ergebnisse der Abschätzung fasst **Bild 6** zusammen.

$$T_0 = T_{27J} - 87 + \left[\sigma_{Y(RT)}/12\right] + \left[1000/KV_{HL}\right] \quad (1)$$

$$K_{mat} = 20 + \left(11 + 77\exp\left[0{,}019\left(T - T_0 - T_K\right)\right]\right) \cdot \left(25/B\right)^{0{,}25} \cdot \left[\ln\left[1/\left(1 - P_f\right)\right]\right]^{0{,}25} \quad (2)$$

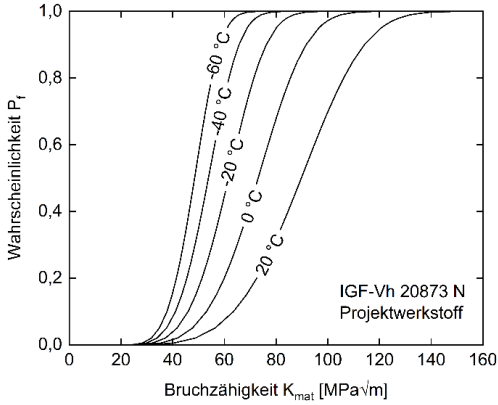


Bild 6: Mittels Korrelation nach BS 7910 für die Beanspruchungsbedingungen des Überlastereignisses aus der Kerbschlagarbeit abgeschätzte Bruchzähigkeit
Figure 6: Fracture toughness at the conditions of the overload event estimated according to BS 7910 by a correlation based on Charpy energy

Bild 6 spannt eine Ergebnismatrix auf, aus der je nach den für die Analyse gestellten Randbedingungen bei einer ausgewählten Temperatur eine mit einer Versagenswahrscheinlichkeit verknüpfte Aussage zur Bruchzähigkeit abgeleitet werden kann. Zum Beispiel tritt bei einer Temperatur von -20 °C mit 20 %-iger Wahrscheinlichkeit Versagen bei einer Bruchzähigkeit ≤ 51 MPa√m auf.

Einen ersten Vergleich der experimentell ermittelten Bruchzähigkeit (**Tabelle 1**) mit ausgewählten Werten der mittels Korrelation nach BS 7910 abgeschätzten Bruchzähigkeit (**Bild 6**) liefert **Tabelle 2**. Die Ergebnisse zeigen, dass die abgeschätzten Werte nicht-konservativ sind.

Tabelle 2 Experimentell ermittelte sowie abgeschätzte Bruchzähigkeiten (-20 °C)
Table 2 Experimentally determined as well as estimated fracture toughness (-20 °C)

	P_f				
	0,05	0,20	0,80	0,95	0,99
K_{mat} experimentell (für a=c=1,0 mm, l = 3,1 mm) [MPa√m]	≤ 32	≤ 37	-	-	-
K_{mat} abgeschätzt [MPa√m]	≤ 42	≤ 51	≤ 71	≤ 80	≤ 87

4 Schlussfolgerungen und Ausblick

Der Projektwerkstoff zeigt unter den betrachteten Beanspruchungsbedingungen des Überlastereignisses ein sprödes Bruchverhalten. Daher muss für die Ermittlung der Bruchzähigkeit (Beanspruchbarkeit) sowohl bei der Auswertung der experimentellen bruchmechanischen Daten wie auch im Zuge ihrer Abschätzung mittels Korrelation zu Kerbschlagbiegeversuchsdaten eine statistisch basierte Auswertemethodik zugrunde gelegt werden. Das bedeutet, dass eine deterministische Ergebnisaussage zur Beanspruchbarkeit nicht möglich ist. Die Ergebnisse verbinden daher die Bruchzähigkeit mit den Parametern Versagenswahrscheinlichkeit, Temperatur und Rissgröße. Im weiteren Verlauf des Projektes gilt es nun, ggf. weitere Korrelationen zur Abschätzung der Bruchzähigkeit zu untersuchen und die hier beschriebenen Untersuchungen zur Beanspruchbarkeit mit den bereits durchgeführten Untersuchungen zur numerischen und analytischen Ermittlung der Rissspitzenbeanspruchung zu verknüpfen.

Für die letztere Aufgabe wurde im Projekt bereits ein hybrides Verfahren erarbeitet, bei dem die Grundgleichungen der analytischen Berechnungsmethodik mit FE-basierten Modellparametern für das vorliegende Bauteil Achsschenkel kombiniert werden. Im Ergebnis liegt ein Satz Gleichungen vor, der die analytische Ermittlung der Rissspitzenbeanspruchung im Achsschenkel in einfacher Weise für auszuwählende Rissgrößen und Auslenkwinkel des Achszapfens erlaubt. Vorteile gegenüber der reinen FEM-Analyse ergeben sich, wenn im Rahmen von Variationsstudien der Einfluss unterschiedlicher Parameter auf die Rissspitzenbelastung untersucht werden soll.

Um das Ziel zu erreichen, dann in der Serienfertigung einen bruchmechanisch basierten Sicherheitsnachweis unter Verwendung der in der Qualitätssicherung einfach zu ermittelnden Werkstoffkenngröße Kerbschlagarbeit durchführen zu können, sind nun noch die Beanspruchungsseite und die Beanspruchbarkeit in geeigneter Weise zusammenzuführen, wie in **Bild 2** angedeutet.

Danksagung – Die Autoren bedanken sich bei der AiF für die finanzielle Förderung sowie bei der Forschungsgesellschaft Stahlverformung e.V. (FSV), der Forschungsvereinigung Stahlanwendung e.V. (FOSTA) und dem Industrieverband Massivumformung e.V. (IMU) sowie den im PBA beteiligten Unternehmen für die Koordinierung und Betreuung der Forschungsarbeiten im Rahmen des IGF-Vorhabens 20873 N.

Literatur

[1] IGF-Vorhaben Nr. 20873 N „Bedeutung der Kerbschlagarbeit für das Bruchverhalten zyklisch belasteter Sicherheitsbauteile aus bainitischem Schmiedestahl“, Forschungsstellen BAM Berlin und Fraunhofer LBF Darmstadt, Bearbeitungszeitraum 01.01.2020 bis 31.12.2022

[2] U. Zerbst, M. Madia, Y. Kiyak, M. Breidung, W. Baer, M. Küppers: Stiffness/constraint effects in analytical flaw assessment. A technical note, submitted to Engineering Fracture Mechanics, April 2022

[3] W. Baer, M. Breidung, Y. Kiayk, U. Zerbst, M. Madia, M. Küppers: Aspekte der analytischen bruchmechanischen Bauteilbewertung, Proceedings der 54. Tagung des DVM-Arbeitskreises Bruchmechanik und Bauteilsicherheit, Berlin, 22.-23.2.2022, S. 1-11

[4] P.E. Bennett, G.E. Sinclair: Parameter Representation of Low-Temperature Yield Behavior of Body-Centered Cubic Transition Metals, Transaction of the ASME, Journal of Basic Engineering, (1966), S. 518-524

[5] H.T. Corten, A.T. Shoemaker: Fracture Toughness of Structural Steels as a Function of the Rate Parameter $T \cdot \ln(A/\dot{\varepsilon})$, Transaction of the ASME, Journal of Basic Engineering, 86 (1967) 1, S. 86-92

[6] BS 7910: Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures, The British Standards Institution, 2019

Rissfortschrittsuntersuchungen und Simulationen an einem Großwälzlagerstahl für Windenergieanlagen

Crack propagation investigations and simulations on a large slewing bearing steel for wind turbines

V. Friederici, Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien (IWT) Bremen

Kurzfassung – Um die Lebensdauer von Lagerringen aus dem Vergütungsstahl 42CrMo4 genauer zu bestimmen, wird eine XFEM-Rissfortschrittssimulation mit der Simulationssoftware Abaqus CAE aufgebaut. Als Eingangsdaten für die Simulation werden Ergebnisse aus Härteprüfung und Ermüdungsversuchen verwendet. Rissfortschrittsversuche an Compact Tension-Proben liefern die notwendigen Angaben zu Rissgeschwindigkeiten in Abhängigkeit des an der Rissspitze wirkenden Spannungsintensitätsfaktors. Zunächst wird für einfache Probekörper (z. B. Umlaufbiege- oder Zug-Druck-Proben) ausgehend von einem ca. 0,5 mm tiefen Startkerb eine Rissfortschrittssimulation durchgeführt. Die Korrelation der Ergebnisse aus Ermüdungsversuchen und Simulationen ermöglicht eine Prognose der Dauer bis zur Bildung eines ersten Risses (Rissinitiierungs-Wöhler-Kurve). Eine Rissfortschrittssimulation an einem Ringsegment gibt anschließend Aufschluss über die Rissfortschrittsphase. Die Gesamtlebensdauer des Großwälzlagers lässt sich abschließend als Summe von ermittelter Rissinitiierungs- und Rissfortschrittsdauer abschätzen.

Stichwörter: Blattlager, Rissfortschritt, Ermüdung, Rissfortschrittssimulation, Lebensdauervorhersage

Abstract – In order to determine the service life of bearing rings made of the quenched and tempered steel 42CrMo4 more precisely, an XFEM crack propagation simulation is set up with the simulation software Abaqus CAE. Results from hardness tests and fatigue tests are used as input data for the simulation. Crack propagation tests on compact tension specimens provide the necessary information on crack velocities as a function of the stress intensity factor acting at the crack tip. First, a crack propagation simulation is carried out for simple specimens (e.g. rotating bending or tension-compression specimens) starting from an approx. 0.5 mm deep starter crack. The correlation of the results from fatigue testing and simulation allow to estimate the crack initiation time (crack initiation-SN-curve). A crack propagation simulation on a ring segment provides information on the crack propagation phase. Finally, the total service life of the large-diameter slewing bearing can be estimated by adding the determined crack initiation and crack propagation lifetimes.

Keywords: Slewing bearing, crack propagation, fatigue, crack propagation simulation, service life prediction

1 Einleitung

Als Blattlager bezeichnet man in Windenergieanlagen die Verbindungselemente zwischen Nabe und Flügel. Sie wirken nicht nur als Befestigung des Flügels, sondern müssen auch die Drehung des Flügels in seiner axialen Richtung gewährleisten. Durch die Schwerkraft, die Fliehkräfte, die bei Rotation um die Nabe entstehen, und die auf dem Flügel lastende Windlast sind sie großen Kräften ausgesetzt. Um Ausfälle oder gar Havarien zu verhindern, ist es notwendig, mehr über das Ermüdungsverhalten des Lagerwerkstoffs zu erfahren. Mit diesem Wissen können Serviceintervalle angepasst und Risikofaktoren gezielt ausgeschaltet werden.

Die Lebensdauer von Blattlagern wird üblicherweise mit einem mathematischen Modell nach ISO 281:2007 berechnet, welches auf die Ermüdungsvorhersage nach der Theorie von Lundberg und Palmer zurückgeht. Die Theorie beruht auf der statistischen Verteilung von Ermüdungsschäden in Abhängigkeit der Belastung, welche aufgrund des Wälzlagerkontaktes unterhalb der Laufbahnoberfläche am Ort der höchsten Scherspannung auftreten [1].

Die Berechnung geht vom Einsatz hochwertiger Werkstoffe, guter Herstellqualität und üblichen Betriebsbedingungen aus. Nicht berücksichtigt werden in dieser Norm Kräfte aufgrund

ungewöhnlich starker Windböen oder Vorschädigung an der Oberfläche, sei es an der Laufbahn (durch Verschleiß) oder an anderen Orten, z. B. aufgrund fortschreitender Korrosion oder durch unsachgemäße Montage [2].

Eine realistischere Lebensdauervorhersage von z. B. auch vorgeschädigten Lagern durch die Verknüpfung von Ergebnissen verschiedener Ermüdungsprüfungen [3] und einer XFEM-Simulation des Rissfortschritts an einem Lagerringsegment wird in dieser Arbeit vorgeschlagen. Zwar bietet Abaqus CAE bereits die Möglichkeiten etwaige Rissentstehungsorte (über „damage criterion“) und Risswachstum von definierten Startrissen abzubilden, jedoch sind die vorhandenen Funktionen nur für quasi-statische Belastungen gültig. Für die Berechnung des schrittweisen Rissfortschritts bei zyklischer Beanspruchung wird hier ein eigener skriptbasierter Ansatz genutzt, welcher sowohl eine Änderung der Rissausbreitungsrichtung zulässt als auch eine sich aufgrund der Risslänge ändernde Rissgeschwindigkeit berücksichtigt. Die Dauer der Ermüdungsrissphase bis zum Bruch wird anschließend durch die Summation der zu den Rissintervallen korrespondierenden Schwingspielzahlen ermittelt.

2 Experimentelle Details

2.1 Material

Compact Tension-, Umlaufbiege- und Zug-Druck-Proben des Stahls 42CrMo4 wurden aus dem vorvergüteten Bereich (im Folgenden als „Kern“-Material bezeichnet) eines Außenrings möglichst weit entfernt von der induktiv gehärteten Laufbahn eines Großwälzlagers entnommen. Anschließend wurden die Proben drei unterschiedlichen Wärmebehandlungen unterzogen. Die Wärmebehandlungsparameter, Details der Messmethodik und ermittelte Materialeigenschaften wurden bereits veröffentlicht [3].

Da im Rahmen der Schadensfalluntersuchungen an zwei unterschiedlichen Blattlagern (Kapitel 3) als Rissinitiierungsort die Befestigungsbohrung identifiziert werden konnte, werden für die Simulation die Kennwerte des Kernmaterials genutzt (**Tabelle 1**).

Tabelle 1 Eigenschaften des Kernmaterials
Table 1 Properties of the core material

Gefüge	Vorwiegend Bainit
Härte / HV1	250 - 270
Paris-Gleichungs-Parameter C (Gleichung 1)	2,877
Paris-Gleichungs-Parameter m (Gleichung 1)	8,198E-03
Risszähigkeit K_{IC} / MPa*m^0,5	138 ± 11
Schwellwert K_{th} / MPa*m^0,5	7,9

Der Spannungsintensitätsfaktor K ist ein Maß für die Intensität des Spannungsfeldes in der Nähe der Rissspitze. Er ist eine skalare Größe, die von der äußeren Belastung, der Risslänge sowie von der Geometrie des Risses und des Bauteils abhängt.

Der Rissfortschritt wird an Compact Tension Proben (CT-Proben) über eine Compliance-Messung an der Stirnseite der Proben aufgenommen. Im Bereich des stetigen Risswachstums kann das Rissausbreitungsverhalten durch eine lineare Anpassung an die log-log-Darstellung von da/dN gegen ΔK über die Paris-Beziehung beschrieben werden:

$$\left(\frac{da}{dN}\right) = C \cdot \Delta K^m \tag{1}$$

Werden für die Simulation Rissfortschrittsparameter für andere Spannungsverhältnisse als im Versuch gemessen benötigt, hat sich in dieser Arbeit die Methode von Kujawski und Dinda [4, 5] als zielführend erwiesen [6].

Die Rissgeometrie eines typischen Startrisses wird an standardisierten Ermüdungsproben (Umlaufbiegung) analysiert. Dazu werden Bruchflächen von Proben der Ermüdungsversuche unter dem Lichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop begutachtet.

2.2 Aufbau und Funktionsweise der Rissfortschrittssimulation

Die Simulation der Rissausbreitung erfolgt mit der Software Abaqus CAE auf Basis der Schwingbreite der Spannungsintensitätsfaktoren ΔK an der Rissspitze. Der lokal resultierende Spannungsintensitätsfaktor wird durch die Mittelwertbildung von acht Konturen (beginnend bei Kontur 3) bestimmt. Für den Fall, dass im Bauteil keine reine Modus I-Belastung auftritt, sind die simulierten ΔK_I-Werte zur Beschreibung des Rissfortschritts nicht ausreichend. Die experimentell ermittelten Rissfortschrittskurven sind nur für reine Modus I-Belastungen gültig. Daher muss in diesem Fall ein zyklischer Vergleichsspannungsintensitätsfaktor berechnet werden [7].

Die Verwendung der erweiterten finite Elemente Methode (XFEM – extended finite element method) hat den Vorteil, dass die Knotenpunkte des Modells nicht mit den Kanten des Risses übereinstimmen müssen. Das Modell muss also nicht für jeden schrittweisen Rissfortschritt neu vernetzt werden, was eine erhebliche Zeitersparnis bedeutet.

Als Randbedingung muss ein Startriss mit einer Länge von ca. 0,5 mm in das Modell eingebracht werden (**Bild 1**). Zudem muss die Vernetzung mit hexagonalen C3D8R-Elementen oder mit tetraedrischen Elementen des Typs C3D10 erfolgen. Die Größe der Elemente muss insbesondere im unmittelbaren Umfeld des Risses so fein gewählt werden, dass jeweils nur ein Risspunkt (XFEM-Punkt) der Rissfront darin liegt.

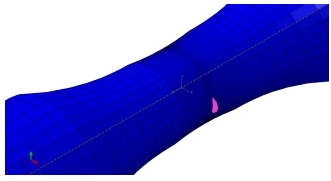


Bild 1 Detail einer modellierten und vernetzen Zug-Druck-Probe mit eingebrachtem Startriss (pink)
Figure 1 Detail of meshed push-pull-sample model with indicated starting crack (pink)

Auf Basis der simulierten ΔK-Werte wird die Risswachstumsgeschwindigkeit da/dN ermittelt. Diese wird nach der Paris-Gleichung berechnet (siehe Gleichung 1). Abaqus XFEM liest die Spannungsintensitäten in bestimmten Positionen der Rissfront aus (**Bild 2**, rote Punkte). Diese Positionen müssen aber nicht mit den Positionen der Punkte der erzeugten Rissfront (**Bild 2**, grüne Punkte) übereinstimmen.

Die Spannungsintensität an den Rissmodellpunkten ΔK_{Modell} wird auf Basis der Schwingbreite der Spannungsintensitäten ΔK_{XFEM} der beiden XFEM-Punkte, die dem Modellpunkt am nächsten liegen, ermittelt (**Bild 2b**). Der jeweilige Abstand der beiden XFEM-Punkte zum Modellpunkt wird bei der Berechnung durch die Gewichtung der Spannungsintensität über diesen Abstand der XFEM-Punkte zum nächsten Modellpunkt berücksichtigt. Auf Basis der Richtungsvektoren der angrenzenden Geraden wird die Ausbreitungsrichtung des Modellpunktes durch Vektoraddition ermittelt (**Bild 2c**).

Für die Berechnung der zyklischen Rissausbreitung, beginnend bei der Überschreitung des Schwellwert K_{th} bis zum Erreichen der kritischen Spannungsintensität K_{IC}, müssen viele Zwischenschritte gerechnet werden. Um den Rechenaufwand überschaubar zu halten, wird

nicht jede Schwingung, sondern in Rissfortschrittsintervallen Δa gerechnet. Die Wahl des Inkrements Δa erfolgt dabei unter Abwägung des Rechenaufwands und des Fehlers, der aufgrund der örtlich gültigen Rissgeschwindigkeit gemacht wird.

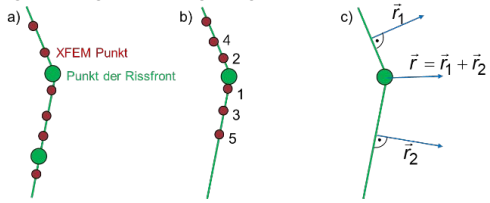


Bild 2 Schematische Darstellung einer Rissfront mit Modellpunkten (grün) und XFEM-Punkten (rot). Für die Berechnung von K am Modellpunkt ist der Abstand der XFEM-Punkte zum Modellpunkt (b) entscheidend. In c) wird die Berechnung der Ausbreitungsgeschwindigkeit über Vektoraddition veranschaulicht.

Figure 2 Schematic drawing of a crack front with model points (green) and XFEM points (red). For the calculation of K at the mesh node, the distance of the XFEM points to the mesh node (b) is decisive. In c) the calculation of the propagation velocity via vector addition is illustrated.

Der Riss wird in dem jeweiligen Simulationsschritt am Punkt der höchsten lokalen Spannungsintensität um Δa verlängert. Die dafür notwendigen Schwingspielzahlen werden wie folgt berechnet:

$$N = \frac{\Delta a}{\left(\frac{da}{dN}\right)} \tag{2}$$

Beachtet werden muss, dass die Rissgeschwindigkeit in dem Ausbreitungsintervall Δa nicht konstant ist. Um diesen Fehler so gering wie möglich zu halten, wird mit einer mittleren Spannungsintensität, die für das Intervall gültig ist, gerechnet, aus der wiederum auf eine mittlere Geschwindigkeit geschlossen wird.
Über die Berücksichtigung der lokalen Spannungsintensitätsfaktoren ist eine individuelle Ausbreitung der Modellrisspunkte möglich, was eine realistischere Geometrie der Rissfront zur Folge hat. Die maximale Rissverlängerung Δa_{max} erfolgt an dem Modellpunkt mit den größten ΔK_{max} und damit der höchsten Rissausbreitungsgeschwindigkeit $(da/dN)_{max}$. Die hierfür benötigte Anzahl an Schwingspielen wird mit Gleichung 3 ermittelt:

$$N_{max} = \frac{\Delta a_{max}}{\left(\frac{da}{dN}\right)_{max}} \tag{3}$$

An den anderen Modellpunkten der Rissfront liegt ein geringeres ΔK vor. Entsprechend ist dort auch die Rissausbreitungsgeschwindigkeit da/dN geringer als bei dem maximal beanspruchten Modellpunkt mit der Rissausbreitungsgeschwindigkeit $(da/dN)_{max}$. Da an sämtlichen Punkten der Modellrissfront die Schwingspielzahl ΔN_{max} auftritt, kann die individuelle Rissverlängerung Δa_i durch Umstellen von Gleichung 3 ermittelt werden. Dabei wird für jeden Modellpunkt die individuelle Rissausbreitungsgeschwindigkeit da/dN auf Basis des lokal ermittelten ΔK ermittelt.

Für die Übertragung des Simulationsmodells auf ein Ringsegment eines Großwälzlagers wird eine Submodell-Methode genutzt. Im Projektkonsortium werden die lokalen Spannungsverteilungen im Lagerring durch eine Simulation des globalen Modells, bestehend aus Flügel, Lager und Nabe, ermittelt. Hierbei wird eine Windgeschwindigkeit von 10 m/s zugrunde gelegt. Die Rissfortschrittssimulation erfolgt anschließend nur an einem ausgewählten Segment des Außenrings des Lagers. Dabei wird das Segment mit den höchsten auftretenden Spannungen als Submodell verwendet. In der Simulation wird diese aufgeprägte Belastung skaliert, um den Einfluss von höheren Windlasten zu approximieren.

3 Ergebnisse und Diskussion

Von zwei vorgeschädigten Lagern aus dem Feld werden die aufgetretenen Ermüdungsschäden untersucht. Es zeigt sich, dass die Rissausgänge ausnahmslos in der Bohrung liegen, mit der die Lager an der Nabe bzw. dem Blatt verschraubt werden. Die Risse bilden sich um Korrosionsschäden und die Rissebenen laufen von dort aus in radialer Richtung durch das Material.



Bild 3 Ermüdungsschäden an Lagerringen aus dem Feld
Figure 3 Fatigue damage to bearing rings from the field

Die Simulation des Rissfortschritts an CT-Proben zeigt, dass sich eine leicht vorgewölbte Rissfront ausbildet, wie sie auch im experimentellen Versuch (sehr ausgeprägt im vorvergüteten Zustand) auftritt, siehe **Bild 4** (links). Die analytisch berechneten Spannungsintensitäten an der Rissfront sind vergleichbar mit den höchsten in der Simulation ermittelten Werten (**Bild 4, rechts**).

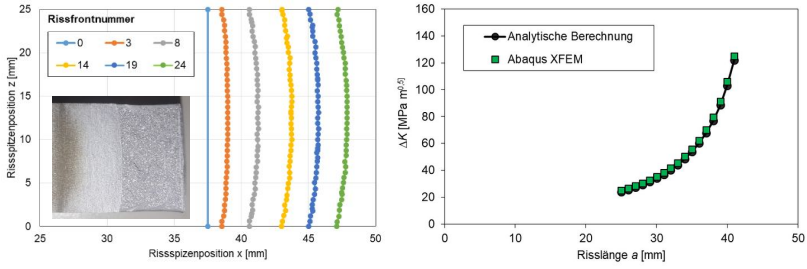


Bild 4 Simulation der schrittweise fortschreitenden Rissfront in einer CT-Probe (links) und die Gegenüberstellung von Simulation und analytischer Berechnung von ΔK in Abhängigkeit der Risslänge (rechts)
Figure 4 Simulation of the stepwise propagating crack front in a CT sample (left) and comparison of simulation and analytical calculation of ΔK as a function of crack length (right).

Die Evaluation des Modellansatzes erfolgte durch Simulation des Rissfortschritts an Zug-Druck und Umlaufbiegeproben. Anhand des Vergleichs mit experimentell ermittelten Wöhlerkurven wurden Rissinitiierungs-Wöhlerkurven abgeleitet. [3]

Für die Berechnung des Rissfortschritts im Lagerringsegment wird ein Startriss in das Submodell (**Bild 5, links**) eingebracht. Dieser wird innerhalb der Bohrung ähnlich den in der Schadensuntersuchung gefundenen Rissentstehungsorten und einer Anfangstiefe von 0,5 mm positioniert (**Bild 5, Mitte**). Die Risswachstumsrichtung weist in Richtung Laufbahn/Schmiernut. Die Rissfortschrittssimulation wird nicht durch Überschreiten von K_{IC} beendet, sondern stoppt etwa 1,53 mm vor Erreichen der Oberfläche, da nicht genügend Konturen um die Rissspitze gelegt werden können, um den Restbruch abzubilden. Der Ein-

fluss der Belastung wird durch eine einfache Skalierung der Belastung gezeigt. Im Diagramm (**Bild 5, rechts**) ist zu sehen, dass der Riss bereits ohne Hochskalierung nach nur sehr niedrigen Schwingspielzahlen von 1.200 Schwingspielen stoppt. Der Rissfortschritt für die letzten wenigen Millimeter bis zum Durchbruch an der Oberfläche wäre entsprechend innerhalb weniger Hundert Zyklen erfolgt. Bei einer Hochskalierung um 50 % erfolgt der Riss bereits nach 388 Lastspielen.

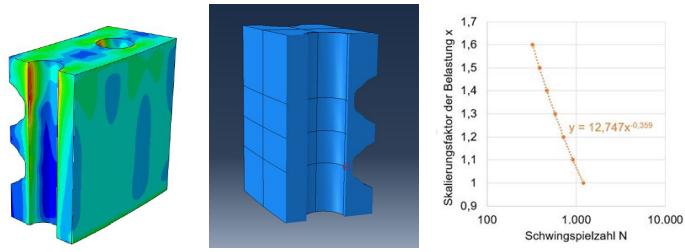


Bild 5 Submodell eines Lagerringsegments mit aufgeprägten Spannungen (links), Startrisslage im Detail (Mitte) und berechnete Dauer des Rissfortschritts in Abhängigkeit der Belastungshöhe (rechts)

Figure 5 Submodel of a bearing ring segment with imposed stresses (left), starting crack location in detail (centre) and analytically calculated duration of crack propagation as a function of load level (right).

4 Zusammenfassung

Die Rissfortschrittsphase von Langrissen in einem Großwälzlager, wie es hier untersucht wurde, kann nach ersten Erkenntnissen aus der Simulation für die Berechnung der Gesamtlebensdauer vernachlässigt werden. Die Rissinitiierungsphase muss entsprechend mehr Schwingspielzahlen umfassen, um Lebensdauern von 20 Jahren (entspricht 900.000 Lastzyklen) zu garantieren. Rissinitiierung an vorgeschädigten Lagern findet vorwiegend an Korrosionsschäden in den Bohrungen statt. Korrosionsschutz bietet damit ein großes Potential zur Erweiterung der Lebensdauer. Eine Abschätzung der Rissinitiierung mit dem Fehlstellenmodell innerhalb des Gesamtprojektes ergab tatsächlich eine hinreichende Rissinitiierungsdauer für nicht vorgeschädigte Lager. Insgesamt hat sich gezeigt, dass die Simulation die Möglichkeit bietet, die Lebensdauer von Großlagern realistisch abzuschätzen und Potentiale für eine Erhöhung der Lebensdauer aufzuzeigen.

Danksagung

Das Projekt wird gefördert durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages (Förderkennzeichen: 0324303E). Die Autoren möchten sich hiermit für diese Unterstützung zur Durchführung dieses Forschungsprojektes herzlich bedanken.

Gefördert durch:
Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Literatur

[1] Tragfähigkeit und Lebensdauer auf Basis der ISO 281, https://medias.schaeffler.de/de/load-carrying-capacity-and-life#grundlage, recherchiert am 04.07.2022

[2] Life estimation for rolling bearings - how good is ISO 281?, https://www.linkedin.com/pulse/life-estimation-rolling-bearings-how-good-iso-281-mike-lewis, recherchiert am 04.07.2022

[3] V. Friederici, J. Schumacher, B. Clausen: Crack propagation modelling for service life prediction of large slewing bearings. Procedia Structural Integrity 35 (2022), S. 106-114

[4] D. Kujawski: A fatigue crack driving force parameter with load ratio effects. International Journal of Fatigue 23 (2001), S. 239-246

[5] S. Dinda, D. Kujawski: Correlation and prediction of fatigue crack growth for different R-ratios using Kmax and ΔK+ parameters. Engineering Fracture Mechanics 71 (2004), S. 1779-1790

[6] V. Friederici, J. Schumacher, B. Clausen: Influence of local differences in microstructure and hardness on the fatigue behaviour of a slewing bearing steel. Procedia Structural Integrity 31 (2021), S.8-14

[7] Richard, H. A.; Sander, M.: Ermüdungsrisse- Erkennen, sicher beurteilen, vermeiden. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2009

Schädigungsverhalten in dickwandigen Gusskomponenten aus EN-GJS-600-3 mit Gefügegradienten

Damage behaviour in thick-walled cast components made of EN-GJS-600-3 with microstructure gradients

S. Hübner, R. Lehnert, S. Henschel, L. Krüger
Institut für Werkstofftechnik, Technische Universität Bergakademie Freiberg

Kurzfassung – Der Beitrag stellt Ergebnisse von In situ-Zugversuchen zur Untersuchung des Schädigungsverhaltens in höherfestem Gusseisen mit Kugelgraphit EN-GJS-600-3 vor. Der aus dem Gieß- und Erstarrungsprozess resultierende Gefügegradient wurde durch eine entsprechende Probenentnahme abgebildet. Um den Einfluss der Gefügeausbildung auf das Schädigungsverhalten zu untersuchen, wurden lokale Dehnungsfelder vor der Rissspitze mittels digitaler Bildkorrelation untersucht. Es wurde ersichtlich, dass in Abhängigkeit von der Perlitausbildung und des Beanspruchungsniveaus unterschiedliche Rissfortschrittsmechanismen auftraten. Bei geringen Beanspruchungen orientierte sich das Risswachstum an Zementitlamellen oder Korngrenzen. Bei hohen Beanspruchungen hingegen dominierte der Einfluss des Graphitteilchenabstands. Die Graphitteilchenanordnung und die Dehnungslokalisierung in der perlitischen Phase resultierten in einer stark heterogenen Dehnungsverteilung unter Zugbeanspruchung.

Stichwörter: Bruchmechanik, Gusseisen mit Kugelgraphit, Kokillenguss, Gefüge, In situ, DIC

Abstract – The paper presents results of in situ tensile tests to investigate the damage behaviour in higher-strength nodular cast iron EN-GJS-600-3. The microstructure gradient resulting from the casting and solidification process has been studied by a corresponding specimen extraction. In order to investigate the influence of the microstructure on the damage behaviour, local strain fields in front of the crack tip were investigated using digital image correlation (DIC). It was observed that different crack propagation mechanisms occurred depending on the pearlite formation and the stress level. At low strains, crack growth was oriented towards cementite lamellae or grain boundaries, whereas at high strains the graphite particle spacing dominated. The graphite particle arrangement and the strain localisation in the pearlitic phase resulted in a highly heterogeneous strain distribution under tensile loading.

Keywords: Fracture mechanics, nodular cast iron, chill casting, microstructure, in situ, DIC

1 Einleitung

Im Verbundvorhaben „Gusswelle“ wurden Rotorhohlwellen für Windenergieanlagen aus höherfestem EN-GJS-600-3 untersucht, die durch den Herstellungsprozess in Kokillengusstechnologie und aufgrund des unterschiedlichen Erstarrungsregimes in Abhängigkeit der Wanddicke einen Gefügegradienten aufwiesen. Insbesondere komplexe Gefügezustände und deren Einfluss auf das Schädigungsverhalten des EN-GJS-600-3 wurden in Normen und wissenschaftlicher Literatur bislang nicht ausreichend berücksichtigt. Der Einfluss des Gefügegradienten auf die mechanischen und bruchmechanischen Eigenschaften wurde im Rahmen des Forschungsvorhabens umfänglich untersucht [1].
Die Abkühlungsgeschwindigkeit wirkt sich wesentlich auf die Gefüge- und Graphitausbildung und somit die Rissinitiierung und -ausbreitung aus. Mit zunehmender Wanddicke und Erstarrungszeit kann es zur Bildung von Heterogenitäten, insbesondere geringer Graphitteilchenanzahl oder entarteter Graphitausbildung, kommen [2]. In [1] wurde auf Grundlage umfangreicher Gefügeanalysen berichtet, dass sich auch der Ferritanteil, vorliegend als Ferrithöfe um die Graphitteilchen (Bull’s eye-Ferrit) und an Korngrenzen, auf das Schädigungsverhalten auswirkt. Das plastische Deformationsvermögen der Proben wurde beeinflusst, da der Ferrit durch einen höheren Risswiderstand die Spannungsintensität vor der Rissspitze reduzierte. In quasi-statischen Untersuchungen wurde die Anwendung verschiedener bruchmechanischer Konzepte zur Ermittlung von Bruchzähigkeitswerten notwendig. Weiterhin hatte der Ferritanteil in der perlitischen Matrix Einfluss auf den stabilen zyklischen Rissfortschritt.

Aus [3] ist bekannt, dass sich eine perlitische Struktur in GJS bilden kann, wenn der Kohlenstoff aufgrund der Abkühlungsrate nicht ausschließlich eine graphitische Struktur annehmen kann. Hohe Erstarrungsgeschwindigkeiten fördern die Perlitbildung durch Hemmung der Kohlenstoffdiffusion in der Lösung; bei geringer Erstarrungsgeschwindigkeit wird die Bildung groblamellaren Perlits begünstigt [4]. Durch die Beeinflussung der eutektoiden Umwandlungstemperatur und Umwandlungskinetik kann durch Zugabe von Legierungselementen eine Verringerung des Abstands zwischen den Zementitlamellen im Ferrit und eine Festigkeitssteigerung in perlitischen GJS erreicht werden [5]. In [6] wurde beschrieben, dass der Perlitanteil deswegen einen großen Einfluss auf das Bruchzähigkeitsverhalten hat, da die Zementitlamellen zwar einen Rissfortschritt bei geringer Energie zulassen, insgesamt jedoch die Matrixfestigkeit erhöhen. Das Versagensverhalten des Zementits ist dabei meist abhängig von der geometrischen Anordnung der Lamellen. Weiterhin unterstützt die lamellare Struktur die Ausbildung einer heterogenen plastischen Dehnungsverteilung in der Matrix. Aufgrund der im Vergleich zum Zementit geringeren Streckgrenze des Ferrits erfährt zuerst die ferritische Matrix plastische Deformation [7]. In [8] wurden an perlitischen Stählen mittels In situ-Zugversuchen verschiedene Deformationstypen festgestellt: Scherdeformation in Perlitkolonien, an der Grenzfläche zwischen Perlitkolonien oder an der Phasengrenze Ferrit-Zementit. Konkrete Schädigungsmechanismen wurden in [9] anhand des lamellaren Gefüges eines zweiphasigen Titan-Werkstoffs erklärt. Durch die Delamination von lamellaren Grenzflächen und Separation von Lamellenkolonien kommt es zur Bildung von Mikrorissen; beim Rissfortschritt dominiert die Ablenkung der Rissspitze durch die lamellaren Strukturen.
Der vorliegende Beitrag setzt den Fokus auf den Einfluss der perlitischen Phase auf das Schädigungsverhalten des EN-GJS-600-3, speziell die Größe und Anordnung der Zementitlamellen im Ferrit. Für eine weiterführende Untersuchung des Mikrostruktureinflusses wurden In situ-Zugversuche durchgeführt. Dabei sollte die Schädigungsentwicklung anhand des Deformationsverhaltens und des Rissfortschritts in Abhängigkeit von den Phasen im Gefüge untersucht und zum Verständnis des Gefügeeinflusses in Gusskomponenten beitragen. Werden Graphitteilchen in die Gesamtbetrachtung der Schädigungsentwicklung einbezogen, so zeigt sich in Abhängigkeit von ihrer Anordnung eine stark heterogene Spannungs- und Dehnungsverteilung. In [10] und [11] wurde beschrieben, dass es zwischen benachbarten Graphitteilchen zu hoher plastischer Dehnungskonzentration kommen kann. Scherbänder zeigten sich in 45°-Richtung zur anliegenden Spannung; die plastische Verformung wurde dabei durch Perlit begrenzt und die plastische Zone verringert. Kam es zur Rissbildung und -ausbreitung, so verlief der Hauptriss vorwiegend entlang der Matrix-Graphit-Phasengrenze (Debonding, Dekohäsion). Die Bindungskräfte an der Grenzfläche zwischen Matrix und Graphitteilchen können dabei u. a. durch Entmischungsprozesse bestimmter Legierungselemente im Gefüge geschwächt werden, wodurch die mechanischen Eigenschaften beeinflusst werden [12]. Die Hohlraumbildung durch das Ablösen der Graphitkugeln von der Matrix wurde u.a. in [13] untersucht und kann durch das GTN-Modell (nach Gurson, modifiziert durch Tveergard Needleman) anhand des strukturellen Verhaltens repräsentativer Volumenelemente beschrieben werden.

2 Experimentelle Details

2.1 Werkstoff und Proben

Beim untersuchten dickwandigen Gussteil handelt es sich um eine Rotorhohlwelle aus höherfestem, perlitischem Gusseisen mit Kugelgraphit der Güte EN-GJS-600-3 mit Wanddicken von bis zu 330 mm. In der Herstellung durch die Kokillengusstechnologie werden am äußeren Radius (Stahlkokille) höhere Erstarrungsgeschwindigkeiten erwartet als am inneren Radius (Sandkern). Entsprechend kommt es zur Ausbildung eines Gefügegradienten mit feinkörnigem Gefüge mit kleinen, homogen verteilten Graphitteilchen mit Ferrithöfen am Außenradius (hohe Erstarrungsgeschwindigkeit, **Bild 1** a) hin zu vergröbertem Gefüge mit großen und ungleichmäßig verteilten Graphitteilchen am Innenradius (geringe Erstarrungsgeschwindigkeit,

Bild 1 c) [14]. Zur Abbildung des Gefügegradienten wurden Proben aus diesen Positionen sowie der Mittellage (**Bild 1** b) entnommen.

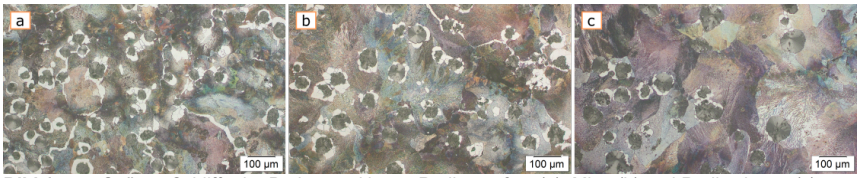


Bild 1: Geätzte Schliffe der Probenpositionen Radius außen (a), Mitte (b) und Radius innen (c)
Figure 1: Etched micrographs of the positions radius outside (a), center (b) and radius inside (c)

Die In situ-Zugversuche wurden an flachen Mikrozugproben mit einer Länge von ca. 12,3 mm, Breite von 4 mm und Dicke von ca. 2,5 mm im Bereich der parallelen Länge und einem resultierenden rechteckigen Querschnitt von ca. 10 mm^2 durchgeführt. Die Zugproben wurden geschliffen und vibrationspoliert. Nach einer Vorcharakterisierung des mittig eingebrachten Ermüdungsanrisses mittels SE-Kontrast, erfolgte eine Ätzung mit Nital 2 % zur Kontrastierung der Mikrostruktur für hochaufgelöste rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (REM).

2.2 Methodik

Zur Untersuchung des lokalen Deformationsverhaltens des EN-GJS-600-3 wurden In situ Zugversuche in einem Rasterelektronenmikroskop „Mira3“ von *Tescan* durchgeführt. Die Verformung der Zugproben erfolgte durch einen Zug-Druck-Lastrahmen von *Kammrath & Weiss (10 kN)* mit einer Traversengeschwindigkeit von 2 µm/s. Die Verformung erfolgte in schrittweisen Abstufungen von 10 bis 25 µm Traversenverschiebung. Nach jedem Verformungsschritt wurde die Deformation der Matrix und der Schädigungsvorgang im rissnahen Bereich und an der Rissspitze dokumentiert. Die Aufnahme der Einzelbilder (4096 x 3552 Pixel) erfolgte dabei mittels SE-Kontrast unter Nutzung einer Beschleunigungsspannung von 20 kV und einem Strahlstrom von 1.500 pA. Insgesamt wurden zwischen 16 und 28 Aufnahmen der Zugverformung pro Versuch gemacht, bevor es zum instabilen Rissfortschritt kam.
Die hochaufgelösten rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen dienten weiterhin der Bestimmung lokaler Dehnungsfelder mittels digitaler Bildkorrelation (DIC). Dafür wurde die Software „VEDDAC 6“ der *Chemnitzer Werkstoffmechanik GmbH* genutzt. Für die Bestimmung der Dehnungsfelder wurde eine Referenzfeldgröße von 75 x 75 Pixel (entspricht 17 µm x 17 µm) und eine Messfeldgröße von 130 x 130 Pixel (entspricht 29 µm x 29 µm) gewählt.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Gefügecharakterisierung

Die Gefügeparameter der relevanten Probenpositionen wurden in umfangreichen Gefügeanalysen an ungeätzten und geätzten Schliffen ermittelt und in [1] veröffentlicht. Zusätzlich zu den charakteristischen Größen des mittleren Graphitteilchendurchmessers d_G, des mittleren Abstands benachbarter Graphitteilchen λ und des Ferritanteils A_F in der weitestgehend perlitischen Matrix wurde der Abstand der Zementitlamellen im Perlit ermittelt, **Tabelle 1**. Es wurde deutlich, dass der Lamellenabstand mit zunehmender Erstarrungszeit größer wurde.

Tabelle 1 Gefügeparameter der relevanten Probenpositionen
Table 1 Microstructure parameters in the relevant sampling positions

Proben-position	d_G, in µm	λ, in µm	A_F, in Vol.-%	Lamellenabstand, in µm
Radius außen	37 ± 1	58 ± 2	10 ± 2	0,36 ± 0,10
Mitte	53 ± 2	78 ± 5	8 ± 2	0,50 ± 0,13
Radius innen	57 ± 5	80 ± 7	3 ± 2	1,03 ± 0,31

3.2 In situ-Zugversuche

In **Bild 2** werden die Spannungs-Dehnungskurven der In situ-Zugversuche an Proben des äußeren und inneren Radius vergleichend dargestellt. Zu beachten ist hierbei, dass die Dehnung aus der Querhauptverschiebung des Zug-Druck-Moduls bestimmt und somit nicht der Ableitung von mechanischen Kennwerten, sondern der Detektion und dem Verständnis von Schädigungsmechanismen im EN-GJS-600-3 dienten. Es wurde deutlich, dass nach den inkrementellen Belastungsstufen Spannungsrelaxationsprozesse einsetzten.

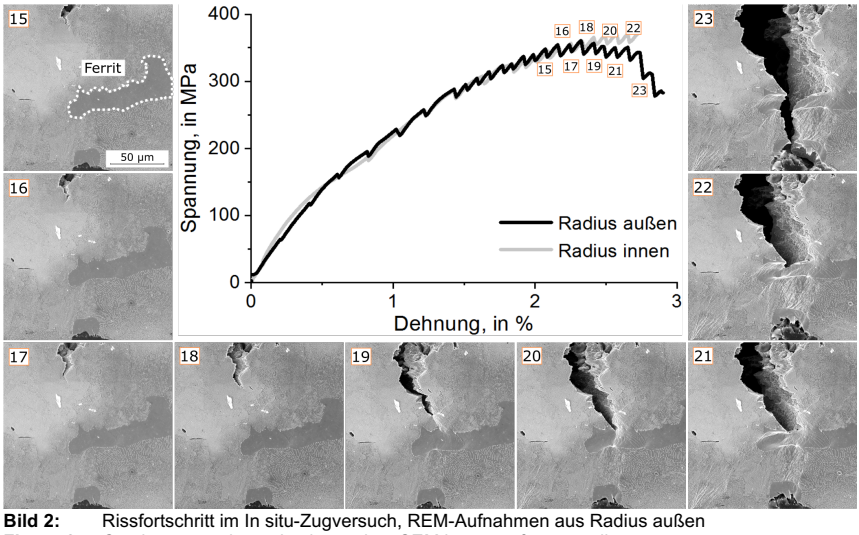


Bild 2: Rissfortschritt im In situ-Zugversuch, REM-Aufnahmen aus Radius außen
Figure 2: Crack propagation at In situ testing, SEM images of outer radius

Zu Beginn kam es in allen Proben zur Rissaufweitung und Blunting der Rissspitze sowie Arretierung des Risswachstums durch Korngrenzen, Ferritbereiche mit höherer elastischer Verformbarkeit oder Zementitlamellen. Der stabile Rissfortschritt (ca. 5 bis 10 µm pro Belastungsschritt) orientierte sich anfangs an den Zementitlamellen des Perlits und änderte an Korngrenzen seine Richtung. Mit zunehmender Beanspruchung kam es zu Ablöseprozessen an der Grenzfläche zwischen Graphitteilchen und Matrix sowie Mikrorissbildung. Während die Zementitlamellen eine plastische Verformung aufgrund ihrer hohen Festigkeit scheinbar behinderten, kam es v. a. in der ferritischen Phase zwischen den Lamellen zu starken plastischen Verformungen, vergleiche **Bild 2** Schritt 19 ff. Eine Abnahme der Spannung bei zunehmender Dehnung kann damit erklärt werden, dass ein hoher Anteil an Zementitlamellen einen Rissfortschritt auch bei geringer Beanspruchung zulässt. In **Bild 3** wird der stabile Rissfortschritt in Abhängigkeit vom Gefüge für alle Probenpositionen verglichen.

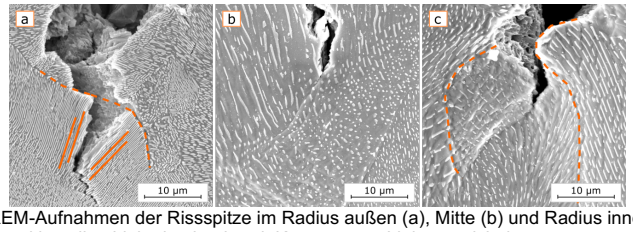


Bild 3: REM-Aufnahmen der Rissspitze im Radius außen (a), Mitte (b) und Radius innen (c), Zementitlamellen Linie durchgehend, Korngrenzen Linie gestrichelt
Figure 3: SEM micrographs of the crack tip in the outer radius (a), center (b) and inner radius (c), cementite lamella continuous line, grain boundaries dashed line

Es wurde deutlich, dass sich der Riss bei kleinen Lamellenabständen mit geringem Ferritanteil zwischen den Lamellen bevorzugt entlang der Lamellen und Korngrenzen ausbreitet (Radius außen, **Bild 3** a). Die Rissspitze wurde zudem mehrfach an Lamellen mit einer Anordnung von 90° zur Risswachstumsrichtung gestoppt. Mit zunehmender Erstarrungszeit und Lamellenabständen (Radius innen, **Bild 3** c) wurde die ferritische Matrix stärker plastisch verformt, insbesondere in Bereichen, die ca. 40 bis 50° zur Zugrichtung angeordnet waren. Dominante Rissfortschrittsrichtung war entlang von Korngrenzen und durch die Lamellen hindurch.
Während es bei geringen Spannungen vorrangig zu Porenbildung durch Ablösung der Graphitteilchen von der Matrix kam, wurden bei einem hohen Beanspruchungsniveau plastische Deformationen zwischen benachbarten Graphitteilchen beobachtet. Eine Rissausbreitungsrichtung in Abhängigkeit von der Ausrichtung der Perlitlamellen war nicht mehr zu erkennen, sondern der kürzeste Abstand zwischen den Graphitteilchen schien dominant für das Schädigungsverhalten und die instabile Rissausbreitung zu sein. Eine Koaleszenz der Mikrorisse aus den Graphitteilchen in die perlitische Matrix hinein sowie teilweise durch Delaminationsprozesse in der perlitischen Phase und transkristalliner Rissfortschritt in der ferritischen Phase verursachten das Versagen.

3.3 Digitale Bildkorrelation

Die Lokalisierung plastischer Deformation wurde anhand des In situ-Zugversuchs am Radius außen bei den Belastungsschritten 9 (Dehnung ε = 1,6 %), 16 (ε = 2,2 %) und 19 (ε = 2,4 %) vorgenommen, **Bild 4**, vgl. **Bild 2**. Die lokale Dehnung entsteht dabei heterogen in lamellaren Strukturen, wo die plastische Deformation der ferritischen Matrix durch die Zementitlamellen begrenzt wird und in den Ferritkörnern. Die Bereiche erhöhter Plastizität zeigten dabei eine anisotrope Orientierung in Bezug auf die Zugrichtung (40 bis 50°), **Bild 4** Schritt 16. Eine Beeinflussung des plastischen Deformationsverhaltens durch die Anordnung der Lamellen war dabei nicht zu erkennen.

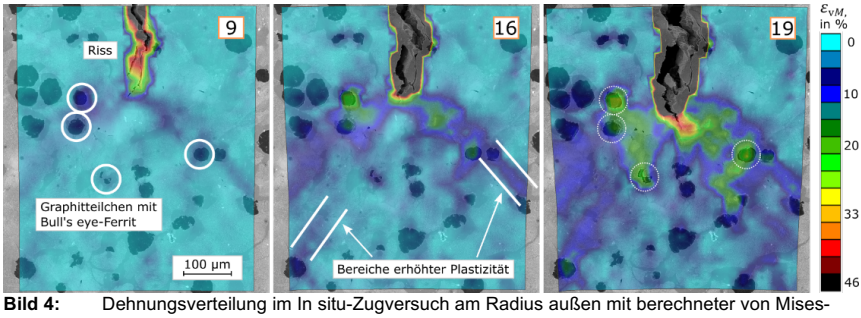


Bild 4: Dehnungsverteilung im In situ-Zugversuch am Radius außen mit berechneter von Mises-Dehnung ε_{vM} bei den Belastungsschritten 9, 16 und 19 (vgl. **Bild 2**)

Figure 4: Strain distribution at In situ testing of outer radius with calculated von Mises distribution ε_{vM} at the load steps 9, 16 and 19 (see **Figure 2**)

Da die Graphitteilchen häufig isoliert im Ferrit vorlagen, zeigten vor allem diese Bereiche bereits bei geringen Beanspruchungen eine Dehnungslokalisierung. **Bild 4** Schritt 19 zeigt die beginnende Ausbildung der Vorzugsorientierung des Risses zwischen benachbarten Graphitteilchen. Somit verursachte die Graphitteilchenanordnung neben der Dehnungslokalisierung durch die perlitische Phase eine stark heterogene Dehnungsverteilung unter Zugbeanspruchung.

4 Zusammenfassung

Im Beitrag wurden Ergebnisse von Untersuchungen zur Schädigungsentwicklung in einem höherfesten EN-GJS-600-3 mit Gefügegradienten vorgestellt. Die Gefügeunterschiede bildeten sich in Abhängigkeit von den Erstarrungsbedingungen aus und wurden hinsichtlich der Eigenschaften der perlitischen Matrix metallographisch analysiert. Es konnte ein deutlicher Einfluss des Erstarrungsregimes auf die Ausbildung der Zementitlamellen in der Matrix als auch die ferritischen Phasenanteile (Bull's eye-Ferrit) detektiert werden.
In In situ-Zugversuchen zeigte sich, dass sich der stabile Rissfortschritt bei geringer Beanspruchung an den Zementitlamellen des Perlits orientierte und an Korngrenzen seine Richtung änderte. Je größer die Lamellenabstände dabei waren, desto stärker wurde die zwischenliegende ferritische Matrix plastisch verformt. Bei zunehmender Beanspruchung kam es zu Ablöseprozessen an der Grenzfläche Graphitteilchen/Matrix und Mikrorissbildung sowie zu plastischen Deformationen zwischen benachbarten Graphitteilchen. Bei der instabilen Rissausbreitung war der kürzeste Abstand zwischen den Graphitteilchen dominant.
Bei der Untersuchung des plastischen Deformationsverhaltens mittels DIC wurde deutlich, dass bei Zugbeanspruchung durch die Graphitteilchenanordnung und die Dehnungslokalisierung in der perlitischen Phase eine stark heterogene Dehnungsverteilung im Gefüge vorliegt. Die Orientierung der Bereiche erhöhter Plastizität war dabei in Bezug auf die Zugbeanspruchungsrichtung anisotrop (40 bis 50°).

Danksagung – Die gezeigten Ergebnisse wurden aufbauend auf das Verbundvorhaben „Gusswelle – Werkstoff- und Bauteiloptimierung für leistungsfähigere Gusskomponenten im Antriebsstrang von Windenergieanlagen durch Einsatz von Kokillenguss“ erzielt. Die Autoren bedanken sich beim Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die Projektförderung (Förderkennzeichen 0324329B).

Literatur

[1] S. Hübner, P. Trubitz et al.: Influence of microstructure on static and cyclic fracture toughness of EN-GJS-600-3 nodular cast iron. International Journal of Metalcasting (angenommen)
[2] T. Borsato, P. Ferro et al.: Mechanical and fatigue properties of pearlitic ductile iron castings characterized by long solidification times. Engineering Failure Analysis 79 (2017), S. 902–912
[3] R. A. Gonzaga, P. Martinez Landa et al.: Mechanical properties dependency of the pearlite content of ductile irons. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 33 (2009), S. 150–158
[4] J. M. Motz, D. Berger et al.: Bruchmechanische Eigenschaften in großen Wanddicken von Gussstücken aus Gusseisen mit Kugelgraphit. Gießereiforschung 32 (1980), S. 97–111
[5] S. Hasse, H. Pacyna, R. Döpp: Beitrag zur Steigerung der mechanischen Eigenschaften von perlitischem Gusseisen mit Kugelgraphit im Gusszustand : Teil 1. Literaturübersicht, Fragestellung und experimentelle Untersuchungen an Probekörpern. Gießereiforschung 47 (1995), S. 50–64
[6] T. Öberg, K. Wallin: Fracture properties of ferritic, ferritic-pearlitic, pearlitic and bainitic nodular cast irons, VTT, Espoo, 1986
[7] T. Teshima, M. Kosaka et al.: Local cementite cracking induced by heterogeneous plastic deformation in lamellar pearlite. Materials Science & Engineering A (2017), S. 223–229
[8] Y. Zhao, Y. Tan et al.: In situ study of cementite deformation and its fracture mechanism in pearlitic steels. Materials Science & Engineering A (2018), S. 93–101
[9] K. S. Chan: Understanding Fracture Toughness in Gamma TiAl. Journal of Metals (1992), S. 30–38
[10] R. Kovacheva, T. Kamenova et al.: Einfluß des Gefüges auf den Rißwiderstand von Gußeisen. Praktische Metallographie 34 (1997), S. 34–42
[11] R. Konecná, P. Lejcek et al.: Role of composition heterogeneity on fracture micromechanisms of nodular cast iron. Materials Science and Technology 22 (2006), S. 1415–1422
[12] A. Alhussein, M. Risbet et al.: Influence of silicon and addition elements on the mechanical behavior of ferritic ductile cast iron. Materials Science & Engineering A 605 (2014), S. 222–228. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.057

[13] V. Di Cocco, F. Iacoviello et al.: Macro and microscopical approach to the damaging micromechanisms analysis in a ferritic ductile cast iron. Theoretical und Applied Fracture Mechanics 69 (2014), S. 26–33. URL http://dx.doi.org/10.1016/j.tafmec.2013.11.003
[14] S. Hübner, P. Trubitz, L. Krüger: Beitrag zur bruchmechanischen Charakterisierung von Rotorhohlwellen aus EN-GJS-600-3 mit Gefügegradienten. In: *Tagung Werkstoffprüfung 2021*, S. 168–175

Autorenverzeichnis

A

Ackermann, Marc 85
Acosta, Ruth 269
Amkreutz, Marc 117
Arndt, Jens 269

B

Babaei, Nima 85
Bachmann, Björn 1
Baer, Wolfram 462, 541
Barbosa, Maria 495
Bartsch, Marion 434
Bayerlein, Bernd 105
Beck, Tilmann 288
Behler, Jörg 342
Bertz, Alexander 361
Bettge, Dirk 73
Bhadeliya, Ashok 67
Bill, Tobias 269
Birkholz, Henk 105
Bisch, Max-Maria 380
Bleicher, Christoph 237, 244, 250, 257, 314
Blinn, Bastian 288
Blug, Andreas 361
Boldt, Regine 216
Boller, Christian 269
Brandt, Robert 393
Breidung, Marc 541
Britz, Dominik 1
Brod, Martin 176
Brosius, Alexander 335, 454
Brouczek, Dominik 131
Brüning, Hauke 117
Buchenau, Theresa 117

C

Carl, Daniel 361
Chen, Yue 105
Christ, Hans-Jürgen 294, 393
Conrad, Fabian 361

D

Dieffenbach, Tonja 162
Diekmann, Uwe 92
Donnerbauer, Kai 269
Duó, Pierangelo 502

E

Ebling, Fabien 54
Eifler, Dietmar 288
Esderts, Alfons 229, 263, 300
Ewenz, Lars 223, 328, 335

F

Fang, Xiangfan 348, 380
Fedelich, Bernard 67
Fekadu, Beruktayet 434
Fischer, Matthieu 196, 216
Fornoff, Markus 137
Franck, Pascal 355
Frenz, Holger 468
Friederici, Vera 547
Fritz, Susanne 202
Fritzen, Claus-Peter 393
Füssel, Uwe 374, 454

G

Gaitzsch, Uwe 488
Gebert, Annett 124
Geilen, Max Benedikt 529
Gerdes, Lars 13
Gerdt, Leonid 495
Gerwien, Peter 541
Gevers, Karina 169
Giese, Marcel 368
Greef, Moritz 387
Grimm, Tobias 111
Grundmann, Jannis 105
Grün, Peter 495
Gude, Maik 176, 412
Günther, Fabian 124

H

Hacker, Gereon 176
Hadzic, Nadira 105
Hahn, Paul 502
Haka, Andreas 189
Halle, Thorsten 400
Hausmann, Solveig 99
Heckmann, Klaus 269
Helwing, Ramon 13, 209
Hempel, Christian 61
Henkel, Timo 275
Henschel, Sebastian 420, 515, 554
Herges, Adrian 1
Heyer, Markus 434
Hoffmann, Paul 314
Holz, Sebastian 342
Hupka, Moritz 300
Hähnel, Ulrike 521
Hübner, Peter 521
Hübner, Sarah 554
Hülsbusch, Daniel 13, 209
Hütter, Sebastian 400

J

Jensen, Mats 263
Jokisch, Torsten 67
Jost, Benjamin 288
Just, Gordon 176

K

Kalenborn, Anke 275
Kalich, Jan 374, 454
Kannengießer, Thomas 368, 427
Kansy, Axel 250
Kaspar, Jörg 495
Kaufmann, Heinz 237, 250
Kaynak, Metin 250
Kirsten, Tina 321
Kisseler, Elisabeth 85
Klein, Marcus 288, 529
Klinger, Christian 73
Koch, Bernd 92
Koch, Ilja 176
Koch, Kevin 515
Konrad, Christian 387
Kontermann, Christian 361
Kretzer, Nele 111
Krupp, Ulrich 85
Krüger, Lutz 61, 420, 515, 554
Kuczyk, Martin 223
Kunz, Willy 488
Kunze, Katharina 468
Kupfer, Robert 412
Köhler, Daniel 412
Kölpin, Nadja 150
Köster, Paul 535
Kühne, Robert 328
Kühnert, Ines 196, 216
Küppers, Martin 541

L

Lehnert, Robert 554
Lian, Junhe 447
Lienhard, Jörg 79
Lingnau, Lars Andree 406
Linn, Alexander 229
Lorenz, Nadine 131
Lorenz, Swenja 162
Lube, Tanja 131
Lübbert, Sebastian 475
Lücker, Lukas 406

M

Madia, Mauro 541
Maier, Petra 481
Makowski, Stefan 508
Mandel, Marcel 61
Marschall, Niklas 105
Merghany, M. 143
Miletzky, Frank 183
Milow, Barbara 434
Mook, Gerhard 400
Mrzljak, Selim 13
Mücklich, Frank 1
Müller, Eckehard 281
Müller, Martin 1
Müller, Thomas 368
Münstermann, Sebastian 447

N

Niewiadomski, Jan 237

O

Oechsner, Matthias 361, 529
Oesterlin, Heiner 54
Olbricht, Jürgen 67
Ortmann, Robert 111
Ott, Gritt 99
Otto, Johannes L. 275

P

Pilz, Stefan 124
Portella, Pedro 105

Q

Quitzke, Caroline 61

R

Rege, Ameya 434
Rehmer, Birgit 67
Reichel, Maria 131
Reichenbacher, Axel 54
Reichmann, Arno 380
Reschke, Gregor 374
Rhode, Michael 427
Rolfes, Raimund 176
Roth, Jonas 73

S

Sander, Manuela 535
Schaak, Christopher 92
Scheffler, Sven 176
Scheithauer, Uwe 131
Schenuit, Eduard 468
Schettler, Sebastian 124
Schilling, Markus 105
Schlums, Hartmut 502
Schmauder, Martin 99
Schmid, Harald 131
Schmidt, Christopher David 294
Schneider, Toma 183
Scholz, Ronja 355
Scholz, Sebastian 131
Schopf, Tim 269
Schraa, Lucas 169
Schröder, Christina 61
Schröder, Nina 427
Schröpfer, Dirk 368
Schubert, Günter 24
Schwarz, Patrick 307
Schwarzer-Fischer, Eric 131
Schwentenwein, Martin 131
Schönborn, Steffen 257
Schöne, Sebastian 223, 321, 328
Schönherr, Josef Arthur 529
Sehrt, Jan T. 111
Shen, Fuhui 447
Sievers, Jürgen 269
Simon, Falk 202
Skrotzki, Birgit 67, 105
Sommer, Peter 45
Spitzer, Karl-Heinz 162
Spörer, Yvonne 216
Stammkötter, Sebastian 143
Starke, Peter 269
Staudacher, Maximillian 131
Steinborn, Clemens 488

Steingräber, Tim 314
Stelter, Christian 288
Stephan, Richard 335, 454
Stommel, Markus 169
Strangfeld, Martin 441

T

Tenkamp, Jochen 143
Thimm, Matthias 393
Thiry, Marc 150
Thomas, Andreas 502
Treutler, Kai 162, 368
Troschitz, Juliane 412
Töws, Paul 169

U

Uhlig, Kai 169

V

Volkova, Olena 61

W

Wackermann, Ken 54
Wagner, Markus 124
Wahl, Ken 541
Waitelonis, Jörg 105
Walther, Frank 13, 143, 209, 269, 275, 355, 406
Wang, Jing 85
Weichert, Jan 244
Weidig, Christoph 156
Wendler, Marco 61
Wesling, Volker 162, 368
Wesselmecking, Sebastian 85
Weuthen, Falko 387
Wiegand, Jan-Joris 196
Wieler, Stefan 468
Wildeis, Anna 393
Wilsnack, Erik 508
Wossidlo, Peter 462, 541
Wächter, Michael 229, 263, 300

Z

Zawischa, Martin 508
Zeng, Chongyang 348, 380
Zerbst, Uwe 541
Zeuner, André Till 321, 495
Zimmermann, Martina 124, 223, 321, 328, 335, 495, 508

V

van Roo, Tamara 137
von Hartrott, Philipp 105
von Hehl, Axel 294


978-3-88355-430-3