

### SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

① CH 670 159 A5

61) Int. Cl.4: G 01 N

27/72

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

# **PATENTSCHRIFT** A5

② Gesuchsnummer:	5071/86	③ Inhaber: Hitachi Metals, Ltd, Tokyo (JP)
② Anmeldungsdatum:	22.04.1985	② Erfinder: Suenaga, Makoto, Kitakyushu-shi/Fukuoka (JP) Ishihara, Yasuoki, Kitakyushu-shi/Fukuoka (JP) Nakano, Eiji, Miyako-gun/Fukuoka (JP)
24) Patent erteilt:	12.05.1989	Wertreter: Ammann Patentanwälte AG Bern, Bern
(24) Fatent ertent.	12.03.1707	86 Internationale Anmeldung: PCT/JP 85/00224 (Ja)
(45) Patentschrift veröffentlicht:	12.05.1989	(Ja) 06.11.1986

## (54) Verfahren zum Beurteilen der Qualität von Kugelgraphitguss.

Die Qualität von Kugelgraphitguss mit einer Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit die mechanischen Eigenschaften kann durch eine Messung der Koerzitivkraft oder der magnetischen Sättigungsflussdichte oder der magnetischen Restflussdichte oder des scheinbaren magnetischen Restflusses bestimmt werden.

Ein solches Verfahren lässt sich leicht durchführen und ist zuverlässig und arbeitet zerstörungsfrei.

#### **PATENTANSPRUCH**

Verfahren zum Beurteilen der Qualität von Kugelgraphitguss, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Beurteilung der Qualität von Kugelgraphitguss mit einer Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit die mechanischen Eigenschaften durch eine Messung der Koerzitivkraft oder der magnetischen Sättigungsflussdichte oder der magnetischen Restflussdichte oder des scheinbaren magnetischen Restflusses bestimmt werden.

#### BESCHREIBUNG Stand der Technik

In den vergangenen Jahren wurde Kugelgraphitguss mit einer Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit als hochfester und hochzäher Eisenguss sehr geschätzt, der eine Zugfestigkeit von nicht weniger als 100 kp/mm² und eine Dehnung von nicht weniger als 10% hat.

Der Kugelgraphitguss wird in weitem Umfang als Material für sog. wichtige Teile und Sicherheitsteile, wie beispielsweise das Fahrgestell und die Aufhängung von Kraftfahrzeugen verwandt und wirkt sich insbesondere aufgrund seiner extrem hohen Zugfestigkeit und hohen Zähigkeit deutlich in der Gewichtsverringerung, der Herabsetzung der Kosten usw. aus.

Es hat sich jedoch oftmals herausgestellt, dass eine Perlitstruktur neben der Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit ausgeschieden wird.

Das Ausscheiden von Perlitt tritt leicht während des Überganges von der Austenitisierungstemperatur auf die isotherme Umwandlungstemperatur auf, wenn die Abkühlungsgeschwindigkeit der Härtung klein ist oder wenn ein gegossenes Produkt einen örtlich dick ausgebildeten Teil aufweist.

Wenn in dieser Weise Perlit ausgeschieden ist, sind die mechanischen Eigenschaften ernsthaft beeinträchtigt, und es hat sich bestätigt, dass in dem Fall, in dem kein Perlit ausgeschieden ist, die Zugfestigkeit 96 kp/mm² und die Dehnung 10% beträgt, wohingegen in dem Fall, in dem 46% Perlit ausgeschieden sind, die Zugefestigkeit auf 65 kp/mm² und die Dehnung auf 4% abgenommen haben.

Es ist andererseits sehr schwierig, zerstörungsfrei zu beurteilen, ob es in der Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit eine Perlitausscheidung gibt.

Die Beurteilung auf der Grundlage der Härte ist nämlich nicht zuverlässig, da die Härte durch die Perlitausscheidung nicht stark geändert wird, und es ist zwar möglich, bei einer Ausscheidung von Perlit in der Oberflächenschicht des gegossenen Produktes die Oberflächenstruktur über ein Mikroskop zu beurteilen, bei einer Ausscheidung von Perlit im Kernbereich ist eine Beurteilung über eine zerstörungsfreie Prüfung jedoch nahezu unmöglich.

Kugelgraphitguss, der einer Zweistufenvergütungsbehandlung unterworfen wurde, kann weiterhin beliebige gewünschte mechanische Eigenschaften haben, indem die isotherme Umwandlungsbehandlungstemperatur geändert wird. Das erfordert jedoch eine sehr strikte Kontrolle der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur.

Die gewünschten mechanischen Eigenschaften werden nämlich nicht erhalten, wenn die Behandlung bei einer Temperatur durchgeführt wird, die sich in der Grössenordnung von  $\pm 10\,^{\circ}$ C von der eingestellten isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur unterscheidet. Wenn jedoch die Qualität von Kugelgraphitguss über die Messung der Härte beurteilt wird, liegt dieser Unterschied in der Grössenordnung von  $\pm 10\,^{\circ}$ C in der isothermen Umwandlungsbe-

handlungstemperatur im Bereich des Messfehlers, so dass die Beurteilung über die Härte unmöglich ist.

Unter diesen Umständen besteht ein zunehmender Bedarf an der Entwicklung eines Verfahrens zum Beurteilen eines Falles, bei dem Kugelgraphitguss, der einer Zweistufenvergütungsbehandlung ausgesetzt wurde, die gewünschten mechanischen Eigenschaften aufgrund der Perlitausscheidung oder der isothermen Umwandlungsbehandlung bei einer Temperatur, die neben der eingestellten Temperatur legt, nicht bekommen kann.

Ein Verfahren, das die Schritte der Magnetisierung eines nicht magnetisierten Stahlproduktes durch eine Gleichmagnetisierungsquelle in einem solchen Mass, dass es gesättigt ist, die Unterbrechung des Anlegens des magnetischen Fel15 des durch die Magnetisierungsquelle, um dadurch die Stärke des magnetischen Feldes auf Null zurückzuführen, das Wechselwirkenlassen des Restmagnetflusses des Stahlproduktes mit einer Messspule, um dadurch eine Spannung zu induzieren, und das Beurteilen der Härte des Stahlproduktes aus der Beschaffenheit dieser induzierten Spannung umfasst, wird bereits in weitem Umfang benutzt, da die Härte des Stahlproduktes im wesentlichen proportional zum Restmagnetfluss, d.h. zur induzierten Spannung ist, und diese zur Messung der Härte daher sehr zweckmässig ist.

In der japanischen Gebrauchsmusterveröffentlichung Nr. 26142/70 ist beispielsweise eine Vorrichtung beschrieben, bei der eine Magnetisierungsspule und eine Messspule einander entgegengesetzt entlang eines Bandförderers angeordnet sind, ein Stahlmaterial durch den Förderer befördert wird und die Härte des Stahlmaterial dadurch beurteilt wird, dass das Stahlmaterial durch beide Spulen geführt wird.

Ein Grundprinzip der Härtemessung bei dieser Vorrichtung besteht darin, dass die Härte dadurch gemessen wird, dass ein Unterschied in den magnetischen Eigenschaften aufgrund eines Unterschiedes im Perlit/Ferritverhältnis im Gefüge ausgenutzt wird.

Die Erfinder haben andererseits herausgefunden, dass in einer Bainitstruktur eine Änderung in den magnetischen Eigenschaften sehr empfindlich eine kleine Änderung, die durch eine Änderung in der Härte nicht gemessen werden kann, im Zustand der Struktur und somit in den mechanischen Eigenschaften wiedergibt und haben unter Ausnutzung dieser Tatsache ein Verfahren zum Beurteilen der Qualität der Bainitstruktur entwickelt.

#### Darstellung der Erfindung

Ein Ziel der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens zum Beurteilen der Qualität eines Kugelgraphitgussproduktes, das leicht, mit hoher Zuverlässigkeit und zerstörungsfrei die Menge an ausgeschiedenem Perlit und/oder die mechanischen Eigenschaften des Kugelgraphitgussproduktes mit einer Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit bestimmen kann.

Im folgenden wird die Erfindung im einzelnen beschrie-  $_{55}\;$  ben.

Um der Matrix von Kugelgraphitguss eine Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit zu geben, ist es üblich, den Kugelgraphitguss einer Zweistufenvergütungswärmebehandlung auszusetzen, bei der der Eisenguss von einer Temperatur, bei der die Matrix nur eine Austenitphase hat, auf einen Bainitumwandlungstemperaturbereich abgeschreckt und auf dieser Temperatur für ein gegebenes Zeitintervall gehalten wird

Fig. 1 zeigt ein Modell eines fortlaufenden Abkühlungsdiagrammes von Kugelgraphitguss, wobei dann, wenn die
Abkühlungskurve eines Gegenstandes die Perlitnase nicht
schneidet, wie es bei 1 dargestellt ist, die Matrixstruktur eine
Doppelphasenmischstruktur aus Bainit und Restaustenit

wird. Wenn jedoch die Abkühlungskurve die Perlitnase schneidet, wie es bei 2 dargestellt ist, tritt eine Ausscheidung von Perlitstruktur neben einer Ausscheidung von Bainit-plus Restaustenitstruktur auf, und sind somit die mechanischen Eigenschaften ernsthaft beeinträchtigt.

Während die Bainitstruktur in diesem Fall ein Zwischenstufenferrit ( $\alpha$ ) ohne Ausscheidung von Zementit (Fe<sub>3</sub>C) ist, ist die Perlitstruktur eine Doppelphasenmischstruktur aus Ferrit ( $\alpha$ ) und Zementit (Fe<sub>3</sub>C) und tritt somit ein Unterschied in den magnetischen Eigenschaften (Hysteresekurve) zwischen dem Fall, in dem eine Perlitausscheidung aufgetreten ist, und dem Fall auf, in dem keine Perlitausscheidung aufgetreten ist.

Fig. 2 zeigt die Hysteresekurven von Kugelgraphitguss mit einer Matrix, die aus einer Doppelphasenmischstruktur aus Bainit und Restaustenit besteht (Kurve A), von Kugelgraphitguss mit einer Matrix aus 19% Perlitausscheidung (Kurve B) und von Kugelgraphitguss mit einer Matrix aus 43% Perlitausscheidung (Kurve C). Auf diese Weise erhält die Hysteresekurve eine Form mit einem grossen Gradienten, wenn Perlit ausgeschieden ist, verglichen mit dem Fall, in dem es keine Perlitausscheidung gibt.

Es daher möglich zu beurteilen, ob es eine Perlitausscheidung gibt, indem die Form der Hysteresekurve des Gegenstandes nach der Wärmebehandlung gemessen wird.

Es ist weiterhin natürlich möglich, zu beurteilen, ob es eine Perlitausscheidung gibt, indem solche bestimmte Werte auf der Hysteresekurve gemessen werden, die mit 3, 4 und 5 in Fig. 2 bezeichnet sind.

Beispielsweise zeigt Fig. 3 die Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der Koerzitivkraft [(5) in Fig. 2], zeigt Fig. 4 die Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der magnetischen Sättigungsflussdichte [(3) in Fig. 2] und zeigt Fig. 5 die Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der magnetischen Restflussdichte [(4) in Fig. 2], und es gibt somit im wesentlichen lineare Beziehungen zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der Koerzitivkraft, der magnetischen Sättigungsflussdichte und der magnetischen Restflussdichte, so dass es über eine Messung des Wertes der zuletzt genannten Grössen möglich ist, die Menge an Perlitausscheidung im Gegenstand in Erfahrung zu bringen.

Wenn sich dann die isotherme Umwandlungsbehandlungstemperatur ändert, ändert sich die Restaustenitmenge.

Das heisst, dass aufgrund der Tatsache, dass sich in der Matrix das Verhältnis zwischen dem ferromagnetischen Zwischenstufengefügeferrit ( $\alpha$ ) und dem paramagnetischen Restaustenit ( $\gamma$ R) ändert, ein Unterschied in den magnetischen Eigenschaften (Hysteresekurve) auftritt.

Ähnlich wie im Fall der Perlitausscheidung ist es möglich, die isotherme Umwandlungsbehandlungstemperatur dadurch zu beurteilen, dass die Form der Hysteresekurve gemessen wird, und ist es somit gleichfalls durch eine Messung bestimmter spezieller Werte auf der Hysteresekurve, die mit 3, 4 und 5 in Fig. 2 bezeichnet sind, natürlich möglich, die isotherme Umwandlungsbehandlungstemperatur zu erkennen.

Fig. 6 zeigt die Beziehungen zwischen der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur und der Koerzitivkraft [(5) in Fig. 2], der magnetischen Sättigungsflussdichte [(3) in Fig. 2] und der magnetichen Restflussdichte [(4) in Fig. 2]. Innerhalb eines Bereiches von etwa 300 bis 400 °C bestehen im wesentlichen lineare Beziehungen zwischen der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur und den magnetischen Eigenschaften, so dass es über eine Messung des Wertes der zuletzt genannten Grössen innerhalb des Bereiches von 300 bis 400 °C möglich ist, die isotherme Um-

wandlungsbehandlungstemperatur des Gegenstandes kennen zu lernen.

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

Fig. 1 zeigt ein fortlaufendes Abkühlungsdiagramm;

Fig. 2 zeigt in einem Diagramm die Hysteresekurven;

Fig. 3 zeigt in einem Diagramm die Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der Koerzitivkraft;

Fig. 4 zeigt in einem Diagramm die Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der magnetischen Sättigungsflussdichte;

Fig. 5 zeigt in einem Diagramm die Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der magnetischen Restflussdichte;

Fig. 6 zeigt in einem Diagramm die Beziehung zwischen der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur und den magnetischen Eigenschaften;

Fig. 7 u. 8 zeigen Mikrofotografien des metallischen Gefüges:

Fig. 9 zeigt in einem Diagramm den zweiten Quadranten 20 der Hysteresekurven;

Fig. 10 zeigt in einem Diagramm die Beziehungen zwischen der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur und den mechanischen Eigenschaften sowie der scheinbaren magnetischen Restflussdichte; und

Fig. 11 zeigt in einem Diagramm die Beziehung zwischen der scheinbaren magnetischen Restflussdichte und den mechanischen Eigenschaften.

Bester Weg zur Ausführung der Erfindung.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausfüh-30 rungsbeispielen beschrieben.

Ausführungsbeispiel 1

1. Form der Probe Ø 66 × 280 mm 2. Chemische Zusammensetzung (Gew.-%)

С	Si	Mn	P	S
3.69	2.11	0.40	0.022	0.010
)				
Cr	Cu		Мо	Mg
0.02	0.51		0.32	0.046

#### 3. Wärmebehandlungen

(i) Wärmebehandlung, um kein Perlit auszuscheiden:

Die obigen Proben wurden auf 850°C erhitzt und bei dieser Temperatur eine Stunde lang gehalten und danach auf 375°C innerhalb von etwa 2 Minuten abgeschreckt und auf dieser Temperatur eine Stunde lang mit sich anschliessender Wasserabkühlung gehalten.

(ii) Wärmebehandlung zum Ausscheiden von Perlit:
Die obigen Proben wurden auf 850 °C erhitzt und auf dieser Temperatur eine Stunde lang gehalten und danach auf 375 °C innerhalb von etwa 10 Minuten abgeschreckt und auf dieser Temperatur eine Stunde lang mit anschliessender Wasserabkühlung gehalten.

#### 4. Gefüge

Die Mikrofotografien der Proben, die den oben genannten Wärmebehandlungen i und ii unterworfen wurden, sind in den Fig. 7 und 8 jeweils dargestellt.

5. Verfahren zum Messen des magnetischen Restflusses Wenn eine Probe bis nahezu ihrem Sättigungspunkt magnetisiert wird und anschliessend das Magnetfeld abgeschaltet wird, bleibt ein Magnetismus, der unter dem Einfluss eines Entmagnetisierungsfeldes, das durch die Form der Probe bestimmt ist, in der in Fig. 9 dargestellten Weise einem Schnittpunkt a oder b zwischen der Hysteresekurve und einer Linie entspricht, die durch die Gleichung I =  $-(\mu_0 \cdot H)/5$ N ausgedrückt wird, [wobei I: Stärke der Magnetisierung (G), μ<sub>O</sub>: magnetische Permeabilität, H: Stärke des magnetischen Feldes (Oe) und N: Entmagnetisierungsfaktor der Pro-

be]. Dieser Restmagnetismus entspricht dem scheinbaren magnetischen Restfluss der Probe.

1. Magnetisierungsspule Anzahl der Windungen: Elektrischer Strom: 2.5 kA

10

2. Messspule

Anzahl der Windungen: 500 Durchlaufgeschwindigkeit der Probe: 45 m/min

#### 6. Ergebnis der Messung:

4

Bezeichnung der Probe	Magnetischer Restfluss	Perlitmenge	Magnetisches Restfluss- verhältnis (ii)/(i)	Härte HRC
(i)	$3.31 \times 10^{6}$	0%	62%	28.5
(ii)	$2.05 \times 10^{6}$	18%		29.4

#### 7. Bemerkungen

- 1) Es gibt keinen wesentlichen Unterschied in der Härte zwischen der Probe (ii) mit Perlitausscheidung und der Probe (i) ohne Perlitausscheidung.
- 2) Der scheinbare magnetische Restfluss nimmt schon bei einer kleinen Menge an Perlitausscheidung drastisch ab.
- 3) Es gibt eine gute Beziehung zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der Koerzitivkraft (Korrelationskoeffizient: 0,88) und durch Messen des Wertes der zuletzt genannten Grösse ist es daher möglich, zu ermitteln, ob es eine Perlitausscheidung gibt und die Menge an Perlitausscheidung kennen zu lernen.
- 4) Korrelationen, die der oben erwähnten ähnlich sind, bestehen auch zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der magnetischen Sättigungsflussdichte (Korrelationkoeffizient: 0,93) und zwischen der Menge an Perlitausscheidung und der magnetischen Restflussdichte (Korrelationskoeffizient: 0,90). Durch eine Messung der Werte dieser Grössen ist es auch möglich, festzustellen, ob es eine Perlitausscheidung gibt, und die Menge an Perlitausscheidung kennen zu lernen.
- 5) Weiterhin ist es in ähnlicher Weise über die magnetische Permeabilität möglich, festzustellen, ob es eine Perlitausscheidung gibt, oder die Menge an Perlitausscheidung kennen zu lernen.

#### Ausführungsbeispiel 2

- 1. Form der Probe  $\emptyset$  25  $\times$  155 mm
- 2. Chemische Zusammensetzung (Gew.-%)

С	Si	Mn	P	S
3.62	2.15	0.40	0.026	0.010
Cu		Мо		Mg
0.51		0.30		0.043

3. Bedingungen der Wärmebehandlung

Die obigen Proben wurden auf 850°C erhitzt und auf dieser Temperatur 2 Stunden lang gehalten und innerhalb von etwa 2 Minuten auf 11 verschiedene Temperaturen von 240 °C, 260 °C, 280 °C, 300 °C, 320 °C, 340 °C, 360 °C, 380 °C, 400 °C, 420 °C und 440 °C abgekühlt und auf den je-25 weiligen Temperaturen 2 Stunden lang mit einer anschliessenden Wasserabkühlung gehalten.

Bezüglich dieser elf Arten von Proben zeigt Fig. 10 die Beziehungen zwischen der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur und den mechanischen Eigenschaften 30 und zwischen der isothermen Umwandlungsbehandlungstemperatur und dem scheinbaren magnetischen Restfluss. Weiterhin zeigt Fig. 11 die Beziehungen zwischen dem scheinbaren magnetischen Restfluss und der Zugfestigkeit und zwischen dem scheinbaren magnetischen Restfluss und 35 der Dehnung.

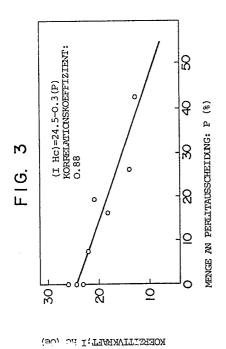
4. Verfahren zum Messen des magnetischen Restflusses Der magnetische Restfluss wurde nach dem gleichen Verfahren wie beim vorher beschriebenen Ausführungsbeispiel 1

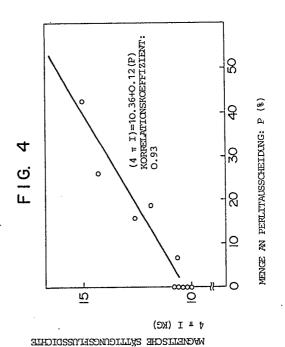
Aus Fig. 1 kann entnommen werden, dass die Zugfestigkeit und die Dehnung gute Korrelationskoeffizienten von 0,96 und 0,92 jeweils bezüglich des scheinbaren magnetischen Restflusses haben.

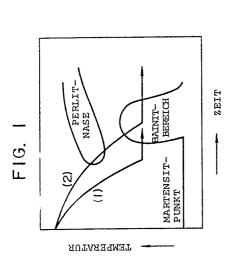
Durch eine Messung des scheinbaren magnetischen Rest-45 flusses ist es daher möglich, leicht die Zugfestigkeit und die Dehnung dieses Materials zu ermitteln.

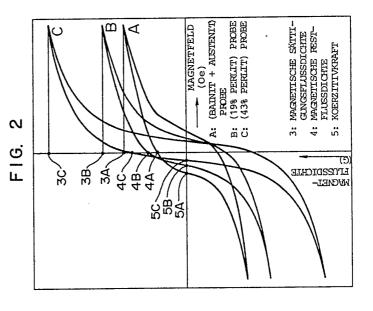
Aus der vorhergehenden Beschreibung kann entnommen werden, dass das Verfahren zum Beurteilen der Qualität von 50 Kugelgraphitguss gemäss der Erfindung nicht nur leicht mit hoher Empfindlichkeit und zerstörungsfrei den Perlit bestimmen kann, der im Kugelgraphitguss mit einer Mischstruktur aus Bainit und Restaustenit ausgeschieden ist, sondern auch die Zugfestigkeit und die Dehnung bestimmen kann, die das 55 Material hat.

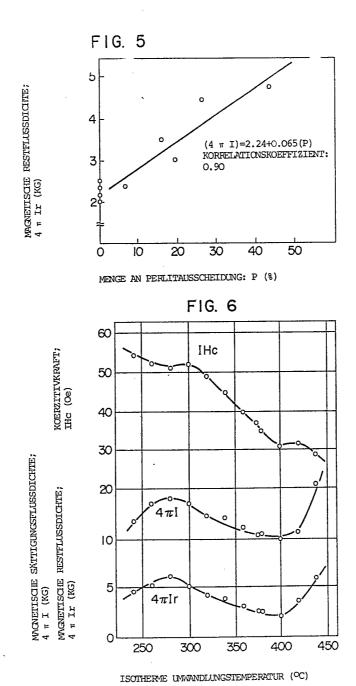
Das erfindungsgemässe Verfahren verbessert folglich die Zuverlässigkeit des betreffenden Produktes und führt zu einem merklichen Einfluss auf die Qualitätskontrolle in einem Herstellungsverfahren.



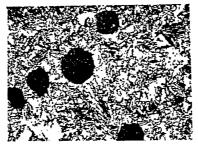






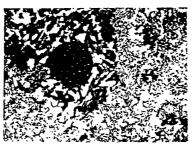


F.I.G. 7



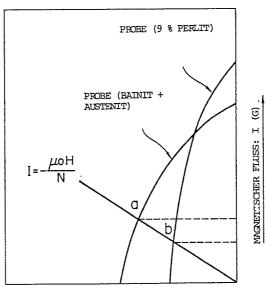
x 400

FIG. 8

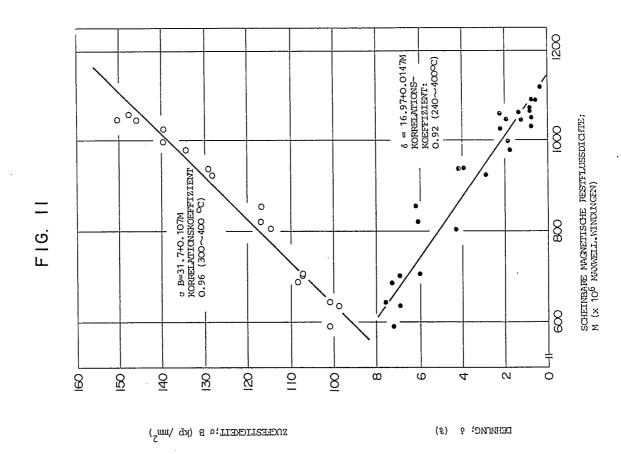


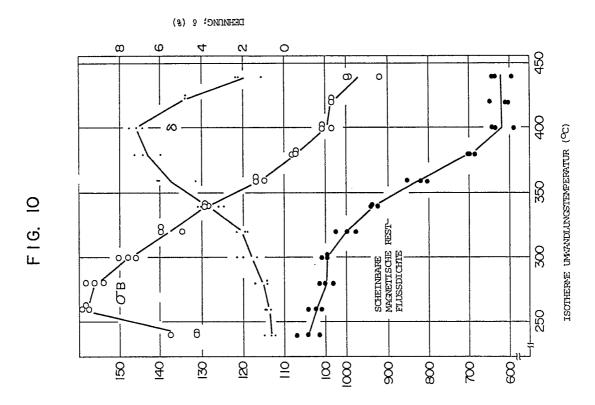
x 400

FIG. 9



MAGNETFELD; H (Oe)





W (×  $10^{\rm Q}$  WYMETT·MINDONCEN) SCHEINBVIE WYMELISCHE HEZLLFORSDICHLE: