

ISSN 0366-1296

# **Forschungsbericht 57**

BUNDESANSTALT FÜR  
MATERIALPRÜFUNG (BAM)  
BERLIN

## **Untersuchungen an Prüfmitteln für die Magnetpulverprüfung**

**Investigations on Inspection-Media  
for Magnetic-Particle-Testing**

von Dipl.-Ing. Meinhard Stadthaus

---

März 1979

20 Seiten, 39 Bilder

Herausgegeben von der  
Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM)  
Unter den Eichen 87, 1000 Berlin 45  
Telefon 030/8104-1  
Telex 01-83 261 bamb d

Inhaltsverzeichnis	Seite
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Grundlagen des Magnetpulververfahrens	1
1.2 Übersicht über die Eigenschaften des Prüfmittels	1
1.3 Erläuterungen zu den durchgeführten Untersuchungen	2
<b>2. Ermittlung der Einzeleigenschaften des Prüfmittels</b>	<b>2</b>
2.1 Dichte der Magnetpulver	2
2.2 Korngröße der Magnetpulver	2
2.3 Magnetische Eigenschaften der Magnetpulver	4
2.4 Optische Eigenschaften der Magnetpulver	5
2.5 Eigenschaften der Trägerflüssigkeit	7
2.6 Eigenschaften des Prüfmittels	7
2.6.1 Allgemeine Bemerkungen	7
2.6.2 Die Betriebsbeständigkeit	7
<b>3. Messung der Leuchtdichte von Magnetpulveranzeigen</b>	<b>10</b>
3.1 Meßanordnung	10
3.2 Versuchsdurchführung	11
3.3 Meßergebnisse	12
3.3.1 Relative Anzeigen der Magnetpulver	12
3.3.2 Einfluß des Magnetpulveranteils	13
3.3.3 Einfluß der Bepulzeit	13
3.3.4 Einfluß der Viskosität	13
3.3.5 Einfluß von Flüssigkeitsschichten über der Anzeige	14
<b>4. Die Eigenschaften der Magnetpulver und ihre Auswirkungen auf die Anzeigenbildung</b>	<b>14</b>
4.1 Zusammenhang zwischen der Dichte und der Suszeptibilität	14
4.2 Dichtebezogene Suszeptibilität und Fluoreszenzkoeffizient	15
4.3 Bildung einer Bewertungszahl für Magnetpulver	15
4.4 Einfluß der Korngröße	16
4.5 Die Leuchtdichte der Anzeigen in Abhängigkeit von der Bewertungszahl unter Berücksichtigung der Korngröße	17
<b>5. Schlußbemerkung</b>	<b>18</b>
<b>Literaturangaben</b>	<b>19</b>



## Zusammenfassung

Die Magnetpulverprüfung zählt zu den ältesten und am häufigsten angewendeten zerstörungsfreien Prüfverfahren. Wegen der komplexen Zusammenhänge zwischen den Prüfparametern und der Anzeigenerkennbarkeit sind bisher nur relativ wenige grundsätzliche Untersuchungen durchgeführt worden. Diese sind aber dennoch erforderlich, um trotz der scheinbar problemlosen Anwendung des Verfahrens den wirtschaftlichen Einsatz zu gewährleisten und die Aussagesicherheit zu erhöhen. Die Untersuchungen dienen diesem Ziel. Sie befassen sich im wesentlichen mit den die Erkennbarkeit der Anzeigen beeinflussenden Eigenschaften des Prüfmittels, d. h. des Magnetpulvers und der Trägerflüssigkeit, zu deren Ermittlung Meßverfahren entwickelt wurden.

Das wichtigste Problem ist jedoch die objektive Ermittlung der Erkennbarkeit der Magnetpulveranzeigen. Bei der bisher üblichen visuellen Bewertung sind keine genügend genauen quantitativen Aussagen möglich. Es wurde eine Anordnung zur Messung der Leuchtdichte der Anzeigen entwickelt, von der die Erkennbarkeit abhängt.

Mit ihr konnte der Einfluß der Einzeleigenschaften fluoreszierenden Magnetpulvers auf die Erkennbarkeit der Anzeigen untersucht werden. Aus der magnetischen Suszeptibilität, dem Fluoreszenzkoeffizienten und der Dichte wurde eine Bewertungszahl gebildet, die die Qualität des Magnetpulvers beschreibt. Zusätzlich muß bei der Beurteilung der Magnetpulver die Korngröße berücksichtigt werden. Die gemessene Leuchtdichte der Anzeigen, und damit ihre Erkennbarkeit, ist mit genügender Genauigkeit proportional zu dieser Bewertungszahl.

Die Untersuchungen wurden in Zusammenarbeit mit einem Arbeitsausschuß der DGZfP durchgeführt, der einen Normentwurf über die Prüfmittel erstellt hat. Ergebnisse der Arbeit wurden dabei berücksichtigt. Die Untersuchungen wurden durch ein ERP-Vorhaben gefördert.

Die Eigenschaften des Prüfmittels erforderten eine große Zahl sehr verschiedenartiger Untersuchungen, bei denen auf den Rat und die Hilfe anderer Laboratorien der BAM zurückgegriffen werden konnte. Besonders möchte ich den Herren W. Gehrman, H. Haeger und C. Müller für die Durchführung von Versuchen und den Herren Dr.-Ing. G. Wittig und Dipl.-Phys. D. Schnitger für wertvolle Hinweise danken.

## Abstract

The magnetic-particle-method is one of the oldest and most applied methods in non-destructive testing. Because of the complex relations between the testing parameters and the visual perceptibility of indications only a few fundamental investigations were made. Although the application of the method seems to have no problems those investigations are necessary to guarantee an economic application and to increase the reliability of the results. The study made bear this in mind. Mainly they are made on the parameters of the inspection-medium (magnetic-powder and carrying liquid) which influences the perceptibility of the indications. Methods were developed to measure the significant abilities.

The most important problem however is the objective determination of the perceptibility of magnetic-particle-indications. With the visual valuation which is commonly used till now, quantitative statements with sufficient accuracy are not possible. The perceptibility depends on the luminance of the indications. With a developed arrangement this value can be measured.

The influences of the abilities of fluorescent magnetic-powders on the perceptibility of indications with this results were determined. It was possible to form a valuation factor with the magnetic-susceptibility, the fluorescent-coefficient and the density which describes the quality of the powders. Additionally the particle-size must be considered to valuate the magnetic-powders. The measured perceptibility of the indications is proportional to this valuation-factor with sufficient exactitude.

The investigations were made in co-operation with a working-group of the DGZfP which proposed a German standard about inspection media. Results of the study were taken into consideration. The investigations were sponsored by an ERP-project.

The abilities of the testing-media asked for a great number of various researches. Advice and help could be given by other laboratories of the BAM. I ow special thanks to W. Gehrman, H. Haeger and W. Gehrman for the performance of measurements and Dr. G. Wittig and Dipl.-Phys. D. Schnitger for valuable advices.



## Verzeichnis der wichtigsten verwendeten Bezeichnungen

Formelzeichen	Bedeutung	Erläuterung Seite	Formelzeichen	Bedeutung	Erläuterung Seite
$A_r$	relative Anzeige	11	R	Rückstandssumme der Korngrößenverteilung	2
B	Anzeigenbreite	10	t	Tauch-Bespülzeit	11
b	Beschleunigung eines Teilchens	14	$t_B$	Rührzeit	8
d	Teilchendurchmesser	2	$u, u_s$	durch eine Anzeige bzw. den Fluoreszenzstandard erzeugte Spannung	11
$d_o, d_u, d_m, d_g, d_{max}$	charakteristische Teilchendurchmesser	2	$u_e, u_m$	der Bestrahlungsstärke und der Leuchtdichte proportionale Spannung	8
$E_e$	Bestrahlungsstärke (ultraviolette Strahlung)	6	v	Teilchenvolumen	7
F	Füllfaktor	4	$V_{fm}$	Volumen, in dem die Kraft des Streufeldes wirkt	7
f	Anzeigenfläche	7	$V_p$	Pulvervolumen	4
$G_p$	Gewicht des Magnetpulvers	7	$V_f$	Flüssigkeitsvolumen	4
H	magnetische Feldstärke	4	W	Wertungszahl für Magnetpulver	15
K	Magnetpulveranteil des Prüfmittels	7	w	Teilchengeschwindigkeit	3
$K_1$	Leuchtdichtekontrast	10	z	Zahl der Teilchen in einem Prüfmittelvolumen	7
k	auf ein Teilchen ausgeübte Kraft	3	$\beta$	Fluoreszenzoeffizient	6
L	Leuchtdichte der Magnetpulverfläche	6	$\eta$	dynamische Viskosität	3
$L_a$	Leuchtdichte der Anzeige	10	$\kappa$	Suszeptibilität	4
$L_r$	relative Leuchtdichte	8	$\kappa_p$	Suszeptibilität bei dem Volumenanteil p	4
$L_u$	Leuchtdichte des Umfeldes	10	$\kappa_{0,1}$	Suszeptibilität für $p = 0,1$	5
$L_w$	wahrgenommene Leuchtdichte der Anzeige	10	$\kappa_\rho$	dichtebezogene Suszeptibilität	14
o	projizierte Oberfläche eines Magnetpulverteilchens	7	$\mu$	relative Permeabilität	4
p	Volumenanteil des Prüfmittels	4	$\mu_p$	Permeabilität bei dem Volumenanteil p	4
q	Verteilungsdichte der Korngröße von Magnetpulvern	2	$\mu_w$	wirksame Permeabilität	4
			$\rho$	Dichte des Magnetpulvers	3



## 1. Einleitung

### 1.1 Grundlagen des Magnetpulververfahrens

Das Magnetpulververfahren [1, 2] ist ein Streuflußverfahren, [3] bei dem der an Materialtrennungen magnetisierter ferromagnetischer Werkstücke austretende Streufluß durch ferromagnetische Teilchen nachgewiesen wird. Die vom magnetischen Streufluß auf die Teilchen ausgeübte Kraft bewirkt, daß sich diese über den Materialtrennungen sammeln und eine Pulverraupe, die Anzeige, bilden. Durch sie erkennt man beim visuellen Absuchen der Prüflingsoberfläche Lage und Verlauf der Materialtrennungen. Die als Magnetpulver bezeichneten ferromagnetischen Teilchen können auf das Werkstück aufgestäubt oder in einer Trägerflüssigkeit suspendiert, aufgespült werden [4]. Die gebrauchsfertige Mischung des Trägermediums mit dem Magnetpulver wird als Prüfmittel bezeichnet [5]. Wegen seiner hohen Empfindlichkeit für den Nachweis von Materialtrennungen an der Oberfläche, seiner Einfachheit in der Anwendung und der hohen Prüfleistung (integrale Bewertung großer Prüfabschnitte) ist die Magnetpulverprüfung eines der am weitesten verbreiteten Verfahren der zerstörungsfreien Prüfung.

Bei diesem visuellen Verfahren ist die entscheidende Größe bei der Prüfung die Erkennbarkeit der Anzeigen. Neben einer ganzen Reihe den Sehvorgang beeinflussender Parameter [6] ist die Erkennbarkeit im wesentlichen durch den Leuchtdichtekontrast der Anzeige zum Umfeld gegeben [7]. Bei geringen Leuchtdichtekontrasten kann durch einen zusätzlichen Farbkontrast die Erkennbarkeit der Anzeigen gesteigert werden. Bei dem kleinen Sehwinkel, unter dem die Anzeigenbreite wahrgenommen wird (ca.  $1,4^\circ$  bei einer typischen Anzeigenbreite von 0,1 mm und einem Abstand von 250 mm), steigt die vom Auge wahrgenommene Leuchtdichte proportional zur Breite.

Zunächst wurden als Magnetpulver nicht selbstleuchtende Eisen- oder Eisenoxidteilchen verwendet. Auf dunklem Untergrund sind die erzeugten Anzeigen relativ schlecht erkennbar. Eine wesentliche Verbesserung wurde 1943 durch die Erfindung der fluoreszierenden Magnetpulver erreicht [8]. Bei ihnen sind die Magnetpulverteilchen mit einem Fluoreszenzstoff umhüllt, der bei Anregung durch ultraviolette Strahlung Licht aussendet. Bei einer abgedunkelten Prüffläche sind die Anzeigen wegen des höheren Leuchtdichtekontrastes wesentlich besser erkennbar als bei der Prüfung mit nicht fluoreszierendem Magnetpulver.

Die Erkennbarkeit der Anzeigen hängt von folgenden Größen ab:

1. Abmessungen der Materialtrennungen (z. B. Breite, Tiefe)
2. Eigenschaften des Prüfobjekts (z. B. magnetische Eigenschaften, Oberflächenbeschaffenheit)
3. Prüfverfahren (z. B. Magnetisierung, Bespülung)
4. Eigenschaften des Prüfmittels (z. B. Fluoreszenz und Korngröße des Magnetpulvers)
5. Sehfähigkeit des Prüfers

Sowohl die komplexen Vorgänge bei der Anzeigenbildung und Auswertung als auch die einfache Anwendbarkeit haben vermutlich dazu geführt, daß nur wenige Untersuchungen über die grundlegenden Zusammenhänge dieses Verfahrens durchgeführt wurden. Berthold und Schirp [9] haben die auf die Magnetpulverteilchen wirkenden Kräfte in Abhängig-

keit von der Magnetisierung näherungsweise berechnet und dabei auch das Aufbringen des Magnetpulvers berücksichtigt. Auf diese Untersuchungen beziehen sich Überlegungen über die Empfindlichkeit des Verfahrens, den Einfluß der magnetischen Eigenschaften des Werkstückes und der Korngröße der Magnetpulver [1, 10]. Von den zahlreichen weiteren Veröffentlichungen, die sich u. a. speziell mit der Wahl der geeigneten Magnetisierung befassen, seien einige beispielhaft genannt [10, 11, 12, 13, 14]. Die Durchführung der Prüfung ist in zahlreichen Normen und Richtlinien ausführlich beschrieben worden [4, 15, 16, 17]. Wenig beachtet wurde die Tatsache, daß die Sehfähigkeit des Prüfers das Prüfergebnis wesentlich beeinflusst [18]. In der Bundesrepublik Deutschland ist dieser Tatsache durch vorgeschriebene Untersuchungen über die Sehfähigkeit des Prüfers Rechnung getragen worden [19].

### 1.2 Übersicht über die Eigenschaften des Prüfmittels

Die durchgeführten Untersuchungen befassen sich mit dem Einfluß der Eigenschaften des Prüfmittels auf die Erkennbarkeit der Anzeigen. Diese Zusammenhänge sollen am Beispiel des fluoreszierenden Magnetpulvers kurz beschrieben werden.

Fluoreszierende Magnetpulverteilchen bestehen aus einem ferromagnetischen Kern, dem Fluoreszenzstoff, und einem Bindemittel. Die ferromagnetischen Ausgangsstoffe sind Reineisen und die beiden ferromagnetischen Oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  und  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Als Fluoreszenzstoff kommen organische Leuchtpigmente und als Bindemittel Kunstharzkleber zur Anwendung. Durch die Zusammensetzung werden die Dichte, die wirksame magnetische Eigenschaft und die Fluoreszenz des Magnetpulvers beeinflusst.

Die Korngrößenverteilung der Teilchen kann in weiten Grenzen durch den Herstellungsprozeß eingestellt werden. Der optimale Korngrößenbereich hängt von den nachzuweisenden Fehlerabmessungen und der Oberflächenstruktur des Prüfobjekts ab [1].

Durch die Viskosität der Trägerflüssigkeit (Wasser und sogenannte Prüföle) wird die Beweglichkeit der Teilchen und damit auch die Anzeigenbildung beeinflusst. Außerdem werden die ultraviolette Strahlung und das Licht durch den Flüssigkeitsfilm über der Anzeige gedämpft, d. h. die Anzeigen sind unter diesem Film schlechter erkennbar. Prüföle (Mineralöle) können selbst fluoreszieren und so eine Hintergrundleuchtdichte erzeugen, die den Kontrast zwischen der Anzeige und dem Umfeld herabsetzt.

Der Magnetpulveranteil des Prüfmittels (Gewicht des Magnetpulvers/Liter Trägerflüssigkeit) wirkt sich in der Weise aus, daß mit steigendem Magnetpulveranteil sowohl die Leuchtdichte der Anzeige als auch die Hintergrundfluoreszenz ansteigen. Eine optimale Mischung hängt u. a. von der Oberflächenstruktur des Prüfobjekts ab.

Wird das Prüfmittel nach der Prüfung wieder aufgefangen und neu verwendet, so wird wegen der hydromechanischen Belastung durch die Pumpen der Fluoreszenzstoff vom ferromagnetischen Kern getrennt. Dadurch nimmt die Fluoreszenz der Anzeigen während des Betriebes ab. Die als Betriebsbeständigkeit bezeichnete Widerstandsfähigkeit des Magnetpulvers gegen diesen Verschleiß [5] ist bei allen Anlagen mit Pumpenkreisläufen zu beachten.

Um eine optimale Prüfempfindlichkeit zu erzielen, muß die Qualität der Magnetpulver kontrolliert und überwacht werden. Hierzu wurde schon 1943 ein Prüfstand für nicht fluoreszierende Magnetpulver entwickelt [21]. In späteren Arbeiten

[ 22, 23, 24, 25 ] wurden die Untersuchungen auf fluoreszierende Magnetpulver erweitert und verbessert. Auch in einer Richtlinie finden sich Angaben über die Bestimmung der Qualität von Magnetpulvern [26]. Bei den angeführten Arbeiten werden im allgemeinen zunächst die Einzeleigenschaften (z. B. Korngröße, Fluoreszenz) nach Verfahren ermittelt, die es gestatten, eine Rangfolge der untersuchten Magnetpulver festzustellen. Auf die angewendeten Meßmethoden wird noch im einzelnen eingegangen werden. Es finden sich aber kaum Angaben, die eine reproduzierbare Wiederholung der Messungen gestatten. Um die Qualität der Prüfmittel bewerten zu können, muß die Erkennbarkeit der Anzeigen an Materialtrennungen beurteilt werden. Hierzu wird das Magnetpulver auf sogenannte Kontrollkörper mit natürlichen oder künstlichen Materialtrennungen aufgebracht. Die Anzeigen werden dann durch Betrachtung visuell bewertet und beschrieben (z. B. Anzeige gut, befriedigend, kaum noch erkennbar usw.). Man kann die Bewertung verbessern, indem man die Anzeigen der zu untersuchenden Magnetpulver fotografiert und die Fotografien vergleicht. Diese subjektive Art der Bewertung ist für genauere quantitative Aussagen nicht geeignet.

### 1.3 Erläuterungen zu den durchgeführten Untersuchungen

Die Untersuchungen wurden durchgeführt, um die Eigenschaften des Prüfmittels quantitativ und reproduzierbar beurteilen zu können. Aus der Aufgabenstellung ergibt sich folgende Gliederung der durchgeführten Arbeiten:

1. Untersuchung der Möglichkeiten zur Ermittlung der Einzeleigenschaften des Prüfmittels. Überprüfung vorhandener bzw. Entwicklung neuer Meßverfahren. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind zum Teil in einem Normentwurf aufgenommen worden [5].
2. Entwicklung einer Anordnung zur Messung der Leuchtdichten von Anzeige und Umfeld zur Ermittlung der Qualität der Magnetpulver.
3. Untersuchung des Einflusses der Einzeleigenschaften des Prüfmittels auf die Erkennbarkeit der Anzeigen.

Die Untersuchungen wurden auf fluoreszierende Magnetpulver für die Naßprüfung beschränkt. Dieses Verfahren weist für die üblichen nachzuweisenden Materialtrennungen die beste Fehlererkennbarkeit auf und hat sich deshalb in der Bundesrepublik Deutschland überwiegend durchgesetzt (geschätzter Anteil ca. 80 % aller Prüfungen). Es standen 21 Magnetpulver zur Verfügung, die zum größten Teil in der Bundesrepublik Deutschland handelsüblich sind. Soweit nicht besonders vermerkt, wurden die Untersuchungen an allen Magnetpulvern durchgeführt. Die Ergebnisse der Messungen wurden als Balkendiagramme für alle Magnetpulver dargestellt. Die Magnetpulver wurden so geordnet, daß sich jeweils eine „Rangfolge“ der einzelnen ermittelten Eigenschaften ergibt. Diese Darstellung erlaubt eine schnelle Übersicht und Vergleiche der Einzeleigenschaften.

## 2. Ermittlung von Einzeleigenschaften des Prüfmittels

### 2.1 Dichte der Magnetpulver

Die auf das Magnetpulverteilchen ausgeübten Kräfte werden durch das Schwerfeld und den magnetischen Streufluß an Materialtrennungen hervorgerufen. Sie erzeugen eine Beschleunigung des Teilchens, die umgekehrt proportional zu deren Masse und damit zur Dichte  $\rho$  sind. Die Dichte hat also einen unmittelbaren Einfluß auf die Anzeigenbildung. Außer-

dem wird sie bei den Sedimentationsverfahren zur Korngrößenbestimmung benötigt.

Die Dichtebestimmung erfolgte durch Wägung des Pulvers und des verdrängten Flüssigkeitsvolumens in einem Pyknometer [27, 28]. Die in der Pulverschüttung immer vorhandenen Luftbläschen wurden durch Anlegen eines Unterdrucks möglichst weitgehend entfernt.

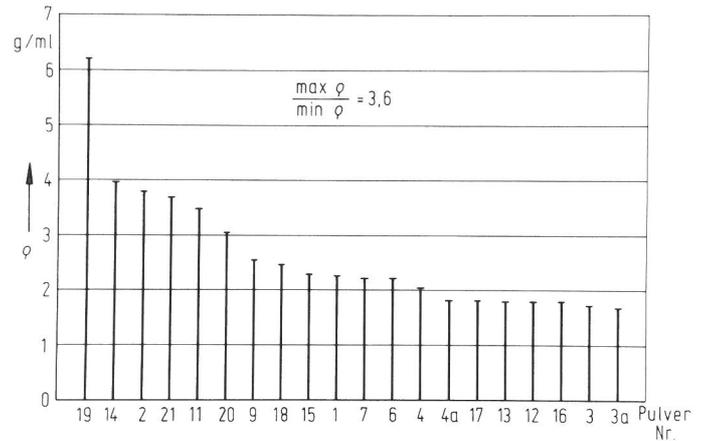


Bild 1  
Dichte  $\rho$  der Magnetpulver

Im Bild 1 sind als Meßergebnisse die Dichten der untersuchten Magnetpulver dargestellt. Sie liegen im Bereich von 1,7 bis 6,2 g/ml. Die Dichteunterschiede sind darauf zurückzuführen, daß das Magnetpulver in fast beliebigen Zusammensetzungen aus Reineisen ( $\rho \approx 7,8$  g/ml), Eisenoxiden ( $\rho \approx 5,2$  g/ml), dem Fluoreszenzstoff ( $\rho \approx 1,3$  g/ml) und dem Bindemittel ( $\rho \approx 1,5$  g/ml) bestehen kann. Von der Dichte sind Rückschlüsse auf die Zusammensetzung und damit auf andere Eigenschaften des Magnetpulvers möglich. Aus der Betriebsbeständigkeit des Magnetpulvers (siehe 2.6) und aus anderen Untersuchungen ergibt sich z. B., daß Magnetpulver mit  $\rho > 3,0$  g/ml überwiegend Reineisen als ferromagnetische Grundsubstanz aufweisen.

### 2.2 Korngröße der Magnetpulver

Auf die Bedeutung der Korngröße für die Magnetpulverprüfung wurde schon hingewiesen. Die Korngrößenverteilung

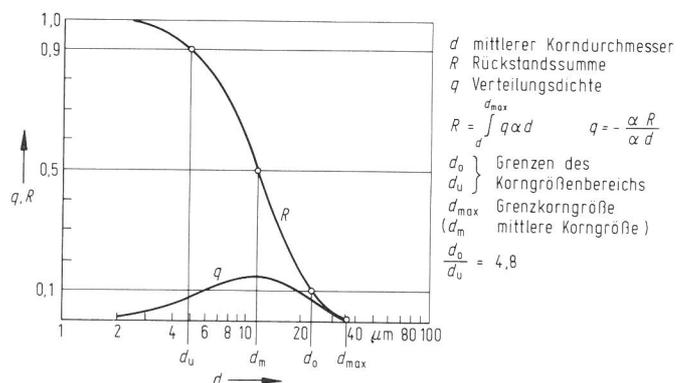


Bild 2  
Darstellung von Korngrößenverteilungen.  
Beschreibung durch die Kenngrößen (Festlegung von  $d_o$ ,  $d_u$ ,  $d_{max}$  nach DIN 54 132)

kann durch die in Bild 2 dargestellte Verteilungsdichte  $q$  und Rückstandssumme  $R$  beschrieben werden [28, 29], jedoch ist eine derartige Darstellung zur Beschreibung der Korngröße von Magnetpulvern im allgemeinen nicht erforderlich. Der

Normenentwurf [5] schreibt nur die Angabe eines Durchmesserbereichs vor, der durch die obere und die untere Grenze  $d_o$ ,  $d_u$  festgelegt ist. Diese Grenzen sind so definiert, daß 90 % des Gewichtes aller Teilchen größer als die untere Korngrößengrenze und 90 % des Gewichtes aller Teilchen kleiner als die obere Korngrößengrenze sind. Sie sind aus dem Rückstandssummenverlauf zu entnehmen. Der Korngrößenbereich umfaßt also 80 % des Gewichtes aller Teilchen. Bei dieser Art der Beschreibung der Verteilung brauchen die Verteilungsdichten an den Enden des Bereichs nicht so genau ermittelt zu werden. Eine weitere Vereinfachung der Meßtechnik ist dadurch gegeben, daß die Angabe der unteren Korngrößengrenze entfällt, wenn sie unter  $1 \mu\text{m}$  liegt, da dieser Bereich im allgemeinen für die Praxis keine Bedeutung mehr hat. In diesen Fällen reicht die Angabe  $d_u < 1 \mu\text{m}$  aus. Außerdem wird der Begriff der Grenzkorngröße eingeführt [29], die so angegeben werden muß, daß im Rahmen der Meßunsicherheit keine Anteile über dieser Grenzkorngröße liegen. Sie sollte möglichst niedrig sein, da grobe Teilchen sich bei der Prüfung sofort auf der Oberfläche absetzen und als leuchtende Punkte im Umfeld die Auswertung stören. Zusätzlich ist zur schnellen Kennzeichnung der Magnetpulver die Angabe der mittleren Korngröße  $d_m$  zweckmäßig. Die Verteilung kann dann zusätzlich durch das Verhältnis  $d_u/d_o$  beschrieben werden.

Als Verfahren zur Bestimmung der Korngrößenverteilung erschienen zunächst die Sedimentationsverfahren geeignet [30]. Bei ihnen wird aus der Sinkgeschwindigkeit der Teilchen in einem flüssigen Medium mit Hilfe des Stoke'schen Gesetzes die Korngrößenverteilung berechnet. Die Kraft  $k$ , die auf eine mit der Geschwindigkeit  $w$  umströmte Kugel ausgeübt wird, ist:

$$k = 3 \cdot \pi \cdot d \cdot \eta \cdot w \quad (1)$$

Daraus ergibt sich für die Sinkgeschwindigkeit im Schwerfeld:

$$w = \frac{(\rho - \rho_f) \cdot g \cdot d^2}{18 \eta} \quad (2)$$

- $d$  = Teilchendurchmesser
- $\eta$  = dynamische Viskosität der Flüssigkeit
- $\rho_f$  = Dichte der Flüssigkeit
- $g$  = Erdbeschleunigung

Das Verfahren entspricht den in der Praxis auftretenden Gegebenheiten, da sich die Teilchen bei der Magnetpulverprüfung unter dem Einfluß des Schwerfeldes und des durch die Materialtrennungen erzeugten Kraftfeldes in einer Flüssigkeit bewegen. Bei einem Teil der Magnetpulver wurde eine Korngrößenbestimmung mit Sedimentationsverfahren durchgeführt. Dies geschah mit dem Pipette-Verfahren [31], dem Druckdifferenzverfahren im Schwerfeld [32] und mit Hilfe der Sedimentationswaage [33]. Während der Sedimentation traten jedoch bei den feinen Magnetpulvern Zusammenballungen der Teilchen auf. Wegen des größeren wirksamen Durchmessers dieser Agglomerationen ist eine Teilchengrößenbestimmung in solchen Fällen nicht möglich. Diese Agglomerationen konnten durch die Anwendung von Dispersionsmitteln nicht verhindert werden. Die Ursache liegt in der nicht möglichen vollständigen Entmagnetisierung der Teilchen. Diese ist bei Teilchengrößen  $< 1 \mu\text{m}$  (ferromagnetischer Kern) nur noch sehr schwer möglich [61].

Wegen der beschriebenen Schwierigkeiten wurde zur Bestimmung der Korngrößenverteilung das Coulterverfahren verwendet [34, 35]. Bei diesem Verfahren werden die in einer leit-

den Flüssigkeit suspendierten Teilchen durch eine Kapillare gesogen. Die auftretende Änderung des elektrischen Widerstandes der Kapillare beim Durchlaufen eines Teilchens ist proportional zu dessen Volumen. In einer Auswerteeinheit werden die Teilchen gezählt und ihre Volumina bestimmt.

Um zu erreichen, daß immer nur ein Teilchen gemessen wird, muß die Volumenkonzentration sehr gering sein. Außerdem wird die Suspension durch ständiges Rühren homogen gehalten. Dadurch werden bei den relativ geringen magnetischen Kräften der Teilchen Agglomerationen unwahrscheinlich. Auf die Meßunsicherheiten, die durch die inhomogene Stromdichteverteilung in der Kapillare entstehen, ist hingewiesen worden [36]. Sie brauchen jedoch bei der angestrebten Meßgenauigkeit nicht berücksichtigt werden [35]. Eine meßtechnische Schwierigkeit liegt darin, daß mit einem Kapillardurchmesser nur ein Teilchendurchmesser Verhältnis von 1 : 20 überdeckt werden kann. Aufgrund der Stufung der Kapillaren kann nur mit einem ausmeßbaren Durchmesser Verhältnis von 1 : 15 gerechnet werden.

Als Beispiel sind in Bild 3 die Korngrößenverteilungen von zwei relativ groben Magnetpulvern dargestellt, die sich wesentlich durch die Breite des Verteilungsdichteverlaufs un-

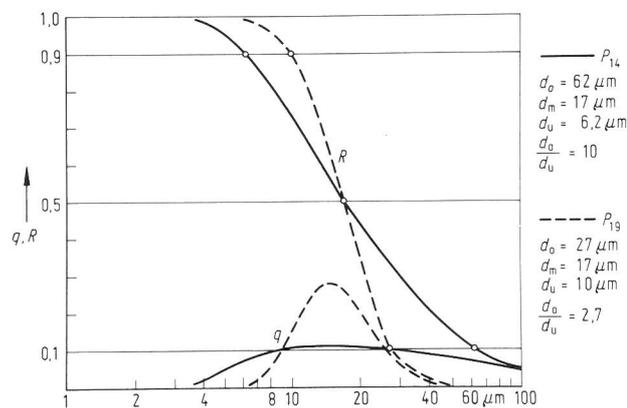


Bild 3  
Beispiele für die Korngrößenverteilung.  
Meßgerät: Coulter Counter

terscheiden. Bei Magnetpulvern mit einem so breiten Verteilungsdichteverlauf wie  $P_{14}$  können bei der Bewertung mit nur einer Kapillare Fehler auftreten, da die Bereichsgrenzen u. U. nicht mehr sicher erfaßt werden. Bei den groben Mag-

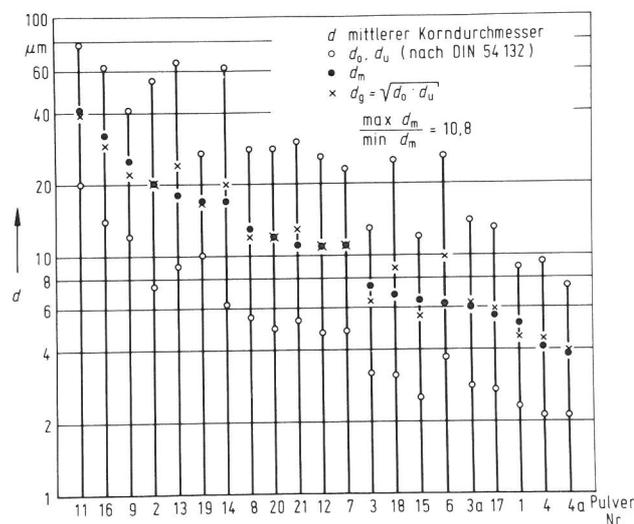


Bild 4  
Kenngrößen der Korngröße der untersuchten Magnetpulver.  
Meßgerät: Coulter Counter

netpulvern tritt eine zusätzliche Meßunsicherheit dadurch auf, daß die groben Teilchen sehr schnell sedimentieren und u. U. nicht erfaßt werden. Nicht bewertete Grobanteile führen bei der Volumenbewertung zu relativ großen Meßfehlern ( $V \approx d^3$ ).

In Bild 4 sind die Korngrößenbereiche der untersuchten Magnetpulver angegeben. Sie sind nach  $d_m$  geordnet. Zusätzlich wurde der sich aus dem geometrischen Mittelwert der Korngrößengrenzen ergebende Durchmesser  $d_g$  eingetragen. Aus den Abweichungen von  $d_m$  und  $d_g$  kann auf die Schiefe der Verteilung geschlossen werden. Sie ist aber im allgemeinen so gering, daß  $d_g \approx d_m$  angenommen werden kann. Dies ist immer dann erforderlich, wenn als Meßwerte nur  $d_u$  und  $d_o$  vorliegen.

### 2.3 Magnetische Eigenschaften der Magnetpulver

Die Kraft  $k$ , die auf ferromagnetische Teilchen mit dem Volumen  $V$  in einem magnetischen Feld  $H$  ausgeübt wird, ist proportional zur Suszeptibilität  $\kappa$ . Es gilt:

$$k = \kappa \cdot V \cdot H \cdot \text{grad } H \quad (3)$$

$$\kappa = \mu - 1$$

$\mu$  = relative Permeabilität

Die Suszeptibilität muß auf das gesamte Magnetpulverteilchen bezogen werden, da alle den Bewegungen des Teilchens entgegenwirkenden Kräfte an diesem angreifen. Der ferromagnetische Anteil der fluoreszierenden Magnetpulver liegt bei 20 bis 50 % des Gesamtgewichts.

Die Suszeptibilität ferromagnetischer Stoffe kann mit Hilfe sogenannter magnetischer Waagen [37, 38] bestimmt werden, die die Kraftwirkung auf ein gegebenes Probevolumen direkt messen. Sie arbeiten nach der Beziehung (3). Dieses Meßverfahren ist jedoch relativ aufwendig. Bei einer direkt aus der Magnetpulverprüfung entwickelten Methode wird die über einem magnetisierten Schlitz festgehaltene Magnetpulvermenge gemessen [23, 26]. Sie ist zu ungenau.

Als meßtechnisch günstigste Lösung erschien das Induktivitätsverfahren, bei dem aus den Induktivitäten der leeren und der mit Magnetpulver gefüllten Spule auf die Permeabilität und damit die Suszeptibilität des Magnetpulvers geschlossen werden kann. Es wurde schon zu Messungen an Magnetpulvern mit verschiedenen Anordnungen [21, 23, 25] eingesetzt und qualitative Unterschiede festgestellt. Reproduzierbare Messungen sind mit diesen Anordnungen jedoch nicht möglich. Der grundsätzliche Nachteil dieses Verfahrens liegt darin, daß das Meßvolumen nicht vollständig mit dem Magnetpulver ausgefüllt werden kann, da zwischen den Teilchen immer Hohlräume frei bleiben. Die Füllung eines gegebenen Volumens wird durch den Volumenanteil  $p$  beschrieben.

$$p = \frac{V_p}{V_p + V_f} \quad (4)$$

$V_p$  = Pulvervolumen

$V_f$  = pulverfreies Volumen

Mit den im Labor üblichen Mitteln kann  $p \approx 0,5$  erreicht werden.

Bei der entwickelten Methode wird eine Magnetpulversuspension in einem Reagenzglas in eine Spule mit der Induktivität  $L_o$  gebracht. Dadurch erhöht sich die Induktivität auf den Wert  $L_1$ . Dann ist die wirksame Permeabilität  $\mu_w$  definiert:

$$\mu_w = \frac{L_1}{L_o}$$

Um die zu erwartenden kleinen Induktivitätsänderungen genügend genau bestimmen zu können, wurde das Resonanzverfahren angewendet. Die Meßanordnung ist in Bild 5 ab-

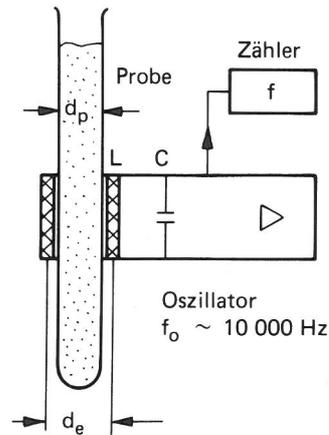


Bild 5

Ermittlung der Suszeptibilität  $\kappa_p$  durch eine Induktivitätsmessung;  $d_p = 14,45$  mm,  $d_e = 18$  mm,  $V_f = 20$  ml,  $F = 0,644$   
Spulenlänge: 40 mm, Probenlänge: ca. 120 mm

gebildet. Dabei ist die Meßspule Induktivität des Schwingkreises eines Oszillators, der mit der Frequenz  $f_1$  schwingt. Man erhält für die wirksame Permeabilität:

$$\mu_w = \frac{L_1}{L_o} = \left( \frac{f_o}{f_1} \right)^2 \quad (5)$$

Durch geeignete Wahl der Resonanzfrequenz kann mit Hilfe eines Zählers eine relative Genauigkeit der Frequenzbestimmung von  $2 \cdot 10^{-5}$  erreicht werden. Die damit mögliche Induktivitätsbestimmung auf  $4 \cdot 10^{-3}$  ist sicher genauer als alle anderen die Messung beeinflussenden Parameter. Wegen der Relativmessung und der kleinen Permeabilität der Magnetpulverfüllung kann der entmagnetisierende Einfluß der Probenenden vernachlässigt werden. Es muß aber berücksichtigt werden, daß der Probenquerschnitt  $A_p$  (Durchmesser  $d_p$ ) nur einen Teil des Spulenquerschnittes  $A_e$  (Durchmesser  $d_e$ ) einnimmt. Dies wird durch den Füllfaktor  $F$  berücksichtigt

$$F = \frac{A_p}{A_e} = \left( \frac{d_p}{d_e} \right)^2$$

Aus der wirksamen Permeabilität der Anordnung erhält man die wirksame Permeabilität  $\mu_p$  des mit dem Volumenanteil  $p$  (Kennzeichnung durch Index) homogen mit Magnetpulver gefüllten Probevolumens.

$$\mu_p = \frac{\mu_w - 1}{F} + 1$$

Mit  $\kappa = \mu - 1$  ergibt sich die Suszeptibilität für den Füllfaktor  $F$ .

$$\kappa_p = \frac{\mu_w - 1}{F} \quad (6)$$

Um die gesuchte Suszeptibilität des völlig mit Magnetpulver ausgefüllten Probevolumens zu bestimmen, muß von der

Permeabilität  $\mu_p$  für den Volumenanteil  $p$  auf die Permeabilität  $\mu$  für den Volumenanteil  $p = 1,0$  geschlossen werden. Die Funktion  $\mu_p(p)$  ist im Zusammenhang mit der Herstellung von Pulverkernen untersucht worden, wobei aber immer  $\mu_p$  aus dem gegebenen  $\mu$  berechnet wird. In diese Zusammenhänge gehen auch Form und Orientierung der Teilchen ein [39]. Bei dem vorliegenden Fall muß vereinfachend von kugligen Teilchen ausgegangen werden. Leider läßt sich keine allgemein gültige Beziehung  $\mu_p(p)$  angeben. Es sind eine Reihe verschiedener Formeln aufgestellt, experimentell belegt [40, 41] und immer wieder diskutiert und verglichen worden [42, 43]. Die folgende von Legg und Given [41] angegebene Gleichung, die offensichtlich praktischen Bedürfnissen besonders für kleine Volumenanteile am besten entspricht, soll etwas näher erläutert werden. Sie lautet:

$$\mu_p = \mu^p \quad (7)$$

Dieser exponentiellen Abhängigkeit folgen von der Tendenz her auch die anderen Beziehungen. Wegen  $\mu_p = f(p)$  muß  $p$  genau bestimmt werden. Um dies zu erreichen, wird eine genau bestimmte Menge Magnetpulver in einem vorgegebenen Flüssigkeitsvolumen suspendiert. Die erforderliche Homogenität der Suspension ist aber nur zu erreichen, wenn der Volumenanteil nicht zu hoch gewählt wird. Dann ist aber auch der Meßeffect entsprechend gering, und außerdem wird die Extrapolation auf  $p = 1,0$  unsicherer. Für die Messungen wurde deswegen  $p \approx 0,1$  gewählt und der genaue Wert für  $p = 0,1$  errechnet. Eine Extrapolation auf  $p = 1,0$  nach (7) setzt voraus, daß die Magnetpulverteilchen homogen ferromagnetisch sind. Der ferromagnetische Gewichtsanteil der fluoreszierenden Magnetpulver liegt aber nach Angaben der Hersteller bei 0,2 bis 0,5, d. h. der Volumenanteil liegt wegen der größeren Dichte des ferromagnetischen Materials sicher unter 0,3. Die Werte für  $p = 1,0$  würden deshalb zu hoch liegen und auch relativ zu große Unterschiede aufweisen. Deshalb wurde die Suszeptibilität für  $p = 0,1$ , d. h.  $\kappa_{0,1}$  als Maßzahl für die Beurteilung der Magnetpulver verwendet.

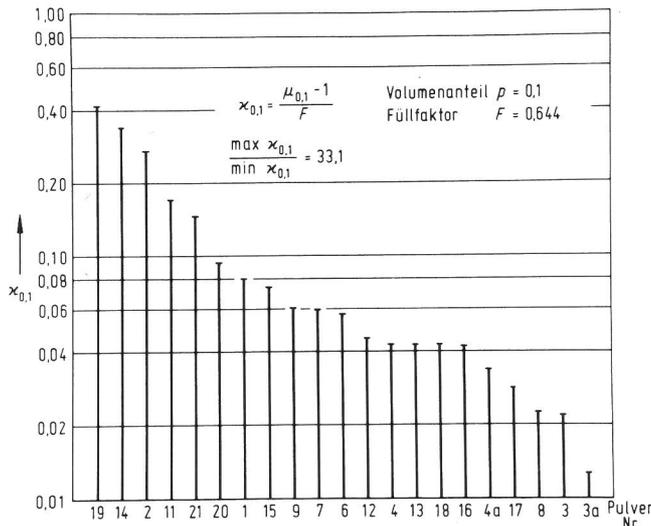


Bild 6  
Suszeptibilität  $\kappa_{0,1}$  der untersuchten Magnetpulver

Die Suszeptibilität  $\kappa_{0,1}$  der untersuchten Magnetpulver sind in Bild 6 dargestellt. Sie liegen zwischen 0,0126 und 0,417. Der relativ große Bereich (Faktor 33) ist auf die unterschiedlichen ferromagnetischen Anteile und den großen Suszeptibilitätsunterschied von Reineisen und Eisenoxid zurückzuführen.

## 2.4 Optische Eigenschaften der Magnetpulver

Fluoreszierende Magnetpulver werden mit ultravioletter Strahlung im Bereich von 320 nm bis 400 nm zur Emission von Licht angeregt. Die Leuchtdichte der emittierenden Fläche ist ein Maß für die Erkennbarkeit der Anzeigen.

Die Untersuchungen befaßten sich zunächst mit den bei der Prüfung verwendeten ultravioletten Strahlungsquellen. Hierüber wurde schon ausführlich berichtet [44]. Es handelt sich um Quecksilberdampf-Hoch- und Niederdrucklampen mit Filtern, deren Strahlungsspektren in Bild 7 dargestellt sind. Hochdrucklampen liefern praktisch nur die 365 nm-Linie des Quecksilberdampfspektrums. Bei den Quecksilberdampf-Niederdrucklampen sind die anderen Linien des Quecksilberdampfspektrums relativ stark ausgeprägt. Außerdem ist dem Linienspektrum infolge der Fluoreszenz der Beschichtung des Kolbens im allgemeinen eine Kontinuumsstrahlung unterlagert. Sie liefern im sichtbaren Bereich noch merkliche Energieanteile.

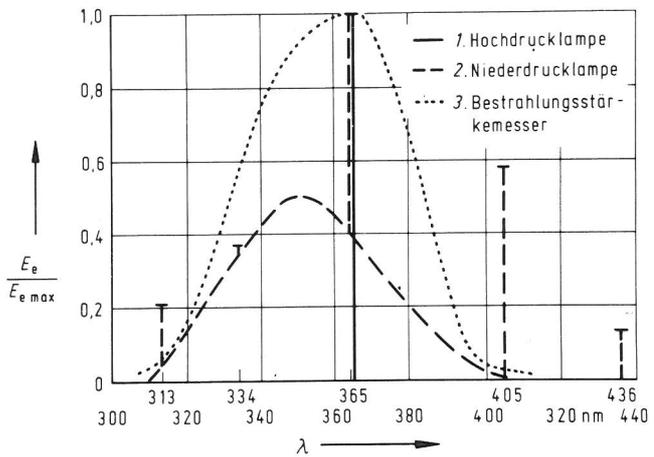


Bild 7  
Strahlungsspektren handelsüblicher Prüfleuchten.  
Empfindlichkeitsverlauf eines direkt messenden Bestrahlungsstärkemessers (relative Verläufe)

Die für die Fluoreszenz der Anzeigen maßgebende Strahlungsgröße ist die Bestrahlungsstärke der auf den Prüfbereich auftreffenden Strahlung. Zu ihrer Ermittlung können direkt messende handelsübliche Bestrahlungsstärkemesser eingesetzt werden, deren Maximum der Empfindlichkeit bei 365 nm liegt. Bei dieser Wellenlänge sind die Geräte in Leistung/Fläche (z. B.  $\text{W/m}^2$ ) kalibriert. Deshalb wurde bei allen weiteren Untersuchungen nur mit Lampen gearbeitet, die den größten Teil der Energie bei dieser Wellenlänge liefern. Der typische Empfindlichkeitsverlauf eines Gerätes ist in Bild 7 eingezeichnet. Diese Geräte haben sich in der letzten Zeit allgemein durchgesetzt [47]. Dem gegenüber weisen die international genormten sogenannten indirekt messenden Geräte [46] wesentliche Nachteile auf [44].

Die weiteren Untersuchungen hatten das Ziel, die Fluoreszenz der Magnetpulver mit einfachen Mitteln reproduzierbar zu beschreiben. Die wenigen bekannten Verfahren hierzu sind entweder subjektiv und damit nicht genügend genau [22] oder sehr aufwendig [45]. Zunächst wurden einige grundsätzliche Untersuchungen über die Fluoreszenz der Magnetpulver durchgeführt. Die spektrale Verteilung des von Magnetpulvern ausgesendeten Lichtes wurde mit einem Spektrometer gemessen und ist in Bild 8 dargestellt. Es zeigte sich, daß fünf der untersuchten sechs Magnetpulver eine gleichartige spektrale Leuchtdichteverteilung aufwiesen, die auf das gleiche fluoreszierende Ausgangsprodukt schließen läßt (Ver-

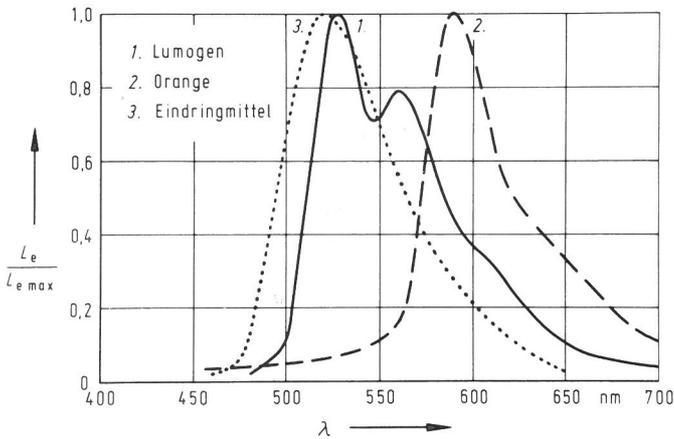


Bild 8  
Spektrale Strahldichten von fluoreszierenden Prüfmitteln (relative Verläufe)

lauf 1., Lumogen). Dieser Fluoreszenzstoff ist in Deutschland unter der Bezeichnung „Lumogen LT hellgelb“ im Handel [48]. Offensichtlich wird dieser Fluoreszenzstoff allgemein verwendet, da sich unter den Magnetpulvern auch solche aus den USA und aus Japan befanden. Es ist sehr wahrscheinlich, daß auch die restlichen nicht spektral untersuchten Magnetpulver den gleichen Fluoreszenzstoff verwenden, dessen Farbe gelbgrün ist. Lediglich ein Magnetpulver weist einen deutlich anderen Verlauf auf (Verlauf 2., orange). Zum Vergleich ist die Leuchtdichteverteilung eines fluoreszierenden Eindringmittels angegeben (Verlauf 3., Eindringmittel), das ebenfalls gelbgrün fluoresziert. Die Leuchtdichte  $L$  und die spektrale Verteilung aller Magnetpulver ist im interessierenden Bereich (320 bis 400 nm) unabhängig von der anregenden Wellenlänge und proportional zur Bestrahlungsstärke  $E_e$ . Diese Ergebnisse werden durch Untersuchungen des „Lumogen LT hellgelb“ bestätigt [49].

Um die Fluoreszenz des Magnetpulvers als Stoffkonstante zu bestimmen, müssen die Bestrahlungsstärke und die vom Auge wahrgenommene Leuchtdichte auf einer Magnetpulverfläche gemessen werden. Aus der Bestrahlungsstärke  $E_e$  in  $\text{W/m}^2$  und der Leuchtdichte  $L$  in  $\text{cd/m}^2$  kann ein Fluoreszenzkoeffizient  $\beta$  berechnet werden, der eine Eigenschaft der Magnetpulverfläche ist und diese eindeutig beschreibt.

$$\beta = \frac{L}{E_e} \text{ in } \frac{\text{cd}}{\text{W}} \quad (8)$$

cd = Candela (Einheit der Lichtstärke)

Bei dieser Beziehung handelt es sich um eine Abwandlung der lichttechnischen Bestimmung des Leuchtdichtefaktors nicht selbstleuchtender Oberflächen [50], die dann zulässig ist, wenn die Leuchtdichte unabhängig vom Betrachtungswinkel ist (Lambertscher Strahler).

Bei der Versuchsanordnung wird die Pulverfläche unter  $45^\circ$  bestrahlt und die Leuchtdichte senkrecht zur Fläche gemessen ( $0/45^\circ$ -Geometrie). Stellt man die Meßfläche wie üblich durch Pressen des Pulvers her, so werden alle Teilchen relativ zu ihren Oberflächen gleich bewertet. Magnetpulver können aber nicht an den ferromagnetischen Kern gebundene Fluoreszenzteilchen enthalten. Diese erhöhen die Leuchtdichte der Fläche. Bei der Prüfung tragen sie aber nicht zur Anzeige bei, sondern vermindern den Kontrast, da sie sich auf der Oberfläche des Prüfstückes absetzen und so die Hintergrundfluoreszenz erhöhen. Bei einem Vergleich der Magnetpulver sollte eine solche mögliche Überbewertung ausgeschaltet wer-

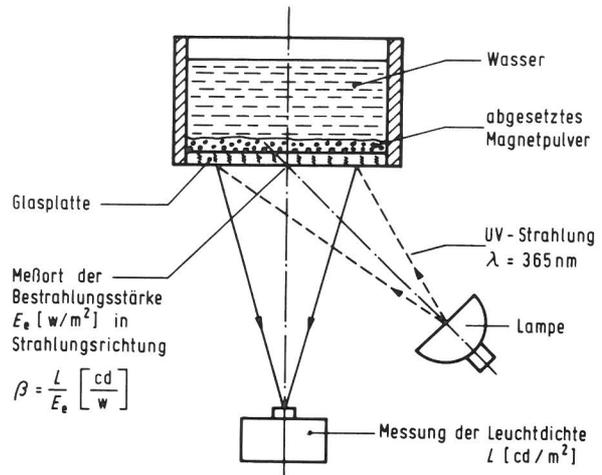


Bild 9  
Anordnung zur Ermittlung des Fluoreszenzkoeffizienten  $\beta$  fluoreszierender Magnetpulver nach DIN 54 132

den. Um dies zu verhindern, wurde die in Bild 9 dargestellte Anordnung vorgeschlagen [51], bei der das Pulver in einem Glasgefäß in Wasser suspendiert wird. Es sedimentiert auf dem Gefäßboden mit definierten optischen Eigenschaften und bildet eine dichte Fläche, die überwiegend aus den größeren spezifisch schwereren Teilchen mit ferromagnetischem Kern besteht (2). Diese Fläche wird von unten durch die Glasplatte bestrahlt und gemessen. Die Bestrahlungsstärkenmessung erfolgt in Strahlungsrichtung. Auf eine Umrechnung auf die Normalkomponente wurde verzichtet, da sich  $E_e$  nur um einen konstanten Wert ( $\text{Cosinus } 45^\circ = 0,71$ ) ändern würde und es sich um eine Relativmessung handelt. Durch die Glasfläche wird die ultraviolette Strahlung um 7 bis 11 % geschwächt. Wegen der anordnungsbedingten Faktoren wird  $\beta$  grundsätzlich etwa um den Faktor 2 zu klein

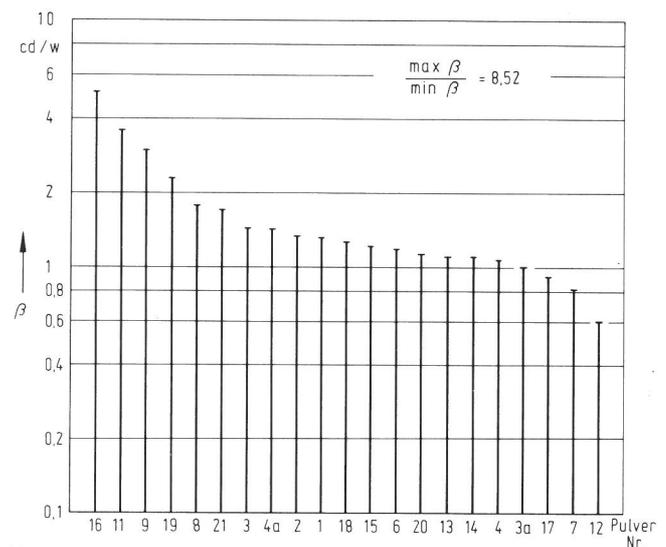


Bild 10  
Fluoreszenzkoeffizient  $\beta$  der untersuchten Magnetpulver

gemessen. Bei einer Relativmessung ist dies jedoch ohne Belang. Dieses Meßverfahren ist in die schon zitierte Norm [5] aufgenommen worden.

Die Fluoreszenzkoeffizienten der untersuchten Magnetpulver sind in Bild 10 dargestellt. Die Werte liegen zwischen 0,6 und 5,1  $\text{cd/w}$ . Der subjektive Eindruck, daß die Leuchtdichten der Magnetpulver sehr unterschiedlich sein können, wird damit bestätigt.

## 2.5 Eigenschaften der Trägerflüssigkeit

Auf die Eigenschaften der Trägerflüssigkeit, die im Zusammenhang mit den durchgeführten Untersuchungen nicht interessant sind (Oberflächenspannung usw. bei Wasser; Flammpunkt bei Prüfölen, soll an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden. Die Verfahren zu ihrer Ermittlung sind in der Norm über Prüfmittel beschrieben [5]. Im folgenden wird deshalb nur auf die Viskosität und die optischen Eigenschaften eingegangen.

Die kinematische *Viskosität* von vier handelsüblichen Prüfölen wurde mit dem Ubbelohde-Viskosimeter bei einer Temperatur von 20°C ermittelt. Die daraus berechneten dynamischen Viskositäten  $\eta$  lagen im Bereich von  $\eta = 1,5$  bis 4,6 mPa s (Wasser:  $\eta = 1,0$  mPa s). Dabei sind Trägerflüssigkeiten mit  $\eta \approx 1,5$  mPa s häufig schon nicht mehr zur Prüfung zugelassen, da der Flammpunkt bei diesen Flüssigkeiten zu niedrig liegt. Die ermittelten Dichten unterscheiden sich nur geringfügig von der des Wassers (0,8 bis 0,9 g/ml).

Die verwendeten Prüföle verhalten sich optisch anders als Wasser, das in dieser Hinsicht als ideal angesehen werden kann. Deshalb sind die *optischen Eigenschaften* der Prüföle von einer gewissen Bedeutung bei der Durchführung der Prüfung. Durch die Absorption der ultravioletten Strahlung und des ausgesendeten Lichtes wird die Leuchtdichte der fluoreszierenden Magnetpulveranzeigen geschwächt. Außerdem kann bei den Prüfölen eine Eigenfluoreszenz auftreten, die den Kontrast zwischen der Anzeige und dem Umfeld vermindert. Beide Eigenschaften können mit der gleichen Anordnung wie der Fluoreszenzkoeffizient der Magnetpulver ermittelt werden (siehe Bild 9), wobei Wasser als Vergleichsflüssigkeit dient [5].

Bei der *Fluoreszenzdämpfung* wird ein beliebiges fluoreszierendes Magnetpulver (die verschiedenen Magnetpulver zeigten in dieser Hinsicht keine wesentlichen Unterschiede) in der beschriebenen Anordnung in Wasser und in dem Prüföl suspendiert und die Leuchtdichten verglichen. Die relative Abnahme im Vergleich zu Wasser wird als Fluoreszenzdämpfung bezeichnet. Die Messungen ergaben bei allen Prüfölen eine nur unwesentliche Minderung der Leuchtdichte.

Die *Eigenfluoreszenz* wird durch den Vergleich der Fluoreszenzen von Wasser und dem Prüföl gewonnen. Die Meßwerte für Wasser liegen sehr niedrig, da das Wasser selbst kaum fluoresziert. Es handelt sich dabei um einen durch Reflexion und Streuung des sichtbaren Anteils der ultravioletten Strahlung hervorgerufenen Wert (Anordnungskonstante). Die Eigenfluoreszenz des am stärksten fluoreszierenden Prüföles lag um den Faktor 6,5 über der des Wassers und beträgt  $\beta = 0,1$  cd/w. Ein Vergleich mit dem am schwächsten fluoreszierenden Magnetpulver ( $\beta = 0,6$  cd/w) zeigt, daß die Eigenfluoreszenz nur ca. 15 % dieses Magnetpulvers beträgt. Daraus ergibt sich keine bei der Prüfung zu beachtende Minderung des Kontrastes. Prüföle sind im allgemeinen „entscheit“, d. h. ihnen sind die Fluoreszenzstoffe entzogen. Nicht in dieser Weise behandelte Öle, die z. T. auch zur Prüfung verwendet werden, können wesentlich höhere Eigenfluoreszenzen aufweisen.

## 2.6 Eigenschaften des Prüfmittels

### 2.6.1 Allgemeine Bemerkungen

Die wichtigste Eigenschaft des Prüfmittels ist der Magnetpulveranteil  $K$ , der durch das Gewicht des Magnetpulvers  $G_p$  bezogen auf das Trägerflüssigkeitsvolumen  $V_f$  beschrieben wird [5].

$$K = \frac{G_p}{V_f} \text{ in g/l} \quad (9)$$

Der ebenfalls wichtige Volumenanteil  $p$  ergibt sich aus (4)

$$p \approx \frac{V_p}{V_f} = \frac{10^3 \cdot K}{\rho} \quad (10)$$

für  $V_f \gg V_p$ .

Umgeschrieben für einzelne Magnetpulverteilchen ergibt sich

$$p = \frac{z \cdot v}{V_f} \quad (10a)$$

für annähernd kugelförmige Teilchen gilt außerdem

$$\frac{o}{v} = \frac{3}{2d} \quad (11)$$

$d$  = Teilchendurchmesser

$z$  = Zahl der Teilchen

$v$  = Teilchenvolumen

$o$  = sichtbare Teilchenfläche (Kreis)

Für eine gleichmäßig mit Magnetpulver bedeckte Anzeigenfläche  $f$  gilt vereinfacht

$$f = z \cdot o$$

Die Teilchen, die zur Anzeigenfläche beitragen, müssen dem durch die magnetischen Kräfte der Materialtrennung festgelegten Prüfmittelvolumen  $V_{fm}$  mit dem Volumenanteil  $p$  entzogen werden. Mit (10), (10a) und (11) ergibt sich

$$f = \frac{3 \cdot p \cdot V_{fm}}{2 \cdot d} = \frac{3 \cdot 10^3 \cdot K \cdot V_{fm}}{2 \cdot d \cdot \rho} \quad (12)$$

Um  $f$  konstant zu halten, muß nach (12) mit steigendem  $\rho$  und  $d$  auch  $K$  erhöht werden. Da grobkörnige Magnetpulver im allgemeinen auch eine höhere Dichte haben (vgl. Bild 1 und 4), muß bei ihnen auch ein höherer Magnetpulveranteil gewählt werden. Dies wird bei den Herstellerangaben über die empfohlenen Magnetpulveranteile zum Teil auch berücksichtigt.

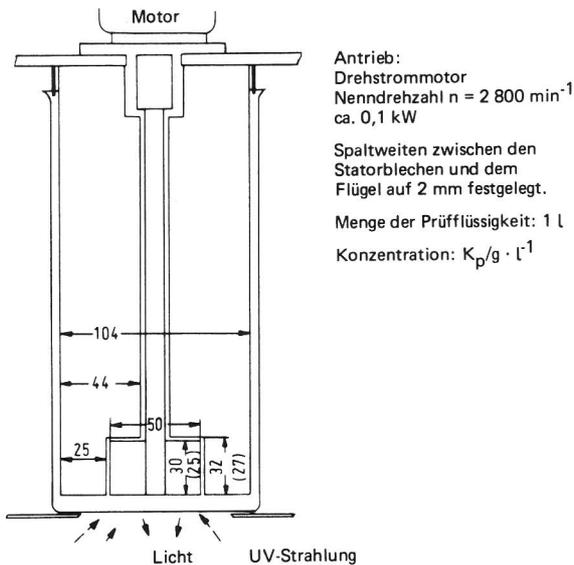
Beim Einsatz in Pumpenkreisläufen wird ein Teil des Magnetpulvers durch die Haftung an den Prüfstücken aus dem Prüfmittel entfernt. Deshalb muß der Magnetpulveranteil ständig kontrolliert werden.

### 2.6.2 Die Betriebsbeständigkeit

Wie schon in 1.2 erläutert, nimmt durch die hydromechanische Belastung in Pumpenkreisläufen die Fluoreszenz des magnetisch aktiven Anteils des Magnetpulvers ab. Die Widerstandsfähigkeit der Magnetpulver gegen diesen Verschleiß, der auch von der Trägerflüssigkeit abhängt, wird als Betriebsbeständigkeit bezeichnet.

Untersuchungen zur Bestimmung der Betriebsbeständigkeit wurden verschiedentlich durchgeführt. In einer neueren Arbeit [52] wird ein Pumpenkreislauf zur Erzeugung der hydromechanischen Belastung verwendet und die Abnahme der Leuchtdichte des Magnetpulvers an natürlichen Fehlern ermittelt. Bereits vor längerer Zeit wurde vorgeschlagen, zur Erzeugung der hydromechanischen Belastung ein leicht nachbaubares Rührwerk zu verwenden [53]. Zur Ermittlung der Ab-

nahme der Fluoreszenz wurde die Leuchtdichte einer mit dem magnetisch aktiven Anteil des Magnetpulvers bedeckten Fläche gemessen. Dies ist einfacher und genauer durchführbar als die subjektive Beurteilung der Qualität von Magnetpulveranzeigen. Diese Vorschläge wurden aufgegriffen und führten zu vergleichenden Messungen an Magnetpulvern [54]. Aufgrund der vorliegenden Ergebnisse wurden die Untersuchungen mit dem Ziel weitergeführt, eine gute Reproduzierbarkeit der hydromechanischen Belastung im Rührwerk zu erreichen und die Leuchtdichtemessung zu verbessern, um das Verfahren normbar zu machen [51].

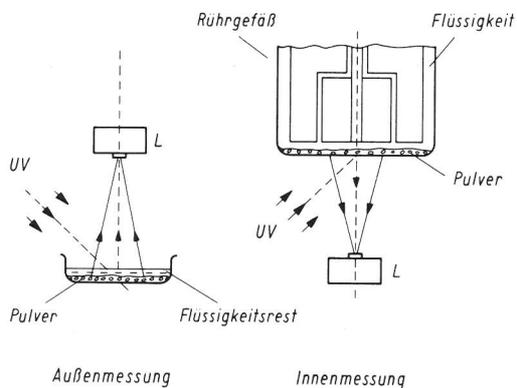


**Bild 11**  
Rührwerk zur Ermittlung der Betriebsbeständigkeit DIN 54 132.  
Rührgefäß: Becherglas, hohe Form 2000 ml nach DIN 12 331

Der Aufbau des entwickelten Rührwerks ist im Bild 11 mit den wichtigsten Abmessungen dargestellt. Es besteht aus einem Rührflügel, der zwischen vier Statorblechen mit einer Drehzahl von  $2\,750 \pm 5\% \text{ min}^{-1}$  läuft. Die wesentliche hydromechanische Belastung tritt in dem 2 mm breiten Spalt zwischen dem Stator und dem Rotor auf.

Um die Leuchtdichte in Abhängigkeit von der Rührzeit messen zu können, muß der Rührvorgang in bestimmten Zeitabständen unterbrochen werden. Hierzu wurden zwei Verfahren erprobt.

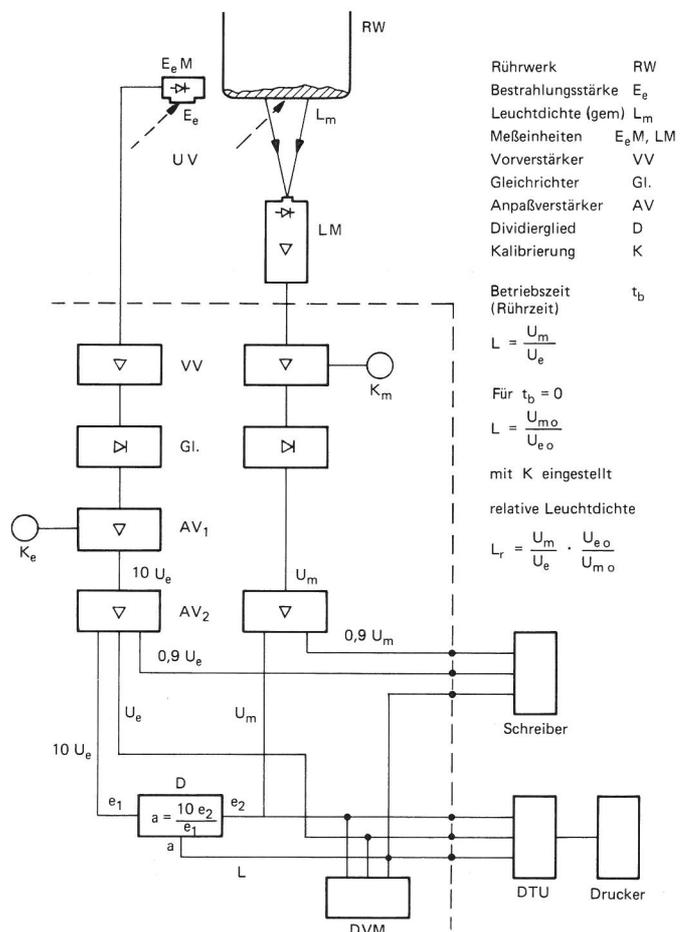
Bei der in Bild 12 links dargestellten Außenmessung wird nach Anhalten des Rührvorganges eine Prüfmittelprobe entnommen. Der magnetisch aktive Anteil wird magnetisch in



**Bild 12**  
Anordnungen zur Außen- und Innenmessung der Leuchtdichte bei der Bestimmung der Betriebsbeständigkeit

einem Gefäß festgehalten und die nichtmagnetischen Anteile mit dem Flüssigkeitsrest abgossen. Die Leuchtdichtemessung des magnetisch aktiven Anteils erfolgt von oben auf die Pulverfläche. Dieses Verfahren ist wegen der umfangreichen Manipulationen zeitraubend und nicht sehr genau.

Um eine automatische, genaue Messung zu ermöglichen, wurde die in Bild 12 rechts dargestellte Innenmessung entwickelt. Beim Anhalten des Rührwerks sedimentiert das Magnetpulver im Rührgefäß auf den Glasboden und bildet eine optisch dichte Schicht, deren Leuchtdichte analog zu 2.4 ermittelt wird. Die optisch dichte Schicht, die Voraussetzung für die Messung ist, hat sich nach ca. 15 min gebildet. Bei dem Verfahren wird vorausgesetzt, daß die schwereren größeren magnetisch aktiven Teilchen eine wesentlich höhere Sinkgeschwindigkeit als die abgetrennten Fluoreszenzteilchen haben (siehe (2)) und den überwiegenden Anteil dieser Schicht bilden. Zu Beginn der Absetzzeit muß das Rührwerk einige Male kurz eingeschaltet werden, um die Schicht zu zerstören, in der sich infolge der Flotation ein großer Teil der Magnetpulverteilchen befindet. Die Meßanordnung ist in Bild 13 dargestellt. Bei der Messung werden



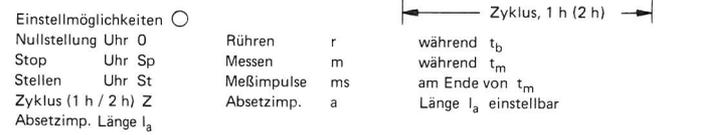
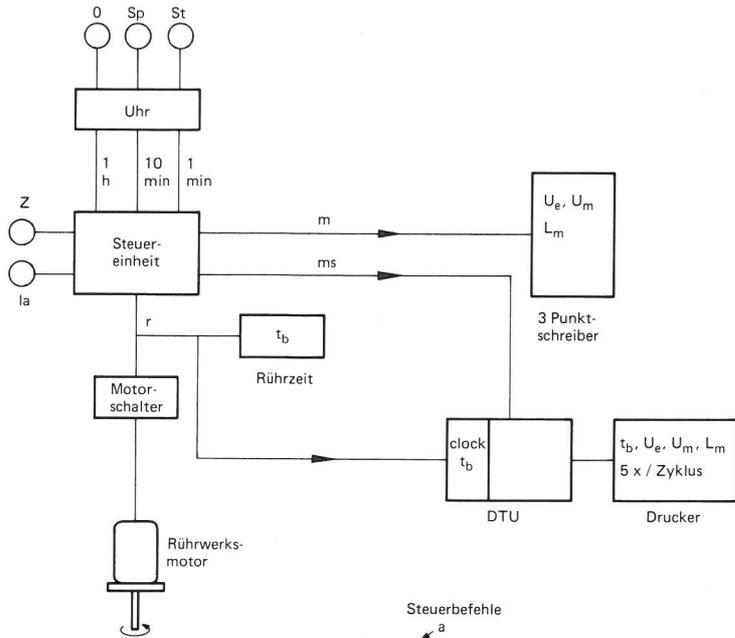
**Bild 13**  
Meßanordnung zur Bestimmung der Betriebsbeständigkeit

eine der Leuchtdichte  $L_m$  proportionale Spannung  $U_m$  und eine der Bestrahlungsstärke  $E_e$  proportionale Spannung  $U_e$  verglichen. Die Ergebnisse werden auf den Beginn der Messung, d. h. auf die Betriebszeit (Rührzeit)  $t_B = 0$  (Index 0) normiert, und man erhält die relative Leuchtdichte:

$$L_r = \frac{U_m}{U_e} \cdot \frac{U_{e0}}{U_{m0}} = f(t_B) \quad (13)$$

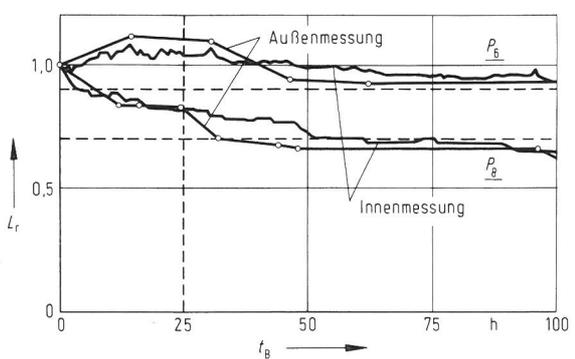
(Für  $t_B = 0$ :  $L_r = 1$ )

Die Registrierung der interessierenden Werte kann analog (Schreiber) oder digital (DTU-Drucker) erfolgen.



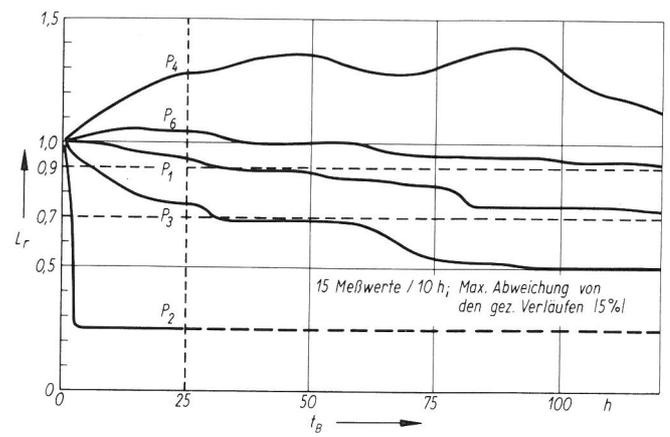
**Bild 14**  
Steuerung des Meßablaufs zur Bestimmung der Betriebsbeständigkeit

Um den Versuchsablauf zu automatisieren, wurde die in Bild 14 dargestellte Steuerung entwickelt. Der Rührzyklus kann auf 1 h oder 2 h eingestellt werden. Die Absetzzeit  $t_m$  beträgt 20 min. Zu Beginn dieser Zeit werden die Absetzimpulse a und nach 15 min die Meßimpulse ms erzeugt. Die automatisch registrierte Rührzeit für einen Zyklus beträgt dann 40 bzw. 100 min. Um die Eignung des Verfahrens zu prüfen, wurden Innen- und Außenmessungen an einer Reihe von Magnetpulvern parallel durchgeführt. Zwei typische Verläufe sind in Bild 15 dargestellt. Für die praktischen Bedürfnisse ist die Übereinstimmung der beiden Meßverfahren befriedigend.



**Bild 15**  
Vergleich zwischen der Innenmessung und der Außenmessung

Beide könnten also zur Bestimmung von  $L_T$  eingesetzt werden. Wegen der großen Zahl der Meßwerte und der immer gleichartigen automatischen Meßprozedur sind die mit der Innenmessung erhaltenen Verläufe aber genauer. Deshalb wurde dieses Verfahren genormt [5].



**Bild 16**  
Leuchtdichte  $L_T$  als Funktion der Betriebszeit. Fünf Magnetpulver als Beispiel. Trägerflüssigkeit: Wasser und Entspannungsmittel

In Bild 16 sind als Beispiel die relativen Leuchtdichten für fünf Magnetpulver in Abhängigkeit von der Betriebszeit aufgetragen. Als Trägerflüssigkeit wurde Wasser mit einem Zusatz von Netz- und Antischaummittel verwendet. Die 19 untersuchten Magnetpulver lassen sich hinsichtlich ihrer Betriebsbeständigkeit in drei Gruppen unterteilen:

**Gruppe 1:** Magnetpulver mit einer kontinuierlichen relativ langsamen Abnahme von  $L_T$  (in Bild 16:  $P_1, P_3, P_6$ ). Für  $t_B = 50$  h ist  $L_T = 0,5 - 1,0$ . Gleichartige Verläufe, die auf den normalen Abrieb des Fluoreszenzstoffs zurückzuführen sind, zeigten 11 der untersuchten Magnetpulver.

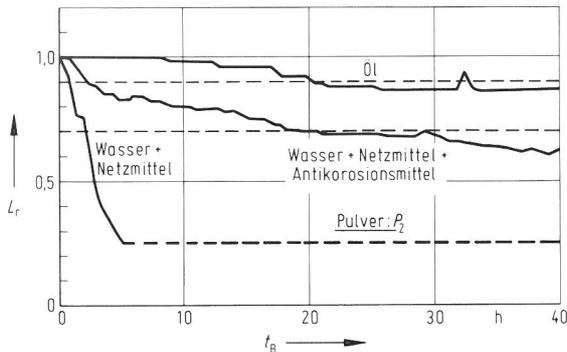
**Gruppe 2:** Magnetpulver mit einem schnellen Absinken auf  $L_T < 0,5$  (in Bild 16:  $P_2$ ). Die Zerstörung des Magnetpulvers erfolgt durch Rosten des aus Reineisen bestehenden ferromagnetischen Kerns. Dieses Verhalten zeigten die Magnetpulver  $P_2, P_9, P_{11}, P_{14}, P_{16}$ . Sie zeichnen sich durch hohe Dichten (siehe Bild 1) und Suszeptibilitäten (siehe Bild 6) aus. Der umgekehrte Schluß ist aber nicht immer möglich, wie die Magnetpulver  $P_{20}$  und  $P_{21}$  zeigen, die zur Gruppe 1 zu rechnen sind.

**Gruppe 3:** Magnetpulver mit einem deutlichen Anstieg der relativen Leuchtdichte (in Bild 16:  $P_4$ ). Bei ihnen wird vermutlich während des Rührens durch das Bindemittel verdeckte Fluoreszenzstoffe freigelegt. Dies Verhalten zeigten drei der untersuchten Magnetpulver.

Um den Einfluß der ermittelten relativen Leuchtdichten auf die Erkennbarkeit der Anzeigen nachzuweisen, wurden Anzeigen auf einem handelsüblichen Kontrollkörper ([55] siehe Bild 24) vor und nach dem Rührversuch erzeugt. Die Fotografien der Anzeigen wurden verglichen. Es zeigte sich, daß relativ kleine Leuchtdichteunterschiede ( $\delta L_T \sim 0,1$ ) bereits erkennbar sind. Auf diese Weise wurde z. B. auch festgestellt, daß der anomale Anstieg von  $L_T$  bei den Magnet-

pulvern der Gruppe 3 mit einer besseren Erkennbarkeit der Anzeigen verbunden ist.

Der Einfluß der Trägerflüssigkeit ist bei den Magnetpulvern der Gruppe 2 deutlich feststellbar. Als Beispiel ist in *Bild 17* das Verhalten von  $P_2$  dargestellt. Wie man sieht, kann die Betriebsbeständigkeit durch die Zugabe eines Rostschutzmittels verbessert werden. Eine weitere Verbesserung läßt sich durch die Verwendung von Prüföl als Trägerflüssigkeit erreichen. Diese Ergebnisse müssen bei der Verwendung der Magnetpulver der Gruppe 2 unbedingt beachtet werden, da ohne die Zugabe von Rostschutzmittel keine sichere Prüfung möglich ist. Bei der Verwendung von Prüfölen wird auch die Betriebsbeständigkeit der Magnetpulver der Gruppe 1 etwas verbessert.



*Bild 17*  
Einfluß der Trägerflüssigkeit auf die Betriebsbeständigkeit (Beispiel)

### 3. Messung der Leuchtdichte von Magnetpulveranzeigen

Obwohl immer wieder versucht wird, Magnetpulveranzeigen meßtechnisch zu erfassen und automatisch auszuwerten [56], wird bei der Anwendung des Verfahrens praktisch nur eine visuelle Auswertung durchgeführt. Die Erkennbarkeit der Anzeigen kann durch den Kontrast  $K_1$ , der vom Auge wahrgenommenen Leuchtdichte der Anzeige  $L_w$  und des Umfeldes  $L_u$  beschrieben werden:

$$K_1 = \frac{L_w - L_u}{L_w + L_u} \quad (14)$$

Der nach dieser Definition [ 7 ] für fluoreszierende Magnetpulver erzielbare maximale Kontrast ist  $K_1 = +1$  ( $L_u = 0$ ). Bei den kleinen Sch winkeln, unter denen die Anzeigenbreite wahrgenommen wird, nimmt die Erkennbarkeit der Anzeigen mit der Breite  $B$  der Anzeigen zu (siehe auch 1.1).

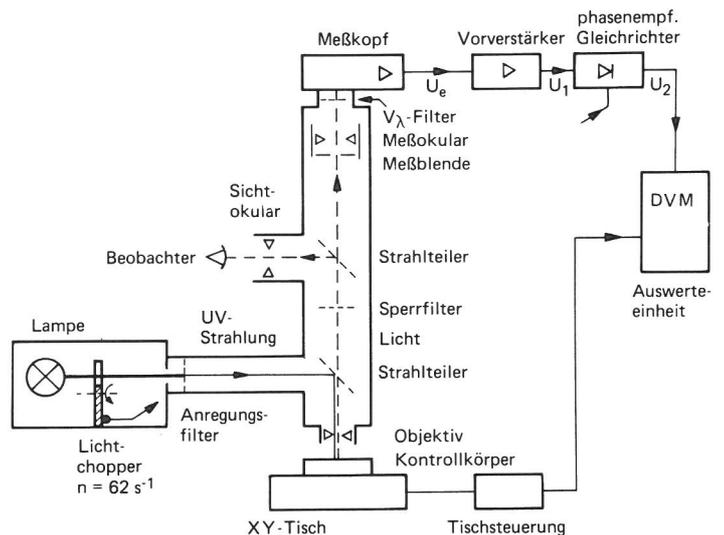
$$L_w = B \cdot L_a \quad (15)$$

$L_a$  = Leuchtdichte der Anzeigenfläche.

Jede visuelle Bewertung hat den Nachteil der Subjektivität des Sehvorganges, der nur durch aufwendige Beurteilungsmaßstäbe und Mittlung über eine größere Zahl von Beobachtern ausgeglichen werden kann. Zur Beurteilung der Qualität von Magnetpulvern ist eine quantitative Bewertung der Anzeigen zweckmäßiger. Dazu müssen die Leuchtdichte der Anzeige und des Umfeldes gemessen und der Kontrast berechnet werden [23]. Messungen dieser Art wurden – soweit bekannt – bisher nicht durchgeführt. In den folgenden Abschnitten wird eine entwickelte Leuchtdichtemeßanordnung beschrieben und die an den untersuchten Magnetpulvern durchgeführten Messungen erläutert.

### 3.1 Meßanordnung

In *Bild 18* ist der Aufbau der Leuchtdichtemeßanordnung dargestellt. Es handelt sich um ein Universalmikroskop, das zur Erzeugung der ultravioletten Strahlung von 365 nm mit einer speziellen Beleuchtungseinrichtung (Quecksilberdampf-höchstdrucklampe, Anregungsfilter) ausgestattet ist. Die Strahlung gelangt durch das Objektiv auf den Kontrollkörper, auf dem sich die Magnetpulveranzeigen befinden. Das von den Anzeigen ausgesendete Licht wird in dem Meßkopf gemessen. In dem Okular befindet sich eine Meßblende, durch die die Bewertungsfläche auf dem Objekt festgelegt wird. Die spektrale Empfindlichkeit des Meßkopfes ist durch ein  $V_\lambda$ -Filter dem Empfindlichkeitsverlauf des Auges ange-



*Bild 18*  
Meßeinrichtung zur Ermittlung der Leuchtdichte von Magnetpulveranzeigen

paßt. Die erforderliche hohe Empfindlichkeit konnte mit Hilfe einer Silizium-Schottky-Diode als Empfänger [57, 58] mit Batteriespeisung, der Verwendung von Wechselstrahlung (Lichtchopper  $62 \text{ s}^{-1}$ ), selektivem Vorverstärker und einer phasenempfindlichen Gleichrichtung erreicht werden. Typische Werte für das Lichtsignal einer Anzeige sind ein Fotostrom von 50 pA bei einem Störabstand  $> 30 \text{ dB}$ .

Zur Gewinnung des Meßsignals wird die Meßfläche senkrecht zur Anzeigenrichtung mäanderförmig abgetastet. Hierzu wurde eine im Vergleich zu aufwendigen Digitalsystemen [59] einfache analoge Steuerung entwickelt, die eine ausreichende Positioniergenauigkeit  $< 10 \mu\text{m}$  aufweist. Das Blockschaltbild der Steuerung mit dem Funktionsablauf ist in *Bild 19* dargestellt. Sie ist so universell ausgelegt (binäre Vorgabe der Zeilenzahl; Einstellmöglichkeiten für Zeilenlänge, Zeilenabstand, Abtastungsgeschwindigkeit, Position und Möglichkeit des manuellen Betriebes), daß sie an alle auftretenden Abtastaufgaben angepaßt werden kann.

Beim Abtasten einer genügend langen Zeile quer zur Anzeigenrichtung erhält man die Leuchtdichte der Anzeige  $L_w$  und des Umfeldes  $L_u$ . Da die Magnetpulveranzeigen sehr ungleichförmig sein können, muß immer ein größerer Anzeigenbereich mit mehreren Zeilen abgetastet werden. Die Ergebnisse der Einzelzeilen werden für den gewählten Anzeigenbereich gemittelt.

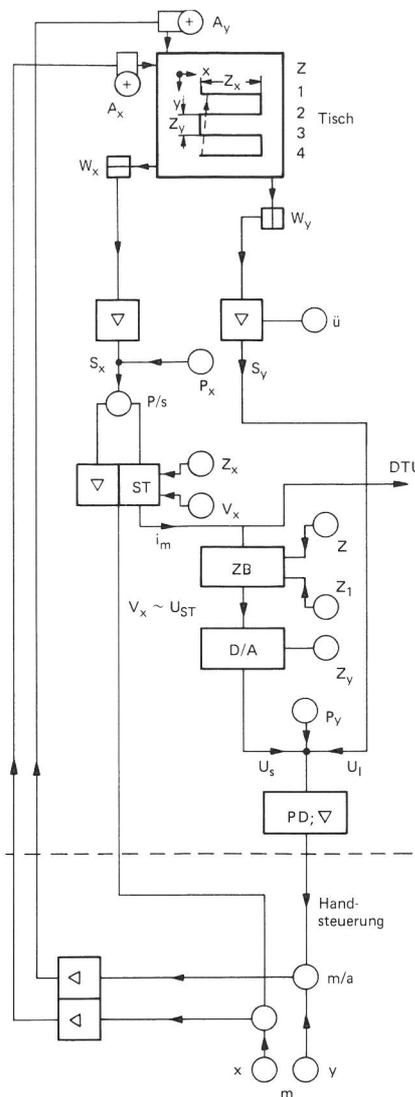


Bild 19  
Tischsteuerung für die Leuchtdichte-Meßeinrichtung

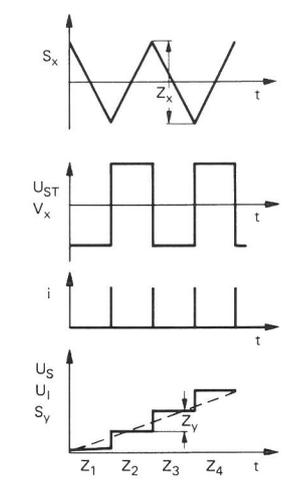


Bild 20  
Aufbringen der Anzeige auf die Kontrollkörper

der Oberfläche und die Trocknung. Die Abspülung hat sich als vorteilhaft erwiesen, da die zusätzliche Anzeigenverbreiterung während des Ablaufs durch vorbeigeschwemmte Magnetpulverteilchen zu einer zusätzlichen Meßunsicherheit führt. Sie kann aber nur durchgeführt werden, wenn keine Umfeldbewertung erfolgt.

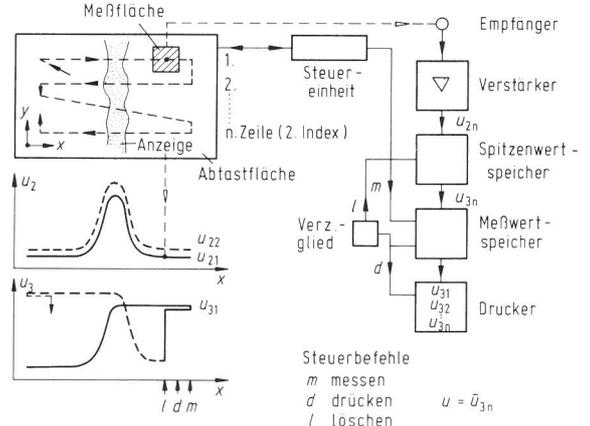


Bild 21  
Auswertung des bei der Abtastung von Magnetpulveranzeigen entstehenden Signals

### 3.2 Versuchsdurchführung

Zur Bewertung der Magnetpulver wurden Anzeigenbereiche auf zwei handelsüblichen Kontrollkörpern [55, 60] ausgewählt, die in Bild 22 und Bild 24 abgebildet sind. Diese Kontrollkörper benötigen keine äußere Magnetisierung (Magnetisierung in Remanenz bzw. durch eingebauten Ferrit) und gestatten auch visuell eine gute Anzeigenbeurteilung. Sie haben sich deshalb gegenüber der großen Zahl vorgeschlagener anderer Kontrollkörper [1] in Deutschland in letzter Zeit zunehmend durchgesetzt. Allerdings ist bei diesen Kontrollkörpern eine Bewertung der Umfeldleuchtdichte nicht sinnvoll, da diese von der Oberflächenstruktur und der Magnetisierung abhängt. Beide Größen sind durch den Kontrollkörper vorgegeben. Deshalb wurde für die Beurteilung der Magnetpulver auf die Bestimmung des Kontrastes zunächst verzichtet und nur die Anzeigenleuchtdichte  $L_w$  bewertet. Es ergeben sich dadurch auch Vereinfachungen in der Auswertung, auf die noch eingegangen wird.

Zum Aufbringen der Anzeige wurde die in Bild 20 dargestellte Bespüleeinrichtung verwendet, bei der der Kontrollkörper in das möglichst homogen suspendierte Prüfmittel für eine vorgegebene Zeit ( $t = 10$  s) getaucht wird. Danach erfolgen die Abspülung der überflüssigen Magnetpulverteilchen von

Da bei der Abtastung der Anzeige das Umfeldsignal nicht berücksichtigt zu werden braucht, kann die Auswertung auf die in Bild 21 dargestellte Weise vereinfacht werden. Vom Spannungsverlauf  $U_2$  bei der Abtastung einer Zeile wird der auftretende Spitzenwert gespeichert ( $U_3$ ) und bei Zeilenende ausgedruckt. So lange die Anzeige schmaler ist als die Meßfläche, liefert er nach Gleichung (14) die vom Auge wahrgenommene Leuchtdichte  $L_w$ . Bei den durchgeführten Untersuchungen war die Kantenlänge der quadratischen Meßfläche 0,1 mm, d. h. bis zu einem Schwinkel von 1,4' (siehe 1.1) ist die Beziehung (14) erfüllt. Zur Auswertung wurde zunächst der Mittelwert aus den Spitzenwerten der gemessenen Zeilen gebildet.

$$u = \bar{u}_{3n}$$

Dieser Wert wurde auf die von einem Fluoreszenzstandard erzeugte Spannung  $u$  bezogen, um unabhängig von den Lampenschwankungen, Änderungen im Strahlengang usw. zu sein. Für den ausgemessenen Anzeigenbereich erhält man die relative Anzeige  $A_r$ :

$$A_r = \frac{u}{u_s} \tag{15}$$

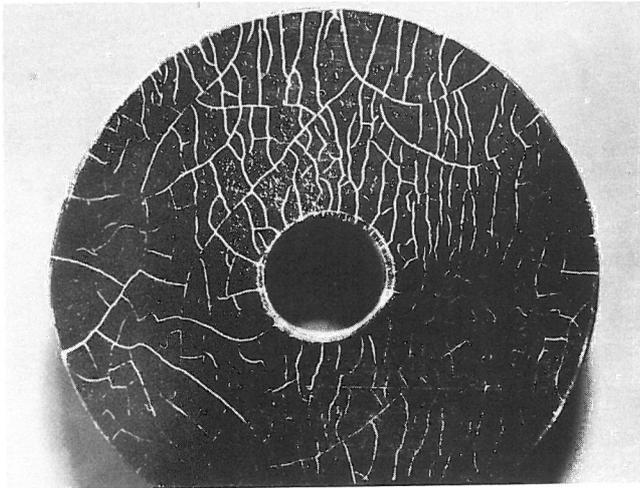


Bild 22  
Kontrollkörper nach MTU; Bildhöhe ca. 48 mm

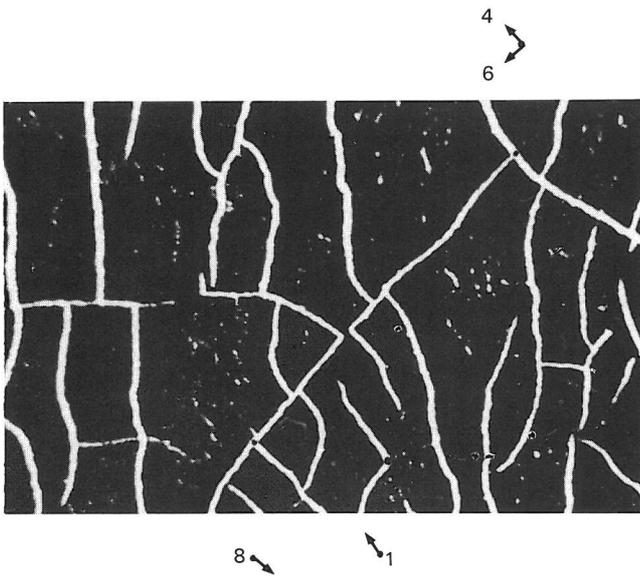


Bild 23  
Kontrollkörper nach MTU; Ausschnitt. Bildhöhe ca. 8 mm.  
Anzeigenbereiche: 1, 4, 6, 8, d. h.  $MTU_1$ ,  $MTU_4$ ,  $MTU_6$ ,  $MTU_8$

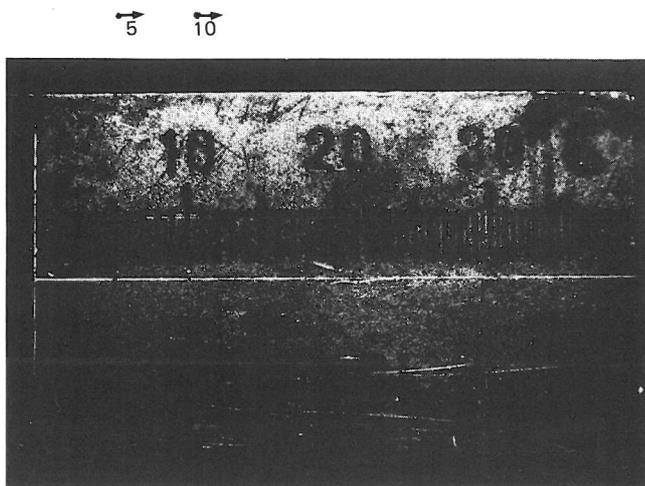


Bild 24  
Kontrollkörper nach Deutsch (Bezeichnung  $D_1$ ).  
Bildhöhe ca. 28 mm, Anzeigenbereiche: 5, 10, d. h.  $D_1/5$ ,  $D_1/10$

Auf den beiden Kontrollkörpern (Kurzbezeichnung MTU und  $D_1$ ) wurden sechs Anzeigenbereiche zur Auswertung ausgesucht, die sich genau reproduzieren lassen und deren Umgebung nicht durch andere Anzeigen gestört wurde. Diese Anzeigenbereiche sind in Bild 22 und Bild 23 gekennzeichnet. Grundsätzlich wurde mit acht Zeilen und einem Zeilenabstand von 0,1 mm gearbeitet, so daß ein Bereich von 0,8 mm lückenlos überdeckt wurde. Bei der Auswertung der MTU-Anzeigen wurden jedoch die 1. und teilweise auch die 2. Zeile nicht berücksichtigt, da dort wegen des Kreuzungspunktes der Anzeigen eine eindeutige Auswertung nicht möglich ist. Um die relativ großen Schwankungen bei der Bepflügelung auszugleichen, mußten der Bepflügelvorgang und die Messung dreimal wiederholt werden. Der sich durch Mittelung ergebende Wert der relativen Anzeige  $A_r$  besteht also aus 18 bis 24 Meßwerten, d. h. einer Anzeigenlänge von insgesamt 1,8 bis 2,4 mm.

### 3.3 Meßergebnisse

#### 3.3.1 Relative Anzeigen der Magnetpulver

Zum Vergleich wurde für alle Magnetpulver der gleiche Magnetpulveranteil  $K = 1$  g/l gewählt. Von den sechs untersuchten Anzeigenbereichen wurden drei ausgewählt, bei denen sich der mittlere Wert der relativen Anzeige  $A_r$  jeweils etwa um den Faktor 2 unterscheidet.

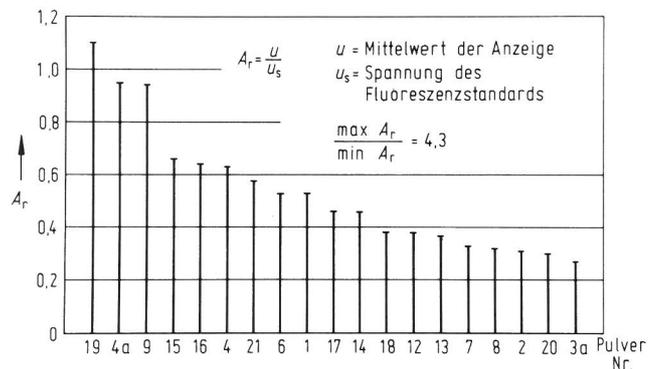


Bild 25  
Relative Anzeigen  $A_r$  der Magnetpulver; Bereich  $D_1/10$

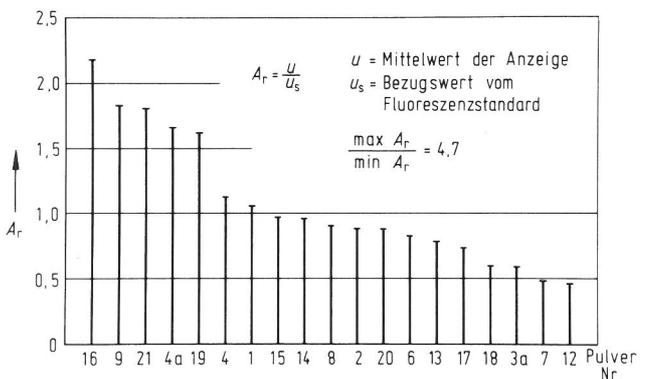


Bild 26  
Relative Anzeigen  $A_r$  der Magnetpulver; Bereich:  $MTU_4$

Die Ergebnisse der Messungen sind in den Bildern 25, 26 und 27 dargestellt. Bei allen drei Anzeigenbereichen unterscheiden sich das Pulver mit dem höchsten und dem niedrigsten Wert für  $A_r$  etwa um den Faktor 4,5. Es sind jedoch bei den Anzeigenbereichen charakteristische Umgruppierungen der Reihenfolge der Magnetpulver festzustellen, auf die noch eingegangen wird. Aus den Bildern kann die Eignung der Magnetpulver für bestimmte Aufgaben (allgemeine An-

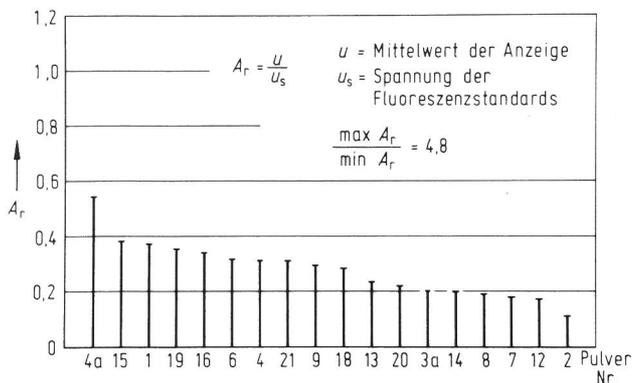


Bild 27  
Relative Anzeigen der Magnetpulver; Bereich:  $MTU_6$

wendung, Nachweis grober Fehler, Nachweis feiner Fehler) abgelesen werden.

Mit zwei Magnetpulvern konnten keine auswertbaren Anzeigen hergestellt werden. Das Pulver  $P_{11}$  ist so grob ( $d_m = 41 \mu m$ , siehe Bild 4), daß es wegen der hohen Sedimentationsgeschwindigkeit in der Bespüleinrichtung nicht in Suspension gehalten werden konnte. Nach den vorliegenden Erfahrungen ist dies dann auch bei den in der Praxis üblichen Bespüleinrichtungen der Fall, so daß dieses Magnetpulver für normale Anwendungen ausscheidet. Sein praktischer Einsatz ist wahrscheinlich nur mit speziellen Bespüleinrichtungen möglich. Bei dem Magnetpulver  $P_3$  kann es wegen der niedrigen Suszeptibilität  $\kappa_{0,1}$  (siehe Bild 6) nicht zu einer Anzeige kommen. Auf dieses Magnetpulver wird unter 4.3 noch eingegangen werden.

### 3.3.2 Einfluß des Magnetpulveranteils

Der Einfluß des Magnetpulveranteils  $K$  auf die Anzeigen ist in Bild 28 dargestellt. Es wurde für zwei typische Magnet-

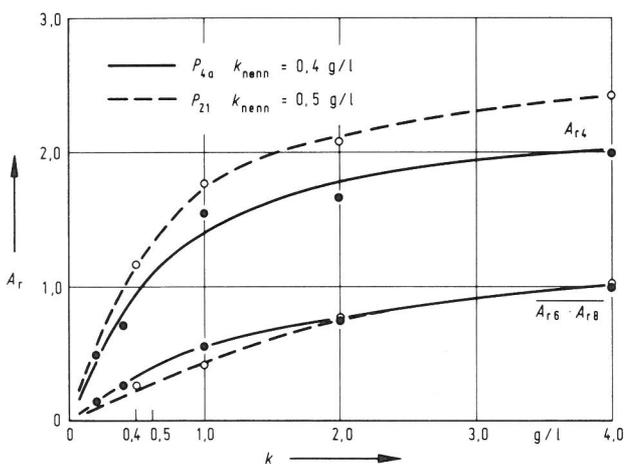


Bild 28  
Relative Anzeigen in Abhängigkeit vom Magnetpulveranteil  $K$ . Mittelwert der Bereiche  $MTU_6$ ,  $MTU_8$ :  $A_{r6} \cdot A_{r8}$ ;  $t = 10 s$  (zwei Magnetpulver als Beispiel)

pulver die Abhängigkeit von  $K$  für eine grobe Anzeige ( $MTU_4$ ) und für den Mittelwert von zwei etwa gleichartigen feinen Anzeigen

$$\overline{A_{r6} \cdot A_{r8}}$$

(Verringerung der Streuung) ermittelt. Die Verläufe zeigen, daß  $A_r$  mit steigendem  $K$  einem Grenzwert zustrebt.

Außerdem fällt auf, daß die vom Hersteller empfohlenen Werte  $K_{nenn}$  relativ niedrig liegen. Diese Aussage kann auf alle übrigen Magnetpulver verallgemeinert werden, da diese außer mit  $K = 1 g/l$  noch für den Wert  $K = K_{nenn} = 0,15$  bis  $1,5 g/l$  durchgemessen wurden. Um eine möglichst gute Erkennbarkeit der Anzeigen zu erhalten, darf  $K$  aber nicht beliebig erhöht werden, da dann die steigende Untergrundfluoreszenz, die von der Magnetisierung und der Oberflächenstruktur abhängt, den Kontrast vermindern würde. Mit Einschränkungen kann  $K = 2$  bis  $3 K_{nenn}$  empfohlen werden [4]. Die allgemein sehr niedrigen Angaben für  $K_{nenn}$  sind daraus zu erklären, daß die Hersteller die Sparsamkeit ihrer Magnetpulver hervorheben möchten.

Für die Anzeigenbildung ist wie in 2.6 dargelegt der Volumenanteil maßgebend. Da jedoch die Angabe des Magnetpulveranteils (Gewichtsanteil) allgemein für das Prüfmittel vorgeschrieben ist [5], wurden auch die unter 3.3.1 durchgeführten Untersuchungen auf diesen bezogen.

### 3.3.3 Einfluß der Bespülzeit

Der in Bild 29 dargestellte Einfluß der Bespülzeit  $t$  ist in gleicher Weise wie der Magnetpulveranteil (Bild 28) ermit-

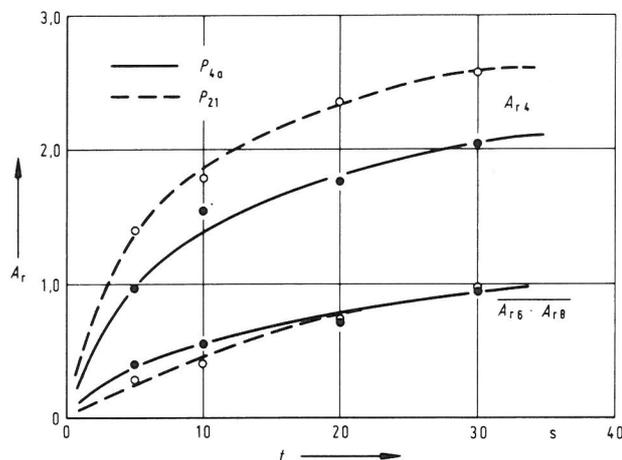


Bild 29  
Relative Anzeigen in Abhängigkeit von der Bespülzeit  $t$ .  $K = 1 g/l$

telt worden. Beide Verläufe ähneln sich stark, da die Zahl der zur Anzeige beitragenden Magnetpulverteilchen proportional zu  $K$  und  $t$  ist. Angaben über optimale Bespülzeiten lassen sich aber nicht machen, da diese stark von der Prüftechnik (Art der Bespülung, Nachmagnetisierung, Remanenz usw.) abhängen.

### 3.3.4 Einfluß der Viskosität der Trägerflüssigkeit

Nach dem Stoke'schen Gesetz (1), nach dem die Teilchen einen zur Viskosität proportionalen Strömungswiderstand haben, ist zu erwarten, daß sich die relativen Anzeigen  $A_r$  umgekehrt proportional zur Viskosität verhalten. Dies konnte bei einem Prüfül als Trägerflüssigkeit mit einer Viskosität  $\eta = 4,6 m Pa s$  bei drei Magnetpulvern auch bestätigt werden. Bei der Versuchsdurchführung wurde das Prüfül nach der Bespülung vorsichtig mit einem Lösungsmittel entfernt und die trockenen Anzeigen mit den bei der Trägerflüssigkeit Wasser erhaltenen Anzeigen verglichen. Bei dem Prüfül ist  $A_r$  im Mittel um den Faktor 0,31 niedriger. Zu erwarten war nach (1) eine Reduktion auf den Faktor 0,22.

Dieser Zusammenhang gilt jedoch nur, wenn durch die Ver-

wirbelung bei dem Bepulvorgang die Sinkgeschwindigkeit der Magnetpulverteilchen im Mittel null ist (keine Sedimentation). Dies ist bei der üblichen Spültechnik mit annähernd horizontalen Prüfflächen nicht der Fall, bei der die vom Streufeld ausgehende Kraft und die Schwerkraft vertikal gerichtet sind. Die Anzeigenbildung kommt dann hauptsächlich während der Nachmagnetisierung zustande, bei der die Bepulung abgeschaltet ist und das Prüfmittel sich als Flüssigkeitsschicht relativ langsam auf der Prüffläche bewegt. In diesem Fall wird die Sinkgeschwindigkeit mit steigender Viskosität ebenfalls herabgesetzt, so daß die von dem Streufluß ausgehende Kraft länger auf die Magnetpulverteilchen wirken kann, bis sie sich auf der Oberfläche abgesetzt haben. Durch die gegenläufigen Wirkungen findet ein Ausgleich statt, so daß mit den höher viskosen Prüffölen bei den üblichen Anwendungen keine merklich schwächeren Anzeigen zu erwarten sind.

### 3.3.5 Einfluß von Flüssigkeitsschichten über der Anzeige

Die angewendete Auswertung der trockenen Anzeige entspricht nicht der Prüfpraxis bei der Naßprüfung, bei der immer die nasse, d. h. mit einer Flüssigkeitsschicht überdeckte Anzeige beurteilt wird. Um den Einfluß dieser Flüssigkeitsschicht zu ermitteln, wurden trockene und nasse Anzeigen miteinander verglichen. Bei der Trägerflüssigkeit Wasser ist die nasse Anzeige um den Faktor ca. 0,63 schwächer. Dies bestätigt die Tatsache der höheren Fluoreszenz der Anzeigen bei der Trockenprüfung. Bei der Trägerflüssigkeit Prüfföl wurde eine Minderung um den Faktor ca. 0,58 festgestellt. Zwischen Wasser und Prüfföl bestehen also, wie nach 2.5 zu erwarten, keine wesentlichen Unterschiede. Diese Aussagen stellen aber nur eine qualitative Tendenz dar, da die Dicke der Flüssigkeitsschicht weder bei den Messungen noch bei der Anwendung genügend genau ermittelt werden kann.

## 4. Einflüsse der Eigenschaften der Magnetpulver auf die Erkennbarkeit der Anzeigen

Die in 2. und 3. beschriebenen Untersuchungen ermöglichen es, den Einfluß der Eigenschaften untereinander und ihre Auswirkungen auf die Erkennbarkeit der Anzeigen zu beschreiben. Dadurch wird eine quantitative Beurteilung der Magnetpulver möglich.

### 4.1 Zusammenhang zwischen der Dichte und der Suszeptibilität

Aufgrund der Zusammensetzung des fluoreszierenden Magnetpulvers (1.2 und 2.1) ist eine Korrelation zwischen der

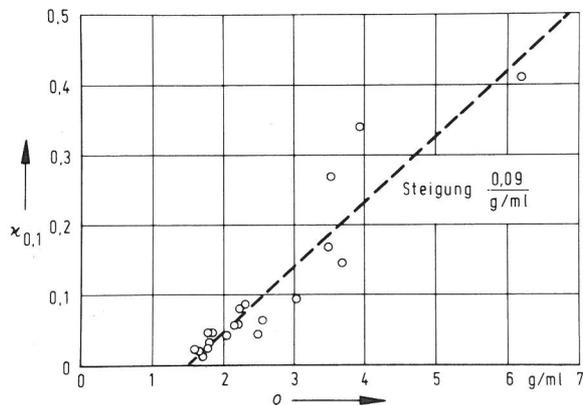


Bild 30  
Suszeptibilität  $\kappa_{0,1}$  der Magnetpulver in Abhängigkeit von der Dichte  $\rho$

Dichte  $\rho$  und der Suszeptibilität  $\kappa_{0,1}$  zu erwarten. Im Bild 30 sind die Magnetpulver mit ihren Werten für  $\kappa_{0,1}$  und  $\rho$  eingetragen. Man erkennt den eindeutigen Zusammenhang zwischen  $\rho$  und  $\kappa_{0,1}$ , der sich durch eine mittlere Gerade mit der Steigung von 0,09 ml/g beschreiben läßt. Damit ergibt sich die bisher kaum beachtete Möglichkeit des Rückschlusses von der Dichte auf die Suszeptibilität zur Beurteilung der magnetischen Eigenschaften. Diese Korrelation ist bei den nicht fluoreszierenden Magnetpulvern besser und wurde auch schon zu ihrer Beurteilung herangezogen [24], ohne allerdings einen relevanten Zusammenhang zur Erkennbarkeit der Anzeigen festzustellen. Bei den nicht fluoreszierenden Magnetpulvern, die überwiegend aus der magnetisch aktiven Substanz bestehen, sind auch die Werte für  $\kappa_{0,1}$  höher als bei dem fluoreszierenden Magnetpulver. Sie weisen deshalb auch grundsätzlich eine höhere Empfindlichkeit auf. Diese kann aber praktisch nur selten ausgenutzt werden (z. B. schwarze Anzeigen auf blanken Teilen bei optimaler Beleuchtung), da die vom Kontrast abhängende Fehlererkennbarkeit schlechter ist.

Die auf Magnetpulverteilchen wirkende Kraft wird durch (3) beschrieben. Die daraus resultierende Beschleunigung zur Materialtrennung hin ist für die Anzeigenbildung maßgebend und ein die Breite der Anzeige bestimmender Faktor.

$$b = \frac{k}{m} = \frac{\kappa \cdot v}{m} \cdot H \cdot \text{grad } H = \frac{\kappa}{\rho}, H \cdot \text{grad } H \quad (16)$$

$$m = \rho \cdot v = \text{Masse des Teilchens}$$

Der vom Magnetpulver herrührende Anteil kann mit der Annahme  $\kappa = \kappa_{0,1}$  (siehe 2.3) zu der als dichtebezogene Suszeptibilität  $\kappa_{\rho}$  bezeichneten Größe zusammengezogen werden.

$$\kappa_{\rho} = \frac{\kappa_{0,1}}{\rho} \quad (17)$$

Die dichtebezogenen Suszeptibilitäten der untersuchten Magnetpulver sind in Bild 31 dargestellt. Der Faktor zwischen

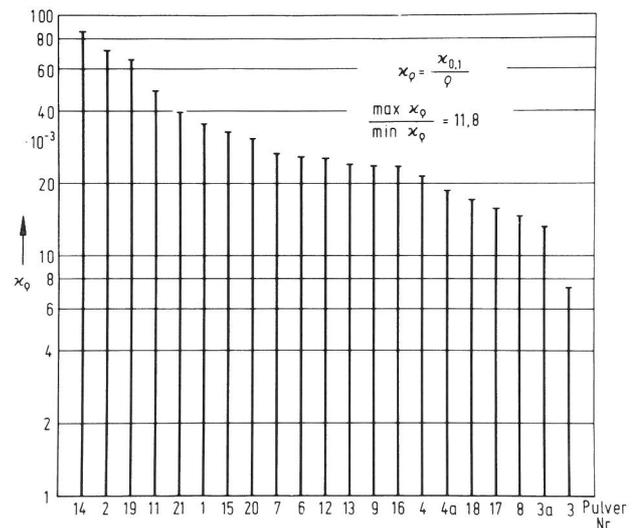
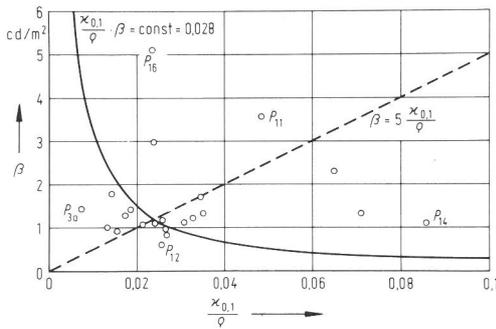


Bild 31  
Dichtebezogene Suszeptibilität  $\kappa_{\rho}$  der Magnetpulver

dem größten und dem kleinsten Wert von  $\kappa_{\rho}$  beträgt 11,8. Im Vergleich zu dem entsprechenden Faktor von  $\kappa_{0,1}$  (siehe Bild 6) hat sich sein Wert um den Faktor 3 reduziert. Dies ist auf den deutlichen Zusammenhang zwischen  $\kappa_{0,1}$  und  $\rho$  zurückzuführen (siehe Bild 30).

#### 4.2 Zusammenhang zwischen der dichtebezogenen Suszeptibilität und dem Fluoreszenzkoeffizienten

In Bild 32 sind die untersuchten Magnetpulver mit ihren Werten für  $\kappa_\rho$  und  $\beta$  eingetragen. Die extrem liegenden Pulver sind gekennzeichnet. Aufgrund der Zusammensetzung der Magnetpulver wäre zu erwarten, daß Pulver mit kleineren Werten für  $\beta$  große Werte für  $\kappa_\rho$  haben und umgekehrt. Dann müßten die Pulver auf der Hyperbel  $\beta \cdot \kappa_\rho = \beta \cdot \kappa_{0,1} / \rho = \text{const}$  liegen [25]. Dieser Zusammenhang ist aber nicht erkennbar. Er wird durch den unterschiedlichen Bindemittelanteil und das verschiedenartige ferromagnetische Grundmaterial überdeckt.



**Bild 32**  
Dichtebezogene Suszeptibilität  $\kappa_\rho$  und Fluoreszenzkoeffizient  $\beta$  der Magnetpulver  
— mittleres Verhältnis zwischen  $\kappa_{0,1}/\rho$  und  $\beta$   
- - - mittlerer Wert für  $\kappa_{0,1}/\rho \cdot \beta$

Es ist zu erwarten, daß Magnetpulver mit hohen Werten für  $\kappa_\rho$  und  $\beta$  auch gute Anzeigeeigenschaften aufweisen. Qualitativ gleichartige Pulver müßten auf der Hyperbel  $\beta \cdot \kappa_{0,1} / \rho$  liegen. Darauf wird im nächsten Abschnitt eingegangen werden.

#### 4.3 Bildung einer Bewertungszahl für Magnetpulver

Aus den in einem gegebenen Prüfmittelvolumen  $V_{fm}$  befindlichen Magnetpulverteilchen kann nach (12) eine Anzeigenfläche  $f = B \cdot \Delta l$  ( $\Delta l$  = Länge des Anzeigenabschnitts) bedeckt werden. Daraus ergibt sich die für die Erkennbarkeit der Anzeigen maßgebende Breite.

$$B = \frac{3 \cdot p \cdot V_{fm}}{2 \cdot d \cdot \Delta l} \quad (18)$$

Das Prüfmittelvolumen, aus dem Teilchen zur Anzeige beitragen können, ist proportional zu der diesen erteilten Beschleunigung  $b$  und der Tauch- oder Bepülzeit  $t$ .

$$V_{fm} = c_1 \cdot b \cdot t$$

Mit (16) ergibt sich

$$V_{fm} = c_1 \cdot t \cdot \frac{\kappa}{\rho} H \cdot \text{grad } H$$

und mit (18) die Breite der Anzeige

$$B = \frac{3 \cdot c_1}{2 \Delta l} t \cdot p \cdot \frac{\kappa}{\rho} H \cdot \text{grad } H$$

Die Erkennbarkeit der Anzeigen  $L_w$  ist nach (15) und (8):

$$L_w = B \cdot L_a = B \cdot C_2 \cdot L = B \cdot C_2 \cdot \beta \cdot E_e$$

$C_2$  berücksichtigt, daß die Leuchtdichte der Anzeige  $L_a$  von

der bei der Ermittlung des Fluoreszenzkoeffizienten gemessenen Leuchtdichte  $L$  verschieden ist (siehe 2.4). Mit der Annahme  $\kappa = \kappa_{0,1}$  (siehe 2.3) ergibt sich

$$L_w = \frac{3 \cdot C_1 \cdot C_2}{2 \cdot \Delta l} t \cdot p \cdot H \cdot \text{grad } H \cdot E_e \cdot \frac{\kappa_{0,1} \cdot \beta}{\rho \cdot d} \quad (19)$$

Die einfache Abhängigkeit von  $t$  und  $p$  gilt nur für schmale Anzeigen, da die auf die Teilchen wirkenden Kräfte als zeitlich und – in einem bestimmten Bereich ( $V_{fm}$ ) – örtlich konstant angenommen wurden. Die gemessenen Abhängigkeiten von  $t$  und  $p$  sind aus den Bildern 28 und 29 zu entnehmen.

Der das magnetische Kraftfeld beschreibende Ausdruck  $H \cdot \text{grad } H$  ist von der Magnetisierung und den Abmessungen der Materialtrennung abhängig.

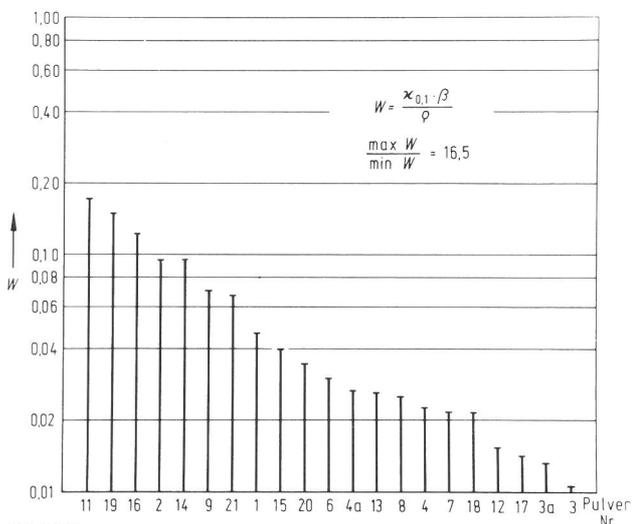
Weiterhin besteht eine lineare Abhängigkeit von der Bestrahlungsstärke  $E_e$ .

In dem Ausdruck  $\kappa_{0,1} \cdot \beta / \rho \cdot d$  sind die Eigenschaften des Magnetpulvers, die die Erkennbarkeit der Anzeigen beeinflussen, zusammengefaßt. Die Aufstellung einer allgemein gültigen Bewertungszahl muß in der Weise geschehen, daß diese unabhängig von allen anderen Prüfparametern ist. Dies ist beim Korndurchmesser  $d$ , für den der mittlere Korndurchmesser  $d_m$  der Korngrößenverteilung eingesetzt werden kann, nicht der Fall. Der Einfluß der Korngröße hängt wesentlich vom Streufeldverlauf ab, der durch die Rißgeometrie bestimmt wird [1]. Die Umfeldleuchtdichte und damit der Kontrast werden durch die Korngröße, die Oberflächenrauheit und die Magnetisierung beeinflusst. Deshalb ist es zweckmäßig, die Korngröße bei der Bewertung nicht zu berücksichtigen. Dann ergibt sich für die Bewertungszahl:

$$W = \frac{\kappa_{0,1} \cdot \beta}{\rho} = \kappa_\rho \cdot \beta \quad \text{in } \frac{\text{cd} \cdot \text{ml}}{\text{w} \cdot \text{g}} \quad (20)$$

Zur Beschreibung des Magnetpulvers ist es aber erforderlich, zusätzlich eine Angabe über die Korngrößenverteilung zu machen. Dies kann vereinfacht durch die mittlere Korngröße  $d_m$  geschehen.

Bei der Darstellung in Bild 32 liegen die Magnetpulver mit gleichem  $W$  auf einer Hyperbel, die für den mittleren Wert aller Magnetpulver  $W = 0,028 \cdot \text{cd} \cdot \text{ml} \cdot \text{w}^{-1} \cdot \text{g}^{-1}$  eingezeichnet ist. Alle Magnetpulver, die über dieser Linie liegen, weisen also überdurchschnittliche Werte für  $W$  auf. In Bild 33



**Bild 33**  
Bewertungszahl  $W$  der Magnetpulver

sind die Magnetpulver nach ihrer Bewertungszahl  $W$  geordnet dargestellt. Ein Vergleich mit Bild 4 zeigt, daß alle grobkörnigen Magnetpulver auch eine hohe Bewertungszahl haben. Dies liegt an der hohen Suszeptibilität der groben Magnetpulver, deren ferromagnetischer Anteil meist aus Reineisen besteht. Bei ihnen kann dann auch der Volumenanteil des Fluoreszenzstoffes ohne merkliche Beeinflussung der dichtebezogenen Suszeptibilität erhöht werden. Das Magnetpulver  $P_{11}$ , das den höchsten Wert für  $W$  aufweist, ist so grobkörnig, daß mit der gewählten Bspüleinrichtung, wie in 3.3 dargelegt, keine Anzeigen erzeugt werden konnten. Auch das Magnetpulver  $P_3$  brachte keine auswertbaren Anzeigen. Es hat die niedrigste Bewertungszahl aller Magnetpulver. Das Pulver  $P_{3a}$ , das nur einen geringfügig höheren Wert für  $W$  hat, liefert aber schon ohne Schwierigkeiten auswertbare Anzeigen. Dieser Effekt läßt sich also mit der niedrigen Bewertungszahl nicht erklären. Aus Bild 6 ist zu entnehmen, daß  $P_3$  einen sehr niedrigen Wert für  $\kappa_{0,1}$  hat (ca. Faktor 2 unter  $P_{3a}$ ). Wahrscheinlich sind die auf die Teilchen ausgeübten Kräfte so gering, daß sie bei der verwendeten Anordnung nicht mehr zur Anzeigenbildung ausreichen. Für dieses Magnetpulver gilt dann die Bewertungszahl nicht, da Mindestwerte für  $\beta$  und  $\kappa_{0,1}$  vorausgesetzt werden müssen. Magnetpulver mit  $\beta = 0$  bzw.  $\kappa_{0,1} = 0$  liefern sicher keine fluoreszierenden Anzeigen.

#### 4.4 Einfluß der Korngröße

Der Einfluß der Korngröße ist von den Abmessungen der Materialtrennung abhängig (abgekürzte Bezeichnungen: Große Fehler gut nachweisbar; kleine Fehler an der Grenze der Nachweisbarkeit).

Feine Magnetpulver sollen für den Nachweis kleiner Fehler besser geeignet sein, da eine optimale Anzeige dann erwartet wird, wenn die Korngröße des Magnetpulvers in der Größenordnung der Breite der Materialtrennung ist (siehe 1.3 und [1]). Dies ist auch in Bild 34 und 35 zu erkennen, bei denen die Anzeigen eines großen Fehlers ( $MTU_4$ ) und eines kleinen Fehlers ( $MTU_6$ ) mit einem groben und einem feinen Magnetpulver gebildet wurden. Man sieht, daß mit dem groben Magnetpulver die Anzeige des kleinen Fehlers kaum als Linie erkannt werden kann. Mit dem feinen Magnetpulver ist dieser Fehler gut nachweisbar. Bei dem großen Fehler liefert das grobe Magnetpulver eine besser erkennbare Anzeige als das feine Magnetpulver. Die Anzeige des feinen Magnetpulvers ist aber ebenfalls gut wahrnehmbar.

Der in den Bildern 34 und 35 anschaulich sichtbare Sachverhalt, daß bei groben Magnetpulvern das Verhältnis der Anzeigen zwischen einem kleinen und einem großen Fehler größer ist als bei feinen Magnetpulvern, wurde allgemein durch den Vergleich der gemessenen Werte aller Magnetpulver bestätigt. Als kleine Anzeige wurde analog zu Bild 28 und 29 der Mittelwert von zwei kleinen Anzeigen  $MTU_6$  und  $MTU_8$  gebildet. In Bild 36 ist das Verhältnis

$$A = \frac{A_{r6} \cdot A_{r8}}{A_{r4}}$$

(Anzeigebereich durch Index gekennzeichnet)

in Abhängigkeit vom mittleren Korndurchmesser  $d_m$  dargestellt. Man erkennt, daß  $A$  mit steigendem  $d_m$  abnimmt, d.h. mit groben Magnetpulvern lassen sich feine Anzeigen relativ schlechter nachweisen als mit feinen Magnetpulvern. Aus der Darstellung und der Interpretation der anderen Meßergebnisse kann verallgemeinernd geschlossen werden, daß

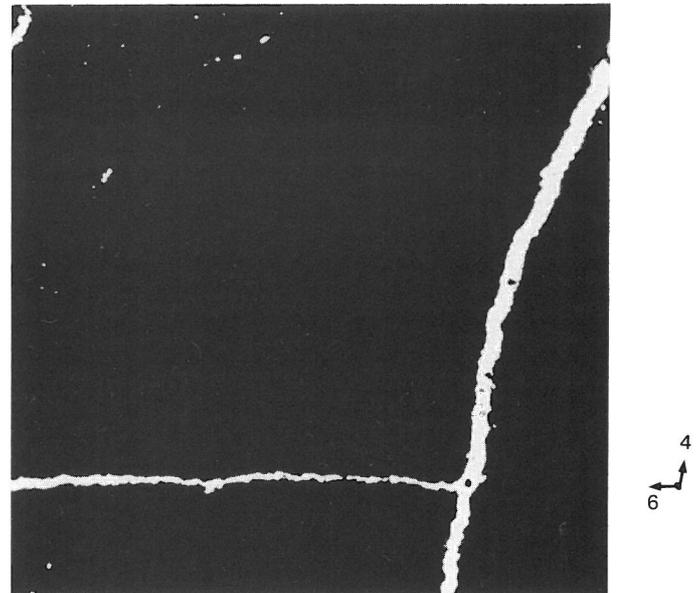


Bild 34  
Bewertete Anzeigen.  
Kontrollkörper MTU Fehler Nr. 4 und 6;  
 $d_m = 6,0 \mu\text{m}$ .  
(Bildhöhe ca. 2 mm)

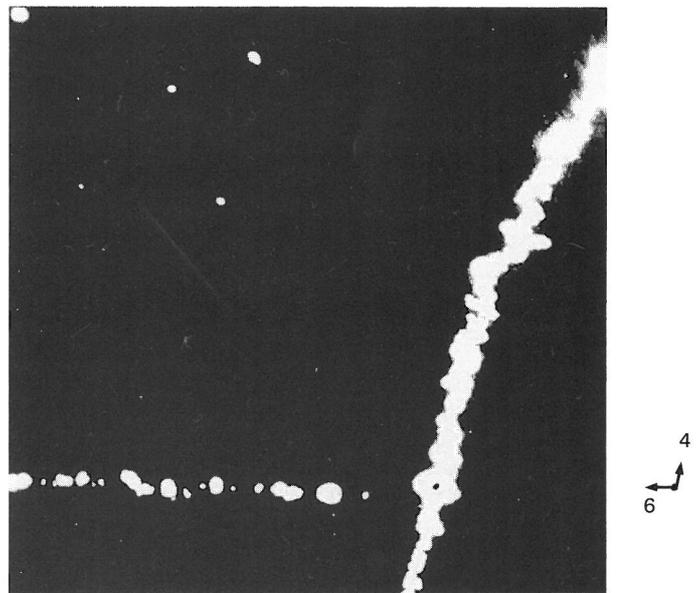


Bild 35  
Bewertete Anzeigen.  
Kontrollkörper MTU Fehler Nr. 4 und 6;  
 $d_m = 32 \mu\text{m}$ .  
(Bildhöhe ca. 2 mm)

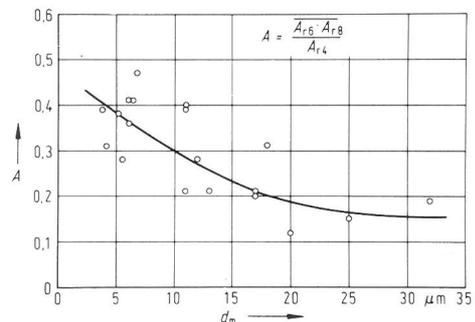


Bild 36  
Nachweisbarkeit unterschiedlicher Materialtrennungen in Abhängigkeit vom mittleren Korndurchmesser  $d_m$

die Anzeigenbildung unabhängig von der Korngröße ist, so lange diese merklich unter der Rißbreite liegt. Bei größeren Korngrößen wird die Anzeige schwächer. Diese Aussagen beziehen sich auf den mittleren Korndurchmesser. Der Effekt ist bei Magnetpulvern mit kleinem Korngrößenbereich ( $d_o/d_u$  klein) stärker ausgeprägt als bei Magnetpulvern mit einem großen Korngrößenbereich.

#### 4.5 Die Leuchtdichte der Anzeigen in Abhängigkeit von der Bewertungszahl unter Berücksichtigung der Korngröße

Die Bewertungszahl faßt die von der Anwendung unabhängigen Eigenschaften des Magnetpulvers zusammen. Es zeigt sich, daß bei großen Anzeigen eine befriedigende Proportionalität der relativen Anzeigen  $A_r$  zur Bewertungszahl  $W$  vorhanden ist (vergleiche Bild 26 und Bild 33). Der Nachweis dieser Materialtrennungen stellt aber anwendungstechnisch einen Sonderfall dar. Bei den üblichen Prüfaufgaben muß, wie aus 4.3 und 4.4 hervorgeht, die Korngröße im Hinblick auf die nachzuweisende Materialtrennung festgelegt werden.

Zur Ermittlung der Abhängigkeit der Anzeigen von der Bewertungszahl wurden die Magnetpulver nach ihren mittleren Korndurchmessern  $d_m$  in drei Klassen eingeteilt, deren sinnvolle Grenzen sich aus Bild 4 ergeben, die aber auch anwendungstechnisch zweckmäßig sind.

grobe Korngröße:  $(32 \mu\text{m}) > d_m > 16 \mu\text{m}$   
(7 Magnetpulver)

mittlere Korngröße:  $16 \mu\text{m} > d_m > 8 \mu\text{m}$   
(5 Magnetpulver)

feine Korngröße:  $8 \mu\text{m} > d_m > (3,8 \mu\text{m})$   
(9 Magnetpulver)

(Die Werte in Klammern sind durch die Auswahl der untersuchten Magnetpulver bedingt und stellen keine absoluten Grenzen dar.)

In Bild 37, 38, 39 sind für die Korngrößenklassen die relativen Anzeigen  $A_r$  der Anzeigenbereiche  $MTU_4$ ,  $MTU_6$ ,  $D_1/10$  (Bild 23, 24) in Abhängigkeit von der Bewertungszahl  $W$  eingetragen. Allgemein ist eine Proportionalität zwischen  $A_r$  und  $W$  festzustellen, wobei die Korrelation unter Berücksichtigung der Meßunsicherheiten als befriedigend bezeichnet werden kann. Bei der Diskussion der dargestellten Ergebnisse muß besonders auf die auftretenden systematischen Abweichungen eingegangen werden:

1. Die Abweichungen von der angenommenen linearen Abhängigkeit sind bei dem Bereich  $MTU_6$  am geringsten. Daraus kann geschlossen werden, daß die Ursache der auftretenden Streuungen in erster Linie bei der Ermittlung von  $A_r$  liegen, denn würden größere Meßunsicherheiten bei der Bestimmung von  $W$  auftreten, so müßten auch bei diesen Verläufen größere Schwankungen vorhanden sein.
2. Bei dem Bereich  $MTU_4$  sind die Abweichungen etwas größer. Sie sind vermutlich darauf zurückzuführen, daß sich das von der Anzeige beeinflusste Streufeld während der Anzeigenbildung stärker ändert.
3. Bei dem Bereich  $D_1/10$  treten die größten Streuungen auf. Dies ist auf die Art der Bepflügelung zurückzuführen. Der Kontrollkörper  $D_1$  ist anders geformt als der Kontrollkörper  $MTU$ . Er taucht nicht so tief in das Prüfmittel ein, so daß dieses weniger gut verwirbelt wird. Dadurch

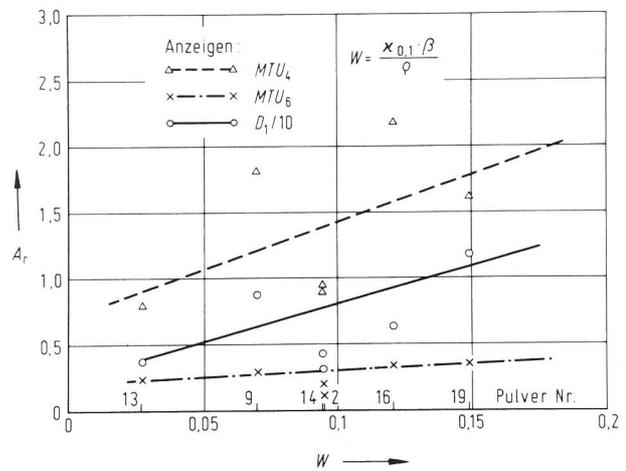


Bild 37  
Relative Anzeigen  $A_r$  als Funktion der Bewertungszahl  $W$ .  
Korngrößenklasse:  $32 \mu\text{m} > d_m > 16 \mu\text{m}$

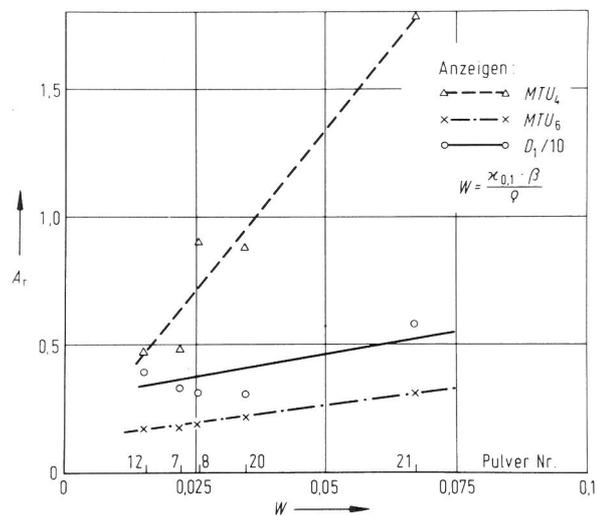


Bild 38  
Relative Anzeigen  $A_r$  als Funktion der Bewertungszahl  $W$ .  
Korngrößenklasse:  $16 \mu\text{m} > d_m > 8 \mu\text{m}$

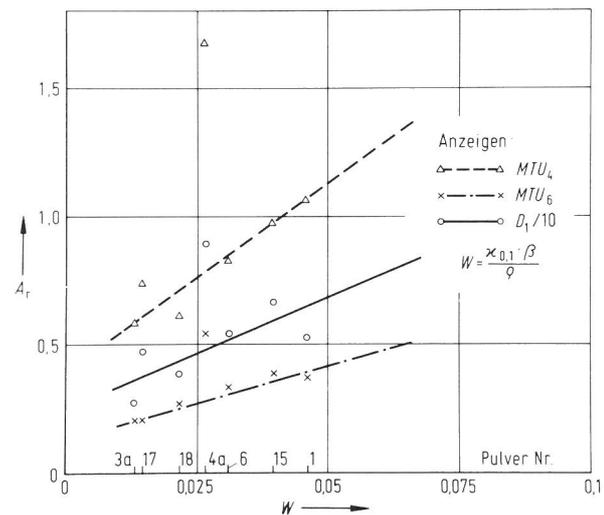


Bild 39  
Relative Anzeigen  $A_r$  als Funktion der Bewertungszahl  $W$ .  
Korngrößenklasse  $8 \mu\text{m} > d_m > 3,8 \mu\text{m}$

wird die Suspension inhomogener und ist stärkeren Schwankungen unterworfen.

4. Die starken Abweichungen bei den groben Magnetpulvern (Bild 37) sind zum überwiegenden Teil ebenfalls auf den

Bespülvorgang zurückzuführen. Bei der gewählten Anordnung sind die groben Magnetpulverteilchen mit der hohen Sinkgeschwindigkeit nicht mehr sicher in der Suspension zu halten. Bezeichnend sind die zu niedrigen Werte für  $P_2$  und  $P_{14}$ . Bei diesen Magnetpulvern mit einer breiten Korngrößenverteilung wurde schon in 2.2 vermutet, daß die groben Anteile durch die Messung nicht mehr sicher erfaßt werden. Sie ähneln damit stärker dem Pulver  $P_{11}$ , mit dem keine Anzeigen mehr erzeugt werden konnten (siehe 3.3). Eine zusätzliche Meßunsicherheit entsteht durch die sehr große Ungleichförmigkeit der Anzeigen mit groben Magnetpulvern (Vergleich der Bilder 34 und 35).

5. Bei den feinen Magnetpulvern (Bild 39) ist der lineare Zusammenhang zwischen  $A_T$  und  $W$  am besten erkennbar. Allerdings weist  $P_{4a}$  wesentlich höhere Werte als zu erwarten auf. Dies ist einmal bei diesem feinsten aller untersuchten Magnetpulvern vermutlich darauf zurückzuführen, daß sich die Teilchen nicht mehr vollständig entmagnetisieren ließen [61]. Der verbleibende Restmagnetismus bewirkt eine zusätzliche Kraftwirkung im Streufeld, durch die die Anzeigen vergrößert werden. Er wird aber bei der Ermittlung von  $\kappa_{0,1}$  nicht berücksichtigt (siehe 2.3). Der Restmagnetismus der Magnetpulverteilchen konnte bei der Korngrößenanalyse im Schwerfeld bei allen feinkörnigen Magnetpulvern beobachtet werden (siehe 2.2). Er ist aber offensichtlich nur bei den genannten Magnetpulvern so groß, daß die Anzeigenbildung wesentlich verstärkt wird. Außerdem gehört  $P_{4a}$  zu den Magnetpulvern, bei denen der Fluoreszenzkoeffizient bei hydromechanischer Belastung ansteigt (in Abschnitt 2.6.2, S. 9 : Gruppe 3). Eine solche Belastung tritt auch während des Be-

spülens auf (S. 11 und Bild 20), da die Magnetpulver während des Meßvorganges (Dauer 3 bis 6 Stunden) ständig gerührt wurden. Trotz der relativ geringen hydromechanischen Belastung ist ein Anstieg des Fluoreszenzkoeffizienten festgestellt worden.

## 5. Schlußbemerkung

Mit Hilfe der untersuchten Meßverfahren lassen sich die wichtigsten Eigenschaften des Magnetpulvers und des Prüfmittels genügend genau beschreiben. Aus der Dichte, der Suszeptibilität und dem Leuchtdichtekoeffizienten kann eine Bewertungszahl gebildet werden, die unter Berücksichtigung der Korngröße eine allgemeine Beurteilung der Magnetpulver ermöglicht. Durch Messung der Leuchtdichte der Magnetpulveranzeigen konnte die weitgehende Richtigkeit der aufgestellten Beurteilungskriterien nachgewiesen werden. Bei der Ermittlung der Leuchtdichte der Anzeigen von groben Magnetpulvern ergab sich eine größere Meßunsicherheit, die sich aus der Art der Bepülung erklären läßt. Bei sehr groben Magnetpulvern ist mit der angewendeten Bepüleinrichtung ein einwandfreies Aufbringen der Anzeige nicht möglich. Es ist zu vermuten, daß sich bei der üblichen Prüftechnik ähnliche Probleme ergeben.

Bei weitergehenden Untersuchungen muß die durch das entwickelte Gerät zur Ermittlung der Leuchtdichte von Anzeigen gegebene Möglichkeit der Ermessung des Kontrastes zwischen Anzeige und Umfeld ausgenutzt werden. Dazu sind Kontrollkörper erforderlich, bei denen die Fehlerabmessungen, die Magnetisierung, die Bepülung und die Oberflächenstruktur verändert werden können.

## Literatur

- [ 1 ] Müller, E. A. W.:  
Handbuch der zerstörungsfreien Materialprüfung.  
R. Oldenbourg, München, 1975
- [ 2 ] Betz, C. E.:  
Principles of magnetic-particle testing.  
Magnaflex Corporation Chicago, 1973
- [ 3 ] Heppner, H., u. H. Stroppe:  
Magnetische und magnetinduktive Werkstoffprüfung.  
VEB-Verlag der Grundstoffindustrie Leipzig, 1972
- [ 4 ] ...  
Durchführung von Magnetpulverprüfungen.  
Richtlinie der DGZfP, vorläufige Ausgabe 1978
- [ 5 ] DIN 54 132:  
Bestimmung der Eigenschaften von Prüfmitteln für die  
Magnetpulverprüfung.  
Entwurf, 1978
- [ 6 ] Schober, H.:  
Das Sehen, Band II.  
VEB Fachbuchverlag Leipzig, 1964
- [ 7 ] Hartmann, E.:  
Beleuchtung und Sehen am Arbeitsplatz.  
Goldmann-Verlag, München, 1970
- [ 8 ] Switzers, R. C.:  
USA Pat. Nr. 2 267 999, 1939
- [ 9 ] Berthold, R., u. W. Schirp:  
Die Grundlagen des Magnetpulververfahrens.  
Maschinenschaden (1937), Sonderheft
- [10] Müller, E. A. W.:  
Einfluß der Feldverteilung auf die Fehlererkennbar-  
keit beim Magnetpulver-Prüfverfahren.  
VDI-Zeitschrift 84 (1940), 27, S. 476
- [11] Toitot, M.:  
Les facteurs du contrôle magnetoscopique.  
Revue de Metallurgie 1970, S. 461
- [12] Michalski, F.:  
Etude visant le perfectionnement du contrôle magnetc  
scopique.  
IIW-MD/NG Serv. 528-MI 70-38, 1970
- [13] Wittig, G., M. Stadthaus u. W. van Hessen:  
Zur Magnetisierung von großen zylindrischen Behäl-  
tern für die Magnetpulverprüfung.  
Materialprüfung 17 (1975), 7, S. 225
- [14] Kifer, I. I., u. I. B. Semenovskoja:  
New magnetic particle method of inspection.  
Übersetzung aus Defectoscopia (1972), 2, S. 41
- [15] ...  
Magnetische Rißprüfung mit fluoreszierenden Anzei-  
gemitteln.  
Werkstoff-Laboranweisung der MTU, 1977
- [16] ...  
Wet magnetic particle inspection.  
ASTM-Designation E 138-63, 1976
- [17] ...  
Inspection process, magnetic particle.  
MIL-I 6868-D, 1976
- [18] Michalski, F., u. M. Stadthaus:  
Das menschliche Auge, ein Instrument der zerstörungs-  
freien Prüfung.  
Qualität und Zuverlässigkeit 22 (1977), 6, S. 129
- [19] ...  
Visuelle Eignung des Prüfpersonals für Magnetpulver-  
und Eindringprüfungen.  
Richtlinie der DGZfP, 1975
- [20] Stadthaus, M., E. A. Becker, E. Dickhaut, W. Kern u.  
F. Michalski:  
Properties of inspection media for the magnetic-  
particle method.  
Preprint of the 8 WCNDT, 3 B 7, 1976
- [21] Berthold, R.:  
Prüfstand für Magnetpulver.  
VDI-Zeitschrift 87 (1943), 25/26, S. 399
- [22] Nestler, C. G.:  
Ein fluoreszierendes Prüfmittel für die Magnetpulver-  
prüfung.  
Materialprüfung 7 (1966), 7, S. 289
- [23] Morgner, W., u. P. Klaus:  
Zur Prüfung der Gebrauchseigenschaften handelsübli-  
cher Magnetpulver.  
Feingerätetechnik 18 (1969), 3, S. 132
- [24] Dunn, B. D.:  
A progress report on the comparison of inks, powders  
and concentrates used for magnetic flaw detection  
Teil 1, 2.  
Doc. VE-107-70/OE, 1971
- [25] Bezer, H. J.:  
Magnetic particle inspection. Techniques and their  
application in the U. K.  
British Journ. of NDT, 1971, Jan., S. 2
- [26] ...  
Specification for magnetic flaw detection inks  
powders.  
B. S. 4069, 1966
- [27] ...  
Bestimmung der Dichte; Prüfung von Pigmenten.  
DIN 52 193 (Entwurf), 1977
- [28] Batel, W.:  
Einführung in die Korngrößenmeßtechnik.  
Springer-Verlag, Berlin, 1971
- [29] VDI-Richtlinie:  
Feinheitsbestimmungen an technischen Stäuben.  
VDI 2031, 1962
- [30] ...  
Sedimentationsanalyse im Schwerefeld.  
Grundlagen DIN 66 111, 1973
- [31] ...  
Sedimentationsanalyse im Schwerefeld.  
Pipetteverfahren DIN 66 115, 1973
- [32] Lange, M., u. Th. Gast:  
Sedimentationsanalyse mit manometrischer Messung  
im Schwerefeld.  
Staub-Reinh.-Luft 37 (1974), 4, S. 141

- [33] ...  
Sedimentationsanalyse im Schwerfeld.  
Sedimentationswaage DIN 66 116, 1973
- [34] ...  
Prinzip des Coulter-Counters.  
Firmenschrift der Fa. Coulter
- [35] Koglin, W. A., u. K. Leschonski:  
Teilchengrößenanalyse. Reihe für die Berufspraxis,  
27. Folge.  
Chemie-Ing. Techn. 46 (1974), 11, S. 77
- [36] Thom, R., A. Hampe u. G. Sauerbrey:  
Die elektronische Volumenbestimmung von Blutkörpern und ihre Fehlerquellen.  
Z. ges. exp. Med. 151 (1969), S. 331
- [37] Jellinghaus, W.:  
Magnetische Messungen an ferromagnetischen Stoffen.  
de Gruiter-Verlag, Berlin, 1952
- [38] Zijlstra, H.:  
Experimental methods in magnetism, Part 2.  
North-Holland Pub. Comp. Amsterdam, 1967
- [39] Doebke, W.:  
Ferromagnetische Mischkörper.  
Zeitschrift für techn. Physik 11 (1950), 1, S. 12
- [40] Ollendorf, F.:  
Magnetostatik der Massekerne.  
Arch. f. Elektrotechnik 25 (1931), S. 436
- [41] Legg, V. E., u. F. J. Given:  
Compressed powdered molybdenum permalloy for high quality inductance coils.  
Bell Syst. techn. Journ. 19 (1940), S. 385
- [42] Heck, C.:  
Magnetische Werkstoffe und ihre technische Anwendung.  
Dr. A. Hüting Verlag, Heidelberg, 1975
- [43] Aizikovitch, B. V., T. G. Bezyasykova u. A. G. Alekseev:  
The relationship of the internal demagnetizing factor to the magnetic permeability of elastic magnetic materials.  
Übersetzung aus Defectosopija (1974), 6, S. 124
- [44] Stadthaus, M., u. E. Dickhaut:  
Ermittlung der Bestrahlungsstärke ultravioletter Strahlung für die Anregung fluoreszierender Prüfmittel.  
Materialprüfung 17 (1975), 5, S. 145
- [45] Schmidt, J. T.:  
A new method for measuring fluorescent brightness and colour.  
Materials ev. (1966), Dezember, S. 697
- [46] NDT  
Method for indirect assessment of black light sources.  
International Standard ISO 3059
- [47] Schmidt, J. T.:  
Black light for inspection use.  
Materials ev. 33 (1975), 11, S. 21 A
- [48] ...  
Lumogen-Pigmente.  
Firmenschrift BASF
- [49] Hahn, D., H. Hieke, J. v. D. Lipp, R. Nink u. H. Wright:  
Messung der Quantenausbeute von Leuchtpigmenten bei UV-Anregung.  
PTB-Mitteilung 81 (1971), Nr. 4, S. 269
- [50] Keitz, H. A. E.:  
Lichtberechnungen und Lichtmessungen.  
Philips techn. Bibl., 1967
- [51] Stadthaus, M.:  
Fluoreszenz und Betriebsbeständigkeit fluoreszierender Magnetpulver.  
Diskussionsbeitrag für den Arbeitsausschuß „Prüfmittel“ der DGZfP, 1974
- [52] Aronson, S. S., u. V. J. Cusimono:  
Evaluation of magnetic-particle oxide products.  
Materials ev. 18 (1975), 2, S. 37
- [53] Wetzlar, K.:  
Verwendung von fluoreszierenden Magnetpulvern bei der zerstörungsfreien Prüfung von Halbzeug.  
DEW-Technische Berichte 6 (1966), 2, S. 585
- [54] Michalski, F.:  
Testmöglichkeiten für Magnetpulverprüfmittel.  
Vortrag gehalten beim VDEh-Unterausschuß für ZfP am 14. 12. 1971 in Düsseldorf
- [55] ...  
Fluxa-Testkörper Typ 9803 zur Überprüfung der Anzeigeempfindlichkeit fluoreszierender Prüfflüssigkeiten.  
Firmenschrift der Fa. Karl Deutsch
- [56] Ishiyama, M., u. a.:  
Automatic billet inspection by industrial tv-system.  
The Sumitono Search (1976), 16, S. 26
- [57] Wendland, P. H.:  
Solid state combo senses light well enough to vie with tubes.  
Electronics (1971), May 24, S. 50
- [58] Budde, W., u. R. Dittmann:  
Untersuchungen an Silizium-Schottky-Dioden.  
PTB-Mitteilungen (1973), Nr. 1, S. 1
- [59] Watts, J. T., u. A. Schaeffer:  
Linear analysis using on automatic scanning microphotometer.  
Microscope (1972), Nr. 20, S. 91
- [60] ...  
Testkörper Nr. 3 nach MTU.  
Firmenschrift der Fa. C. G. Helling
- [61] Cullitty, B. D.:  
Introduction to magnetic materials.  
Addison-Wesley Pub. Corp., 1972