



Sonderdruck: SD 9/2

Reproduzierbare Herstellung von Magnetpulver-Rissprüfmitteln

Sonderdruck aus

Deutscher Verband für Materialforschung und -prüfung e.V.; Vortrags- und Diskussionstagung; Werkstoffprüfung 2000; 7. und 8. Dezember 2000, Bad Nauheim (Konferenzband); S. 151-156

Materialprüfung 43; Heft 1-2; 2001; S. 22-25

Eine Informationsschrift, zusammengestellt von

W. A. K. Deutsch, R. Wagner, W. Weber

Zusammenfassung

Die Magnetpulver-Rissprüfung (MP) ist eines der ältesten und einfachsten Verfahren der Zerstörungsfreien Prüfung (ZfP). Es wird an vielen Werkstücken, vor allem im Automobilbau, angewendet. Ist für ein bestimmtes Serienbauteil einmal die notwendige Prüfempfindlichkeit festgelegt worden, kommt es anschließend vor allem darauf an, diese definierte Prüfempfindlichkeit bei jeder durchgeführten Einzelprüfung auch zu realisieren. Um bei der Prüfung von Sicherheitsteilen diese Reproduzierbarkeit der MP-Prüfergebnisse zu garantieren, ist eine gleichbleibende Qualität des verwendeten MP-Prüfmittels von entscheidender Bedeutung. Am Beispiel eines Fertig-Konzentrats auf Wasserbasis werden Abnahmekriterien wie Absetzverhalten, Langzeitstabilität, Rostschutzeigenschaften, Fluoreszenzvermögen und Benetzungsfähigkeit diskutiert.

Reproduzierbare Herstellung von Magnetpulver-Rissprüfmitteln

W. A. K. Deutsch, R. Wagner, W. Weber

Karl Deutsch Prüf- und Messgerätebau GmbH & Co. KG, Wuppertal

1 Einleitung

Die Magnetpulver-Rissprüfung (MP) ist eines der ältesten und einfachsten Verfahren der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung (ZfP). Es wird an vielen Werkstücken, vor allem im Automobilbau, angewendet. Ist für ein bestimmtes Bauteil einmal die notwendige Prüfeempfindlichkeit festgelegt worden, kommt es anschließend in erster Linie darauf an, diese definierte Prüfeempfindlichkeit bei jeder durchgeführten Einzelprüfung auch zu realisieren.

Zur Gewährleistung reproduzierbarer Prüfergebnisse bei der Magnetpulver-Rissprüfung von Sicherheitsteilen sind von zentraler Bedeutung:

- Die einwandfreie Funktionstüchtigkeit der eingesetzten Magnetisiergeräte
- Die normgerechte Konstanz der Betrachtungsbedingungen (z. B. nach ISO/FDIS 3059)
- Geschultes Personal (EN 473)
- Die gleichmäßige Qualität der verwendeten Magnetpulverrissprüfmittel.

2 Einteilung der Magnetpulver-Rissprüfmittel

Die Einteilung der unterschiedlichen Magnetpulver-Rissprüfmittel erfolgt zweckmäßigerweise nach den Kriterien Kontrasterzeugung und Applikationsverfahren. Hier gibt es folgende Typen:

- I. Fluoreszierend (UV-Bestrahlung)
- II. Nicht-Fluoreszierend (Tageslicht) sowie
- III. Tageslicht- und UV-Fluoreszierend.

In der stationären Serienprüfung, z. B. von Schmiedestücken, werden überwiegend unter UV-Bestrahlung fluoreszierende Prüfmittel (I) eingesetzt. Bei der Prüfung im Freien kommen meist Nicht-Fluoreszierende (II) oder Tageslicht- und UV-Bestrahlung Fluoreszierende (III) Prüfmittel zum Einsatz, da hier die bei Verwendung Fluoreszierender Prüfmittel (I) notwendige Abdunklung der Prüfumgebung entfällt.

Die weitere Unterteilung bei gegebener Kontrasterzeugung erfolgt nach den möglichen Applikationsverfahren. Hier unterscheidet man

- Trockenprüfmittel und
- Nassprüfmittel

Trockenprüfmittel werden im Trägermedium Luft appliziert. Sie finden wegen ihrer umständlichen Handhabung und des vergleichsweise groben Kornes (etwa 20 µm bis 300 µm) der MP-Partikel nur noch wenig Anwendung, zum Beispiel bei der Halbzeugprüfung, wo nur grobe Risse zur Anzeige gebracht werden sollen.

Aufgrund der gestiegenen Empfindlichkeitsanforderungen werden heutzutage meist Nassprüfmittel eingesetzt. Hier lassen sich Magnetpulver mit Korngrößen bis hinab zu ca. 1 µm verwenden, die Nachweisempfindlichkeit für feine Risse ist also deutlich größer. Als Trägermedien kommen Wasser oder Öl in Betracht. Wasser wird heutzutage als Trägermedium stark bevorzugt: Es ist billiger als Öl, verursacht geringere oder gar keine Entsorgungskosten, brennt nicht, riecht nicht und verursacht keine allergischen Reaktionen beim Prüfpersonal. Öl als Trägermedium wird nur noch dann verwendet, wenn es die Prüfvorschrift zwingend fordert, wenn extrem korrosionsempfindliche Bauteile geprüft werden oder bei Teilen mit stark öliger Oberfläche.

Sonderdruck: SD 9/2

Aus Gründen einer reproduzierbaren Prüfempfindlichkeit werden Nassprüfmittel nicht mehr, wie anfänglich noch üblich vom Anwender, aus Magnetpulver, Wasser, Benetzungsmittel (siehe 3.5) und Korrosionsschutzmittel selbst angesetzt. Vielmehr hat sich die Verwendung von

- a) gebrauchsfertig angesetzten Prüfmittelsuspensionen oder
- b) Fertigkonzentraten

durchgesetzt.

Gebrauchsfertig angesetzte Prüfmittelsuspensionen kommen häufig in Sprühdosen (Aerosole) auf Baustellen und bei der Stichprobenprüfung zum Einsatz. Der Anwender hat hier gar keine Möglichkeit der Einflussnahme auf die Prüfmittelzusammensetzung.

Ein Fertigkonzentrat muss der Anwender nur noch im Trägermedium (Wasser oder Öl) nach Herstellervorschrift verdünnen. Dies ist derzeit die bei der Serienprüfung gebräuchlichste Methode, weil einerseits die Fehlermöglichkeiten bei der Zubereitung der gebrauchsfertigen Prüfmittelsuspension auf ein Minimum reduziert sind und andererseits durch Variation des Verdünnungsverhältnisses innerhalb des vom Hersteller vorgegeben Intervalls eine Anpassung der Anzeigeempfindlichkeit auf die konkrete Prüfaufgabe möglich ist.

3 Abnahmekriterien für ein fluoreszierendes, wassersuspendierbares MP-Rissprüfmittelkonzentrat

Die Hersteller von Magnetpulverrissprüfmitteln müssen eine gleichmäßige Anzeigefähigkeit ihrer Erzeugnisse gewährleisten können. Dies wird nachfolgend am Beispiel der Endabnahmekriterien eines fluoreszierenden, wassersuspendierbaren MP-Rissprüfmittels (in Form eines Fertigkonzentrats) dargestellt.

Alle Ergebnisse der Endabnahmeprüfung sind im Abnahmeprotokoll, das jeder Lieferung beigelegt ist, dokumentiert. Es handelt sich hier um ein im Sinne der DIN EN ISO 9001 gelenktes Dokument mit Qualitätsaufzeichnungen, das von dazu qualifizierten Mitarbeitern erstellt und geprüft wird. Es enthält zunächst die genaue Identifikation des Erzeugnisses: Angegeben werden die Produktbezeichnung, das Herstellungsdatum und als wichtigste Bezugsgröße zur Identifizierung und Rückverfolgbarkeit die Chargennummer. In tabellarischer Form sind dann die einzelnen Abnahmekriterien mit Soll- und Ist-Werten aufgeführt. Die Freigabe der betreffenden Charge zur Auslieferung erfolgt explizit durch die Unterschrift des zuständigen Mitarbeiters auf dem Abnahmeprotokoll. Im einzelnen müssen folgende Abnahmekriterien erfüllt sein:

3.1 Fluoreszenzkoeffizient nach DIN 54 132

Die Fluoreszenzhelligkeit eines Magnetpulvers hat großen Einfluss auf die Anzeigeempfindlichkeit. Die Eigenschaft „fluoreszierend“ kann bei Magnetpulvern mit Hilfe der in Abb. 1 dargestellten Messanordnung zur Bestimmung des Fluoreszenzkoeffizienten \mathbf{b} [cd/W] quantifiziert werden. Er ist definiert als das Verhältnis der Leuchtdichte L [cd/m^2] einer ebenen Fläche zur UV-Bestrahlungsstärke E_e [W/m^2]. Die zu untersuchende Probe wird dabei gleichmäßig mit UV-A-Strahlung unter einem Winkel von 45° angeregt. Die einfallende UV-Strahlung wird in sichtbares Licht umgewandelt, dessen Intensität mit einem Leuchtdichtemesser bestimmt wird. Das hier betrachtete Prüfmittel hat einen Fluoreszenzkoeffizienten \mathbf{b} von typischerweise $2,0$ [cd/W] und ist daher für den Nachweis auch feinsten Risse geeignet.

Im Sinne einer gleichmäßigen Produktqualität ist es interessant, einmal die im Laufe der Jahre auftretenden Schwankungen zu betrachten. In Abb. 2. ist der Fluoreszenzkoeffizient \mathbf{b} [cd/W], gemessen für jede einzelne Charge, gegen das Herstellungsdatum aufgetragen. Das Produkt unterliegt also durchaus kleineren zeitlichen Schwankungen bezüglich seines Fluoreszenzvermögens. Durch Einführung und Einhaltung von Abnahmekriterien handelt es sich dennoch um ein auch über Jahre hinweg wohldefiniertes Produkt.

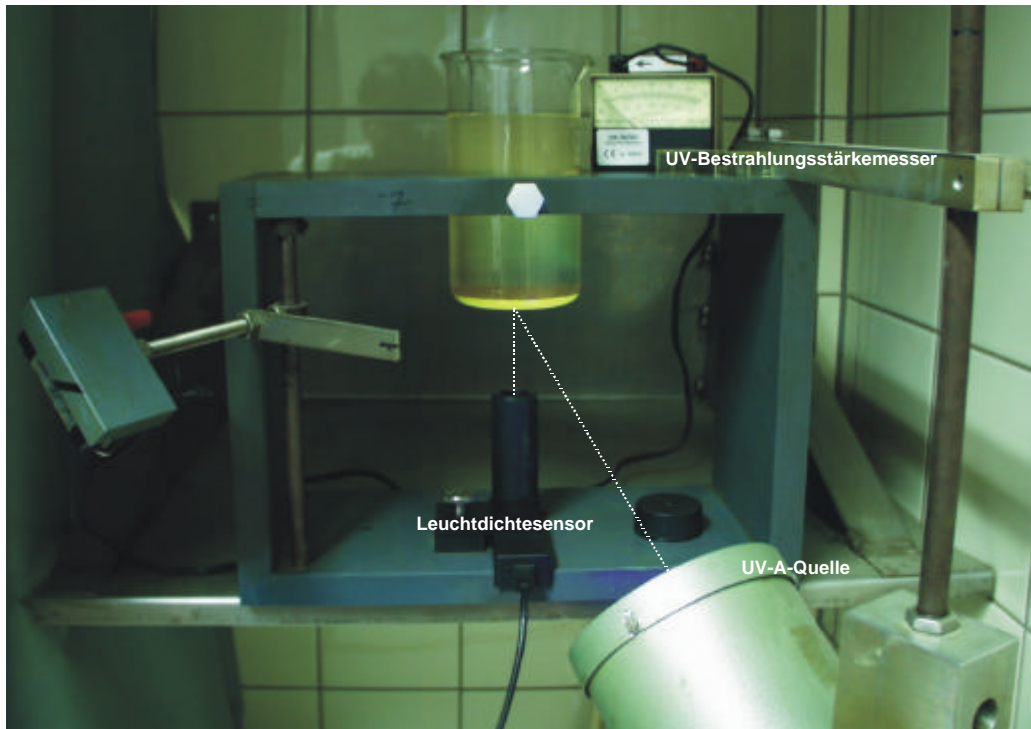


Abb. 1: Messanordnung zur Bestimmung des Fluoreszenzoeffizienten

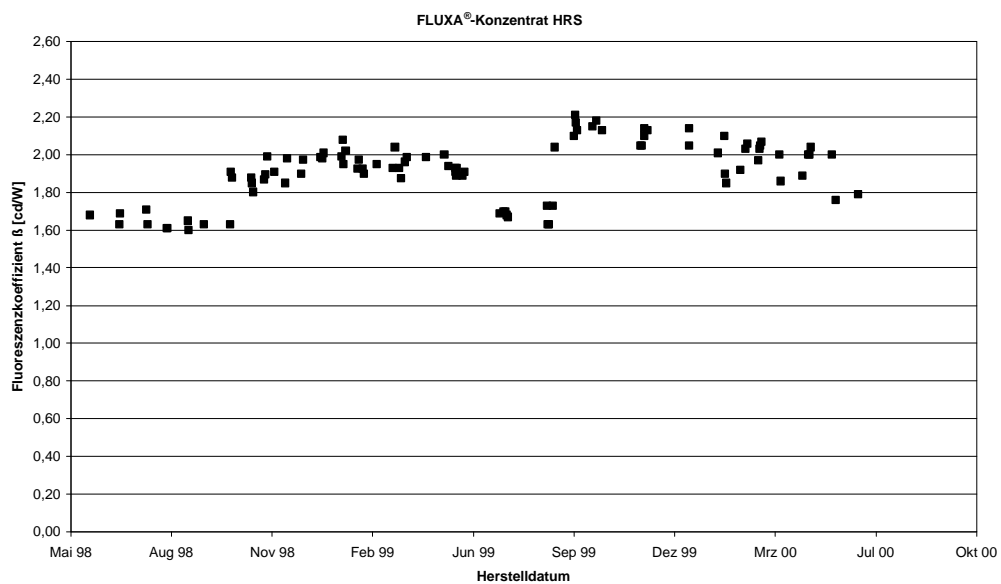


Abb. 2: Zeitliche Schwankungen des Fluoreszenzvermögens

3.2 Korrosionstest nach DIN 51 360 Teil 2

Eine der wichtigsten anwendungstechnischen Eigenschaften wassersuspendierbarer MP-Rissprüfmittel ist die Korrosionsschutzwirkung. Ziel des Korrosionsschutzes ist es, Rostbildung während des Prüfvorgangs und kurze Zeit danach zu verhindern. Da in wassersuspendierbaren MP-Rissprüfmitteln nur wasserlösliche Korrosionsschutzmittel verwendet werden können, ist der so erzielbare Korrosionsschutz immer nur temporärer Natur. Eine Langzeitkonservierung kann so nicht erreicht werden. Abhängig von den Lagerbedingungen der geprüften Teile werden in günstigen Fällen bis zu 6 Wochen Hallenlagerfähigkeit und mehr erzielt, in ungünstigen Fällen (z. B. feuchte Umgebung, geringe Prüfmittelkonzentration) nur wenige Stunden oder Tage. Die DIN 51 360, Teil 2 „Bestimmung der Korrosionsschutzeigenschaften von wassergemischten Kühlschmierstoffen“ beschreibt eine einfache Labormethode zur Bestimmung der Korrosionsschutzeigenschaften. Auf Rundfilterpapiere werden Graugussspäne gelegt. Diese werden mit der zu untersuchenden Flüssigkeit benetzt und nach 2 Stunden wird eine eventuell aufgetretene Rostfleckbildung auf dem Filterpapier ausgewertet. Abb. 3. zeigt für drei Konzentrationen die erhaltenen Ergebnisse. Anforderung an das Rissprüfmittel ist, dass in einer Konzentration von 5 % (Verdünnung 1:20 mit Wasser) keine Rostfleckbildung zu beobachten sein darf.

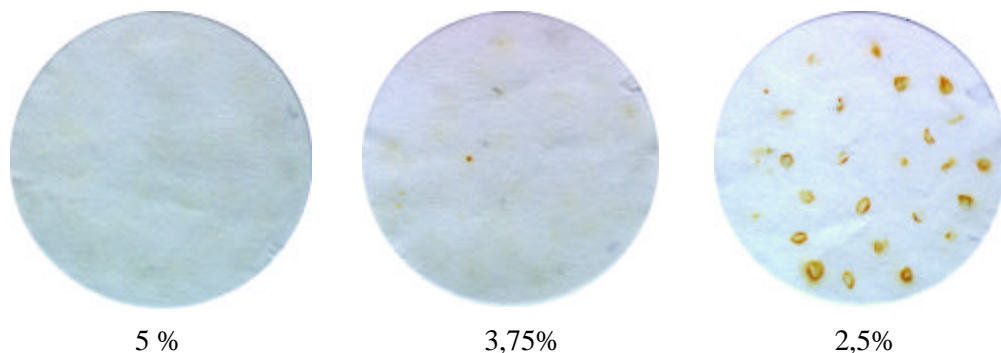


Abb. 3: Korrosionstest nach DIN 51 360 Teil 2

3.3 Magnetpulverkonzentration / Absetzvolumen nach AMS 3044 / ASTM D 96

Die Magnetpulverkonzentration einer frisch angesetzten, ungebrauchten Prüfmittelsuspension kann durch die Bestimmung des Absetzvolumens in einem Zentrifugenröhrchen nach ASTM D 96 bestimmt werden (Abb. 4). Für fluoreszierende Prüfmittel ist in AMS 3044 und 3045 eine Konzentration von mindestens 0,19 g/l und höchstens 1,3 g/l vorgegeben. Diese Konzentrationen führen dann im Zentrifugenröhrchen nach ASTM D 96 zu Absetzvolumina von mindestens 0,1 und höchstens 0,4 ml / 100 ml.

Diese Methode zur Magnetpulverkonzentrationsbestimmung ist nicht sehr genau und kann nur auf frisch angesetzte, ungebrauchte Prüfmittelsuspensionen angewendet werden. Sie eignet sich nicht für die Prüfmittelüberwachung im laufenden Betrieb, da hier immer damit zu rechnen ist, dass über die Bauteile eingetragene Verunreinigungen (Zunder, Strahlmittel, Oberflächenbehandlungsmittel) zu hohe MP-Konzentrationen vortäuschen. Man beachte auch, dass sich die zulässigen Minimal- und Maximalwerte um den Faktor 4 bei der Bestimmung des Absetzvolumens, bei dem zulässigen Konzentrationsbereich gemessen in g/l sogar um den Faktor 6,8 unterscheiden. Bei einem derart großen Toleranzband stellt sich

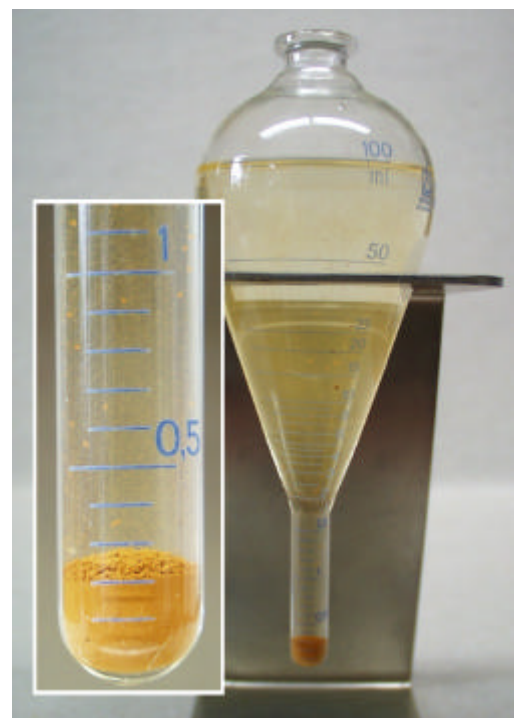


Abb. 4: Bestimmung der Magnetpulverkonzentration nach AMS 3044 / ASTM D 96

(SV) sd_9_2.doc 25.Jun-2001

natürlich die Frage nach dem Sinn solcher Konzentrationsvorgaben überhaupt.

Dennoch findet sich diese Methode der MP-Konzentrationsbestimmung weltweit in den verschiedensten anwendungstechnischen Vorschriften zur MP-Rissprüfung und hat sich international als Standard etabliert.

3.4 Der pH-Wert

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus der Wasserstoffionenkonzentration H^+ . Er stellt also eine Konzentrationsangabe dar. Kleine pH-Werte (von 0 bis 7) kennzeichnen saure Lösungen und bedeuten eine hohe Wasserstoffionenkonzentration während große pH-Werte (von 7 bis 14) alkalische oder basische Lösungen kennzeichnen und eine kleine Wasserstoffionenkonzentration bedeuten. Ein pH-Wert von genau 7 bedeutet, dass es sich um ein neutrales, also weder saures noch alkalisches Medium handelt.

Der pH-Wert einer wässrigen, gebrauchsfertigen MP-Rissprüfmittelsuspension muss im alkalischen Bereich (also $pH > 7$) liegen, weil sonst keine Korrosionsschutzwirkung gegeben ist. Liegt der pH-Wert über 9, so verbessert sich zwar die Korrosionsschutzwirkung, es treten aber zunehmend Hautirritationen bei den Prüfern auf. Deshalb ist in vielen Regelwerken (z. B. in DBL 6785.00) festgelegt, dass nur Prüfmittelsuspensionen mit einem pH-Wert kleiner als 9 verwendet werden dürfen.

3.5 Die Oberflächenspannung

Die Oberflächenspannung wird deshalb gemessen, weil sie eine Aussage über die Benetzungsfähigkeit der Prüfmittelsuspension gestattet. Nur dort, wo das Bauteil auch von der Prüfmittelsuspension benetzt wird, kann sich eine Rissraupe ausbilden. Treten, z. B. an öligen Bauteiloberflächen, Benetzungsprobleme auf, ist eine sichere Rissanzeige nicht gewährleistet.

Reines Wasser mit einer Oberflächenspannung von 72 [mN/m] benetzt Metalloberflächen schlecht. Dieser Wert wird in den Rissprüfmittelrezepturen durch Verwendung von oberflächenaktiven Substanzen (Netzmittel, Tenside, Detergenzien, Emulgatoren, Entschäumer) etwa auf die Hälfte reduziert. Die Oberflächenspannungen marktüblicher Prüfmittelsuspensionen liegen um 30 [mN/m] und damit in einem Bereich, in dem Metalloberflächen gut benetzt werden.

3.6 Schaumverhalten

Das Schaumverhalten einer MP-Prüfmittelsuspension ist deshalb von Bedeutung, weil Schaum auf der Bauteiloberfläche die Rissanzeigenerkennbarkeit stark behindert. Die objektive Beurteilung des Schaumverhaltens ist schwierig. Dies kommt auch in den unterschiedlichen genormten Verfahren zur Schaumbestimmung zum Ausdruck. Abhängig von der Art und Weise, wie der Schaum erzeugt wird, finden sich unterschiedliche Ergebnisse. Bevorzugt wird hier deshalb eine interne, einfache und reproduzierbare Methode zur Beurteilung des Schaumverhaltens:

Ein 100 ml Messzylinder wird zu 50 ml mit der Probe gefüllt, mit einem Stopfen verschlossen und dann 15 s lang kräftig mit der Hand geschüttelt. Unmittelbar danach wird die Höhe (in ml) der erzeugten Schaumsäule abgelesen. Ein weiteres Kriterium kann die Zerfallsgeschwindigkeit des so gebildeten Schaums sein. Abb. 5 zeigt das Ergebnis für ein MP-Rissprüfmittel einmal unmittelbar nach dem Schütteln und dann nach 15 s Wartezeit.

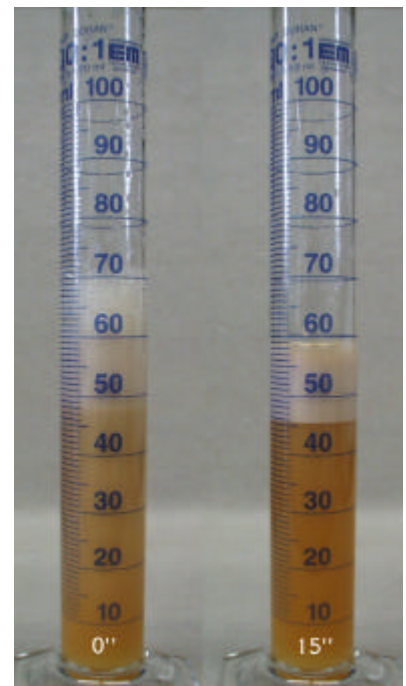


Abb. 5: Bestimmung des Schaumverhaltens einer Magnetpulversuspension

3.7 Dichte

Die Dichte eines MP-Rissprüfmittelkonzentrats ist ohne anwendungstechnische Bedeutung. Sie wird aus verschiedenen Gründen dennoch als Abnahmekriterium verwendet:

- Die Dichte ist eine messtechnisch leicht zu erfassende Größe.
- Die Dichte muss bei jeder Charge innerhalb vorgegebener Toleranzen immer gleich sein. Abweichungen deuten also auf Fehler im Fertigungsprozess hin.

Der Absolutwert der Dichte wird überwiegend bestimmt durch den Gehalt an Korrosionsschutzmittel im Konzentrat. Abweichungen deuten also auf eine ungenaue Korrosionsschutzmitteldosierung hin.

3.8 Die Betriebsbeständigkeit

Bei der Serienprüfung in stationären Anlagen wird das MP-Rissprüfmittel in typischerweise 40 l bis 80 l großen Prüfmittelbehältern bevorratet. Dort wird das Prüfmittel ständig durch Pumpen bewegt, um ein Absetzen des Magnetpulvers am Boden der Behälter zu verhindern. In vorgegebenen Intervallen wird die homogen gehaltene Suspension dann auf die Bauteile gespült. Bei dieser Vorgehensweise unterliegt das Prüfmittel einer hydromechanischen Belastung. Es kommt zu einer allmählichen Trennung von Leuchtpigment und magnetischem Grundmaterial und die Anzeigefähigkeit des Prüfmittelbades nimmt kontinuierlich ab. Es leuchtet ein, dass die Standzeit der Prüfmittelsuspension, neben dem Austrag durch die Bauteile selbst, von der Widerstandsfähigkeit gegen diese hydromechanische Belastung bestimmt wird.

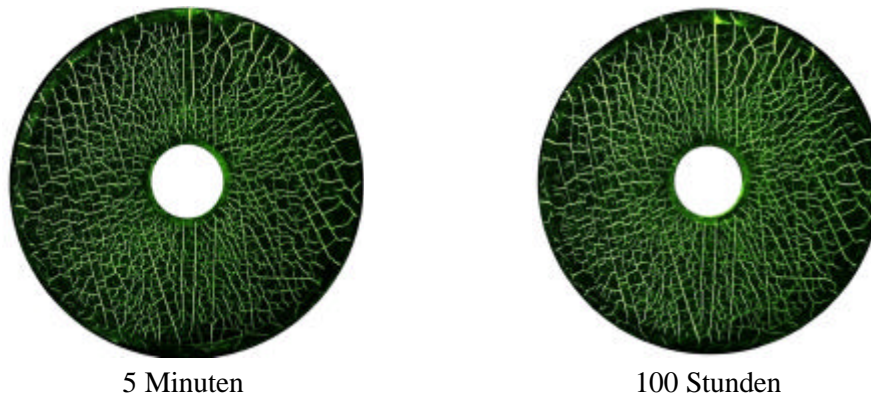


Abb. 6: *Betriebsbeständigkeit einer Magnetpulversuspension*

Diese auch Betriebsbeständigkeit genannte Eigenschaft wird durch eine Langzeitprüfung nach DBL 6785.00 in einem Prüfmittelbehälter kontrolliert. Die Anzeigefähigkeit der betreffenden Prüfmittelsuspension wird mit dem MTU-Kontrollkörper überprüft und fotografisch dokumentiert. Anforderung ist hier, dass nach mehr als 100 Stunden kontinuierlichen Umpumpens kein Nachlassen in der Anzeigefähigkeit zu beobachten sein darf. Abb. 6 zeigt die Rissanzeigebilder am MTU-Kontrollkörper nach 5 Minuten und 100 Stunden Betrieb. Eine ausreichend hohe Betriebsbeständigkeit ist Voraussetzung für reproduzierbare Prüfergebnisse.

4 Schlussfolgerungen

Eine Vielzahl von Faktoren beeinflusst das Ergebnis einer MP-Rissprüfung. Jeder Praktiker weiß, dass es nicht trivial ist, über einen Zeitraum von Monaten oder sogar Jahren eine MP-Rissprüfung mit immer der gleichen Empfindlichkeit durchzuführen. Will man dies erreichen, ist die gleichmäßige Qualität eines Magnetpulverrissprüfmittels für reproduzierbare Prüfergebnisse von zentraler Bedeutung. Aufgabe der Hersteller von MP-Rissprüfmitteln ist es, eine möglichst konstante Anzeigefähigkeit ihrer Erzeugnisse zu gewährleisten. Dies gelingt, auch über Jahre hinweg, wenn die Produkteigenschaften durch Einführung anwendungstechnisch relevanter Abnahmekriterien mit definierten Sollwerten und zugehörigen Toleranzen festgelegt sind.