

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

ISSN 0433-6461

(11)

1592 76

Int.Cl.³

3(51) G 01 N 27/72

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP G 01 N/ 2212 56

(22) 21.05.80

(45) 02.03.83

(71) siehe (72)

(72) STEINERT, GUENTER, DIPL.-ING.; ARNOLD, WOLF-DIETER, DR. DIPL.-CHEM.; DD;

(73) siehe (72)

(74) M. BRUELL, VEB BANDSTAHLKOMBINAT "HERMANN MATERN", SCHUTZRECHTSBUERO, 1220
EISENHUETTENSTADT, WERKSTR. 1

(54) THERMOMAGNETOMETER

(57) Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur magnetinduktiven Erfassung von Permeabilitäts- bzw. Suszeptibilitätsänderungen metallischer Werkstoffe im Verlaufe der vorzugsweise isothermischen Umwandlung des paramagnetischen unterkühlten Austenits in eines oder mehrere seiner überwiegend ferromagnetischen Zerfallsprodukte sowie zur statischen Erfassung des ferromagnetischen Masseanteils in Proben mit austenitischen und ferritischen Gefügebestandteilen. Ziel der Erfindung ist es, eine Einrichtung zur magnetinduktiven Erfassung von Permeabilitäts- bzw. Suszeptibilitätsänderungen metallischer Werkstoffe zu schaffen, mit der der zeitliche, technische und technologische Meßaufwand verringert und die Sicherheit der Meßmethode sowie die Zuverlässigkeit der Meßergebnisse verbessert werden. Die erfindungsgemäße Einrichtung besteht aus einem Austenitisierungsteil und einem Umwandlungsteil. Als Umwandlungsbad wird eine eutektische Blei-Wismut-Legierung verwendet, die von einem Tiegel aufgenommen wird, der aus einem nicht ferromagnetischen, gut wärmeleitfähigen metallischen Werkstoff gefertigt ist und nach unten hin eine Verlängerung aufweist, in dessen Bereich eine Heizung angeordnet ist. Fig. 1

a) Titel

Thermomagnetometer

b) Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur magnetinduktiven Erfassung von Permeabilitäts- bzw. Suszeptibilitätsänderungen von Eisenwerkstoffen oder Stählen im Verlaufe oder infolge der vorzugsweise isothermischen Umwandlung von paramagnetischem unterkühltem Austenit in eines oder mehrere seiner überwiegend ferromagnetischen Zerfallsprodukte wie Ferrit, Perlit, Sorbit, Bainit, Abschreck- und Anlaßmartensit, Zementit u.a. sowie zur statischen Erfassung des ferromagnetischen Masseanteils in Proben mit austenitischen und ferritischen bzw. ferromagnetischen Gefügebestandteilen, darunter die bereits oben genannten sowie Verformungsmartensit und Delta-Ferrit.

c) Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur zeitlichen Verfolgung des Fortschreitens der Umwandlung von unterkühltem Austenit unter isothermischen bzw. quasi-isothermischen Bedingungen sind bereits eine Reihe von Verfahren bzw. Geräten vorgeschlagen worden. Darunter befinden sich solche, bei denen die Umwandlung der Probe im Luftspalt eines starken Elektromagneten mit homogenem Feld (Wechselfeld) oder im inhomogenen Magnetfeld (gewöhnlich Gleichstromfeld) sowohl über Auswertung der Lageveränderung der Probe bei Überwindung einer vorhandenen Rückstellkraft, des von der magnetisierten Probe gegenüber vorhandener Rückstellkraft ausgeübten Drehmomentes oder auch Erfassung der

elektromotorischen Kraft, die in einer die Probe umgebenden Spule induziert wird, erfolgt.

Dem Vorteil der Anwendbarkeit hoher Feldstärken bei diesen Varianten, der damit möglichen Annäherung der Sättigungsmagnetisierung und somit u.a. der quantitativen Bestimmbarkeit kleiner Anteile ferromagnetischer Phasen (z.B. Restaustenitgehalte neben ferromagnetischen Phasen unterschiedlicher Permeabilität) oder der besseren Erfäßbarkeit der anteiligen Bildung von Phasen geringer Permeabilität (z.B. Zementit) stehen als Nachteile geringer verfügbarer Raum, z.B. für die Unterbringung eines Abschreckbades, schwierige Realisierbarkeit einer genauen Temperaturführung, insbesondere bei schnell umwandelnden Stählen und geringe Probengröße gegenüber. Aus diesem Grunde sind sogenannte eisenlose Thermomagnetometer in verschiedenen Ausführungen entwickelt worden, darunter Varianten mit drehbar gelagerten, gegen eine Rückstellkraft auslenkbaren Proben, die wegen des erforderlichen Justieraufwandes für die Prüfung relativ schnell umwandelnder un- und niedriglegierter Stähle nicht geeignet sind und an dieser Stelle, ebenso wie Thermomagnetometer ohne Abschreckbad für kontinuierliche Abkühlung, außer Betracht bleiben können.

Ferner sind auch Varianten für die Verfolgung der isothermischen Umwandlung aus dem Austenitgebiet abgeschreckter Proben mit Abschreckbad und induktiver Meßwerterfassung ausgeführt bzw. bekannt geworden. Nach einer kennzeichnenden Variante sind übereinander Austenitisierungsöfen und Umwandlungsbad angeordnet, wobei letzteres zur Erfassung der Suszeptibilitätsänderung der Probe im Verlaufe der Umwandlung von einer Kombination zweier ineinanderliegender Spulen (Induktions- und Meßspule) konzentrisch umschlossen wird und das Bad durch eine im ringförmigen Zwischenraum zwischen Bad und Spulenkombination angeordnete, geregelte elektrische Widerstandsheizung auf Temperatur gehalten wird. Hierbei wird die Heizwicklung zur weitgehenden Eliminierung elektrischer Störfelder in der Regel bifilar gewickelt und

zur Vermeidung einer unzulässigen Spulenerwärmung durch die Badheizung gewöhnlich zwischen dieser und der Spulenkombination ein ringförmiger, z.B. aus Messing bestehender Kühler, angeordnet.

Die verwendeten Probenformen variieren zwischen einer ebenen Scheibe begrenzter Dicke und stabförmigen Körpern aus Blech, Draht oder Hohlzylindern. Als Tiegelwerkstoffe sind Keramik und nicht magnetisierbare Metalle, wie z.B. rostfreie Stähle, als Badflüssigkeiten Salz- und Metallschmelzen (z.B. Zinn) bekannt geworden.

Die Messung bzw. Registrierung der Probentemperatur im Verlaufe des Wärmebehandlungszyklus erfolgt allgemein durch das Aufschweißen von Thermoelementen auf die Probenoberfläche. Die Drahtstärken der Thermoelemente werden zur Vermeidung störender zusätzlicher Wärmekapazitäten im allgemeinen gering gehalten.

Die genannten Lösungen sind mit Nachteilen behaftet. So ist das Aufschweißen eines Thermoelementes auf jede zu messende Probe sehr aufwendig und stellt eine zusätzliche Störgröße dar. Zeit- und technischer Aufwand wirken sich besonders bei Großzahlmessungen, z.B. bei der Aufstellung isothermischer ZTU-Schaubilder, bei der Messung von Probenreihen zur Werkstoffprüfung oder bei der Durchführung von Messungen zur Prozeßsteuerung äußerst nachteilig aus. Hinzu kommt, daß bei der Probenabschreckung auf die isothermische Umwandlungstemperatur zwar die durch den Wärmeeintrag mit der Probe stattfindende zeitweilige Temperaturerhöhung von Bad und Probe gegenüber Sollwert nachweisbar ist, jedoch keine zusätzlichen Möglichkeiten zur Begrenzung des Störeinflusses geschaffen werden.

Eine gewisse Einschränkung ist nur durch Wahl einer geringen Probenmasse, ggf. durch Einsatz von Proben begrenzter Dicke möglich, dies jedoch zu Lasten der Stärke des aus der fortschreitenden Umwandlung ableitbaren Signals. Das Ausgangssignal selbst ist in einem Maße probendicke- bzw. probenmassebehaftet, das im Interesse der Gewinnung vorwie-

gend werkstoffzustandsspezifischer Ergebnisse die Verwendung masse- bzw. dickennormierter Proben nahelegt. Das gilt besonders für Werkstoffuntersuchungen an un- oder niedriglegierten, umwandlungsfreudigeren Stählen.

Durch Angleichung der Probenform wurden andererseits jedoch die Möglichkeiten eingeschränkt, an der umgewandelten Probe Eigenschaftsermittlungen durchzuführen, wenn diese Eigenschaften durch die vorgenommene Probenbearbeitung verändert oder verfälscht werden. Dies trifft z.B. für quantitative Gefügeanalysen oder Härtemessungen an Proben zu, die, als Blech oder Band, vorher auf eine einheitliche Dicke kalt abgewalzt wurden.

Durch das Aufschweißen von Thermoelementen auf Proben, die nacheinander durch Vorschub der Proben in entsprechende Behandlungspositionen austenitisiert, abgeschreckt und umgewandelt werden, ergeben sich weitere Nachteile aus Abdichtungs- bzw. Verschlussschwierigkeiten der entsprechenden Behandlungsräume, verbunden mit Beeinträchtigungen der Temperaturhaltung sowie der Aufrechterhaltung wirksamer Schutzgasatmosphäre. Daraus resultieren bekannterweise auch Benetzungsschwierigkeiten im Abschreckbad und damit verbundene Ergebnisverfälschungen aus gestörtem Wärmeübergang Bad-Probe.

Die Methode der Temperaturmessung selbst stellt eine weitere Fehlerquelle in der Darstellung des objektiven Zusammenhanges Temperatur-Zeit-Umwandlungsgrad dar. Das Fehlerausmaß ist hierbei von der Probenmasse direkt abhängig und umso größer, je größer letztere ist, jedoch auch vom Verhältnis der Wärmeleitfähigkeiten, Badfüllung/Probe und Thermoelement im Bereich Schweißperle. Bei größerem Probenquerschnitt kann die durch das Thermoelement angezeigte Temperaturänderung gegenüber der tatsächlichen Temperaturänderung der Probe wesentlich voreilen.

d) Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Schaffung einer Einrichtung zur magnetinduktiven Erfassung von Permeabilitäts- bzw. Suszeptibilitätsänderungen oder -beträgen von Eisenwerkstoffen

oder Stählen, mit der der zeitliche und technologische Meßaufwand verringert und die Sicherheit der Meßmethode sowie die Zuverlässigkeit des Meßergebnisses verbessert werden.

e) Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, eine Einrichtung zu schaffen, mit der nach einem an sich bekannten Meßprinzip schnelle, zuverlässige und reproduzierbare Betriebsmessungen zur isothermischen Umwandlung des Austenits ebenso wie für die Aufnahme vollständiger ZTU-Schaubilder an vorzugsweise schnell umwandelnden unlegierten, wie auch an legierten Stählen, M_s - und Martensitgehaltsbestimmungen in beliebigen Temperaturlagen als auch die Verfolgung von Gefügeänderungen bei Anlaßvorgängen in Stahl möglich sind. Ferner soll die störende Wirkung von Recaleszenzerscheinungen wesentlich eingeschränkt werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch eine Einrichtung gelöst, deren Hauptbaugruppen ein Austenitisierungsteil - dem prinzipiellen Aufbau nach ein elektrisch beheizter Schutzgasgespülter Röhrenofen mit vertikaler Ofenachse - und ein senkrecht darunter angeordnetes Umwandlungsteil mit einem Bad zur Abschreckung und Umwandlung der Proben sowie einer dieses konzentrisch umschließenden Spulenkombination aus Induktions- und Meßspule, ebenfalls mit vertikaler Achslage, sind.

Das Abschreck- und Umwandlungsbad mit zugehörigem magnetischem Meßsystem, der Probe als Magnetkern und der in der Meßspule induzierten, von der magnetischen Suszeptibilität der Probe abhängigen EMK als Ausgangssignal entspricht dem Arbeitsprinzip eines eisenlosen Thermomagnetometers.

Die Ausführung des Abschreck- und Umwandlungsbades einschließlich Beheizung und Temperatursteuerung erfolgt in Verbindung mit einem zugehörigen Meßsystem nach einer neuen technischen Konzeption.

Als Badflüssigkeit wird vorzugsweise eine etwa eutektische Blei-Wismut-Legierung eingesetzt. Die Verwendung anderer

Metalle oder Metallegierungen, in Sonderfällen auch von Wärmebehandlungssalzen, ist ebenfalls möglich. Im Gegensatz zu bekannten Lösungen wird das Bad von einem nicht ferromagnetischen metallischen Tiegel hoher bzw. sehr hoher thermischer Leitfähigkeit z.B. aus Kupfer aufgenommen, dessen Beheizung indirekt, zweckmäßigerweise durch eine in einem außerhalb des zylindrischen Innenraumes der Spulenkombination liegenden Bereich angeordnete, gut regelbare elektrische Widerstandsheizung erfolgt. Zu diesem Zweck ist der Tiegelkörper erfindungsgemäß unterhalb des Schmelzbades über den zylindrischen Innenraum der Spulenkombination hinaus nach unten hin verlängert. Durch eine vorzugsweise dickwandige Ausführung des Tiegels, Ausbildung genügend großer Wärmeleitquerschnitte auch im Bereich der nach unten hin vorgenommenen Tiegelverlängerung (Tiegelhals und Tiegelfortsatz) sowie ein hohes Masseverhältnis Tiegel mit Badfüllung zu Probe von 50 : 1 vorzugsweise 200 : 1 werden sowohl sehr geringe Temperaturdifferenzen innerhalb der Probe, eine schnelle Temperaturangleichung der Probe an die Umwandlungs-Solltemperatur als auch eine nur geringfügige Anhebung der Temperatur des Systems Bad-Tiegel durch die angeführte Probe (Recaleszenz) sichergestellt. Durch entsprechende Gestaltung des Tiegelkörpers, insbesondere im Bereich des Tiegelfortsatzes, kann die Wärmeübergangsfläche Heizung-Tiegelkörper hinreichend groß gehalten werden, wodurch in Verbindung mit ausreichenden Wärmeleitquerschnitten am Tiegelkörper eine Temperaturregelung hoher Ansprechempfindlichkeit erreicht wird.

Die Temperaturführung und -messung von Bad und Probe erfolgt unter o.g. Bedingungen vorzugsweise indirekt über Temperaturmessung (einschließlich Ableitung des erforderlichen Temperaturregelsignals) am Tiegelkörper z.B. durch Anbringung von Temperaturfühlern im Bereich des Tiegelhalses. Ein Verzicht auf eine direkte Temperaturmessung der Probe ist insbesondere dann möglich, wenn nicht spezielle Grenzbedingungen für die Austenitisierung untersucht werden müssen. Zum Schutz der Tiegeloberfläche gegen Angriff durch

das Metallbad und Oxydationsprodukte der Badlegierung ist der Tiegel zweckmäßigerweise mit einem mineralischen Überzug, vorzugsweise einer Emailglasur hinreichender Beständigkeit gegenüber dem Badmetall und seinen Oxyden, überzogen. Zur Vermeidung einer unzulässigen Erwärmung der Spulenkombination Induktionsspule / Meßspule sowie auch von Temperaturschwankungen der Spulenwindungen, ausgelöst durch Wärmeübertragung von Bad und Tiegel, kann zwischen Tiegel und Spulenkombination ein zylinderförmiger Kühlkörper angeordnet werden, der ggf. über entsprechende Zuleitungen mit einem Kühlmedium beaufschlagt wird.

Durch Anordnung der elektrischen Badbeheizung außerhalb des zylindrischen Spuleninnenraumes und Realisierung einer genauen, trägheitsarmen Temperaturführung des Umwandlungsbades durch effektiven Wärmetransport über Wärmeleitung vom Ort der Beheizung zum Bad entfällt die sonst übliche Anordnung von Heizleitern im Ringraum Meßspule / Tiegel, so daß eine für eisenlose Magnetometerausführungen optimale Magnetfeldstärke erreicht wird und, wie sich zeigt, Störeinflüsse seitens des elektrischen Feldes der Heizung auch bei Verwendung von Wechselstrom entfallen.

f) Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachfolgend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

In den zugehörigen Zeichnungen zeigen:

Fig. 1: Prinzipdarstellung der Einrichtung

Fig. 2: Variante des Tiegelkörpers mit Heizung

Die erfindungsgemäße Einrichtung besteht aus einem Austenitisierungsteil 1, einem Umwandlungsteil 2 sowie hier nicht näher zu betrachtenden peripheren Baugruppen der Stromversorgung, Steuer- und Regeltechnik, Schutzgasversorgung u.a. Das Austenitisierungsteil 1 stellt im Prinzip einen schutzgasgespülten, elektrisch beheizten Röhrenofen dar, dessen vertikale Ofenachse mit der Achse des darunter angeordneten Umwandlungsteils 2 zusammenfällt. Das Austenitisierungs-

teil 1 besteht im wesentlichen aus dem den Ofenraum umschließenden Hohlkörper 16 mit Schutzgaszuführung 12 sowie der temperaturgeregelten elektrischen Widerstandsheizung 17 mit Stromversorgung U_{H1} , J_{H1} . Die Schutzgasspülung 12 des Austenitisierungsteils 1 stellt die Oxydations- und Entkohlungsfreiheit der zu untersuchenden Proben sicher. Das Umwandlungsteil 2 ist mit der Spulenkombination 10;11, der Probe 3 als Magnetkern und dem Umwandlungsbad 4 Hauptbestandteil eines eisenlosen Thermomagnetometers. Es ist gekennzeichnet durch eine neuartige Konzeption für die Temperaturführung von Umwandlungsbad 4 und Probe 3.

Das Umwandlungsteil 2 besteht insgesamt aus dem aus Reinkupfer gefertigten Tiegel 5 mit darin befindlichen, aus einer eutektischen Blei-Wismut-Schmelze gebildeten Bad 4 mit Probe 3, dem Tiegelhals 6 mit dort angebrachten Thermoelementen 13 und 14 für Temperaturanzeige und Temperaturregelung, dem als dickwandigen zylindrischen Hohlkörper ausgebildeten Tiegelfortsatz 7 mit darin angeordnetem elektrischen Heizkörper 8 und zugehöriger Stromversorgung U_{H2} , J_{H2} , der den Tiegel 5 konzentrisch umschließenden Spulenkombination aus Induktionsspule 10 und Meßspule 11 sowie zwischen Tiegel 5 und Spulenkombination 10;11 angeordneten mit Kühlmittelzu- und -ableitung versehenen, aus einem nicht ferromagnetischen Metall bestehendem Kühlkörper 9. Letzterer schützt die Spulenkombination 10;11 vor Überhitzung und unzulässiger Temperaturfluktuation bei Badtemperaturänderungen. Der Tiegel 5 ist mit einer Emailglasur zum Schutz gegenüber einem Angriff durch das Badmetall oder dessen Oxydationsprodukte vollständig überzogen.

Das Masseverhältnis zwischen Tiegel 5 mit Tiegelhals 6 und Tiegelfortsatz 7 sowie Badfüllung 4 einerseits und der Probe 3 andererseits beträgt bezogen auf Probenabmessungen von $5 \times 30 \times 1,0$ mm etwa $300 : 1$. Die Querschnittsbemessung des Tiegels 5 einschließlich Tiegelhals 6 und Tiegelfortsatz 7 sichert eine gute Wärmeverteilung. Zu einer Abwandlung der Anordnung nach Fig. 1 kann der Tiegel

5 mit Thermoelementen 13 und 14 entsprechend Fig. 2 auch einen als Vollkörper ausgebildeten Tiegelfortsatz 15 mit außenliegender Heizung 8 und zugehöriger Stromversorgung U_{H2} ; J_{H2} aufweisen. Ebenfalls kann die Wärmeübertragung durch ein Schlitzzen des Tiegelfortsatzes 15 parallel zur Tiegellachse und Anordnung der Heizelemente innerhalb der Schlitze erfolgen.

Zur Erfassung des zeitlichen Umwandlungsablaufes, z.B. einer Probe aus unlegiertem Federbandstahl, d.h. des Überganges von austenitischem (paramagnetischen) in den ferritischen Zustand und damit verbundener spontaner oder auch fortschreitender Ausbildung ferromagnetischer Zerfallsprodukte wie Martensit oder Bainit wird die Probe 3 zunächst im verschließbaren Ofenraum des Austenitisierungsteils 1, z.B. 3 min. bei 850°C austenitisiert und anschließend in einer Zeit von vorzugsweise weniger als 1 ske. in das Abschreck- und Umwandlungsbad 4 überführt. Die durch Ausbildung ferromagnetischer Gefügebestandteile und damit verbundene Permeabilitätsänderung der Probe 3 hervorgerufene Sekundärspannungsänderung in der Meßspule 11 kann nach entsprechender Umformung über einen Schreiber zur Anzeige gebracht werden und ist bei angemessener Arbeitsfeldstärke dem Masseteil des umgewandelten Gefüges hinreichend proportional.

Erfindungsansprüche

1. Thermomagnetometer zur quantitativen zeitlichen Verfolgung vorzugsweise isothermischer Umwandlungen an unterkühltem, ferromagnetische Phasen ausbildenden Austenit, bestehend aus einer zum Meßsystem gehörenden Spulenkombination, einer elektrischen Widerstandsheizung und einem Tiegel mit Abschreck- und Umwandlungsbad sowie Temperaturfühlern, dadurch gekennzeichnet, daß ein das Abschreck- und Umwandlungsbad (4) enthaltender Tiegel (5) über den Spulenbereich hinaus nach unten verlängert ist, wobei das Masseverhältnis von Abschreck- und Umwandlungsbad (4) plus Tiegel (5) zur Probe (3) $\geq 50 : 1$, vorzugsweise $\geq 200 : 1$, beträgt und die elektrische Widerstandsheizung (8) am verlängerten Bereich des Tiegels (5) angeordnet ist und Temperaturfühler (13; 14) vorzugsweise am Tiegelhals befestigt sind.
2. Thermomagnetometer gemäß Pkt. 1 dadurch gekennzeichnet, daß der Tiegelwerkstoff Kupfer bzw. eine Kupferlegierung hoher Wärmeleitfähigkeit ist.
3. Thermomagnetometer gemäß Pkt. 1 und 2 dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche des Tiegels (5) mit Tiegelhals (6) und Tiegelfortsatz (7) mit einem mineralischen Überzug, vorzugsweise einer Emailglasur, versehen ist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

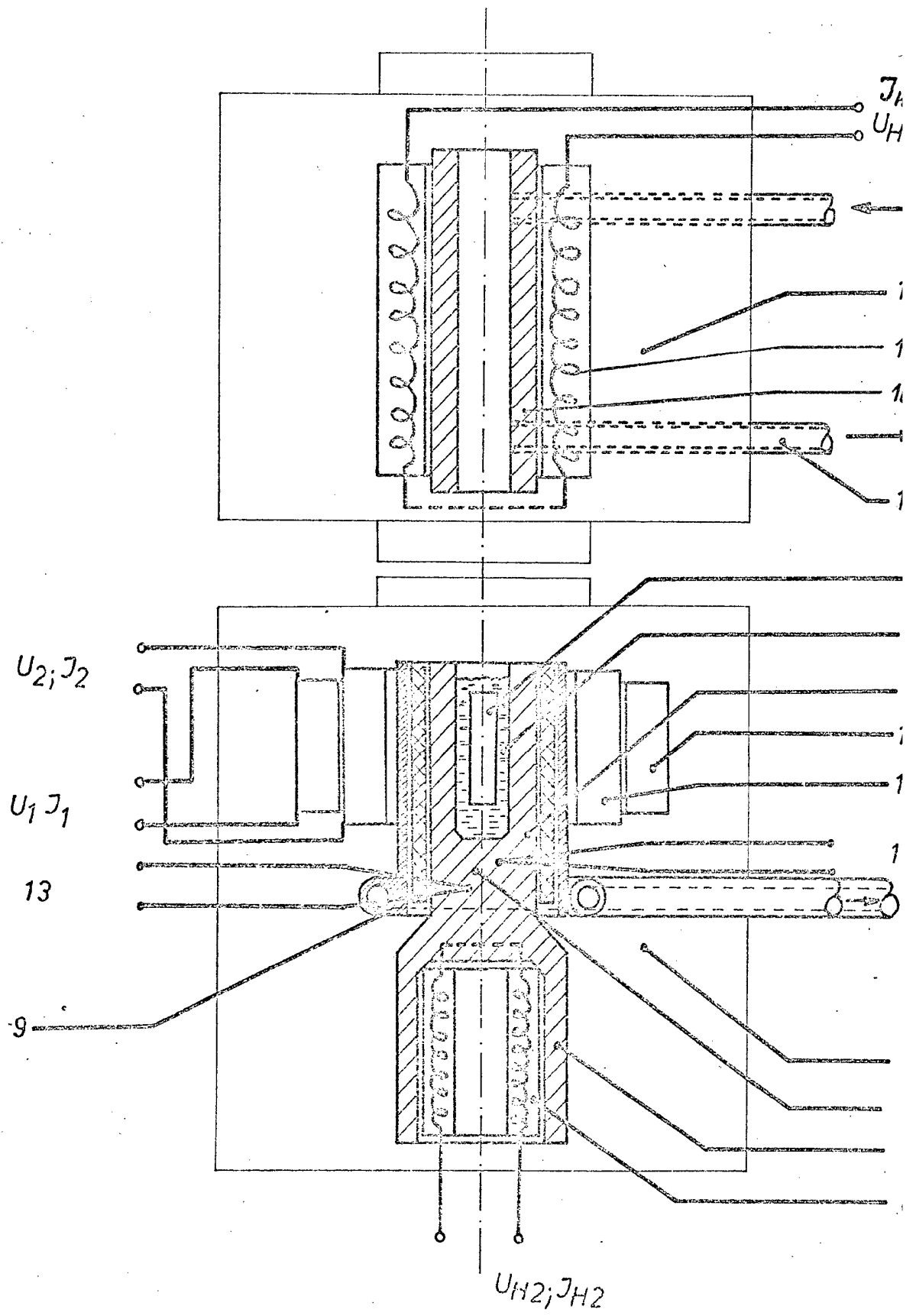


Fig. 1

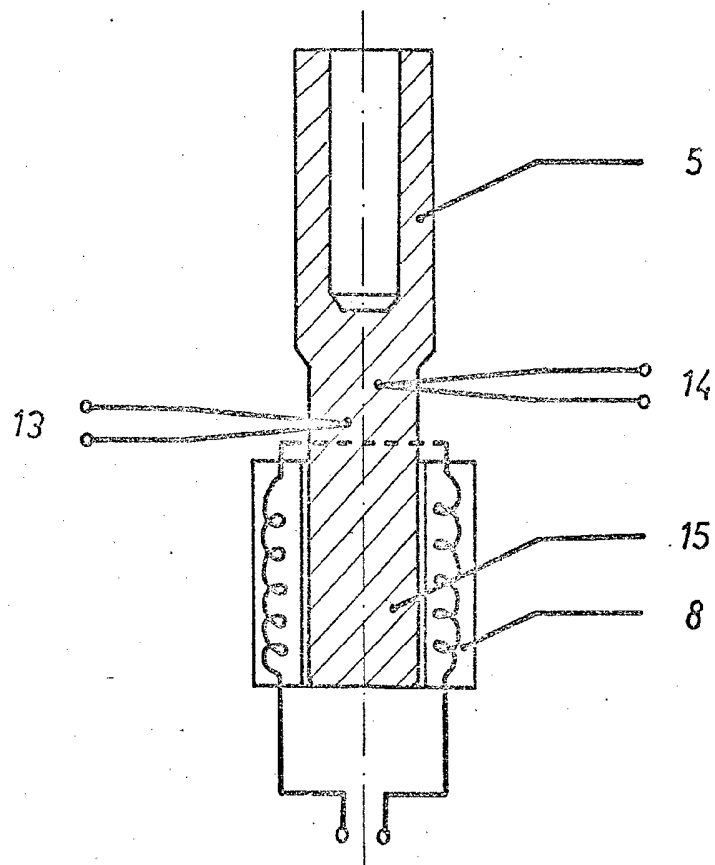


Fig. 2