

# Bestimmung von Werkstoffkennwerten mit Ultraschallverfahren - ist der „Goldbarren“ echt?

Rene BÖTTCHER u. Lothar SPIESS\*

Technische Universität Ilmenau Institut für Werkstofftechnik

Gustav-Kirchhoff-Str. 5; 98693 Ilmenau

\* lothar.spiess@tu-ilmenau.de

**Kurzfassung.** Derzeit werden für die vielfältigen Anforderungen in der Technik immer neue Werkstoffe entwickelt.

Zur Sicherung einer gleichbleibenden Qualität ist die Bestimmung von mechanischen Werkstoffkennwerten wie Elastizitätsmodul, Gleitmodul, Querkontraktionszahl, aber auch die Gefügebeurteilung, notwendig. Diese Kenngrößen sollten zerstörungsfrei ermittelbar sein.

Mit Impulsecho-Ultraschallverfahren in Tauchtechnik und einer speziellen Fourierfilterung der Echosignale lassen sich auch an dünnen Proben mit einer kleinen Stufe mit der vorgestellten Methode diese Kennwerte sicher bestimmen. Gegebenenfalls lassen sich sogar real geformte Bauteile mit einer entsprechenden Stufe untersuchen. Es wird dabei an den Differenzsignalen die Schallgeschwindigkeit bestimmt. Vorteilhaft ist dabei die konstante Ankopplung in Tauchtechnik. Durch die Fourierfilterung lassen sich so Stufen bzw. Schichten ab 200  $\mu\text{m}$  und größer, je nach Schallgeschwindigkeit des Materials, mit hoher Genauigkeit untersuchen. Über die gegebenenfalls mögliche Trennung vom Echo der Vorderseite und der Rückseite des Bleches lässt sich die Schwächung ermitteln und damit sind Aussagen zum Gefüge möglich [1].

Damit lassen sich zerstörende Messungen mit komplizierteren Anforderungen an die Probe, wie beim Zugversuch, stark einschränken.

Aber auch über die Messung der Schallgeschwindigkeit Longitudinal oder Transversal nicht in Tauchtechnik lassen sich Fälschungen, wie derzeit an „Goldbarren“ aus Wolfram sicher nachweisen. Die Fälschungen sind nur mit einer dicken, nicht durch Röntgenfluoreszenz durchdringenden Goldschicht plattiert. Die erheblichen Unterschiede in der Schallgeschwindigkeit im Wolfram mit 5261 m/s zum Gold mit 3240 m/s sind zerstörungsfrei sicher messbar und erfassen den gesamten Probenbereich. Die Gesamtdicke muss lediglich zugänglich sein. Es brauchen so bei der Goldbarrenprüfung keine Späne entnommen oder Kerben eingeschlagen werden.

## 1. Einführung

Schall ist eine zeitlich-periodische Schwingung von Teilchen und Fortbewegung dieser als Schwingung in einem elastischen Medium. Mechanische Schwingungen wie Ultraschall zeichnen sich durch gerichtete Oszillation der beteiligten Stoffteilchen auf einer Achse durch ihre Ruhelage aus. Dabei erfahren die Teilchen eine zeitliche Auslenkung  $x(t)$ , vergleichbar mit der Masse eines Federschwingers [2].

Bei Longitudinalwellen sind Ausbreitungsvektor und Schwingungsrichtung parallel. Das übertragende Medium erfährt periodische Zug- und Druckbeanspruchungen, wodurch senkrecht zur Ausbreitungsrichtung verdichtete und verdünnte Gebiete entstehen. Deshalb wird diese Schallwellenart auch Druck- bzw. Kompressionswelle oder Dichtewelle genannt. Da die Voraussetzung für das Fortleiten dieser Wellenart lediglich eine Volumenelastizität des Mediums ist, existieren Longitudinalwellen gleichermaßen in Gasen, Flüssigkeiten und Feststoffen.

Stehen Ausbreitungsvektor und Schwingungsrichtung senkrecht aufeinander, spricht man von Transversalwellen. Das übertragende Medium erfährt beim Durchwandern der Welle periodische Scherung seiner Bestandteile. Aus diesem Grunde sind die Bezeichnungen Scher- bzw. Schubwelle oder Querwelle ebenfalls geläufig. Bei Transversalwellen ist eine Übertragung von Scherkräften die Voraussetzung für das Fortbewegen der Welle im Medium. Diese Eigenschaft weisen aufgrund ihres Stoffzusammenhaltes und der fest lokalisierten Bestandteile nur Festkörper auf. Deshalb kann diese Wellenart nicht in Fluiden, also Gasen und Flüssigkeiten, auftreten.

Um ein Schallfeld zu charakterisieren, werden die Begriffe des Schalldrucks  $p$  und der Schallintensität  $I$  verwendet. Durch die Gleichungen 1 und 2 sind diese beiden Größen definiert über:

$$p = W \cdot \omega \cdot \xi \quad (1) \quad I = \frac{1}{2} \cdot W \cdot \omega^2 \cdot \xi^2 \quad (2)$$

$W$  ist der Wellenwiderstand des Mediums,  $\omega$  die Schallfrequenz (als Kreisfrequenz) und  $\xi$  die Auslenkung der schwingenden Teilchen. Schalldruck  $p$  und –intensität  $I$  sind direkt voneinander nach Gleichung 3 abhängig.

$$I = \frac{p^2}{2 \cdot W} \quad (3)$$

Der Schalldruck  $p$  beschreibt die Amplitude, also den größten Wert, des Schallwechseldruckes einer Schallwelle [3]. Die Schallintensität  $I$  hingegen beschreibt die in Schwingungsrichtung transportierte Energie [4]. Da in der Messpraxis oftmals lediglich Vergleiche zwischen zwei Messwerten von Interesse sind (z.B. bei der Messung der Schallschwächung) und zudem die Ausgabe des Messgerätes in Volt proportional zu gesuchten Werten ist, wurde die Dezibel-Skala eingeführt. Diese erlaubt es, einen Messwert und einen Referenzwert direkt miteinander zu vergleichen und erspart oftmals hohen Rechenaufwand. Der Schalldruckpegel  $L$  und die Intensitäten sind nach [5] über Gleichung 4 verknüpft.

$$L = 10 \log_{10} \frac{I}{I_0} [\text{dB}] = 20 \log_{10} \frac{p}{p_0} [\text{dB}] \quad (4)$$

Die Schallgeschwindigkeit  $c$  einer jeden Welle lässt sich mit der Frequenz  $f$  und Wellenlänge  $\lambda$  bestimmen, Gleichung 5:

$$c = f \cdot \lambda \quad (5)$$

Die Schallgeschwindigkeit  $c$  beschreibt die Ausbreitungsgeschwindigkeit eines Zustandes der Schallwelle [2]. Die Schallgeschwindigkeit sollte keinesfalls mit dem Begriff der Schallschnelle verwechselt werden, da diese die höchste von den schwingenden Teilchen erreichte Geschwindigkeit beim Schwingungsvorgang beschreibt. Sowohl Transversal- als auch Longitudinalwellen sind in ihrem Verhalten materialspezifisch, d.h. die Ge-

schwindigkeit, mit der sich der Schall in einem Werkstoff ausbreitet, ist allein von seinen Materialkonstanten, und die wiederum von der Struktur und dem Gefüge, abhängig. Die Frequenz und die geometrischen Abmessungen spielen keiner Rolle. Daher lassen sich transversale Schallgeschwindigkeit  $c_T$  und longitudinale Schallgeschwindigkeit  $c_L$  für einen festen Werkstoff aus dem Elastizitätsmodul  $E$  (bzw. dem Gleitmodul  $G$ ), der Massendichte  $\rho$  und der Querkontraktionszahl  $\mu$  bestimmen und umgekehrt. Es ergibt sich stets die Geschwindigkeit aus dem Verhältnis von elastischen zu trägen Eigenschaften [6].

$$c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1-\mu}{(1+\mu) \cdot (1-2\mu)}} \quad (6)$$

$$c_T = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1}{2 \cdot (1+\mu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad \text{mit} \quad G = E \cdot \frac{1}{2 \cdot (1+\mu)} \quad (7)$$

Es ergibt sich aus den Gleichungen 6 und 7 ein Verhältnis zwischen Transversal- und Longitudinalgeschwindigkeit zu Gleichung 8.

$$\frac{c_T}{c_L} = \sqrt{\frac{1-2\mu}{2 \cdot (1-\mu)}} \quad (8)$$

Aus diesem Verhältnis geht somit hervor, dass die Transversalgeschwindigkeit stets geringer als die Longitudinalgeschwindigkeit ist [6,4]. Nimmt man für metallische Werkstoffe eine durchschnittliche Querkontraktionszahl von  $\mu = 0,33$  an, so zeigt sich, dass die Longitudinalgeschwindigkeit etwa doppelt so groß ist wie die Transversalgeschwindigkeit.

Neben der Berechnung der Schallgeschwindigkeiten aus bekannten Materialkonstanten lässt sich dieses Vorgehen in umgekehrter Weise dazu verwenden, durch Messung von Schallgeschwindigkeiten auf die Materialkonstanten zu schließen. Dies eignet sich für zerstörungsfrei zu prüfende Werkstücke und auch für Schichten auf Oberflächen. Ausgehend von den Gleichungen 7 und 6 lassen sich durch Umstellen das E-Modul  $E$ , das Schubmodul  $G$  und die Querkontraktionszahl  $\mu$  berechnen [3,7]. Nach [3] müssen dazu die Gleichungen modifiziert werden. Fehlerrechnungen sind in [1] enthalten.

$$E = \rho \cdot c_T^2 \cdot \frac{3 - 4 \cdot \left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2}{1 - \left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2} \quad (9) \quad G = \rho \cdot c_T^2 \quad (10) \quad \mu = \frac{0,5 - \left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2}{1 - \left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2} \quad (11)$$

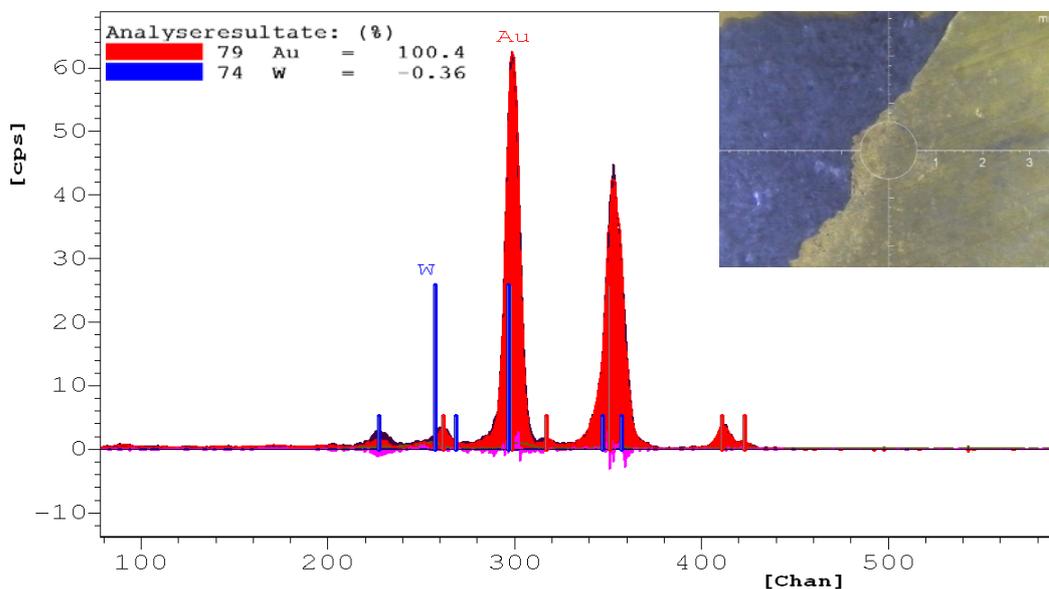
Die Verwendung einer Flüssigkeitsvorlaufstrecke ist für bestimmte Anwendungen von großem Vorteil. Zusammengefasst bietet sie den Vorzug der Entfernung des Impulsexos aus dem Anzeigebereich und einhergehend damit die Möglichkeit eines höheren Energieeintrags in das zu untersuchende System. Weiterhin kann auf diesem Wege auch eine Filterung der Transversalanteile des Schalls erreicht werden, da diese in Flüssigkeiten nicht existieren. Eine industrielle Anwendung für Flüssigkeitsvorlaufstrecken findet sich in der sogenannten Pfützentechnik. Diese kombiniert die Vorteile von Direktkontaktierung und Vorlaufstrecke. Das Bauteil durchläuft teilweise eingetaucht ein Flüssigkeitsbecken und wird aus der Flüssigkeit heraus mit Schall beaufschlagt. Die Eintauchtiefe ist dabei so gewählt, dass die Ankopplung des Schalls optimal verläuft. Der restliche Teil des Prüflings ist umgeben von Luft, was den Vorteil eines weiteren Schallweges im Bauteil hat, da ein größerer Anteil der Schallenergie im Bauteil verbleibt.

Für die Materialparameterbestimmung wurde eine neue Wasservorlaufstrecke und eine Digitalisierung der Messung der Schallgeschwindigkeit (Longitudinal als auch Transversal) in Verbindung mit den Gleichungen 4 – 11 in einem Programmsystem geschaffen. Zur Erhöhung der Empfindlichkeiten und Annäherung an die Auflösungsgrenze kleinster Strukturen zu  $\lambda/2$  wurde eine Fourierfilterung der Signale in das Programmsystem eingebaut [1].

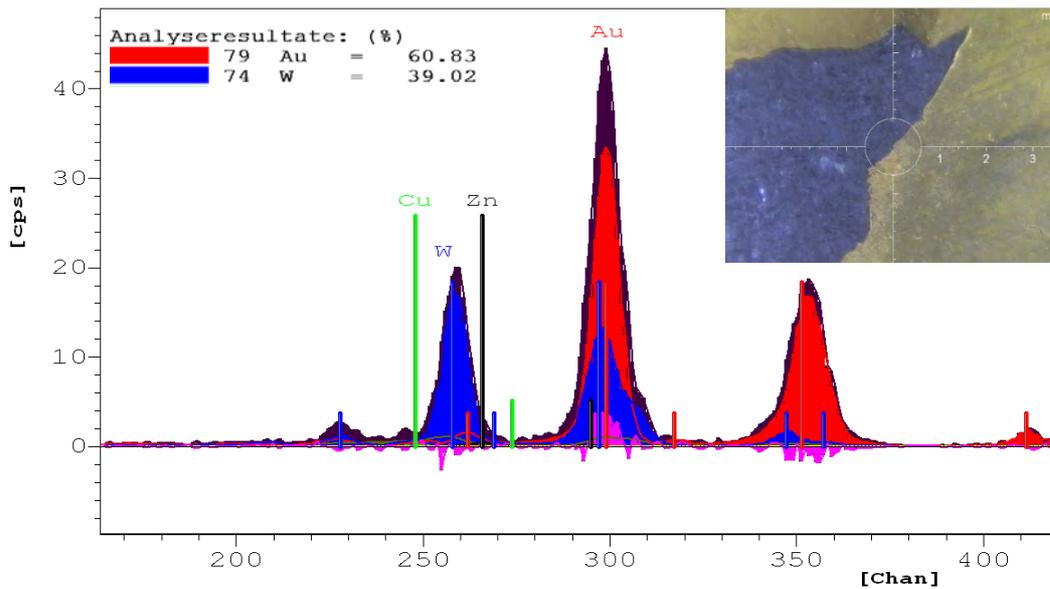
Die Messung der Schallgeschwindigkeit ist damit ein Verfahren, was den gesamten Dickenbereich einer Probe erfasst. Nutzt man hingegen oberflächensensitive wie die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA), dann werden als Materialinformationen nur die aus der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung erfassten Gebiete berücksichtigt. Eine Plattierung/Beschichtung von Wolfram mit Gold mit einer Dicke größer 20  $\mu\text{m}$  würde da einen massiven Goldbarren vortäuschen. Die Messung der Schallgeschwindigkeit erfasst dagegen den gesamten Bereich und es ergeben sich nach Abbildung 3 und Tabelle 1 dann sichere Nachweise von vorliegenden Fälschungen.

## 2. Ergebnisse

Ein Wolframblättchen mit einer Dicke von 0,44 mm wurde mit einer Goldschicht mit ca. 300 nm als Haftschicht besputtert und dann in einem Galvanikbad mit einer 30  $\mu\text{m}$  Goldschicht verstärkt. Abb. 1 zeigt das Röntgenfluoreszenzdiagramm, gemessen mit 50 kV Anregungsspannung, Wolframanode. Das Teilbild zeigt den Messfleck und es wird in diesem Bereich mittels der Fundamentalparameteranalyse nur Gold detektiert. Das darunter liegende Wolfram wird nicht mit angeregt.

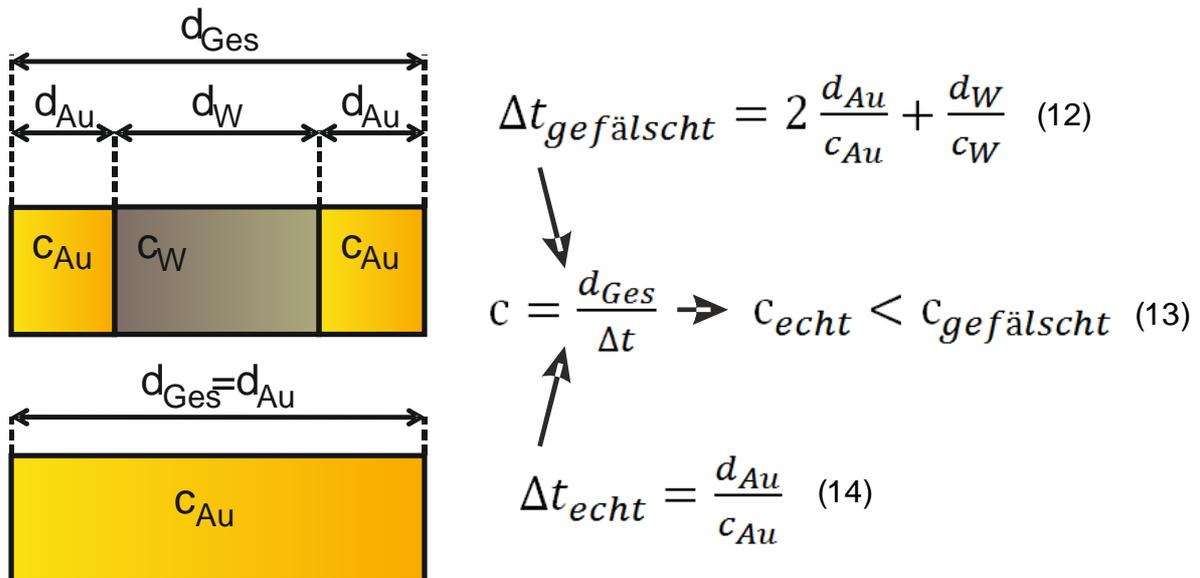


**Abb. 1:** Röntgenfluoreszenzspektrum an geschlossener Goldschicht und daraus ermittelte Konzentration mit der Fundamentalparameteranalyse



**Abb. 2:** Röntgenfluoreszenzspektrum an Kante Goldschicht-Wolframunterlage und daraus ermittelte Konzentration mit der Fundamentalparameteranalyse

Wird der Messfleck geringfügig verschoben, Abb. 2, dann werden beide Elemente detektiert. Wird die Schallgeschwindigkeit im beidseitig beschichteten Bereich gemessen, dann ergeben sich bei Probenkonfigurationen wie in Abb. 3 die folgenden Schallgeschwindigkeiten. Die jeweils 30  $\mu\text{m}$  dicken Goldschichten können noch nicht im Impulsechosignal getrennt werden. Die ermittelte Schallgeschwindigkeit nach den Gleichungen 12 und 13 sind nicht die des reinen Goldes bzw. Wolfram, Tab. 1. Der größere Fehler in der Bestimmung von  $c_L$  beim „gefälschten Goldbarren“ ist ebenso ein Indiz auf eine beidseitige dünne Plattierung.



**Abb. 3:** Prinzip der Schallgeschwindigkeitsbestimmung mittels Ultraschallimpulsechoverfahren

**Tab. 1:** Ermittelte gemessene Schallgeschwindigkeiten, Dichten mit He-Gas Pyknometer bestimmt (\* Dichte errechnet)

Material / Probe	Dichte [ $\text{kgm}^{-3}$ ]	d [mm]	$c_L$ [ $\text{ms}^{-1}$ ]
Gold (Literaturwert)	19300		3240
Wolfram (blech)	19082±195	0,44	5261 ± 25
„Gefälschter Goldbarren“	19260 * 19128±81	0,50	5236 ± 257
Zahngold (750) (75wt% Au, 5wt% Cu, 4wt% W, 15wt% Ag)	17400 * Probe zu klein	1,29	3152 ± 4
Legiertes Gold (333) (33wt% Au, 44wt% Cu, 8wt% Zn, 15wt% Ag)	12440 * 10955 ± 113	0,83	4376 ± 28
Legiertes Gold (333) (33wt% Au, 39wt% Cu, 5wt% Zn, 22wt% Ag)	12600 * 11045 ± 37	1,26	4410 ± 10

### 3. Schlussfolgerungen

Mittels Messung der Schallgeschwindigkeiten lassen sich Materialkennwerte oder Materialverwechslungen oder der Gefügestand zerstörungsfrei schnell und an relativ einfachen Probengeometrien bestimmen. Am Beispiel konnte eindeutig gezeigt werden, dass bei dicken Plattierungen/dicken Beschichtungen die Röntgenfluoreszenzanalyse nicht den wahren Aufbau einer Materialkombination zerstörungsfrei messen kann. Mittels der Schallgeschwindigkeitsmessungen ist dies zerstörungsfrei möglich. Die Methode zeigt aber auch wieder die Notwendigkeit von Kombination von zerstörungsfreien Methoden. Neue unbekannte Proben müssen aber für die Bestimmung auch oftmals mittels zerstörenden Verfahren gemessen werden um dann geeignete Kalibrationen der zerstörungsfreien Verfahren zu bekommen.

Bezüglich der Goldanalyse zeigt Tab. 1 auch eine starke Abhängigkeit der Schallgeschwindigkeit von der Zusammensetzung bei den Goldlegierungen. Systematische Untersuchungen zur ermittelten Zusammensetzung und sich ergebender Schallgeschwindigkeit können ein Ansatz sein, mittels Kalibrierkurven dann zerstörungsfreie Messungen zum Goldgehalt im gesamten Volumen durchführen zu können.

### Referenzen

- [1] Böttcher, R.: Untersuchungen von Dickschichtsystemen mittels Ultraschall (Impuls-Echo-Verfahren) im Wasserbad und Signalverarbeitung mit der Fourieranalyse, Bachelorarbeit TU Ilmenau 2013
- [2] Krautkrämer, J.; Krautkrämer, H.: Werkstoffprüfung mit Ultraschall, 5. Auf. Springer, 1986 ISBN 3-540-15754-9
- [3] Deusch, V.; Platte, M.; Vogt, M.: Ultraschallprüfung: Grundlagen und industrielle Anwendung, Springer 1997, ISBN 3-540-62072-9
- [4] Herforth, L.; Winter, H. M.: Ultraschall – Grundlagen und Anwendungen in Physik, Technik, Industrie, Biologie und Medizin; Teubner 1958
- [5] Blitz, J.; Simpson, G.: Ultrasonic: methods of non-destructive testing, Chapman&Hall 1996, ISBN 0-412-60470-1
- [6] Steeb, S.: Zerstörungsfreie Werkstück- und Werkstoffprüfung: Die gebräuchlichsten Verfahren im Überblick, Renningen: Expert-Verlag, 2011 ISBN 3-8169-2852-8
- [7] Blumenauer, H.: Werkstoffprüfung; Dt. Verl. F. Grundstoffindustrie 1987, ISBN 3-342-00056-2



# Bestimmung von Werkstoffkennwerten mit Ultraschallverfahren - ist der „Goldbarren“ echt

R. Böttcher\* <sup>(1)</sup>, L. Spieß <sup>(1)</sup>

<sup>1</sup> Technische Universität Ilmenau – Institut für Werkstofftechnik, FG Werkstoffe der Elektrotechnik, Postfach 100565, 98684 Ilmenau, Germany  
\*rene.boettcher@tu-ilmenau.de

## Motivation

- Bestimmung mechanische Materialkennwerte (E, G,  $\mu$ ) mit zerstörenden Verfahren (z.B. Zugversuch) sehr aufwändig
- bei bestimmten Probengeometrie nicht immer möglich
- per Ultraschall (Impuls-Echo-Verfahren) schnell, gut reproduzierbar und an dicken / dünnen Proben Materialkennwertbestimmung durchführbar
- Voraussetzung: eine ebene Fläche ist zugänglich
- Bestimmung der Kennwerte aus der longitudinalen / transversalen Schallgeschwindigkeit: zusätzliche Steigerung der Genauigkeit durch Rauschfilterung mittels Fouriertransformation
  - Steigerung der Genauigkeit der Peaklokalisierung
  - sehr vorteilhaft für Materialkennwertberechnung und Fehlerprüfung
- durch Bestimmung der Schallgeschwindigkeit zerstörungsfreie Unterscheidung echter Goldbarren von plattierten gefälschten „Goldbarren“ mit Wolframkern
- alternative Verfahren (z.B. RFA) können dies nur bis zu einer Goldschichtdicke < 20  $\mu$ m

## Experimente und Ergebnisse / Schlussfolgerungen

- Messungen der Schallgeschwindigkeit an Vollmaterial- und Dünnschichtproben
- Steigerung der Echoqualität durch Rauschanteilterung (Entfernen hoher Frequenzanteile)
- Berechnung der mechanischen Kennwerte verschiedener Materialien aus der gemessenen (longitudinalen bzw. transversalen) Schallgeschwindigkeit

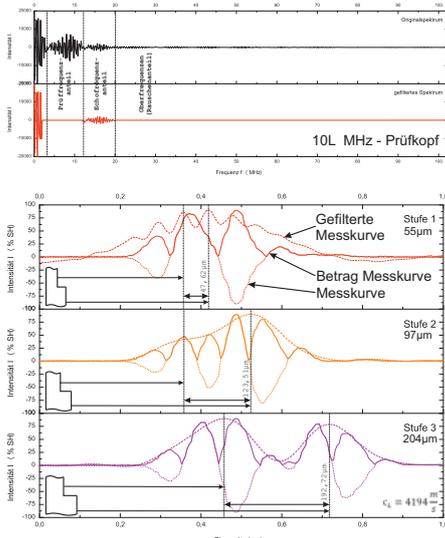
$$E = \rho c_T^2 \cdot \frac{3-4\left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2}{1-\left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2}$$

$$G = \rho c_T^2$$

$$\mu = \frac{0,5 - \left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2}{1 - \left(\frac{c_T}{c_L}\right)^2}$$

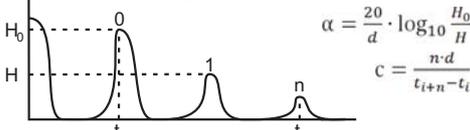
Material/Probe	d in mm	$c_L$ in $\frac{m}{s}$
Reines Gold	Literatur	3240
Reines Wolfram	0,44	5261 ± 25
Gefälschter Goldbarren	0,50	5236 ± 257
Zahngold (750) (75wt% Au, 5wt% Cu, 4wt% W, 15wt%Ag)	1,29	3152 ± 4
Legiertes Gold (333) (33wt% Au, 44wt% Cu, 8wt% Zn, 15wt%Ag)	0,83	4376 ± 28
Legiertes Gold (333) (33wt% Au, 39wt% Cu, 5wt% Zn, 22wt%Ag)	1,26	4410 ± 10

## Echobearbeitung mit FFT



- Frequenzanteilterung (Prüffrequenz- und Rauschanteil)
- Echoglättung für genauere Peaklokalisierung zur Laufzeitbestimmung
  - genauere Bestimmung von d, c,  $\alpha$ , E, G und  $\mu$  vor allem bei sehr dünnen Proben

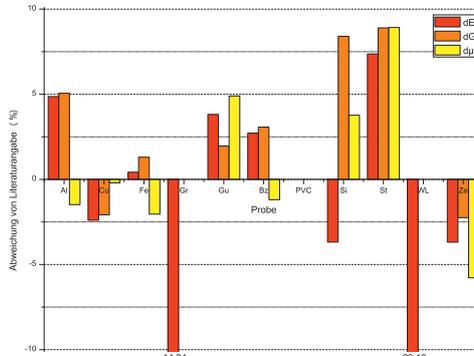
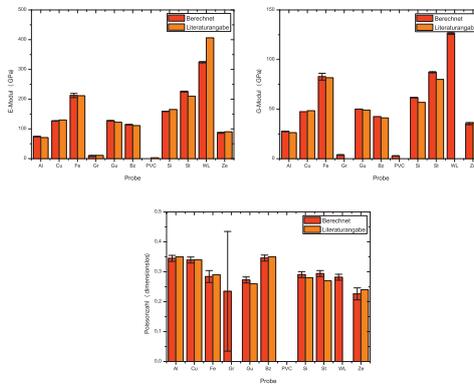
## Schallgeschwindigkeiten und -schwächungskoeffizienten



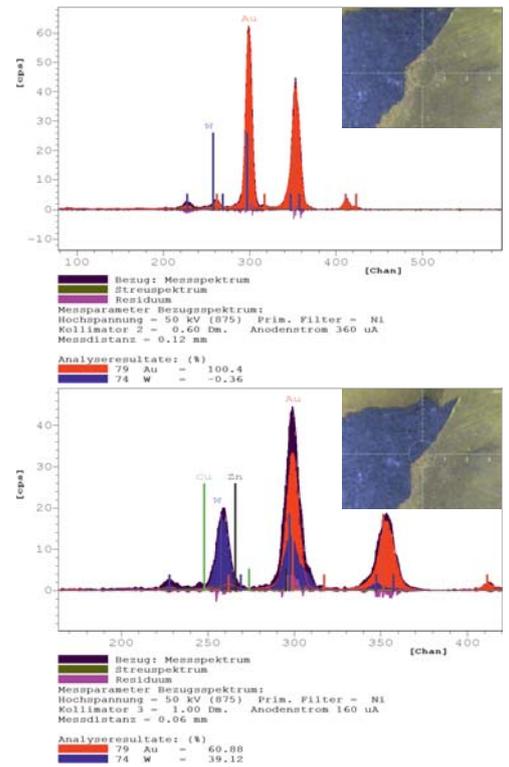
Probe	$c_L$ in $\frac{m}{s}$	$c_T$ in $\frac{m}{s}$	$\alpha_{15MHz}$ in $\frac{dB}{mm}$	$\alpha_{25MHz}$ in $\frac{dB}{mm}$
Al <sub>cyt</sub>	6560 ± 0	3193 ± 3	0,212 ± 0,005	0,188 ± 0,009
Fe <sub>cub</sub>	5901 ± 18	3241 ± 68	0,272 ± 0,006	0,871 ± 0,016
Gr <sub>cub</sub>	2210 ± 409	1301 ± 66	—	—
Gu <sub>cyt</sub>	4712 ± 3	2634 ± 3	0,143 ± 0,002	0,319 ± 0,026
Cu <sub>cyt</sub>	4659 ± 3	2297 ± 0	0,442 ± 0,007	0,167 ± 0,017
Bz <sub>cub</sub>	4520 ± 25	2194 ± 0	0,266 ± 0,004	0,722 ± 0,017
PVC <sub>cyt</sub>	—	1418 ± 17	—	—
Si <sub>cyt</sub>	9441 ± 23	5124 ± 5	0,431 ± 0,010	0,340 ± 0,005
St <sub>cub</sub>	6160 ± 13	3327 ± 13	0,239 ± 0,006	0,339 ± 0,026
W <sub>alt</sub>	5153 ± 5	2840 ± 13	0,463 ± 0,008	0,359 ± 0,033
Zr <sub>cub</sub>	6287 ± 3	3740 ± 57	0,361 ± 0,005	—

## Mechan. Materialkennwerte

Probe	Werkstoff	E in GPa	G in GPa	$\mu$
Al <sub>cyt</sub>	Aluminium	74 ± 1	28 ± 1	0,34 ± 0,01
Fe <sub>cub</sub>	Eisen	212 ± 8	83 ± 4	0,28 ± 0,01
Gr <sub>cub</sub>	Graphit	9 ± 2	4 ± 1	0,23 ± 0,20
Gu <sub>cyt</sub>	Gusseisen	127 ± 1	50 ± 1	0,27 ± 0,01
Cu <sub>cyt</sub>	Kupfer	127 ± 1	47 ± 0	0,34 ± 0,01
Bz <sub>cub</sub>	Bronze	114 ± 1	42 ± 0	0,35 ± 0,01
PVC <sub>cyt</sub>	Polyvinylchlorid	—	3 ± 1	—
Si <sub>cyt</sub>	Silizium	159 ± 1	62 ± 1	0,29 ± 0,01
St <sub>cub</sub>	Stahl	226 ± 2	87 ± 1	0,29 ± 0,01
W <sub>alt</sub>	Wolframlegierung	324 ± 3	126 ± 2	0,28 ± 0,01
Zr <sub>cub</sub>	Zerodur	87 ± 2	35 ± 2	0,23 ± 0,02



## Gefälschte Goldbarren Röntgenfluoreszenzanalyse



## Ultraschallprüfung

