



Montanuniversität Leoben
Lehrstuhl für Gießereikunde,
Department für Metallurgie
Vorstand Univ.Prof.Dipl.-Ing.Dr. Peter Schumacher



Kornfeinung in AlSi-Legierungen

MASTERARBEIT

eingereicht von

Bernadette Doppelhofer

am Lehrstuhl für Gießereikunde an der Montanuniversität Leoben
zur Erlangung des akademischen Grades

Master of Science

Betreuer:

Univ.Prof.Dipl.-Ing.Dr. Peter Schumacher



Lehrstuhl für Metallurgie – Montanuniversität Leoben
Franz-Josef-Straße 18 – 8700 Leoben, Österreich

Kurzfassung

Aufgabe der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung des Si-Vergiftungseffektes und der Kornfeinungseinfluss von Titan (Ti), Bor (B) und Tantal (Ta), sowie der Nachweis von τ -Phasen in Ti-Legierungen. Für die Grundlage der Arbeit wurde eine ausführliche Literaturrecherche durchgeführt, welche Auswirkungen dieser Elemente auf die Eigenschaften von Al-Si-Legierung untersucht. Theoretische Berechnungen vom Wachstumsbehinderungsfaktor (Q) und dem Unterkühlungsfaktor (P) wurden durchgeführt. Dafür wurden Proben mittels TP1-Test gegossen und anschließend die Schliftgefüge mittels Lichtmikroskop (LM) und Rasterelektronenmikroskop (REM) auf Phasen und Korngrößen analysiert, indem der Ti-, B- bzw. der Ta-Gehalt zwischen 0,05 und 0,3 Gew.-% variiert wurde. Verglichen wurde zusätzlich die unterschiedliche Wirkung bei Zugabe von 0,05Gew.% reinem Ti, 0,05Gew.% Ti + TiB₂-partikel, sowie 0,05Gew.% reinem B bei einer Variation des Si-Gehalts zwischen 1 und 10%. Es konnte eine schwache kornfeinende Wirkung von Ti und B nachgewiesen werden, wogegen die Wirkung bei Zugabe von B 0,05Gew.% am Stärksten war. Diese erzielt ähnliche Wirkung, wie die der Legierung mit 0,3Gew.%Ti +TiB₂. Bei dieser konnten jedoch lange nadelförmige Al₃Ti-Phasen gefunden werden. Die erwartete τ -Phase konnte mittels REM nicht detektiert werden. Auffallend war der Zusammenhang des Wachstumsbehinderungsfaktor Q und der Korngröße. Obwohl der berechnete Q-Faktor sich erhöhte, wurden auch die Korngrößen größer. Die Zugabe von Ta verursachte Schwierigkeiten beim Einbringen, da Ta sich nur schwer löste und zur Oxidation neigte. Durch optimierte Versuche konnte die Legierung mit AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 hergestellt werden, welche die effizienteste Kornfeinungswirkung aufzeigte.

Abstract

Aim of the present work was the investigation of the Si-poisoning effect and the influence of grain refinement of titanium (Ti), boron (B) and tantalum (Ta), as well as the proof of τ phases in Ti alloys. Basis of the work was a detailed literature research which suggests effects of these elements on the grain refinement of Al-Si-alloy. Theoretical calculations of growth restriction factor (Q) and undercooling factor (P) were performed. Samples were cast via TP1-test and subsequently microstructures were analysed by means of light microscopy and scanning electron microscopy for phases and grain dimensions. The Ti-, B- and Ta content was varied between 0,05 and 0,3 wt.%. The effects of different additions were compared and analysed with addition of pure 0.05% Ti and 0,05wt.% Ti+TiB₂ particle, as well as 0,05wt.% of pure B with variation of the Si content between 1 and 10%. A grain refinement effect of Ti together with B was observed for off peritectic concentrations of Ti. The effect of only 0,05% B was the most significant. For peritectic Ti concentrations of 0,3wt.%Ti+TiB₂ similar grain size to B additions were found. Plate-shaped Al₃Ti-phases were observed at a high content of Ti with 0,3%. The expected τ -phase could not be detected with scanning electron microscopy. The interaction of the growth restriction factor Q and grain size showed an unexpected behaviour of increased grain size with increasing Q. Ta caused significant difficulties during melting, because of low dissolution of Ta in the melt and preferred oxidation. Only the alloy with AlSi₇+Ta_{0,1}+TiB₂+Ti_{0,05} showed the most efficient effect on grain refinement

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Masterarbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den verwendeten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

Leoben, Datum

.....
Bernadette Doppelhofer

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt meinen Betreuern Herrn, MSc. Dr. Jiehua Li und Herrn Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Peter Schumacher für die tatkräftige Unterstützung meiner Masterarbeit. Ich bedanke mich weiters bei meinen Kollegen des Gießereiinstitutes.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	1
Abstract	2
Eidesstattliche Erklärung	3
Danksagung.....	4
Inhaltsverzeichnis	5
1 Einleitung und Motivation.....	8
2 Theoretische Grundlagen	10
2.1 Erstarrungsgrundlagen	10
2.1.1 Keimbildung.....	10
2.1.1.1 Homogene Keimbildung.....	10
2.1.1.2 Heterogene Keimbildung.....	12
2.1.2 Freies Wachstumskriterium	13
2.1.2.1 Unterkühlungsparameter P und Q.....	16
2.1.2.2 Abhängigkeit der Kornstruktur von Unterkühlung	18
2.1.2.3 CET	20
2.2 Federkristalle – Zwillingsdendriten	22
2.3 Kornfeinung von Al-Si-Legierungen	23
2.3.1 Silizium-Vergiftung.....	24
2.3.2 Phasen im Al-Ti-(Si)-System.....	25
2.3.3 Wirkung der Kornfeinung	27

2.3.3.1	Kornfeinungsmittel AlTi5B1.....	30
2.3.4	Tantal (Ta).....	31
3	Praktische Durchführung	33
3.1	Übersicht	33
3.2	Ausgangsmaterial	34
3.2.1	Herstellung der AlTa-Legierung im Lichtbogenofen	35
3.3	Thermocalc Berechnung.....	36
3.4	Durchführung der Gießversuche	37
3.4.1	Allgemein.....	37
3.4.2	TP1-Test.....	39
3.5	Durchführung der Prüfungen.....	41
3.5.1	Gefügeuntersuchung	41
3.5.1.1	Schliffherstellung	41
3.5.1.2	Lichtmikroskopie	43
3.5.1.3	Rasterelektronenmikroskop	43
3.5.2	Korngrößenuntersuchung	44
3.5.3	Mechanische Prüfung - Zugprüfung.....	45
3.5.4	Nasschemische Analyse.....	46
4	Auswertung	47
4.1	Si-Vergiftung	47
4.2	Mikrostruktur der Al-Si-Ti-Legierungen.....	50
4.2.1	AlSi+Ti _{0,05}	50
4.2.1.1	Korngrößenauswertung von AlSi+Ti _{0,05}	50
4.2.1.2	REM-Analyse von AlSi+Ti _{0,05}	50
4.2.2	AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,05}	52
4.2.2.1	Korngrößenauswertung von AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,05}	52
4.2.2.2	REM-Analyse AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,05}	54
4.2.3	AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,3}	57
4.2.3.1	Korngrößenauswertung von AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,3}	57
4.2.3.2	REM-Analyse von AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,3}	59
4.2.3.3	Restschmelze-Analyse von AlSi ₅ +TiB ₂ +Ti _{0,3}	62
4.2.3.4	Zugversuch der Probe AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,3}	64
4.2.4	Thermocalc-Berechnung	65

4.3	Mikrostruktur der Al-Si-B-Legierungen	67
4.3.1	AlSi+B0,05.....	67
4.3.1.1	Korngrößenauswertung von AlSi+B0,05	67
4.3.1.2	REM-Analyse von AlSi+B0,05.....	71
4.4	Mikrostruktur der Al-Si-Ta-Legierungen	74
4.4.1	AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1	74
4.4.1.1	Korngrößenauswertung von AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1	74
4.4.1.2	REM-Analyse von AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1	75
4.4.2	AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1	75
4.4.2.1	Korngrößenauswertung von AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1	75
4.4.2.2	REM-Analyse von AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1	76
4.4.3	Nasschemische Untersuchung der Versuchsreihe 1.....	78
4.4.4	AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 – Versuchsreihe 2	78
4.4.4.1	Korngrößenauswertung von AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 - Versuchsreihe 2.....	79
4.4.4.2	REM-Analyse von AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 - Versuchsreihe 2	80
5	Diskussion der Ergebnisse	82
5.1	Gegenüberstellung der Ti-geimpften Legierungen	82
5.2	Gegenüberstellung aller untersuchten Legierungen	86
6	Zusammenfassung und Ausblick	87
	Abbildungsverzeichnis	89
	Tabellenverzeichnis	93
	Anhang.....	94
	Literaturverzeichnis	102

1 Einleitung und Motivation

Der Stellenwert für die Produktion von Al-Gusslegierungen hierzulande erhöht sich stetig 2010 betrug die Al-Gussproduktion in Österreich 0,12 Mio t (Welt: 11 Mio t) [1]. Das Streben nach immer leichteren Bauteilen mit besseren mechanischen, thermischen und vergießbaren Eigenschaften ist Basis für die Weiterentwicklung von Al-Legierungen. Einerseits sind diese Legierungen vorteilhaft aufgrund ihrer niedrigen Schmelzpunkte, den geringen Energiekosten bei der Produktion und ihrem geringen Gewicht, was wiederum Energie beim Transport spart. Andererseits ist es erforderlich, neue leistungsstarke Al-Legierungen zu entwickeln. Vor allem um den gesteigerten Anforderungen an Eigenschaften, vor allem in dünneren Wandstärken und komplexeren Geometrien nachkommen zu können. Durch Zugabe von verschiedensten Legierungselementen können Eigenschaften gezielt verändert werden. Der Einsatz von neuen Kornfeinungsmitteln bzw. bekannte zu optimieren, ist eine Möglichkeit, um Legierungen in ihren technologischen Gießereigenschaften zu verbessern und Ungängen zu verringern. Der Einsatz von Titan bzw. TiB_2 in Aluminium-Legierung wurde bereits erforscht [2,6,11,12,19-41], jene von Bor und Tantal benötigt noch weitere Forschungsarbeit.

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Si-Vergiftung bei AlSi-Legierungen und dem Kornfeinungseigenschaften von Titan Bor und Tantal im Speziellen. Es wurde eine Literaturrecherche zum Stand der Technik durchgeführt. Praktisch wurden die jeweiligen Proben mittels TP1-Test abgegossen. Die Versuchsreihe gliederte sich in 5 Abschnitte: Als Erstes wurden Referenzproben gegossen mit Al (Reinheit 99,7) + variierten Si-Gehalt von 1; 2; 3,5; 5;7 und 10 Gew% und zusätzliche Zugabe von ca. 0,5 % Cu, die bei allen Legierungen zugegeben wurde, um bei der Korngrößenbewertung Korngrenzen bessere darzustellen. Als zweite Versuchsreihe wurde mit a) $TiB_2+Ti0,05$ %, b) $TiB_2+Ti0,3$ % und c) 0,05 %Ti ohne

Borpartikel bei AlSi-Legierung mit Zugabe von AlTi5B und AlTi10 korngefeint. Dabei wurde auch die Haltezeit untersucht - bei kurzer Haltezeit (5min) und längeren Haltezeiten (Abguss-Zeitintervalle 5 10 20 60 min). Die Dritte Versuchsreihe untersuchte die Zugabe von a) Ta0,1 % und b) Ta 0,2 % bei einer 7- und 10%igen AlSi-Legierung. Je nachdem, ob die Haltezeiten in den ersten Versuchsreihen grobe Unterschiede zeigt, wird auch hier entschieden, ob nach Intervallen abgegossen wird. Die verminderte Kornfeinung in Al-Si-Legierungen wurde mit TiSi-Phasen in Verbindung gebracht. Hier soll die Zugabe von Ta anstelle von Ti Unterschiede aufzeigen, da Ta keine ternären AlTaSi-Phasen bildet.

Der Nachweis von τ -Phasen ist insofern von Interesse, da diese laut Phasendiagramm Al-Si-Ti zwar in einem schmalen Bereich existieren, jedoch erst von Schmidt-Fetzer [29] vorhergesagt wurden. Im Vergleich zu AlSiTi-Legierung sollten AlSiTa-Legierungen keine ternären Phasen besitzen. Die Herstellung einer Al20Ta-Legierung wurde selbst am Institut für Gießereikunde (LfGK) mittels Lichtbogenofen durchgeführt. Die Gefügestrukturen wurden mittels Lichtmikroskop (LM) und Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht.

Als vierte Versuchsreihe wurde nur mit Bor 0,05% durch Zugabe von AlB3 korngefeint. Ob theoretische Berechnungsmodelle mittels Thermocalc durch Unterkühlungsparametern, wie zum Beispiel den Wachstumsbehinderungsfaktor Q einen Zusammenhang auf die Korngröße zeigen, soll hier nachgewiesen werden.

Diese Arbeit gliedert sich in vier Hauptkapitel. Im Kapitel Theoretische Grundlagen wird zuerst ein Überblick der Aluminiumlegierung allgemein gegeben, sowie der Einsatz der Elemente Titan, Bor und Tantal in diesen. Es werden auch die Erstarrungsgrundlagen, Kornfeinungsmechanismen bzw. Thermocalc-Berechnungen erläutert. Das Kapitel Praktische Durchführung beschreibt die verwendeten Gerätschaften und durchgeführten Versuche sowie ihre Prüfungen. Im letzten Hauptkapitel Auswertungen werden, je nach Legierung, die Ergebnisse der Gefügeuntersuchungen mittels LM; REM, die der Zugversuche, sowie die Ergebnisse der Thermocalc-Berechnungen präsentiert. Anschließend werden die Werte im Kapitel Diskussion der Ergebnisse gegenübergestellt. In der Zusammenfassung und Aussichten werden mögliche Empfehlungen für weitere Forschungsarbeiten gegeben.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Erstarrungsgrundlagen

2.1.1 Keimbildung

Keimbildung ist ein Prozess der mit der Clusterbildung von Atomen beginnt. Dabei ist der kritische Radius R^* der entscheidende Faktor. Wenn Cluster den kritische Radius R^* überschreiten, bilden sich Keime. Unterschreitet er diesen, zerfällt der Cluster wieder. Die Keime wachsen und führen schlussendlich zu einer Schmelzkristallisation. Das Wachstum ist stark temperaturabhängig, daher ist die Kinetik bei sinkender Temperatur ausschlaggebend. Der Ansatz der homogenen und heterogenen Keimbildung bildet dabei den wichtigsten Grundstein der Keimbildung [2, 3].

2.1.1.1 Homogene Keimbildung

Eine homogene Keimbildung liegt vor, wenn keine Fremdphasen existieren. Keime werden zur vereinfachten Berechnung als Kugeln mit Radius R angenommen, die aus N Atomen bestehen.

Die Keimbildungsarbeit ΔG wird dabei wie folgt berechnet:

$$\Delta G = \Delta G_{\text{Volumen}} + \Delta G_{\text{Grenzfläche}} \quad (1)$$

$$\Delta G_r = - \underbrace{\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_v}_{\text{Volumen} \cdot \Delta G_V} + \underbrace{4\pi r^2 \gamma_{sl}}_{\text{Interface} \cdot \Delta G_I} \quad (2)$$

Die Keimbildungsarbeit setzt sich aus einem Volumen- und einem Grenzflächenanteil zusammen. γ_{sl} ist dabei die Grenzflächenenergie. Δs_f und ΔT können als Δg_v zusammengefasst werden. Der negative Volumenterm erschließt sich aus der frei werdenden Energie bei der Erstarrung, wenn eine Unterkühlung ΔT eintritt. Hingegen ist der Term der Grenzfläche positiv, da Energie zur Bildung einer Grenzfläche benötigt wird. Handelt es sich bei der Keimbildung um kleine Radien überwiegt dieser Grenzflächenterm.

Für das Maximum der homogenen Keimbildung ΔG^{hom} muss die Bedingung

$$\left. \frac{d\Delta G_r}{dr} \right|_r = 0 \quad (3)$$

erfüllt sein. Daraus kann der kritische Keimbildungsradius r^* abgeleitet werden.

$$r^* = \frac{2\gamma_{sl}}{\Delta g_v} \quad (4)$$

Daraus ergibt sich Formel (5) für die homogene Keimbildungsarbeit.

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma_{sl}^3}{3\Delta g_v^2} \quad (5)$$

Grafisch kann der Zusammenhang von freier Enthalpie ΔG und dem Radius R in **Abbildung 2-1** dargestellt werden.

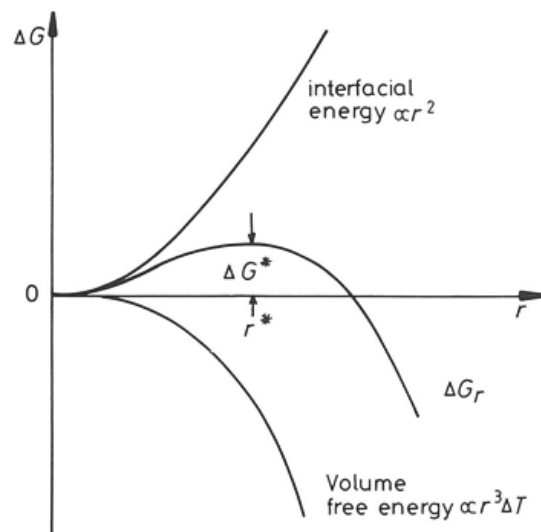


Abbildung 2-1: Darstellung der homogenen Keimbildung [3].

2.1.1.2 Heterogene Keimbildung

In der Praxis sind im Keimbildungsprozess immer Fremdphasen beteiligt, daher wird dieser Prozess heterogene Keimbildung genannt. Es kann davon ausgegangen werden, dass eine homogene Keimbildung in realen Schmelzprozessen nicht erreicht wird, da Fremdpartikel in der Schmelze unvermeidbar sind. In diesem Fall wachsen Keime an den Fremdpartikeln in der Schmelze, sowie an den Grenzflächen. [2, 4]

Im Gegensatz zur homogenen Keimbildung muss bei der heterogenen auch die Grenzflächenenergie zwischen Keim und Fremdphase γ_{sf} bzw. zwischen Schmelze und Fremdphase γ_{fl} berücksichtigt werden. Der Benetzungswinkel Θ ist dabei kleiner 180° , wie in **Abbildung 2-2** anschaulich dargestellt.

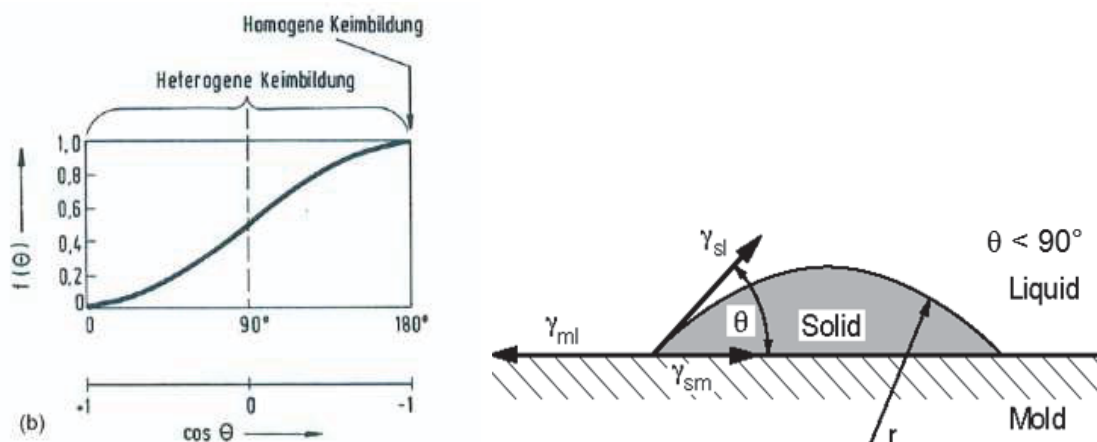


Abbildung 2-2: Benetzungswinkel bei homogener und heterogener Keimbildung [5].

Für die heterogene Keimbildung gilt Formel (6).

$$\Delta G^{het.} = \frac{16\pi\gamma_{sl}^3}{3\Delta g_v^2} x \cdot f(\Theta) = \Delta G^{hom} \cdot x \cdot f(\Theta) \quad (6)$$

$f(\Theta)$ hat dabei einen Wert zwischen 0 und 1, daher kann ΔG^{het} nie größer sein als ΔG^{hom} . Das heißt, dass eine heterogene Keimbildung immer vor einer homogenen Keimbildung stattfindet.

2.1.2 Freies Wachstumskriterium

Für ein freies Wachstum eines Partikels ist eine bestimmte Keimgröße Voraussetzung. Der Durchmesser d eines heterogenen Partikels sollte mindestens die Größe $2R^*$ besitzen. Dabei beginnt freies Wachstum bei einer Unterkühlung invers proportional zum Partikeldurchmesser [6], siehe **Abbildung 2-3**.

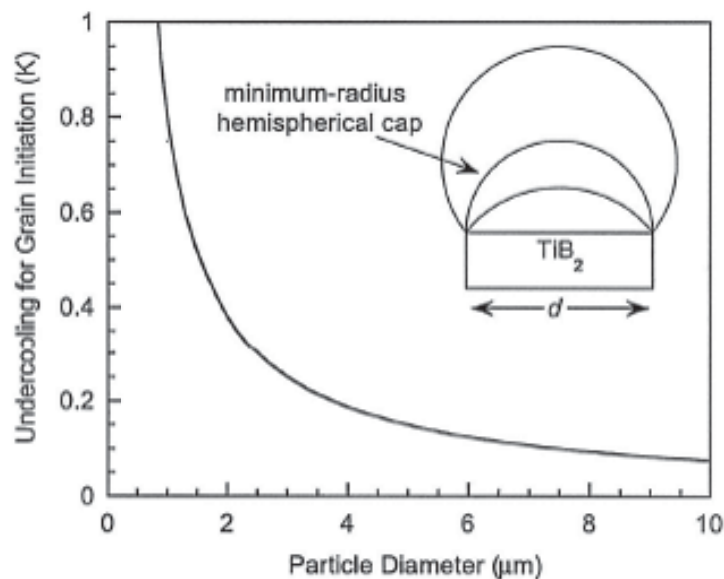


Abbildung 2-3: Freies Wachstum Abhängig von Partikelgröße und Unterkühlung [6].

Wird nun eine kritische Größe erreicht, wächst das Partikel als Kugeln oder Kalotten. Weitere Voraussetzung für freies Wachstum ist eine ausreichende Unterkühlung der Schmelze, da es ansonsten zu keiner Keimbildung kommt. Wird die Unterkühlung vergrößert, kommt es zu einem freien Wachstum auch unter der kritischen Größe. Die relevante Formel

der Unterkühlung ΔT_c resultierend aus der Differenz der Konzentration c_0 und c_{sl} (Konzentration der Schmelze an der fest-flüssigen Grenzfläche) und der Steigung der Liquiduslinie m ist in Formel (7) ersichtlich.

$$\Delta T_c = m (c_0 - c_{sl}) \tag{7}$$

Eine weitere Größe zur Beschreibung der Phasenanteile ist die Volumsarbeit der flüssigen (f_l) und festen (f_s) Phase, die gemeinsam 1 ergibt, siehe Formel (8).

$$f_l + f_s = 1 \tag{8}$$

Während der Erstarrung der Schmelze kann es zu unterschiedlicher Kornausbildung kommen, wobei die wichtigsten Parameter die chemische Zusammensetzung und die Abkühlgeschwindigkeit sind. Zu unterscheiden gibt es exogene und endogene Erstarrung [7]. Bei exogener Erstarrung kommt es an der Formwand zur Keimbildung. Ihre Ausbildung ist langgestreckt in Richtung Schmelze. Ein dendritisches Wachstum stellt sich ein. Die Entwicklung der Temperatur- und Konzentrationsverläufe ist als Beispiel für den untereutektischen Bereich in **Abbildung 2-4** dargestellt, wobei der Wert für $f_s > 0$ ist. f_s stellt hier den Bereich zwischen c_0 und c_l^*

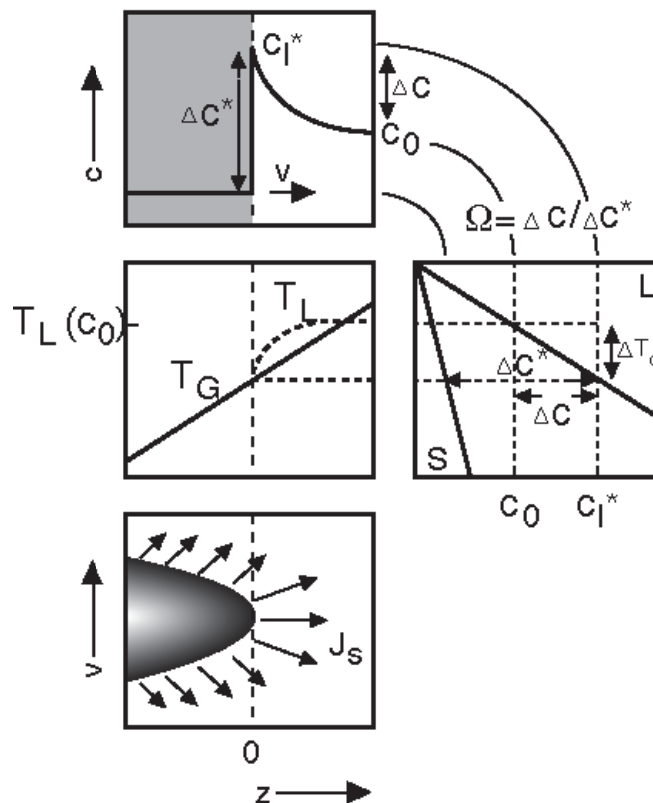


Abbildung 2-4: Darstellung des Dendritenwachstums durch konstitutioneller Unterkühlung und Übersättigung im untereutektischen Bereich, wenn $f_s > 0$ [13].

Während der Erstarrung wächst ein dendritischer Kristall schneller als eine planarer. Dabei ist auch die Diffusionsgrenzschicht dünner als in planaren Kristallen. Bei erstarrenden Dendriten ist nur die Diffusion der limitierende Faktor, in der Grenzschicht herrscht Stofftransport durch Diffusion, in der Schmelze durch Konvektion. Die Wachstumstemperatur T^* an der Spitze des Dendriten oder die Übersättigung (Formel 10) im Phasendiagramm definiert die konstitutionelle Unterkühlung ΔT_c . Formel 9 und 10 beschreiben das Sättigungswachstum eines Dendriten.

$$\Delta c^* = c_l^* (1-k) \quad (9)$$

$$\Omega = \Delta c / \Delta c^* \quad (10)$$

In **Abbildung 2-5** ist das Dendritenwachstum an der Spitze bei $f_s = 0$ dargestellt. Der Wert Q wird als Wachstumsbehinderungsfaktor bezeichnet und wird anschließend im **Kapitel 2.1.2.1** näher erläutert.

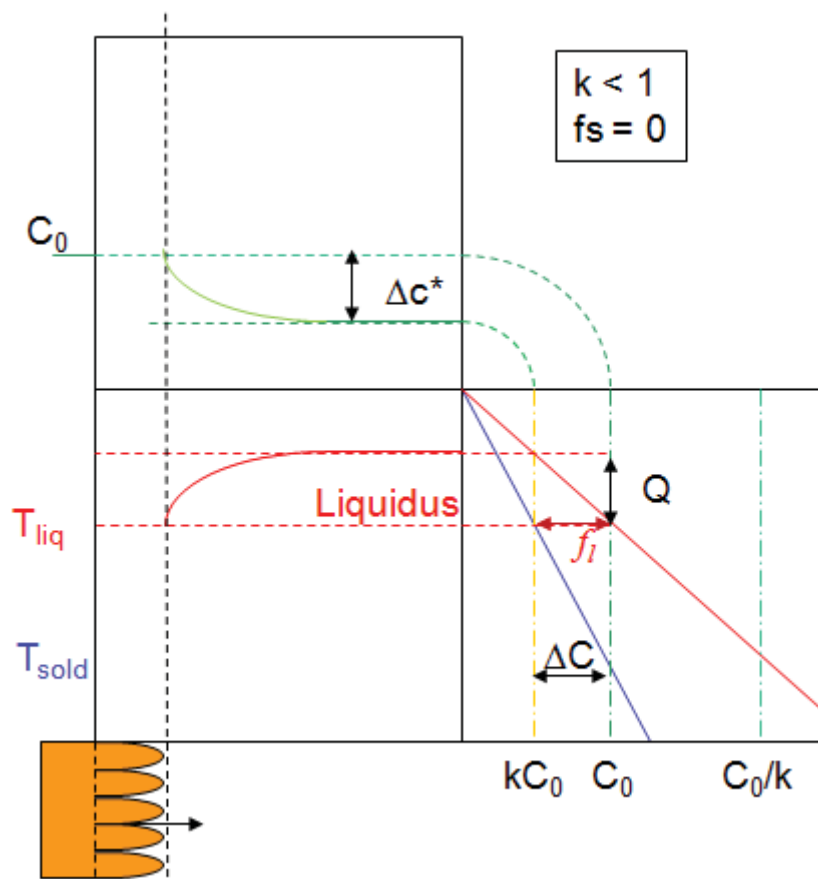


Abbildung 2-5: Darstellung des Wachstums an der Dendritenspitze, wenn $f_s = 0$.

Bei der endogenen Erstarrung wachsen Kristalle hingegen aufgrund ungerichteten Wärmeabflusses der Schmelze globulitisch aus. Ein Gussbauteil kann mehrere Erstarrungsformen aufweisen, auch Übergangsformen der beiden zuvor erwähnten Erstarrungsmechanismen können auftreten. Bei Al-Si-Legierungen, wo es sich um untereutektische Legierungen handelt, kommt es meist zuerst zu einer Primärkristallisation und einer anschließenden eutektischen Kristallisation, die unterschiedliche Erstarrungsformen durchlaufen [7]. Eine weitere Unterscheidung ist zwischen gerichtetem und ungerichtetem Wachstum zu finden. Bei gerichteter Kristallisation kommt es zu einer zellulären Ausbildung. Bei ungerichteter Kristallisation gibt es zwei Möglichkeiten. Bei größeren Körnern kommt es zu einer dendritischen Ausbildung. Bei kleineren Körnern kommt es zu keiner thermischen oder chemischen Instabilität in der Schmelze und Dendriten können sich daher nicht ausbilden. Das Gefüge sieht globulitisch aus und tritt auf, wenn eine Legierung zum Beispiel korngefeinert wurde. Der Unterschied ist in **Abbildung 2-6** ersichtlich.

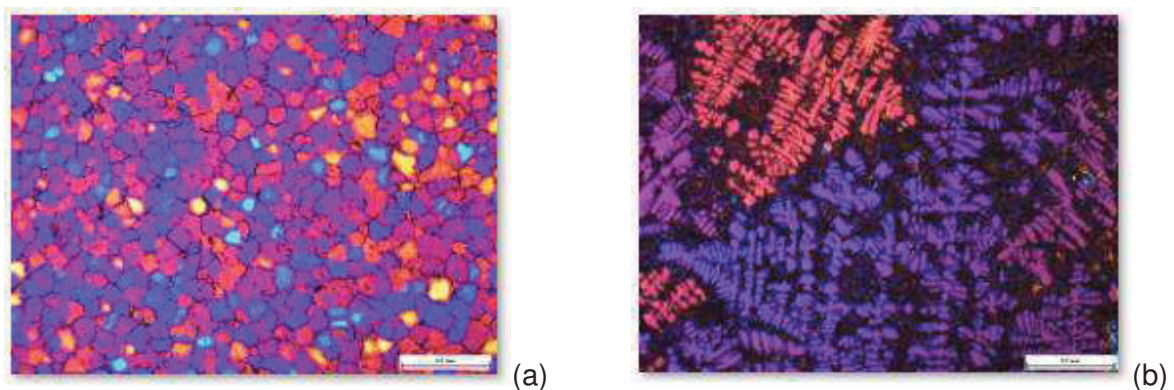


Abbildung 2-6: Ungerichtetes Kornwachstum, (a) globulitische Ausbildung, (b) dendritische Ausbildung der Körner.

2.1.2.1 Unterkühlungsparameter P und Q

Für eine wirksame Kornfeinung muss es zur Keimbildung kommen. Dazu kommt es nur bei ausreichender Unterkühlung. Um diese einzuleiten muss es anfänglich zu einem Konzentrationsunterschied durch Wachstumsbehinderung kommen. Kornfeinung ist eine grundlegende Notwendigkeit, um Eigenschaften wie Festigkeit, Dehnung, Verformbarkeit zu verbessern bzw. optimal einzustellen. Sie wirkt Segregationen entgegen und kann die Speisung verbessern. Zur Charakterisierung der Kornfeinung ist der Q-Faktor (growth restriction factor) am aussagekräftigsten, der über ThermoCalc berechnet werden kann (theoretische Berechnung ist aus **Kapitel 3.3** zu entnehmen). Q beschreibt den Einfluss der Legierungselemente auf die konstitutionelle Unterkühlung einer Legierung während der Erstarrung und damit auf die resultierende Korngröße. Eine Behinderung des Wachstums auf

bereits gekeimte Körner ermöglichen eine weitere Keimbildung in der unterkühlten Schmelze, solange genug latente Wärme freigesetzt wird, um eine Rekaleszenz herbeizuführen und keine Unterkühlung mehr vorliegt [6]. Q-Werte für Systeme die ein Peritektikum mit Aluminium bilden, wie das bei Titan oder Tantal der Fall ist, sind besonders hoch.

Der Einflussfaktor, der auf Erstarrungsmorphologie und daher indirekt auf die Unterkühlung wirkt, wird Unterkühlungsparameter P genannt und ist in Formel (11) dargestellt.

$$P = m (k-1) c_0 / k \quad (11)$$

Wie in **Abbildung 2-7** ersichtlich, steht m für die Steigung der Liquiduslinie und k für den Verteilungskoeffizienten. Wird P mit k multipliziert, kommt es zur Definition des Q-Faktors, auch Wachstumsbehinderungsfaktor genannt, dargestellt in Formel (12).

$$Q = k * P = m c_0 (k-1) \quad (12)$$

Hellawell [8] beschreibt damit auch die inverse Proportionalität zur konstitutionellen Unterkühlung.

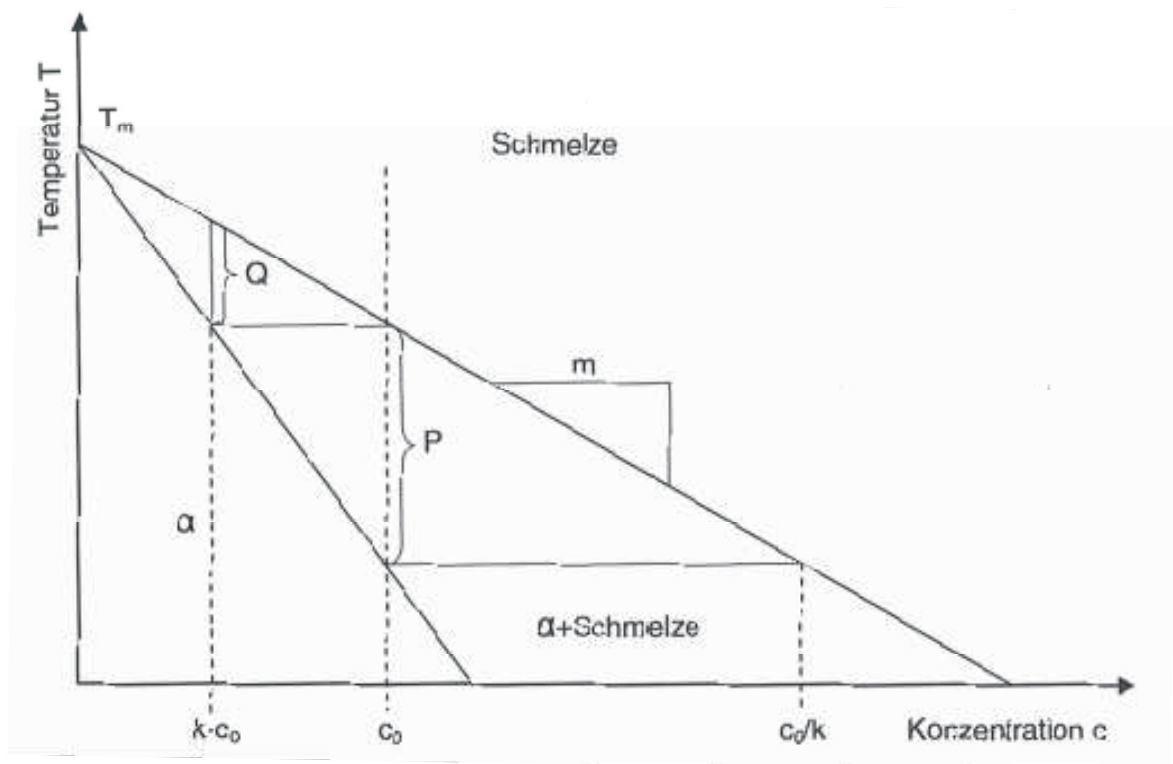


Abbildung 2-7: Unterkühlungsparameter P und Q-Faktor im Zweiphasensystem [9].

Laut Quested Und A.L. Greer [6] werden die Körner umso kleiner, je größer der Q-Faktor ist. In **Abbildung 2-8** ist dies mit einer Versuchsreihe mit Al5TiB1 als Kornfeinungsmittel mittels TP1-Test dargestellt worden, wobei die dunklen Punkte die Darstellung einer älteren Literatur von Spittle & Sadli [10] gegenüberstellt.

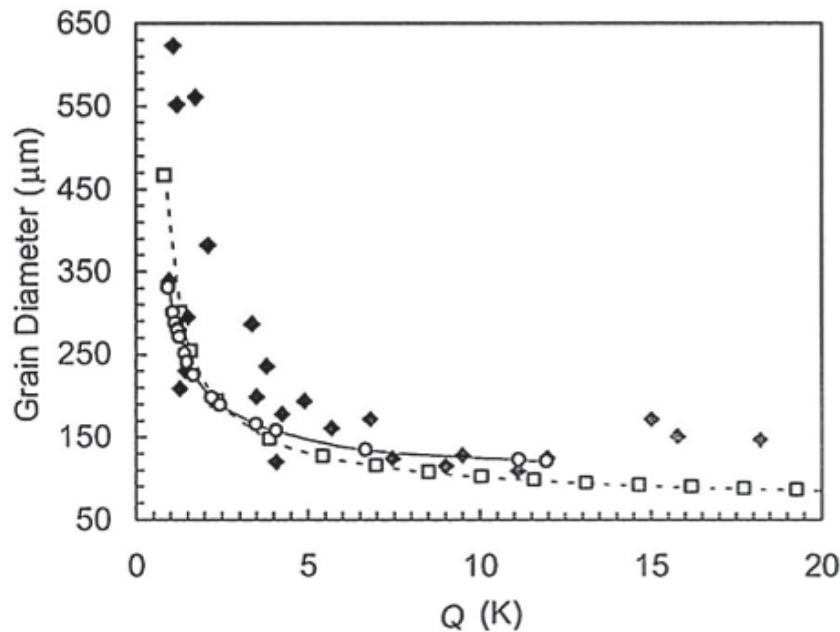


Abbildung 2-8: Korngröße als Funktion von Q [6].

2.1.2.2 Abhängigkeit der Kornstruktur von Unterkühlung

Je größer die konstitutionelle Unterkühlung, desto mehr Partikel sind auch aktiv. Als Konsequenz daraus variiert die Kornstruktur von zellulär zu columnar bis hin zu equiaxed dendritisch. In **Abbildung 2-9** ist der Zusammenhang der Kornstruktur mit dem Thermischen Gradienten G , ΔT_c und dem Fest-Flüssig-Übergang dargestellt. Demnach hat G einen wichtigen Einfluss auf den Grad der konstitutionellen Unterkühlung an der Fest-Flüssig-Grenzfläche [11]. M wird hier als „Mushy zone“ bezeichnet, welche die Region beschreibt, wo Keimbildung und daraus folgend Kornwachstum erscheint [38]. Wie schon erwähnt ändert sich die Struktur von zellulär/planar (kleine ΔT_c) zu columnar dendritisch oder equiaxed dendritisch (große ΔT_c).

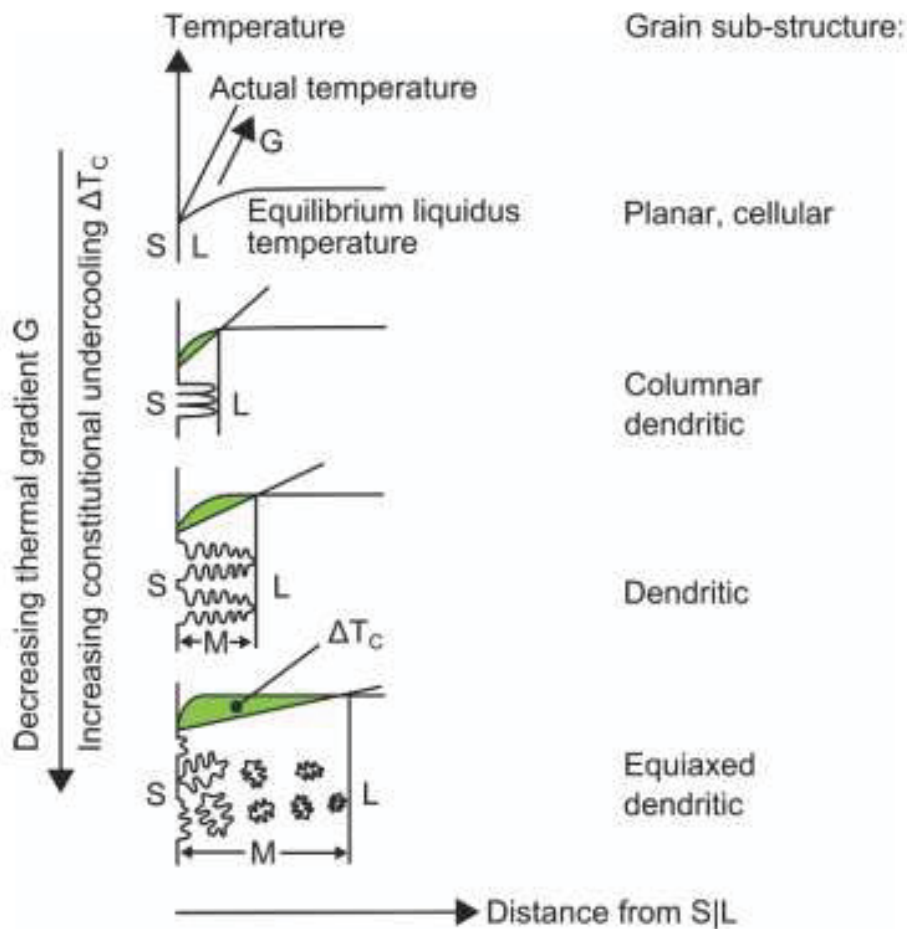


Abbildung 2-9: Kornstruktur in Abhängigkeit von G , ΔT_c und dem Solid-Liquidübergang [11].

Neben G hat auch die Erstarrungsrate R Einfluss auf die Unterkühlung und Kornmorphologie. Das Verhältnis von G/R kann wie in **Abbildung 2-10** dargestellt werden [11]. Eine Variation von G oder R kann zur einer Veränderung des Gefüges führen, wie zum Beispiel der sogenannten „Columnar to Equiaxed Transition“ (CET)“, die bei Al-Legierungen beobachtet werden kann.

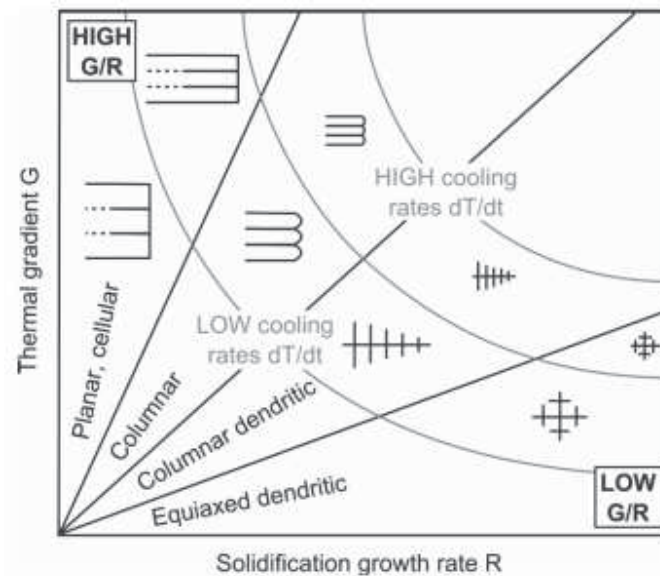


Abbildung 2-10: Einfluss von G , R auf die Kornmorphologie [11].

2.1.2.3 CET

Die Abkürzung CET steht für die Umwandlung von exogener zur endogener Erstarrung (Columnar to Equiaxed Transition). Bei exogener (gerichteter) Erstarrung setzt die Keimbildung an der Formwand ein. Ihre Kristalle wachsen langgestreckt in Richtung Schmelze. Dabei unterscheiden sich eine glattwandige, rauwandige (dendritische Sekundärarme) und schwammartige (dendritische Tertiärarme aus Sekundärarme) Erstarrungsform. Bei endogener (ungerichteter) Erstarrung wachsen Kristalle zu globulitischen, auch gleichschenkelig genannte, Körnern. Diese kann breiartig oder schalenförmig ausgebildet werden, wobei die schalenbildende Erstarrung sehr schlecht vor allem für die Nachspeisung ist, da diese Schalen eine viel höhere Widerstandskraft als andere Erstarrungsformen haben.

Bei Gusswerkstoffen ist es nicht unüblich, dass mehrere Erstarrungsformen bzw. Übergangsformen auftreten. Dies ist meistens der Fall, wenn es sich um untereutektische Legierungen handelt. Hier kommt es zuerst zur Primärkristallisation und anschließend zu einer eutektischen Kristallisation. Zwei der wichtigsten Parameter für die Erstarrung sind einerseits der Legierungsgehalt, zum Beispiel erstarren Reinmetalle glattwandig, und andererseits die Abkühlgeschwindigkeit. Die Erhöhung der Abkühlrate kann schwammartige zu rauwandige Erstarrung verschieben. Kornfeinungsbehandlungen haben bevorzugt endogene Erstarrungsmorphologien, meist bildet sich ein feinkörniger Brei [12].

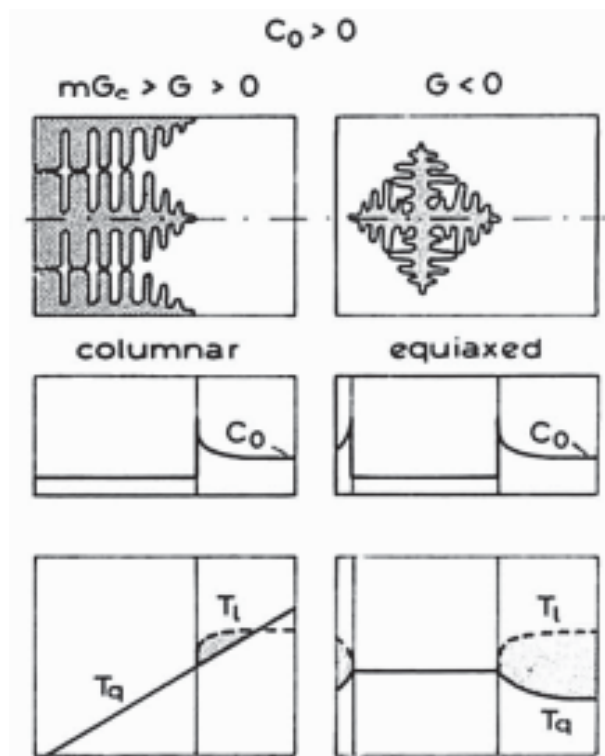


Abbildung 2-11: Konzentrations- und Temperaturfeld von Dendriten in Legierungen ($c_0 > 0$) [13].

Abbildung 2-11 zeigt in den linken Bildern die columnaren Felder von Konzentration und Temperatur, rechts die equiaxed Felder, beides in Form von Legierungen ($c_0 > 0$). In beiden Fällen ist hier zu sehen, dass die wahre Temperatur unter der Liquidustemperatur ist, und somit konstitutionell unterkühlt. Ist G größer als 0 (links), wird die latente Wärme an die Erstarrungsfront transportiert, Wachstum aus stengeligen Kristallen. Ist G kleiner 0, wachsen aus globuliten Kristalle Dendriten, die Grenzfläche wird instabil, eine hohe Unterkühlung stellt sich ein.

Es ist wichtig zu beachten, dass columnare Körner anisotrope mechanische Eigenschaften beeinflussen und die Ausbreitung von Rissen während der Erstarrung erleichtern [14].

Folglich ist es von Interesse, kritische CET-Bedingungen zu kennen, um exogenes Kornwachstum vorzubeugen. Hunt [15] entwickelt ein analytisches Modell, das die kritischen thermischen Gradienten G vorhersagt, um überwiegend gleichgerichtete (equiaxed) Kornmorphologie zu erhalten. Dieser Ansatz wurde für gerichtete Erstarrung in Gussteilen entwickelt. Der kritische thermische Gradient nach Hunt [15] wird in dieser Arbeit G_{CET} genannt, siehe Gleichung (13).

$$G_{CET} = 0.617 \cdot N_0^{1/3} \cdot \left[1 - \frac{(\Delta T_N)^3}{(\Delta T_{C,CET})^3} \right] \cdot \Delta T_{C,CET} \quad (13)$$

N_0 kann auch als $1/d^3$ berechnet werden, wobei d der Korngrößendurchmesser ist. ΔT_N ist die Unterkühlung, die notwendig ist, um die Keimbildung zu aktivieren. $\Delta T_{C,CET}$ ist die kritische konstitutionelle Unterkühlung [15].

2.2 Federkristalle – Zwillingsdendriten

Zwillingsdendriten und ihr Wachstum in Aluminiumlegierungen werden schon seit über 60 Jahren studiert. Dabei wurden die notwendigen Bedingungen für diese Formation bestimmt:

- Hoher thermischer Gradient ($G \sim 100 \text{ K/cm}$)
- Erstarrungsgeschwindigkeiten von mindestens 1 mm/s
- Vorherrschende Konvektion

Die Bedingungen konnten nach jahrelanger Forschung definiert werden, jedoch sind die kinetischen Mechanismen bzw. der Keimbildungsmechanismus noch immer ungeklärt [16]. Bei der Entstehung eines Zwillingsdendrit wird eine schmale Fuge eingebracht, welche die Zwillingsgrenzflächenenergie anpasst [17]. Der gelöste Stoff türmt sich aus der Fuge und ermöglicht dadurch das Zurückweichen nahe der Solidustemperatur. In **Abbildung 2-12** ist eine theoretische Darstellung eines Zwillingsdendriten zu sehen.



Abbildung 2-12: Zwillingsdendrit mit einem flüssigen Kanal, der in das Stammzentrum ragt und dort erstarrt [17].

Die meist untersuchten gelösten Stoffe in Al sind Zn, Mg, Cu und Ni. Gonzales und Rappaz [18] ermittelten, dass die erhöhte Menge von Zn in Al die Anisotropie der Grenzflächenenergie von solid zu liquid modifiziert. Dabei ändern regulär wachsende Dendriten ihre Wachstumsrichtung von (100) zu (110), jedoch wachsen keine Federkristalle. Hingegen konnte bei Cu und Ni in Al Zwillingsdendritenwachstum festgestellt werden [16].

2.3 Kornfeinung von Al-Si-Legierungen

Al-Si-Legierungen sind eine der meist verwendeten Basislegierungen in der Automobil- und Luftfahrtindustrie. Aufgrund ihres leichten Gewichtes ersetzen sie mehr und mehr Eisen- und Stahlguss. Al-Si-Legierungen besitzen eine hohe Dehnung bei verhältnismäßig hoher Festigkeit und hoher Duktilität. Sie kann als Primärlegierung hergestellt werden, wie auch über sekundärer Weg des Recyclings. In beiden Fällen lässt es sich kaum vermeiden, dass Spurenlemente wie Fe, Mg oder Mn vorkommen, die die thermischen und physikalischen Eigenschaften beeinflussen. Diesen können Phasen bilden, wie zum Beispiel bei Fe, welches β -Al₅FeSi-Phasen bildet [19].

Abbildung 2-13 zeigt das binäre Al-Si-Phasendiagramm. Das Al-Si-System ist charakterisiert durch ein Eutektikum bei 577 °C und 12,2 Gew.% Si. Die maximale Löslichkeit von Si in Al ist dabei 1,5 Gew%. Die linke Seite davon wird hypoeutektische Legierung, die rechte hypereutektische Legierung genannt. Hypoeutektische Legierungen erstarren durch die Keimbildung von primären Al, wobei durch weitere Abkühlung Dendriten wachsen. Diese Legierung ist die Meistverwendetste vor allem in Kombination mit Mg (AlSi7Mg, AlSi10Mg) oder mit Cu (AlSi9Cu3).

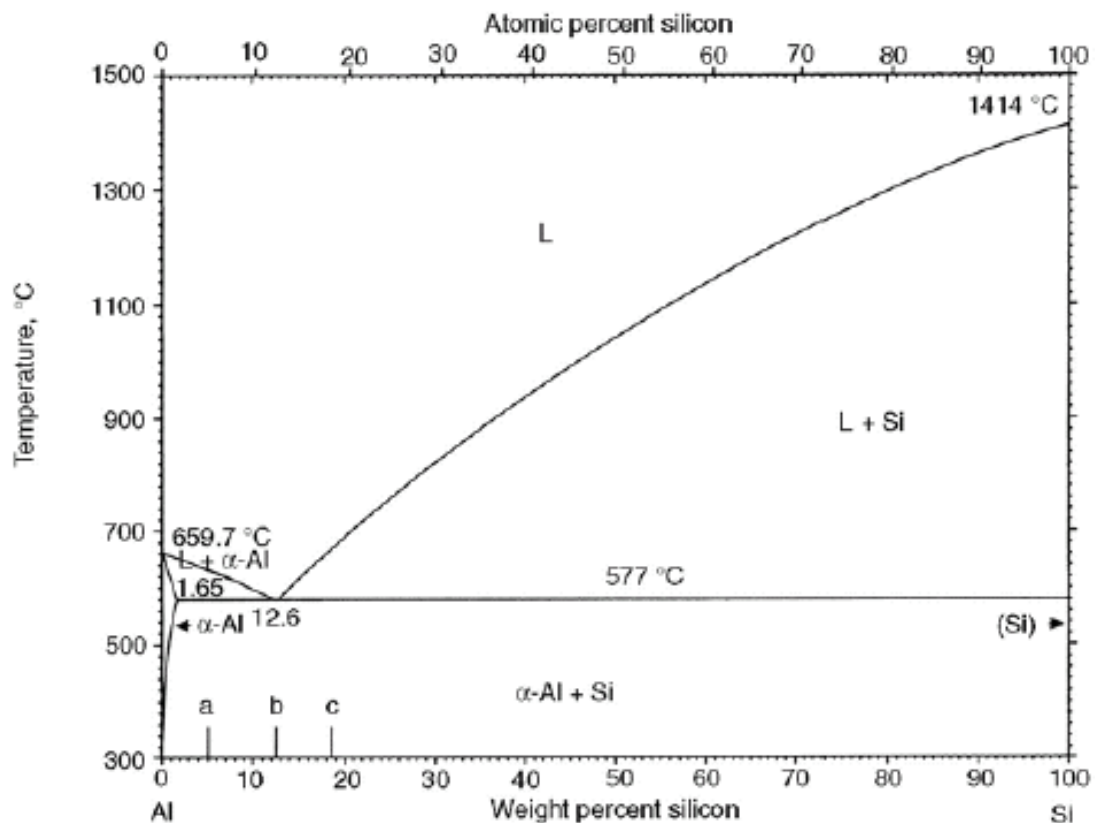


Abbildung 2-13: Al-Si-System [20].

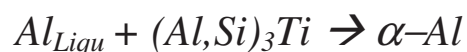
2.3.1 Silizium-Vergiftung

Silizium ist ein typisches Element, welches die Kornfeinung mit Zugabe von AlTi5B vergiften kann. Es hat sich gezeigt, dass während der Kornfeinung von Al-Si-Basislegierungen, wenn der Siliziumgehalt bei ca. 3 Gew% überschritten wird, Kornvergrößerung auftritt, und das Ausmaß des Vergiftungseffekts verschlimmert sich bei zunehmender Si-Gehalt [21]. Die Al-Si-Legierung ist mittlerweile einer der populärsten Gusslegierungen aufgrund ihrer Eigenschaften. Dementsprechend wurden in der Vergangenheit verschiedenste Versuche zur Verbesserung der Kornfeinung bezogen auf Al-Si-Legierungen durchgeführt. Eine Feinung des Gefüges kann zum Beispiel rein über hohe Abkühlgeschwindigkeiten erzielt werden. Einer der effektivsten Methoden ist es, die Zugabe von AlTi5B zu erhöhen, um mehr Aluminid- und Borid-Partikel zu erhalten, dabei aber den Vergiftungseffekt nicht zu beeinflussen. Laut Lehnert et. al. [22] wird Kornfeinung am nah peritektischen Ti-Bereich durch Einbringung von 0,1 - 0-2%Ti bzw. deren keimwirkende Verbindungen wie Al_3Ti , und TiB_2 erreicht. Jedoch ist dies eine kostspielige Lösung. Eine weitere Möglichkeit ist es den Ti-Gehalt in der

Masterlegierung zu verringern oder ganz darauf zu verzichten, wie zum Beispiel mit der Legierung AlB3 [23]. Während die oben genannten Methoden, die Kornfeinung von Al-Si verbessern, ist der eigentliche Mechanismus der Si-Vergiftung noch immer nicht klar. Manche Forschungen haben nahegelegt, dass TiB₂-Oberflächen energetisch begünstigt sind und sich so leichter am Si-Atom anlagern. Es wird davon ausgegangen, dass dieser Effekt zwischen Interaktionen von TiB₂ bzw. TiAl₃ und dem Si-gelösten Stoff auftritt und somit im Aluminium nicht so effektiv keimt [24]. Qiu [21] versuchte andererseits mittels Kristallographie den Vergiftungseffekt zu erklären. Wenn AlTi₅B in eine Al-Si-Schmelze mit über 2% Si-Gehalt gegeben wird, ist es am wahrscheinlichsten, dass ein Silizid in Form von Ti₅Si₃ gebildet wird, welches das höchste Vergiftungspotential hat, sowie auch chemisch am stabilsten ist. Dieser Partikel bildet sich wie eine Schale um TiAl₃, welches somit das Potential als Keimbildungspartikel verliert. Ti₅Si₃ vergiftet somit TiAl₃. Bei TiB₂ wird diese Schale nicht gebildet und behält daher seinen Kornfeinungseffekt. Daher wirkt AlB₃ ab einem Si-Gehalt von 2% so gut als Kornfeiner.

2.3.2 Phasen im Al-Ti-(Si)-System

In **Abbildung 2-14** ist links das komplette Zweiphasensystem und rechts der Ausschnitt des Peritektikums



bei 665°C geringfügig über dem Schmelzpunkt von Aluminium. Diese Reaktion wird als sehr wirkungsvoller Keimbildungsmechanismus für α -Al angesehen, wenn ein stabiles Substrat für heterogene Keimbildung verfügbar ist [25].

Auch wenn die Zugabe von Ti in Al-Si-Legierung manche mechanischen Eigenschaften verbessert, so ist sie auch verantwortlich für die Bildung von unerwünschten intermetallischen Phasen. Diese können unter anderm den Fluss während Filterung und Speisung stören. Auch kann es zu Seigerungen aus der Schmelze kommen [26].

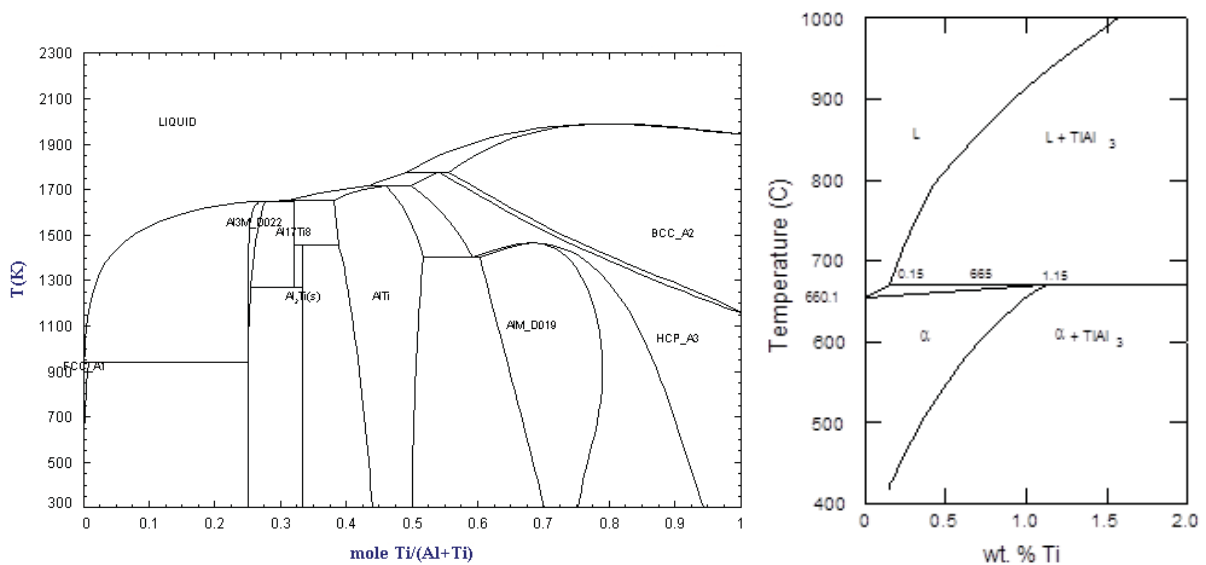


Abbildung 2-14: links: Al-Ti-Zweiphasensystem; rechts: Ausschnitt Al-Ti-Peritektikum [27].

Im Dreiphasensystem Al-Si-Ti (siehe **Abbildung 2-15**) ist einer der wahrscheinlichsten Phasen $\text{Al}_{12}\text{Si}_3\text{Ti}_5$, welche im Wesentlichen aus der Substitution einiger Al-Atome aus der TiAl_3 -Phase und Si-Atome aus der Schmelze kommen. Schon ab einem geringen Ti-Gehalt und ab 3 Gew% Si bilden sich Titansilizide. Eine andere Phase könnte $\text{Al}_5\text{Si}_{12}\text{Ti}_7$ sein, die durch Al und TiSi_2 entsteht [28]. Die Mehrheit der Legierungszusammensetzungen kristallisiert entweder als intermetallische Phase TiAl_3 oder $\text{Ti}_7\text{Al}_5\text{Si}_4$, auch besser bekannt als τ -Phase, bevor die Matrix in der Dreiphasenregion, $L+(\text{Al})+\text{Intermetallische Phasen}$, zu erstarren beginnt [29]. Wie aus **Abbildung 2-15** zu sehen ist, existiert die τ -Phase nur in einem sehr schmalen Bereich. Dieser Effekt erschwert die Detektion mittels REM-Analyse.

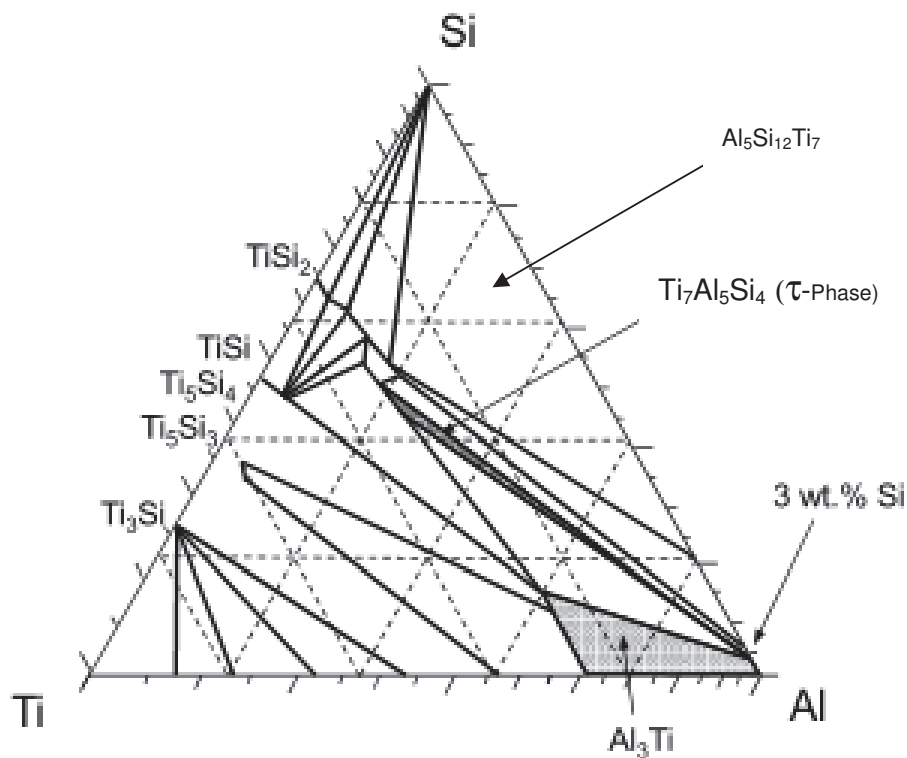


Abbildung 2-15: Dreiphasensystem Al-Si-Ti bei 700°C [30].

2.3.3 Wirkung der Kornfeinung

Das wichtigste Anwendungsgebiet für Kornfeinung ist der Gießprozess von Metallen. Dort bietet eine feine Kornstruktur wichtige Vorteile. Bei kleinen Körnern ergeben sich große Korngrenzflächen, das höhere Streckgrenzen und somit auch Festigkeiten zu Folge hat [31]. In der Literatur wird ein maximaler freier Ti-Gehalt von 0,15% angegeben, um die Festigkeit zu optimieren. Ansonsten können AlTi-Primärkristalle diese Eigenschaften senken [32]. Kornfeinung selbst wird durch Zugabe von Kornfeinungsmitteln erreicht. Diese werden meist in Form von Stangen in die Aluminiumschmelze kurz vor dem Vergießen beigemischt. Die wichtigsten Punkte bezüglich dieser Kornfeinungsmittel sind

- Chemische Zusammensetzung
- Verteilung/Auflösen in der Schmelze
- Kontaktzeit in der Schmelze

Es gibt Elemente, bei denen die Effektivität für Kornfeinung in Aluminiumlegierungen bereits bestätigt ist. Das wichtigste ist Titan, welches schon in den frühen 1930er genutzt wurde, um

die Gießigenschaften zu verbessern [33]. In den darauffolgenden Forschungen für die Entwicklung von Kornfeinungsmitteln als Masterlegierungen haben sich die wirkvollsten Zusammensetzungen herauskristallisiert. Momentan sind die meistverwendetsten Legierungen Kompositionen von Al-Ti, Al-Ti-B, Al-Ti-C, Al-Zr und Al-Sc [34].

Laut Delamore [35] ist die Wirkung mit Al-Ti-B in Al-Legierungen ohne Si effizienter, als mit Al-Ti oder Al-B. Dabei hat sich die Legierung AlTi5B1 durchgesetzt. Titan und Bor sind in der Masterlegierung in Form von Partikel wie Al_3Ti und TiB_2 zu finden. Einige von diesen lösen sich nicht in der Schmelze und arbeiten während der Erstarrung als heterogene Erstarrungskeime im Aluminiumkorn. Wird die Menge an Kornfeinungsmitteln erhöht, so erhöht sich die Anzahl der Keime bei der Erstarrung zu einer geringeren mittleren Korngröße. Kornfeinung ist jedoch nicht nur durch Zulegieren möglich, es kann auch über rasches Abkühlen, Senkung der Gießtemperatur oder Anlegen eines Magnetfeldes realisiert werden.

Neben den thermischen Bedingungen gibt es zwei weitere Faktoren, die ausschlaggebend für die Korngrößenausbildung und deren Form sind. Diese sind einerseits der Grad der Unterkühlung und andererseits die Keimbildungsteilchen [36].

Der Grad der Unterkühlung wird wiederum von der Erstarrungskinetik und von Oberflächenenergien der Partikeln beeinflusst. Die wichtigste Variabel zur Einstellung der Unterkühlung ist die chemische Zusammensetzung. Manche Elemente bieten niedrige, andere sehr hohe Unterkühlung, abhängig von deren Verteilung.

Konstitutionelle Unterkühlung erscheint normalerweise während der Erstarrung einer Legierung an der Grenzfläche von Liquidusphase zur Solidusphase. Durch eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung verringert sich die lokale Liquidustemperatur. Wenn diese Temperatur unter der Gleichgewichtsliquidustemperatur fällt, kommt es zur konstitutionellen Unterkühlung. Der Grad dieser Unterkühlung hat einen großen Einfluss auf die Keimbildung und infolgedessen auf die Korngröße. Um diesen Mechanismus zu interpretieren, müssen Löslichkeitseffekte während der Erstarrung verstanden werden. Diese können mittels Phasendiagramme erklärt werden. Aus Gründen der Einfachheit kann die Gleichgewichtserstarrung eines binären Al-Systems betrachtet werden. Beispielsweise kann in einem binären eutektischen Legierungssystem, wie es zum Beispiel Al-Si ist, die Löslichkeit der Legierungselemente in der Liquidusphase um einiges höher sein, als in der Solidusphase. Resultierend daraus hat die Liquiduslinie L eine negative Steigung ($m_L < 0$), siehe **Abbildung 2-16**. Hier wird die Al-reiche Seite einer typischen binären eutektischen Legierung gezeigt. Folglich steigt der Löslichkeitsgehalt der verbleibenden Flüssigkeit (c_L), besonders vor der

Solid-liquid-Grenzfläche, während die Löslichkeitsgehalt des Festen (c_S) ist in der Regel niedriger ist. Die Linien werden als Geraden angenommen, so kann das Verhältnis zwischen c_S und c_L mit dem Koeffizienten k , Formel (14) definiert werden. Für ein eutektisches System ist $k < 1$.

$$K = c_S / c_L \quad (14)$$

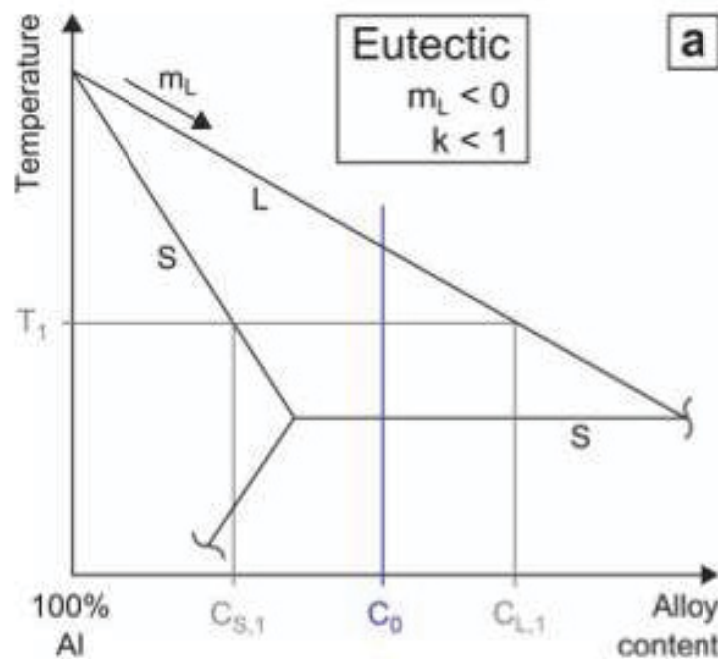


Abbildung 2-16: Al-reiches binäres eutektisches Diagramm [37].

Es zeigt, dass die Verteilung der gelösten Stoffe sich mit der chemischen Zusammensetzung ändert und dabei die Liquidustemperatur sinkt. Diese Liquidustemperatur (bei Zusammensetzung c_L) kann unter der Gleichgewichtstemperatur (bei Zusammensetzung von c_0) fallen und somit entsteht konstitutionelle Unterkühlung [38].

Kornfeinungsbehandlungen haben bevorzugt endogene Erstarrungsmorphologien, meist bildet sich ein feinkörniger Brei [39].

„Konstitutionell“ heißt es in diesem Sinne, da sich durch die Veränderung der Verteilung von gelösten Stoffen zu einer Veränderung der chemischen Zusammensetzung kommt. Konstitutionelle Unterkühlung erhöht sich, wenn sich die Zugabe von Legierungselementen erhöht. Besonders Ti kann einen hohen Grad erwirken [37].

Weiters haben auch die thermischen Bedingungen, besonders Gradient G , einen starken Einfluss auf ΔT_C und somit auf die Kornstruktur. Dies ist genauer in **Kapitel 2.1.2.2** erläutert.

2.3.3.1 Kornfeinungsmittel AlTi5B1

Kornfeinungsmittel werden als Schmelzbehandlungszusätze zur Erzielung eines feineren Gefüges eingesetzt und sind vor allem bei Aluminiumlegierungen gebräuchlich. Partikel, die zur Erzielung einer Kornfeinung eingesetzt werden, spielen eine große Rolle. Sie wirken durch peritektische Reaktionen, durch Einbringen von Fremdkeimen oder sie bilden Fremdkeime in die Schmelze, die das Erstarrungsverhalten und die Korngröße der gebildeten Mischkristalle beeinflussen. Wie erwähnt ist die heterogene Keimbildung bei Aluminiumlegierungen der entscheidende Mechanismus. Würde eine Al-Legierung nicht behandelt werden, würden Karbide aus dem Elektrolyseprozess wirken.

Das meistverwendetste Aluminium-Kornfeinungsmittel ist AlTi5B1, welches hauptsächlich 2 Partikel einbringt, einerseits Al₃Ti und andererseits TiB₂. Dass AlB₂-Phasen ohne Ti auch eine kornfeinernde Wirkung haben, wird von Arnberg [40] beschrieben. Eine verbesserte Wirkung soll die Zugabe gemeinsam von Ti und B in Form von AlTi5B in Al-Si-Legierungen erreichen [41].

In Untersuchungen von Johnsson [42] wurden TiB₂-Partikel hauptsächlich im Zentrum des Al-Korns gefunden, wo sie als Keimbildner für das Al-Korn wirken. Eine weitere Theorie besagt, dass sich die unlöslichen TiB₂-Partikel im flüssigen Aluminium befinden und dabei von einer Al₃Ti-Schicht umgeben sind. Dabei reagiert Al₃Ti mit dem flüssigen Al zu einer weiteren Schicht aus festem Aluminium Al₃. Diese Theorie wird auch „Duplex Keimbildungstheorie“ genannt und wurde schon in mehreren Publikationen untersucht [43, 44].

Ein weiterer Aspekt dieser Kornfeinungsmittel ist die Haltezeit nach Zugabe in der Schmelze. **Abbildung 2-17** zeigt die Veränderung der Korngröße nach der jeweiliger Haltezeit laut [45]. Nach dem alten Model sinkt die Korngröße bis zu einer Haltezeit von ca. 60 min, danach steigt sie wieder an. Neuere Model hingegen zeigen eine annähernd gleichbleibende Korngröße bis ca. 60 min. Haltezeit, jedoch soll es bei längeren Zeiten zu erheblicher Kornvergrößerung kommen. Dementsprechend sind Untersuchungen bezüglich unterschiedlicher Haltezeiten ein essentieller Bestandteil dieser Arbeit.

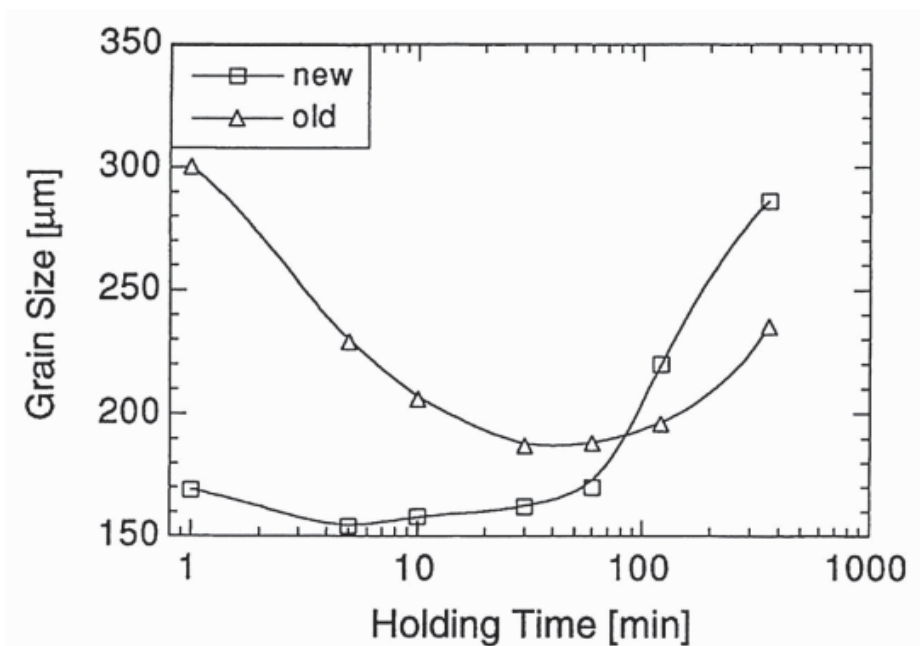


Abbildung 2-17: Haltezeit nach Zugabe von Kornfeinungsmittel [45].

2.3.4 Tantal (Ta)

Tantal ist ein krz Refraktärmetall, welches mit einer Dichte von $16,65 \text{ g/cm}^3$ und einem Schmelzpunkt von 2996 °C zu den seltenen Metallen gehört, da in der Erdkruste im Schnitt 2g/Tonne enthalten ist [46]. Ta kommt nur in Form von Mineralien und nicht gediegen vor. Tantalvorkommen gibt es hauptsächlich in Zentralafrika und Australien, aber auch in Skandinavien und Brasilien [47,48]. Technische Einsatzgebiete sind vor allem in der Elektronik mit über 60% zu finden. Aber auch in der Medizintechnik wird Tantal aufgrund der sehr guten Biokompatibilität als Implantate und medizinische Instrumente eingesetzt [49]. In der Metallurgie wird Ta als Legierungszusatz für hochfeste, hochschmelzende Legierungen oder auch Superlegierungen eingesetzt. In **Abbildung 2-18** ist das binäre System von Al-Ta, in **Abbildung 2-19** das ternäre System Al-Si-Ta, zu sehen. In diesem System gibt es 4 intermediäre Phasen, Al_3Ta , Al_2Ta , AlTa und AlTa_3 . Dabei entspricht Al_3Ta einer tetragonalen Kristallstruktur. Allgemein ist das binäre System von Al-Ti ähnlich strukturiert, jedoch besitzt Al-Ta eine nicht so hohe Löslichkeit für Legierungselemente im Peritektikum wie Ti [50].

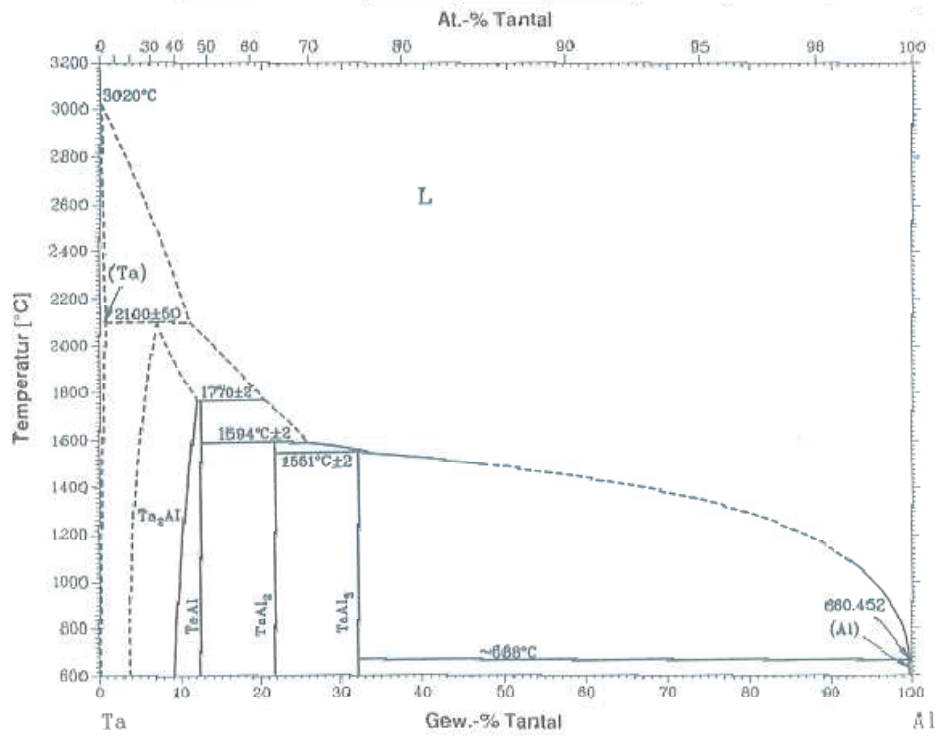


Abbildung 2-18: Al-Ta-Zweiphasensystem [51].

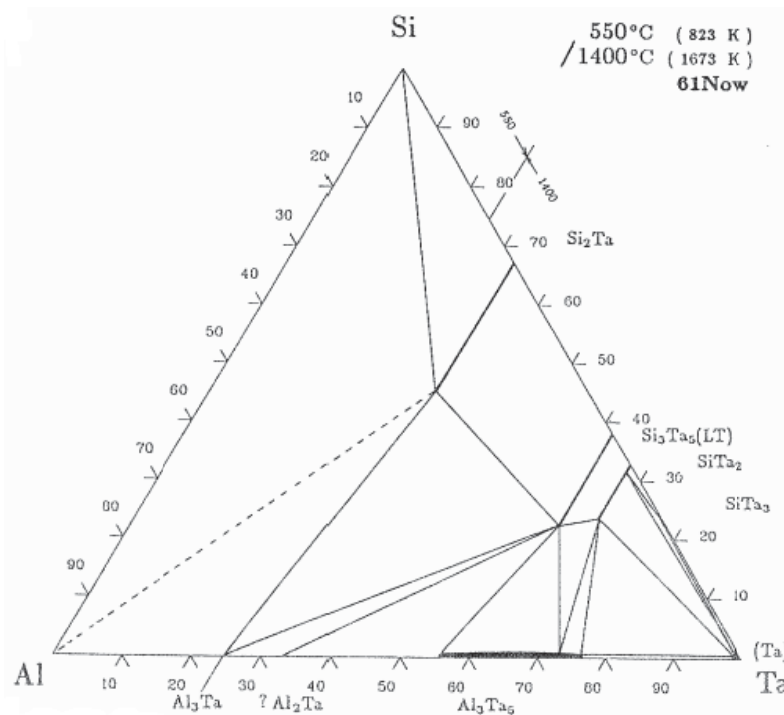


Abbildung 2-19: Ternäres System Al-Si-Ta [52].

3 Praktische Durchführung

3.1 Übersicht

Nach Planung der einzelnen Versuchsschritte wurden die TP1-Probenabgüsse am LfGK durchgeführt. Im Folgenden werden die Legierungen demnach benannt. Um die Si-Vergiftung darzustellen, wurden Legierungen mit 1; 2; 3,5; 5; 7 und 10% Si-Gehalt gewählt. Dieselbe Stufung wurde mit einer Legierung durchgeführt, in der 0,05% Ti in Form von AlTi_5B beigegeben wurde. Bei den übrigen Legierungen konzentriert sich die Untersuchung auf die kommerziellen Si-Gehalte von 7 und 10%. Um einen möglichen zeitlichen Effekt der Probenziehung in Bezug auf die Korngröße zu untersuchen, wurden bei den ersten Versuchsreihen Proben nach 5, 10, 20 und 60 Minuten, nach Zugabe des Kornfeinungsmittels, gegossen. Nachdem kein eklatanter Unterschied festzustellen war, wurde bei den weiteren Versuchsreihen darauf verzichtet. Titanproben wurden demnach nach 10 min entnommen, Ta-Proben nach 60 min. Es sollte damit sichergestellt werden, dass sich Ta vollständig gelöst hat. Im Folgenden werden die einzelnen Versuchsschritte näher erläutert.

Tabelle 3-1: Übersicht der Legierungen

Legierung	Si-Gehalt						Intervalle 5-10-20-60
	1	2	3,5	5	7	10	
AlSi (Referenz)	x	x	x	x	x	x	-
AlSi+Ti0,05					x	x	-
AlSi+TiB ₂ +Ti0,05	x	x	x	x	x	x	ja
AlSi+TiB ₂ +Ti0,3			x	x	x	x	ja
AlSi+B0,05	x		x	x	x	x	ja
AlSi+Ta0,1					x	x	-
AlSi+Ta0,2					x	x	-
AlSi+Ta0,1+TiB ₂ +Ti0,05					x		-

In **Tabelle 3-1** wird die Basislegierung als AlSi bezeichnet und ist somit die Referenzlegierung. Die angehängte Zahl bezeichnet den Si-Gehalt. Anschließend werden die jeweiligen Elemente bezeichnet. Legierung AlSi+Ti0,05 beinhaltet somit zusätzlich 0,05% freies Ti, AlSi+TiB₂+Ti0,05 beinhaltet 0,05% freies Ti plus zusätzlich TiB₂-Partikel die konstant auch in der Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,3 zu finden ist. Diese Bezeichnung wurde analog für alle Legierung verwendet. Im **Anhang** werden alle Legierungsberechnungen genauer definiert.

3.2 Ausgangsmaterial

Um die erforderlichen Legierungszusammensetzungen zu erreichen, stehen verschiedene Materialien zur Verfügung. Die dafür verwendeten Ausgangsmaterialien für die Referenzlegierungen waren Al99,8 und AlSi13. Zusätzlich wurde zu jeder Legierung ein Cu-Gehalt von 0,5% in Form von AlCu33 zur besseren Korngrenzenerkennung zulegiert. Weitere Legierungszusätze waren AlTi5B für Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,05 und AlSi+TiB₂+Ti0,3, AlTi10 für Legierung AlSi+Ti0,05 und AlSi+TiB₂+Ti0,3, AlB3 für Legierung AlSi+B0,05 und speziell für Legierung AlSi+Ta0,1 und AlSi+Ta0,2 wurde im Lichtbogenofen die Legierung AlTa20 erstellt, siehe **Kapitel 3.2.1**.

3.2.1 Herstellung der AlTa-Legierung im Lichtbogenofen

Aufgrund des sehr hohen Schmelzpunktes von 2996°C bei Tantal [46] muss dieses Element in Form von einer Legierung beigemischt werden. Dies wurde selbst am Lehrstuhl für Gießereikunde im Lichtbogenofen der Marke Edmund Bühler GmbH, Gen.Nr.044, Bj. 2003, durchgeführt (**Abbildung 3-1**). Dieser Ofen ist für eine kleine Schmelzmenge von max. 200 g bei einer Temperatur von bis zu 3500°C ausgelegt.



Abbildung 3-1: Lichtbogenofen zur Herstellung der AlTa20-Legierung.

Auf einer wassergekühlten Kupferplatte mit Tiegelmulden für knopfförmige Proben wie in **Abbildung 3-2** ersichtlich, wird in einer Hochvakuumkammer das Material aufgeschmolzen. Dies geschieht mit einer Wolframelektrode, die über einen Steuergriff frei bewegt werden kann [53].

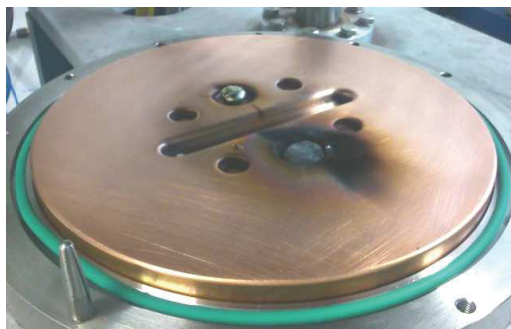


Abbildung 3-2: Wassergekühlte Kupferplatte mit Tiegelmulden.

3.3 Thermocalc Berechnung

In **Abbildung 3-3** ist ein repräsentativer Ausschnitt einer Thermocalc-Berechnung zu sehen. Für die Berechnungen wurde die Datenbank „Classic Version S“ (1995-2008) verwendet. Bei dieser Software handelt es sich um ein System für die unterschiedlichsten Kalkulationen von thermodynamischen Eigenschaften.

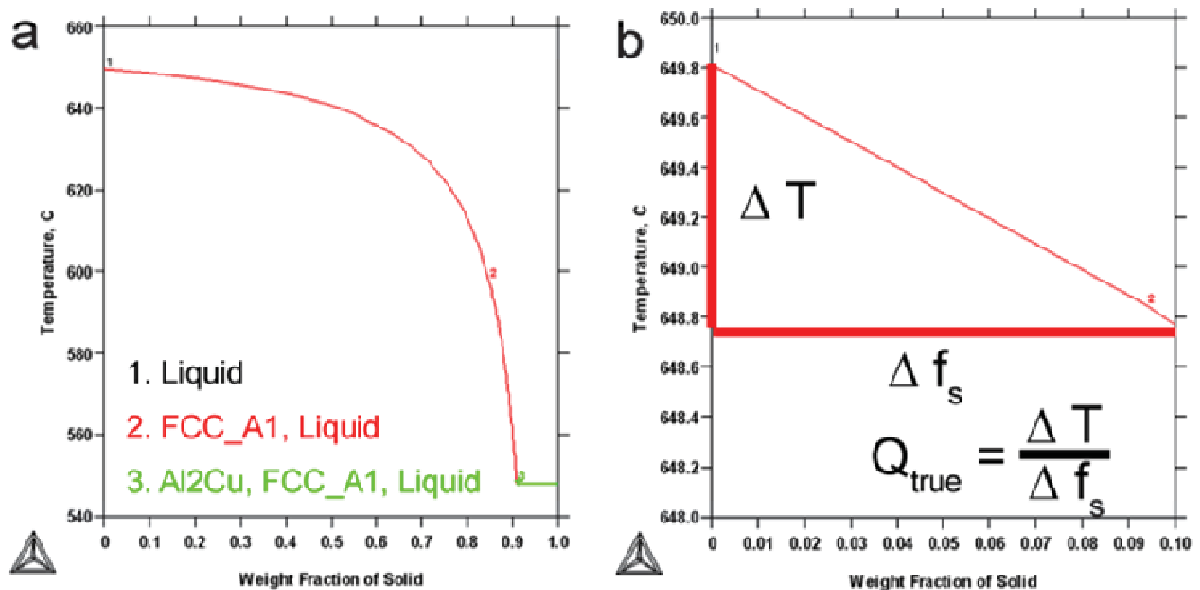


Abbildung 3-3: Q-Berechnung aus Thermocalc.

Δf_s entspricht laut Grafik Δc . Q_{true} entspricht somit der Steigung m . Die k -Werte für bestimmte Elemente können der **Tabelle 3-2** entnommen werden [29]. Daraus ist der Wachstumsbehinderungs-faktor Q nach Formel 12 ($Q = m c_0 (k-1)$) zu ermitteln.

Tabelle 3-2: k -Werte für ausgewählte Elemente [29].

Element	K [-]
Ti	7,8
Ta	2,5
Si	0,11
Fe	0,02
Cu	0,17

Zur Errechnung des tatsächlichen Q-faktors für eine Legierung können, unter Annahme, dass keine Wechselwirkungen in der Schmelze stattfinden, die Komponenten aufsummiert und so abgeschätzt werden. Laut Greer [30] und Spittle und Sadli [10] sollte demnach der Kurvenverlauf bei Korngröße über Q progressiv fallend sein. Also je höher der Q-Faktor, desto niedriger die Korngröße. Anzumerken ist, dass bei diesen Berechnungen nur freies Ti beachtet werden kann. B wird als TiB_2 abgebunden und kann in diesem Verfahren nicht berücksichtigt werden.

3.4 Durchführung der Gießversuche

3.4.1 Allgemein

Zur Herstellung der Proben wurden die jeweiligen Legierungen in einem widerstandbeheizten Schmelzofen der Marke Naber Model KF 40/12, Bj. 2009, eingeschmolzen (**Abbildung 3-4**). Nach dem Chargiervorgang von gleichzeitig zwei bis drei Legierungen in kleinen Keramiktiegel (**Abbildung 3-5**) wird das Material 4-6 Stunden aufgeschmolzen. Die Temperatur der Schmelze sollte vor dem Abgießen nicht unter $720^{\circ}C$ sinken. Zum Aufschmelzen der Ta-legierten Materialien wurde eine Schmelzetemperatur von $800^{\circ}C$ gewählt, da sich das Ta ohnehin schwer auflöst. Die Proben wurden nach dem Alcan-TP1-Verfahren abgegossen. Das Verfahren wird detailliert in **Kapitel 3.4.2** beschrieben.



Abbildung 3-4: Schmelzofen.



Abbildung 3-5: Chargierung in Keramiktiegel.

Eine Auflistung der abgegossenen TP1-Proben ist in **Tabelle 3-1** zu sehen. Insgesamt wurden 73 Proben gegossen. Für die Gefügeanalysen wurden die Proben geschliffen, präpariert und anschließend im REM und LM untersucht. Zur Kontrolle der chemischen Zusammensetzung der Schmelze von Legierung $\text{AlSi+Ta}_{0,1}$ und $\text{AlSi+Ta}_{0,2}$ wurden nasschemische Materialanalysen am ÖGI durchgeführt, um den Nachweis des gelösten Tantals zu erbringen. Zusätzlich wurden für die Legierung $\text{AlSi+TiB}_2+\text{Ti}_{0,3}$ Diezproben gegossen (**Abbildung 3-6**), um die mechanischen Eigenschaften zu überprüfen.



Abbildung 3-6: Diezprobe.

3.4.2 TP1-Test

Die praktische Untersuchung der Kornfeinung wird mittels TP1-Standardtest, die nach ASTM E112 genormt ist, durchgeführt. Dabei wird eine konische Kelle bis zu einer gewissen Tiefe Wassergekühlt, um so die Erstarrung zu beeinflussen. Der Versuchsaufbau ist von **Abbildung 3-7** bis **Abbildung 3-9** zu sehen.

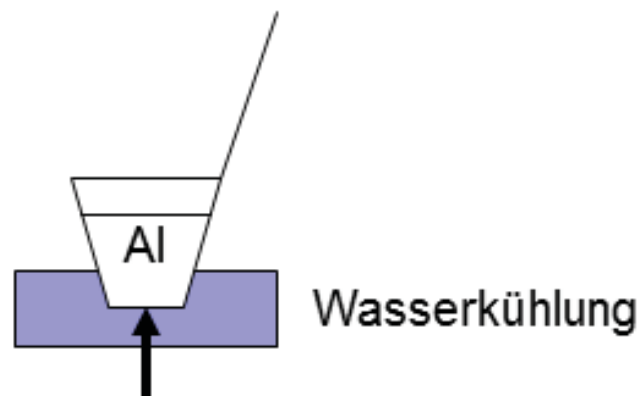


Abbildung 3-7: Skizze der TP1-Kelle.

Der TP1-Test wird je nach Legierung zwischen 720°C und 800°C gegossen. Nach dem Entnehmen der Gussprobe mit der konischen Kelle wird unverzüglich die Probe in die wassergekühlte Vorrichtung befördert und dort ca. 30 s (bis zur vollständigen Erstarrung) gehalten. Die Abkühlrate beträgt dabei ca. 3,5 K/s.



Abbildung 3-8: TP1-Testvorrichtung.



Abbildung 3-9: Testvorrichtung mit Kelle nach ASTM TP1-Standardtest.

3.5 Durchführung der Prüfungen

3.5.1 Gefügeuntersuchung

3.5.1.1 Schliffherstellung

Eine vollkommene ebene und polierte Probenfläche ist aufgrund der sehr geringen Tiefenschärfe bei starker Vergrößerung unter dem Mikroskop unerlässlich [54]. Die Herstellung solcher Schliffproben kann in vier wesentliche Schritte gegliedert werden, wobei der erste Schritt, das Einbetten, bei den TP1-Proben aufgrund der großen Probeoberfläche nicht notwendig ist. Die weiteren Schritte sind Schleifen, Polieren und, OPS finishing. Wesentlich bei den TP1-Proben ist die Schlifffläche mittig bei 38 mm Tiefe zu untersuchen, wie in **Abbildung 3-10** zu sehen.

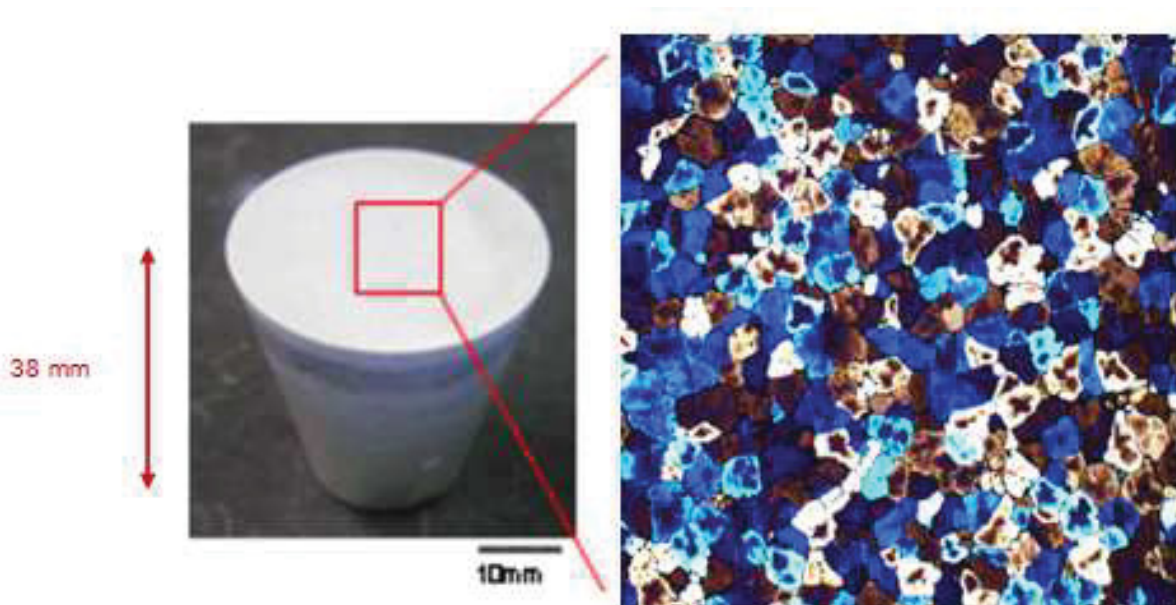


Abbildung 3-10: Schliffprobe nach dem TP1-Verfahren.

▪ Schleifen

Die Proben wurde mit SiC-Nassschleifpapier (Körnung: P320, P500, P800, P1200) auf einer Schleif- und Poliermaschine ATM Saphier 350 geschliffen, siehe **Abbildung 3-11**.

▪ Polieren

Das Polieren (Mol 3 μm und OPS 1 μm) wurde auf der Schleif- und Poliermaschine ATM Saphier 350 durchgeführt.

▪ Ätzen

Zur Steigerung des Kontrasts wurde die Probenoberfläche elektrochemisch geätzt. Mit solch einer Ätzung kann der polykristalline Aufbau von technischen Metallen und Legierungen gut erkennbar gemacht werden [55]. Als Elektrolyt wurde die Ätzflüssigkeit nach Barker (HF , H_3BO_3 , H_2O) eingesetzt. Diese Ätzung mit anschließender, optischen Gefügekontrastierung im polarisierten Licht, ermöglichte die spätere Korngrößenauswertung [56, 57]. Die Ätzung erfolgte mit dem elektrochemischen Polier- und Ätzgerät ATM Kristall 620 mit externer Elektrolytzelle (siehe **Abbildung 3-12**).



Abbildung 3-11: Schleif- u. Poliermaschine ATM Saphier 350.



Abbildung 3-12: Elektrolytisches Ätzgerät, ATM Kristall 620 mit externer Elektrolytzelle.

3.5.1.2 Lichtmikroskopie

Diese Form der Gefügeuntersuchung ist die älteste und immer noch wichtigste Methode. Voraussetzung für eine Untersuchung ist eine Probe mit einer optisch ebenen und polierten Oberfläche. Das Lichtmikroskop (LM) weist eine sehr geringe Schärfentiefe bei starker Vergrößerung auf. Bei 1000facher Vergrößerung beträgt die Schärfentiefe lediglich $0,01\ \mu\text{m}$ und ist somit zum Beispiel für eine Bruchflächenuntersuchung ungeeignet. Das Auflösungsvermögen von Lichtmikroskopen ist durch die Wellenlänge des (sichtbaren) Lichtes auf etwa $0,3\ \mu\text{m}$ limitiert [56,58].

Für lichtmikroskopische Aufnahmen wurden die Schliiffproben auf einem Carl Zeiss Axio Imager.A1m Lichtmikroskop (**Abbildung 3-13**) betrachtet und mit der Bildanalyse NIS Elements Br 3.0, Nikon, ausgewertet. Es wurden Gefügeuntersuchungen und Korngrößenbewertung durchgeführt.

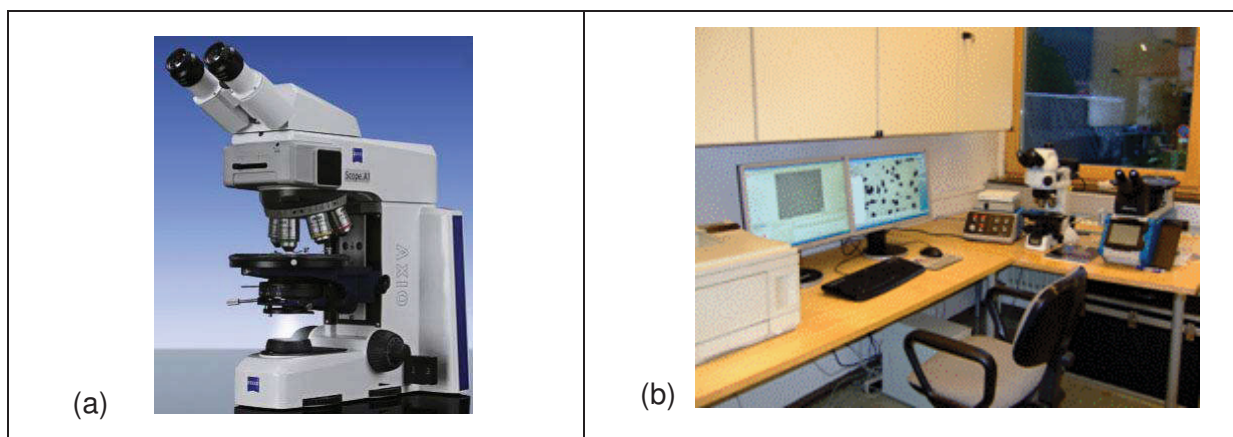


Abbildung 3-13: (a) Carl Zeiss Axio Imager.A1m Lichtmikroskop [59], (b) Anordnung LM und Auswertung.

3.5.1.3 Rasterelektronenmikroskop

Das Prinzip des Rasterelektronenmikroskops beruht darauf, dass ein gebündelter sehr dünner Elektronenstrahl (Primärstrahl) die Probenoberfläche rasterförmig abtastet. Ein Elektronendetektor fängt die Signale (Sekundärelektronen), die durch Wechselwirkung der Primärstrahlung (Primärelektronen) mit der Metalloberfläche erzeugt wurden, auf. Ein nachträglicher Signalverstärker kann die örtliche Verteilung dieser herausgelösten

Sekundärelektronen anschließend synchron zu einer Abbildung am Bildschirm zusammensetzen. Das Auflösungsvermögen des REM beträgt etwa $0,01\ \mu\text{m}$, die Schärfentiefe bei 1000facher Vergrößerung etwa $35\ \mu\text{m}$. Wobei die maximale erreichbare Vergrößerung von der Beschleunigungsspannung der Primärelektronen abhängt, eine bis zu 200.000fache Vergrößerung kann erreicht werden [56,57]. Für die Untersuchungen der Bruchoberflächen von Schliff- und Zugproben wurde ein REM (siehe **Abbildung 3-14**) benutzt. Dabei handelte es sich um ein FEI Quanta 200 Mk2, Spannung 20 kV. Aufnahmen wurden mit dem Rückstreuielektronen-Detektor (BSD) und dem Everhart Thornley Sekundärelektronen-Detektor (ETD) durchgeführt. Zusätzlich war auch die Röntgenspektroskopanlage (EDX) von Oxford Instrument, Inca Energy 200, zur Analyse vorhanden.



Abbildung 3-14: REM mit EDX-Einheit.

3.5.2 Korngrößenuntersuchung

Für die Korngrößenbewertung wurden die zu untersuchenden Proben zuvor elektrochemisch nach Barker geätzt, siehe auch **Kapitel 3.5.1.1**. Für die Bestimmung der Korngröße wurden für jedes einzelne Ergebnis bis zu 100 Körner vermessen und der Wert gemittelt.

3.5.3 Mechanische Prüfung - Zugprüfung

Bei der Legierungen $\text{AlSi+TiB}_2+\text{Ti0,3}$ werden Diezproben (**Abbildung 3-6**) gegossen. Für eine veredelte Erstarrung werden 200 ppm Strontium zugegeben. Somit werden Siliziumkristalle als Korallenform stark gefeinert und fallen nicht so sehr spießförmig aus. Aus den Diezproben werden Probestäbe für Zugversuche zur Überprüfung der Dehngrenze bzw. der Festigkeit gedreht.

Untersucht wurden 2 Proben mit (T6) und 2 ohne Warmauslagerung (T4). Lösungsgeglüht wurden alle Proben im Wärmebehandlungssofen Marke Nabertherm Model N105/85A, Bj. 1999. Die Parameter für die Wärmebehandlung sind aus **Tabelle 3-3** zu entnehmen.

Tabelle 3-3: Parameter zur Wärmebehandlung.

Legierung $\text{AlSi+TiB}_2+\text{Ti0,3}$	
Homogenisierung	5 h bei 520 °C
Wasserabschreckung	Bei 25 °C
Auslagerung (für T6)	6 h bei 170 °C

Allgemein:

Die mechanischen Kennwerte sind einfache und schnell zu bestimmende Größen im Zugversuch. Einfluss auf den Zugversuch haben insbesondere alte, harte Oxide (Einschlüsse) sowie größere Poren.

Durchführung:

Die Zugprüfungen wurden im Labor des Österreichischen Gießereiiinstitut (ÖGI) durchgeführt. Bei der verwendeten Zugprüfmaschine handelte es sich um eine Zwick/Roell-E. Als Prüfnorm wurde die EN 10002 angewendet. Die Bestimmung der Bruchdehnung A_5 erfolgte über die Traversenbewegung wobei bei Raumtemperatur geprüft wurde. Die gefertigten Zugproben wiesen einen Durchmesser von 11,96 mm und eine Einspannlänge von 175 mm auf.

Auswertung:

Bestimmt wurden im Zugversuch:

- 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$,
- Zugfestigkeit R_m und
- Bruchdehnung A_5 .

3.5.4 Nasschemische Analyse

Für den Nachweis von Ta in den Legierungen wurde eine nasschemische Analyse durchgeführt. Bei dieser Analyse zur quantitativen Untersuchung von chemischen Bestandteilen werden 0,2 g Bohrspäne aus der Probe entnommen, um sie anschließend mittels Säureaufschlussverfahren aufzulösen und zu untersuchen. Die Bestimmung des Ta-Gehaltes wurde nach der ICP-OES-Methode, die der EN ISO 11885:2009 unterliegt, durchgeführt. Die Methode hat dabei eine Messunsicherheit von 3-5%.

4 Auswertung

Die Proben wurden unterschiedlichen Tests unterzogen, um ihre mechanischen, morphologischen und metallographischen Eigenschaften festzustellen. Im Folgenden werden die Ergebnisse der Spektroanalyse, UD-Test, thermische Analyse, Zugversuche, REM, LM und Korngrößenanalyse bewertet.

4.1 Si-Vergiftung

Bei der ersten Versuchsreihe wurden vorab Referenzproben gegossen, um den Nachweis der Si-Vergiftung zu erbringen. Dabei wurden die Korngrößen der Proben mit Si-Gehalten von 1; 2; 3,5; 5; 7 und 10% ausgewertet. In **Abbildung 4-1** ist ein eklatanter Sprung von über 60% der Korngröße von 3,5 auf 5% Si-Gehalt ersichtlich, die Mittelwerte der Korngrößenbewertung sind im Diagramm abzulesen. Eine Gegenüberstellung der geätzten Gefügebilder in **Abbildung 4-2** zeigt, dass bei einem Si-Gehalt von 10% Körner nicht mehr eindeutig zu erkennen sind. Eine dendritische Struktur überwiegt das Gefüge. Bei den übrigen Proben sind Korngrenzen eindeutig definiert. Eine globulitische Erstarrung ist zu erkennen.

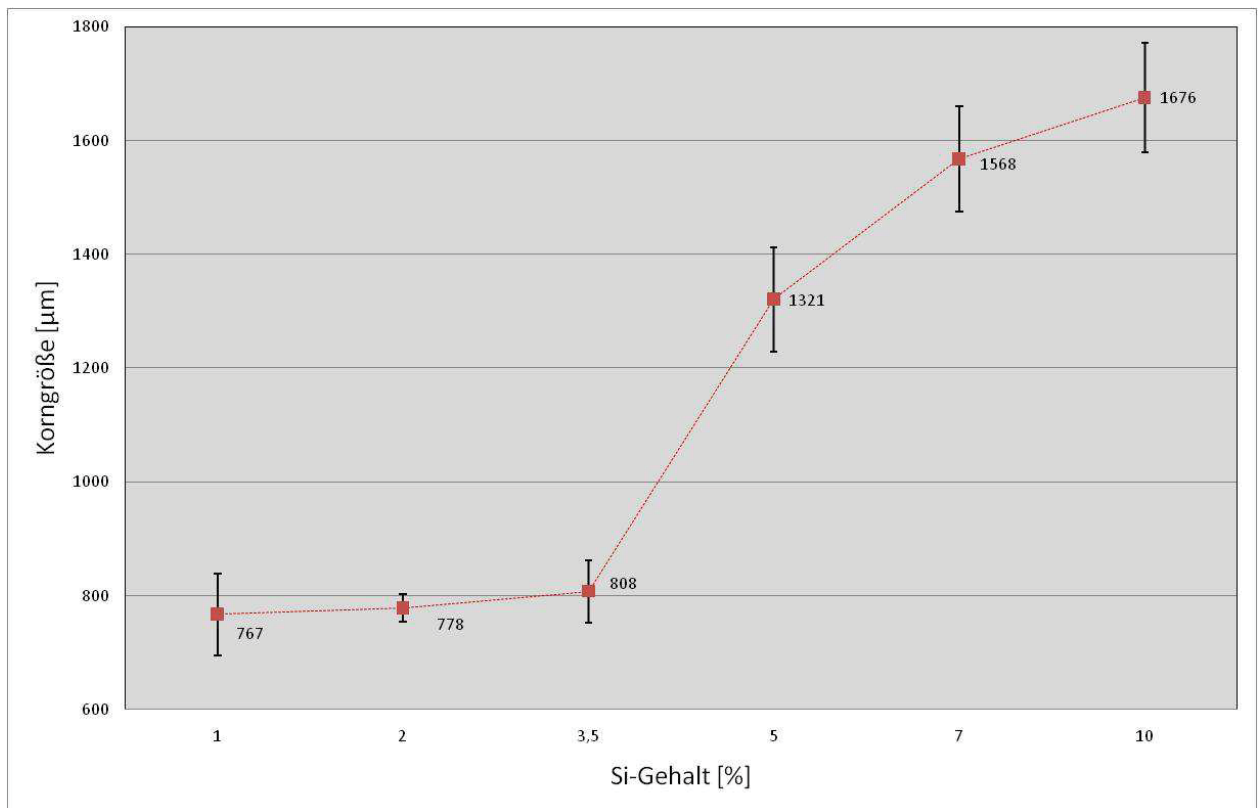


Abbildung 4-1: Darstellung des Si-Vergiftungseffekts bei AlSi-Legierungen.

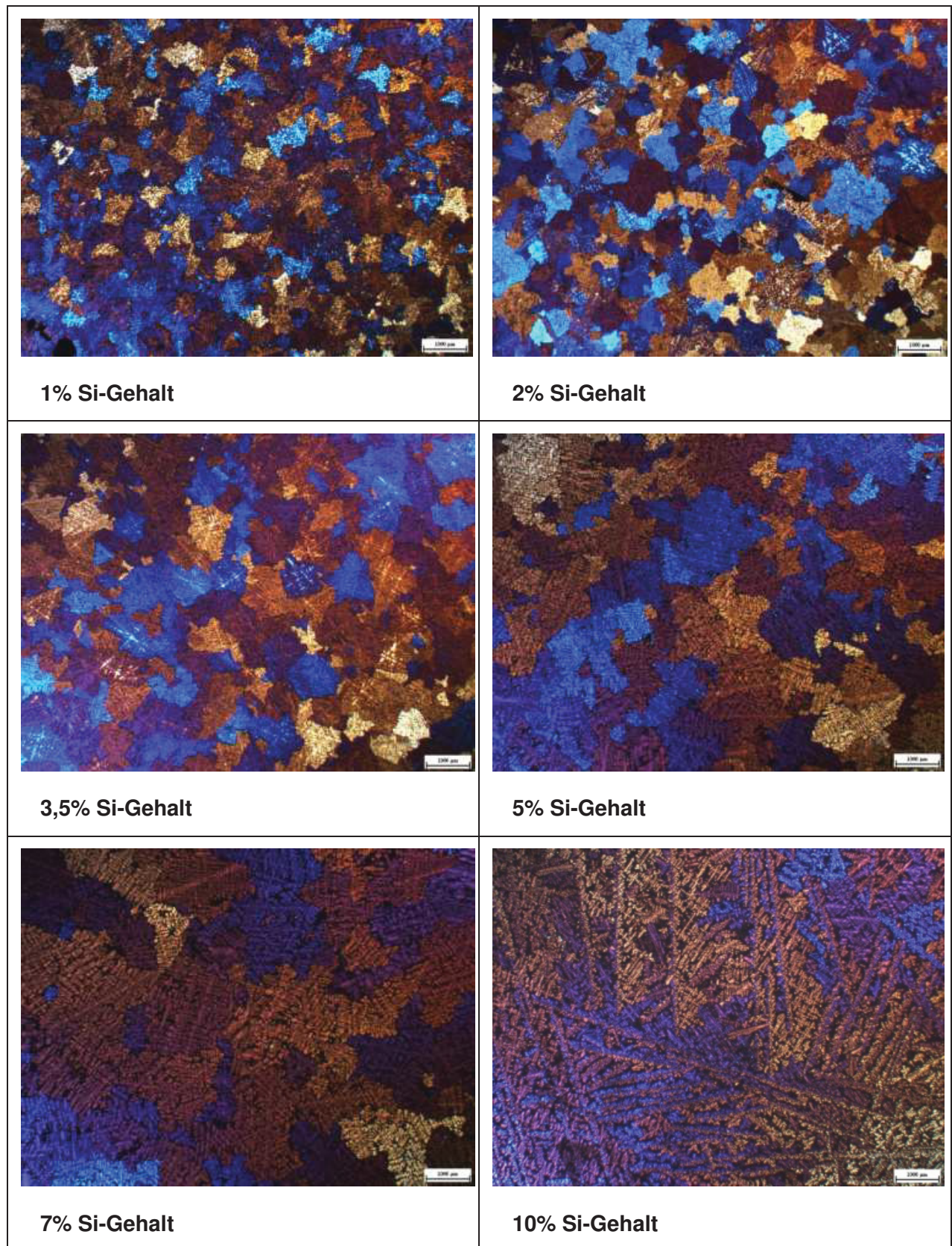


Abbildung 4-2: Gefügebilder der Proben mit unterschiedlichen Si-Gehalte.

4.2 Mikrostruktur der Al-Si-Ti-Legierungen

4.2.1 AlSi+Ti0,05

4.2.1.1 Korngrößenauswertung von AlSi+Ti0,05

In **Abbildung 4-3** sind die Legierungen aus AlSi+Ti0,05 dargestellt. Diese Legierung enthält keine Borkeime. Im Vergleich zu den Legierungen AlSi+TiB₂+Ti0,05 und AlSi+TiB₂+Ti0,3 konnte kein signifikanter Kornfeinungseffekt wahrgenommen werden.

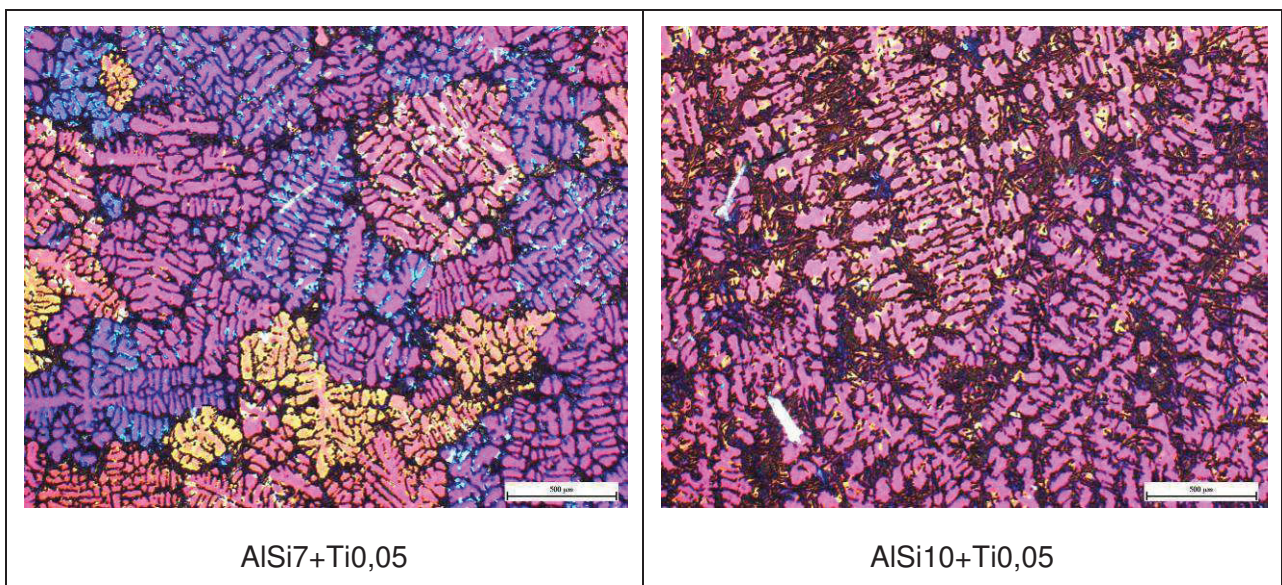


Abbildung 4-3: KG-Auswertung der Legierung AlSi+Ti0,05.

4.2.1.2 REM-Analyse von AlSi+Ti0,05

In **Abbildung 4-4** sind REM-Gefügebildern der Legierung AlSi+Ti0,05 ersichtlich. Repräsentativ wurden zum Vergleich Bilder der Proben mit 7% und 10% Silizium dargestellt.

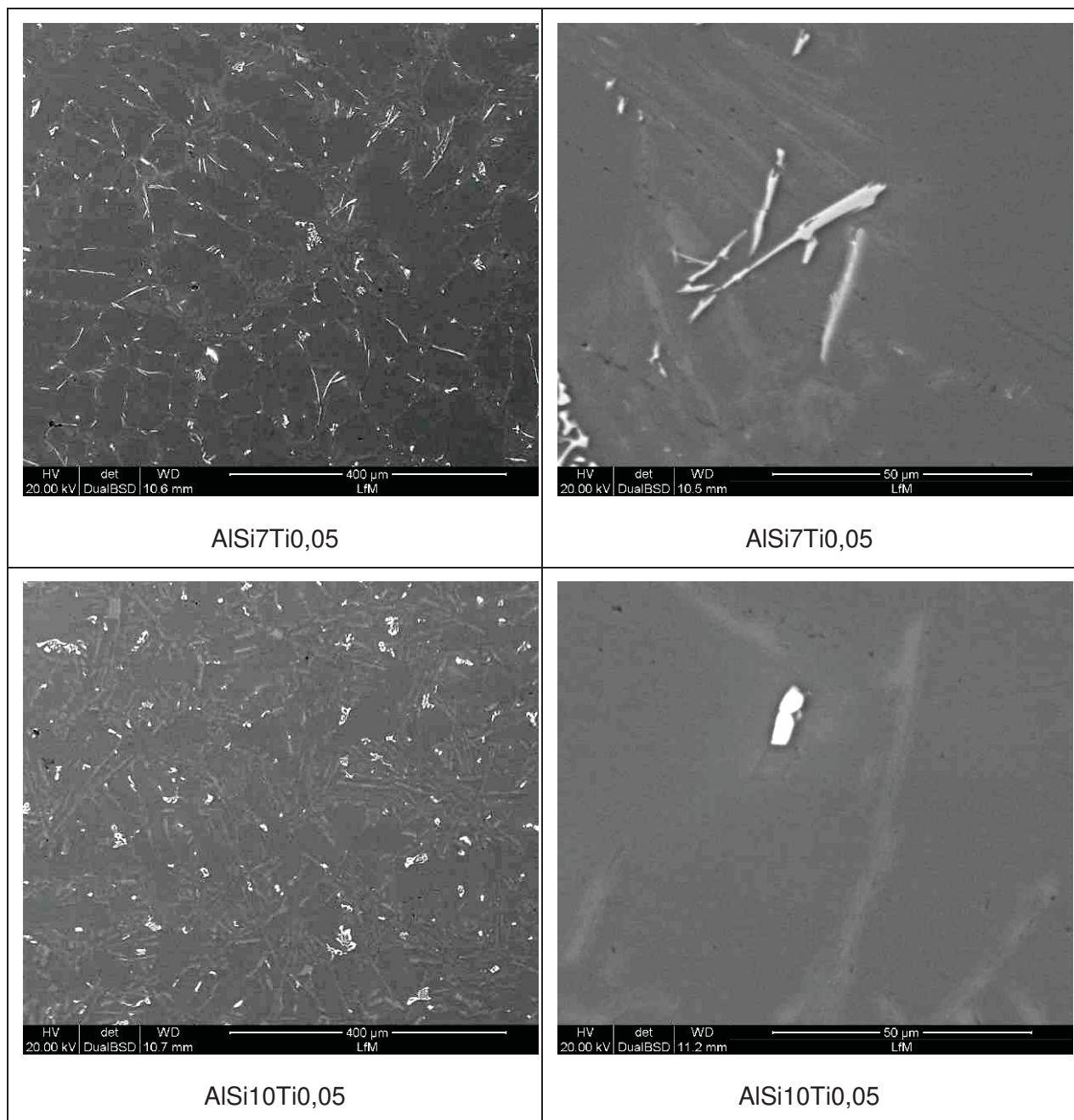


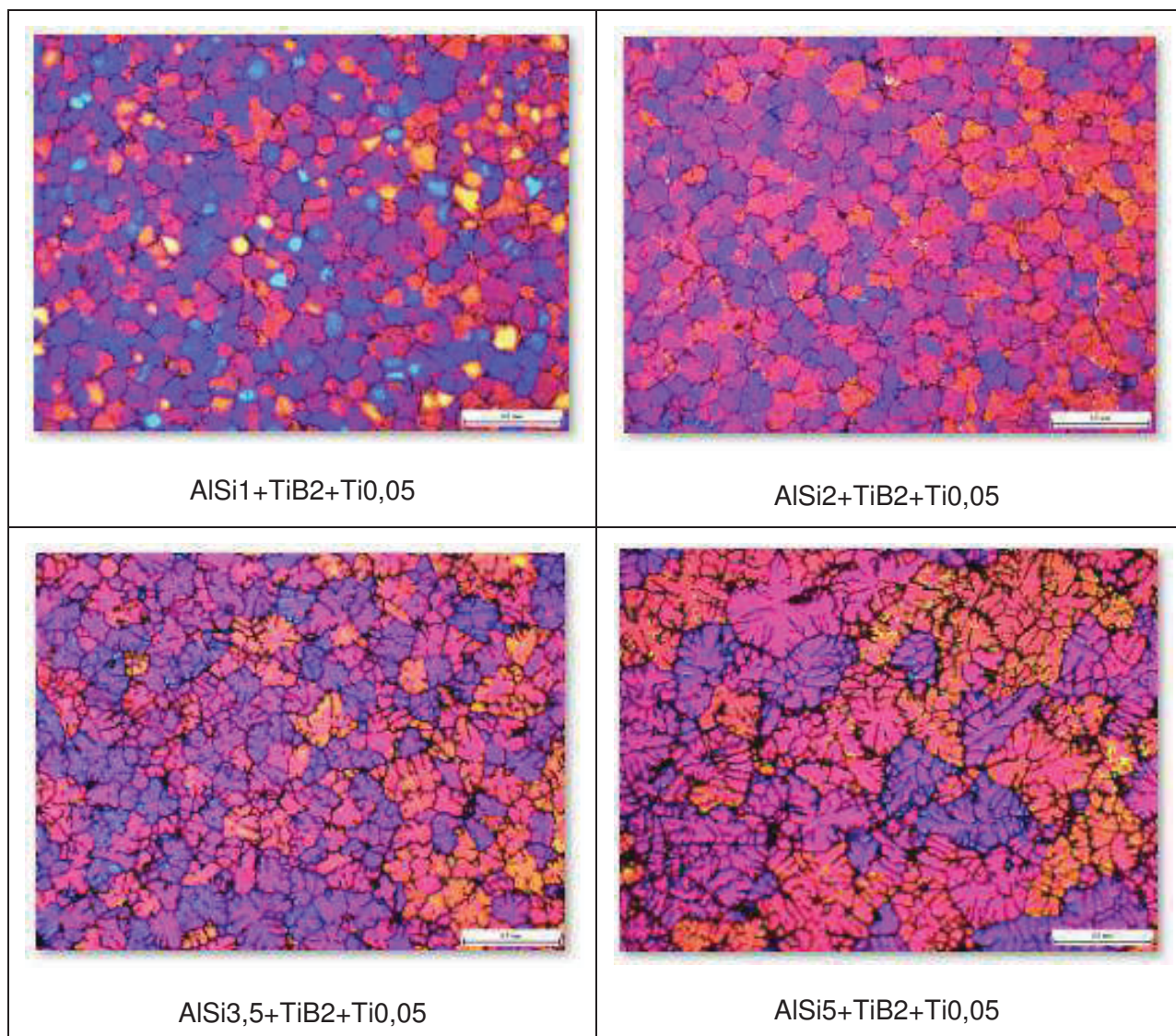
Abbildung 4-4: REM-Analyse Legierung AlSi+Ti0,05.

Da die Legierung AlSi+Ti0,05 zum Ende der Versuchsreihen hauptsächlich für die Korngrößenbewertung gegossen wurde, wurde auf eine detaillierte EDX-Analyse verzichtet.

4.2.2 AlSi+TiB₂+Ti_{0,05}

4.2.2.1 Korngrößenauswertung von AlSi+TiB₂+Ti_{0,05}

In **Abbildung 4-5** sind repräsentative Bilder der Korngrößenauswertung der Legierungen AlSi+TiB₂+Ti_{0,05} dargestellt. Die wachsenden Körner bei steigendem Si-Gehalt in der Legierung sind deutlich zu erkennen. Auffällig ist der Übergang vom globulitischen bis hin zum dendritischen Gefüge.



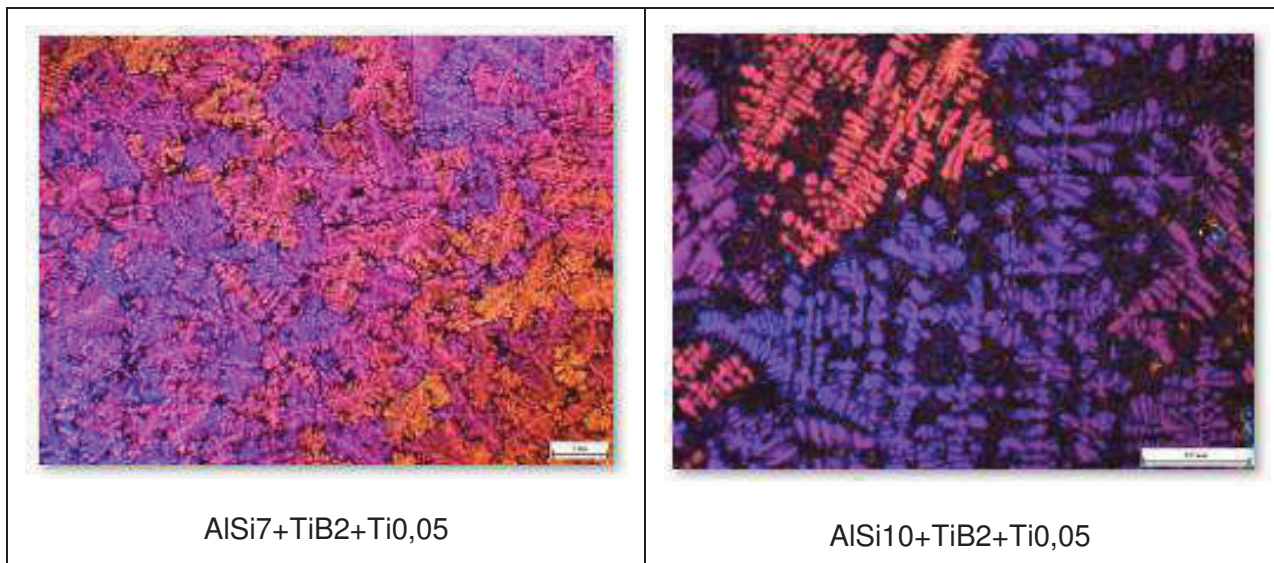


Abbildung 4-5: KG-Auswertung der Legierung AlSi+TiB₂+Ti_{0,05}.

Da diese Legierung die Erste der Versuchsreihen war, wurden Proben in Intervallen von 5, 10, 20 und 60 min abgegossen. Wie aus **Tabelle 4-1** zu sehen ist, besteht kein eklatanter Unterschied der Korngrößen zwischen einem Abgießen bei Zugabe des AlTi5B nach 5 min oder 60 min.

Tabelle 4-1: Korngrößenauswertung der Legierung AlSi+TiB₂+Ti_{0,05} nach Intervallen.

		AlSi+TiB₂+Ti_{0,05}						
		Intervalle [min]	Si-Anteil [%]					
			1	2	3,5	5	7	10
Korngrößen [μm]	R	767	778	808	1321	1568	1676	
	5	93	124	146	323	439	1511	
	10	96	113	156	332	436	1618	
	20	94	119	154	364	443	1512	
	60	94	119	173	360	501	1578	
	Schnitt	94	119	157	344	455	1555	

Eine Gegenüberstellung zur Referenzlegierung und den unterschiedlichen Haltezeiten ist der **Abbildung 4-6** zu entnehmen.

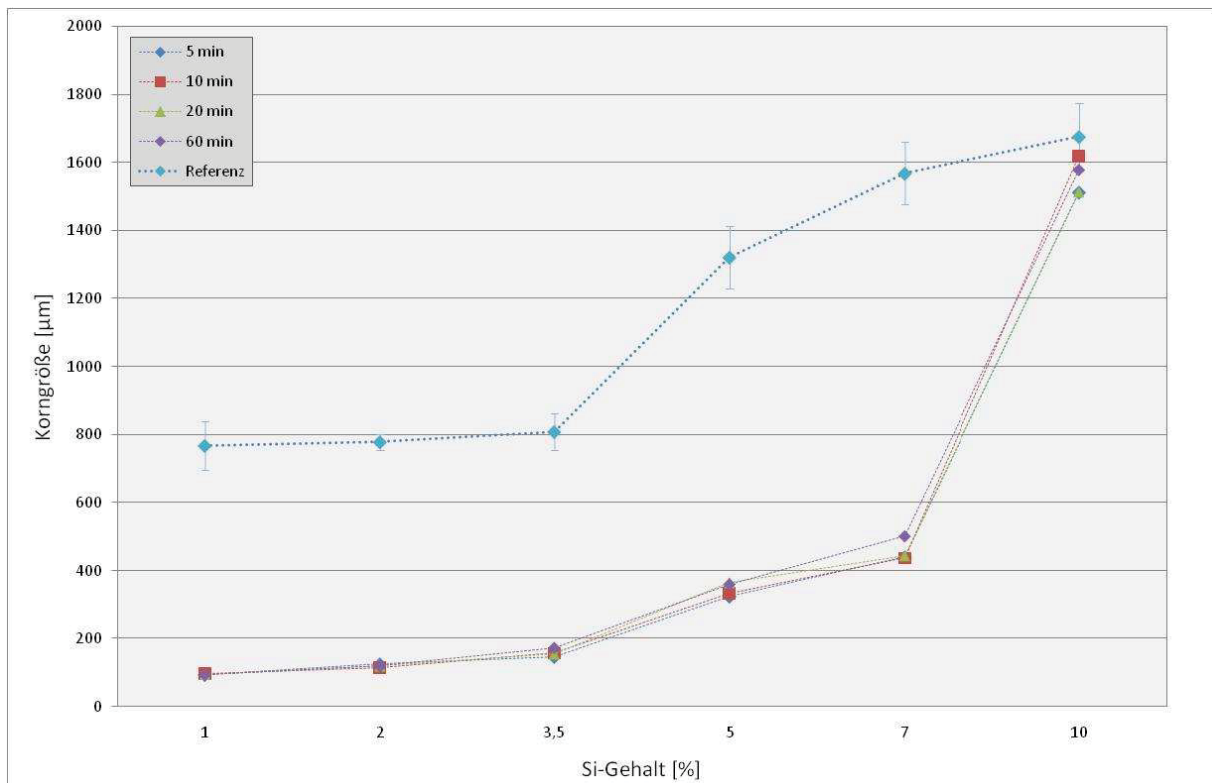
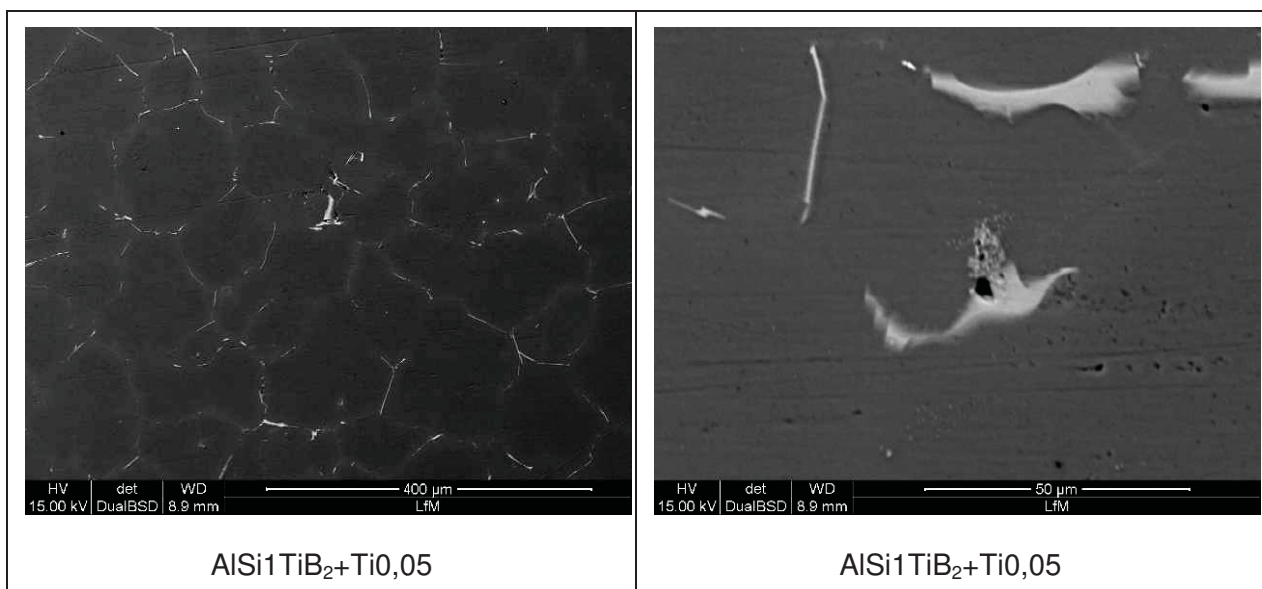


Abbildung 4-6: Vergleich des Kornfeinungsverhalten der AISi+TiB₂+Ti_{0,05}-Legierung zur Referenzlegierung.

4.2.2.2 REM-Analyse AISi+TiB₂+Ti_{0,05}

In **Abbildung 4-7** sind REM-Gefügeaufnahmen der Legierung AISi+TiB₂+Ti_{0,05} ersichtlich. Repräsentativ wurden zum Vergleich Bilder der Proben mit 1% und 10% Silizium dargestellt.



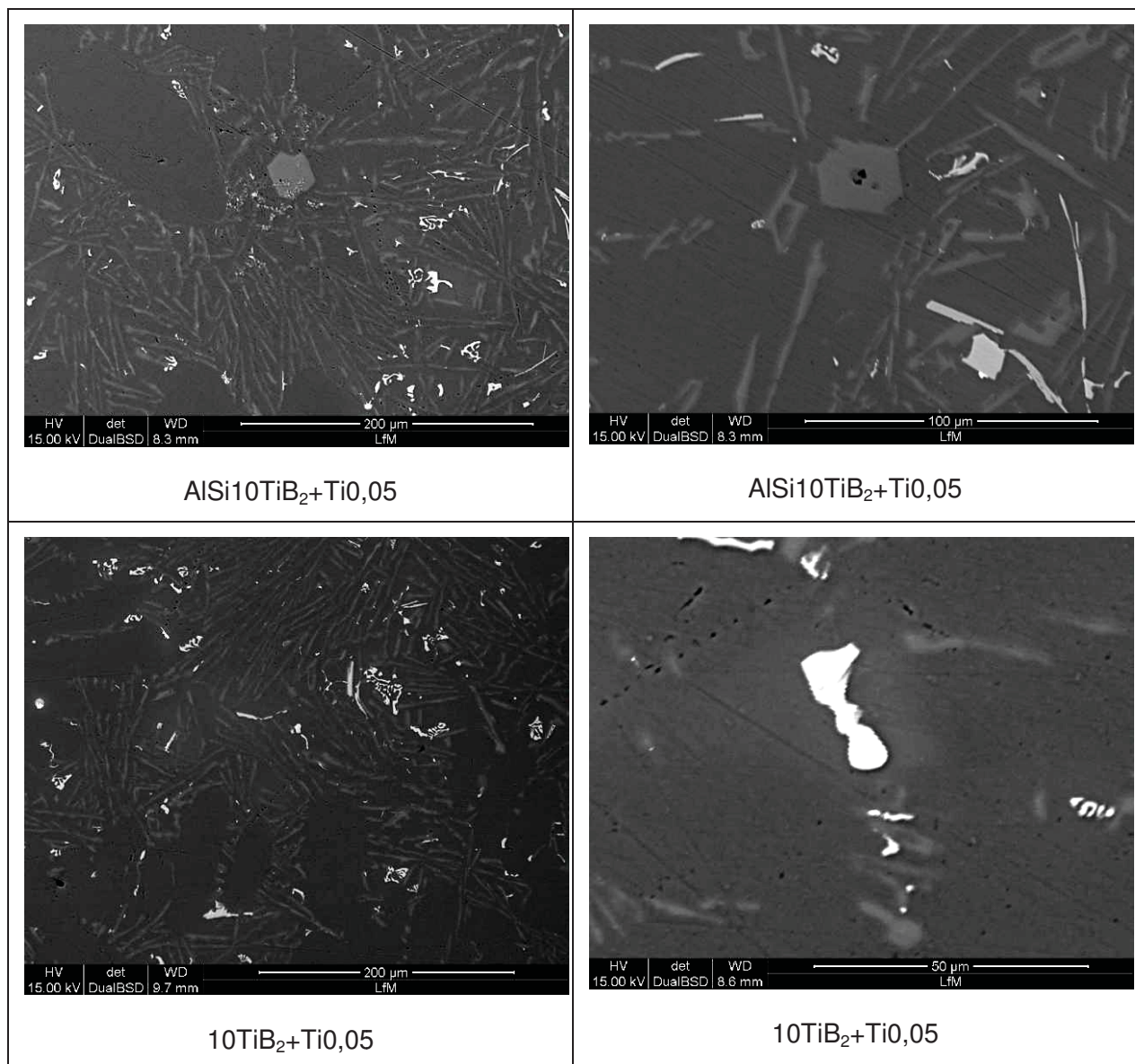


Abbildung 4-7: REM-Analyse Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,05.

Abbildung 4-8 zeigt die Ergebnisse von Punktanalysen und Analysen mittels EDX. Bei den Punktanalysen wurde das Hauptaugenmerk auf die hellen Phasen der Aufnahmen gelegt. Es wurden die Elemente Si, Fe und Mn und geringe Mengen an Mg, Cu und P gefunden, die aus den Vorlegierungen stammen. Im letzten Bild der Punktanalysen wurde ein Ti-Gehalt von 6,99 Gew.% gefunden. Die gekraupelten weißen Punkte sind TiB₂-Partikel, die sich nicht vollständig gelöst haben.

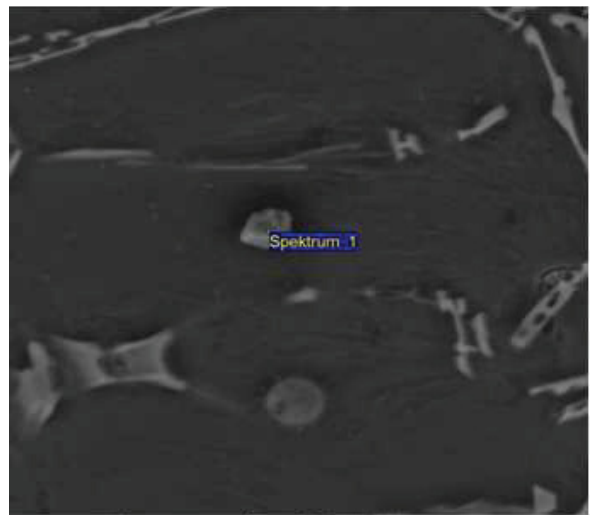
Ausscheidungen AlSi7+TiB ₂ +Ti0,05		
Element	Massen%	Atom%
Al	54.73	64.47
Si	17.56	19.88
Mn	8.35	4.83
Fe	16.63	9.47
Cu	2.72	1.36

Ausscheidungen AlSi7+TiB ₂ +Ti0,05		
Element	Massen%	Atom%
Mg	9.96	19.62
Al	3.34	5.93
Mn	5.20	4.53
Fe	81.51	69.92

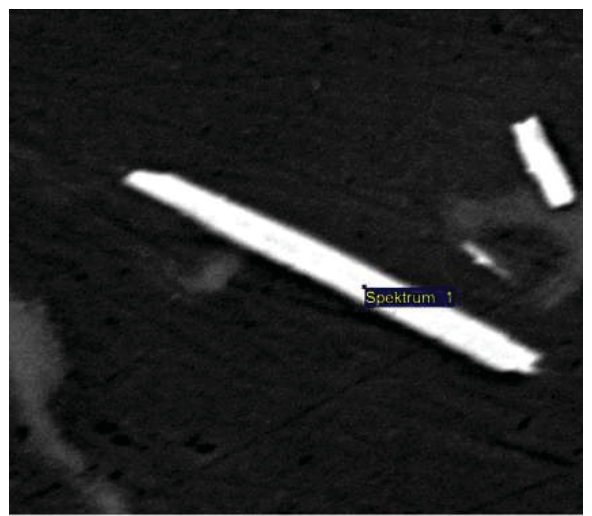
Ausscheidungen AlSi10+TiB ₂ +Ti0,05		
Element	Massen%	Atom%
Al	51.21	59.46
Si	23.64	26.37
Mn	5.80	3.31
Fe	19.35	10.86



40µm Elektronenbild 1



40µm Elektronenbild 1



20µm Elektronenbild 1

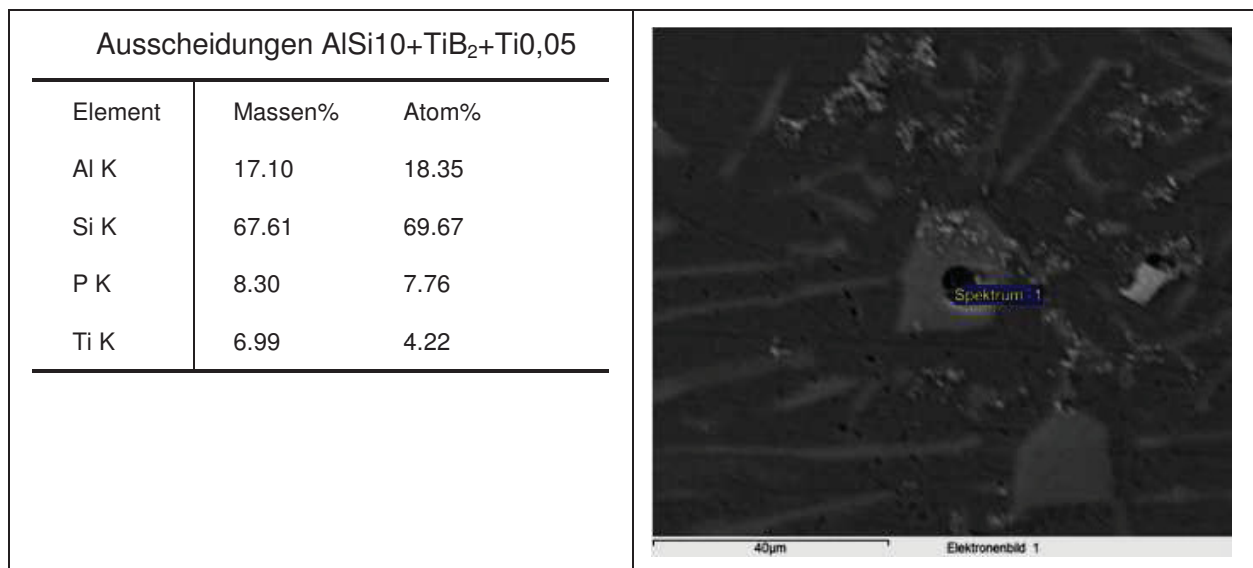
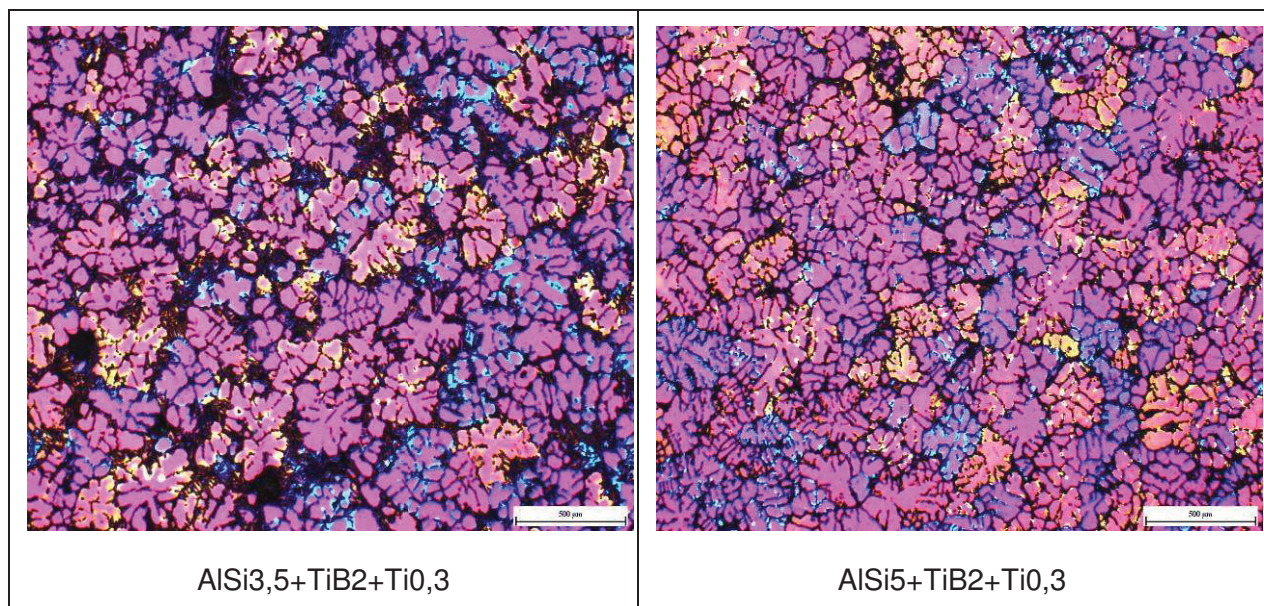


Abbildung 4-8: EDX- Punktanalysen - Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,05.

4.2.3 AlSi+TiB₂+Ti0,3

4.2.3.1 Korngrößenauswertung von AlSi+TiB₂+Ti0,3

In **Abbildung 4-9** sind die Legierungen aus AlSi+TiB₂+Ti0,3 dargestellt. Die Körner haben sich deutlich verkleinert. Vor allem bei einem Si-Gehalt von 10% ist ein signifikanter Unterschied der Korngrößen und auch des Gefüges zu erkennen.



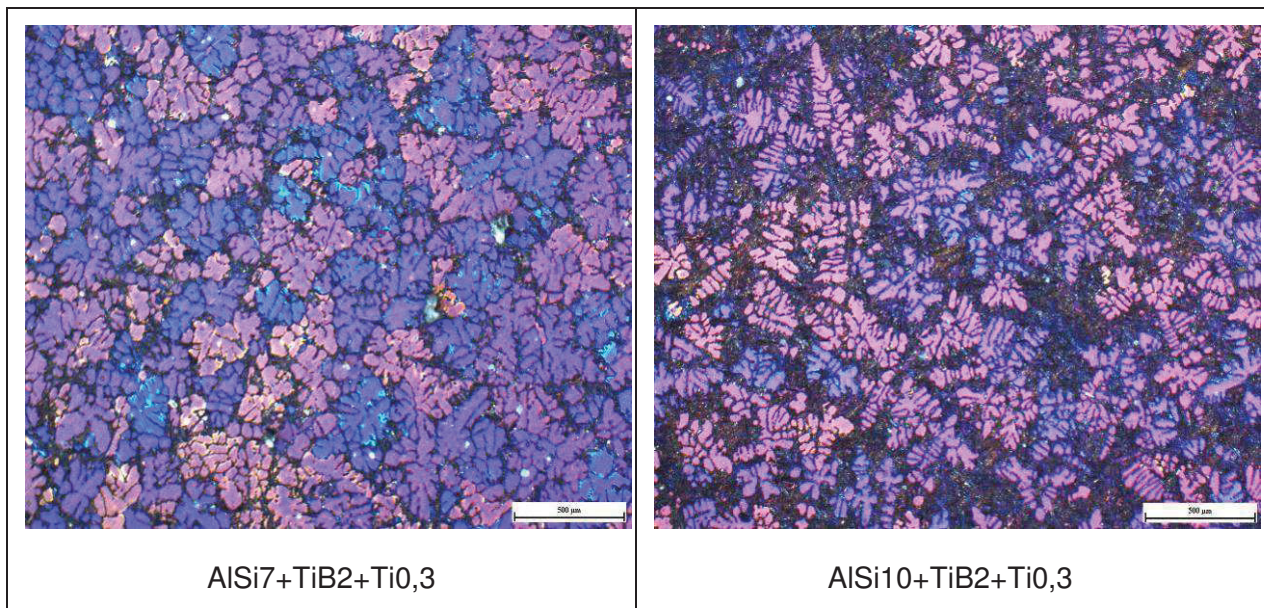


Abbildung 4-9: KG-Auswertung der Legierung AlSi+TiB₂+Ti_{0,3}.

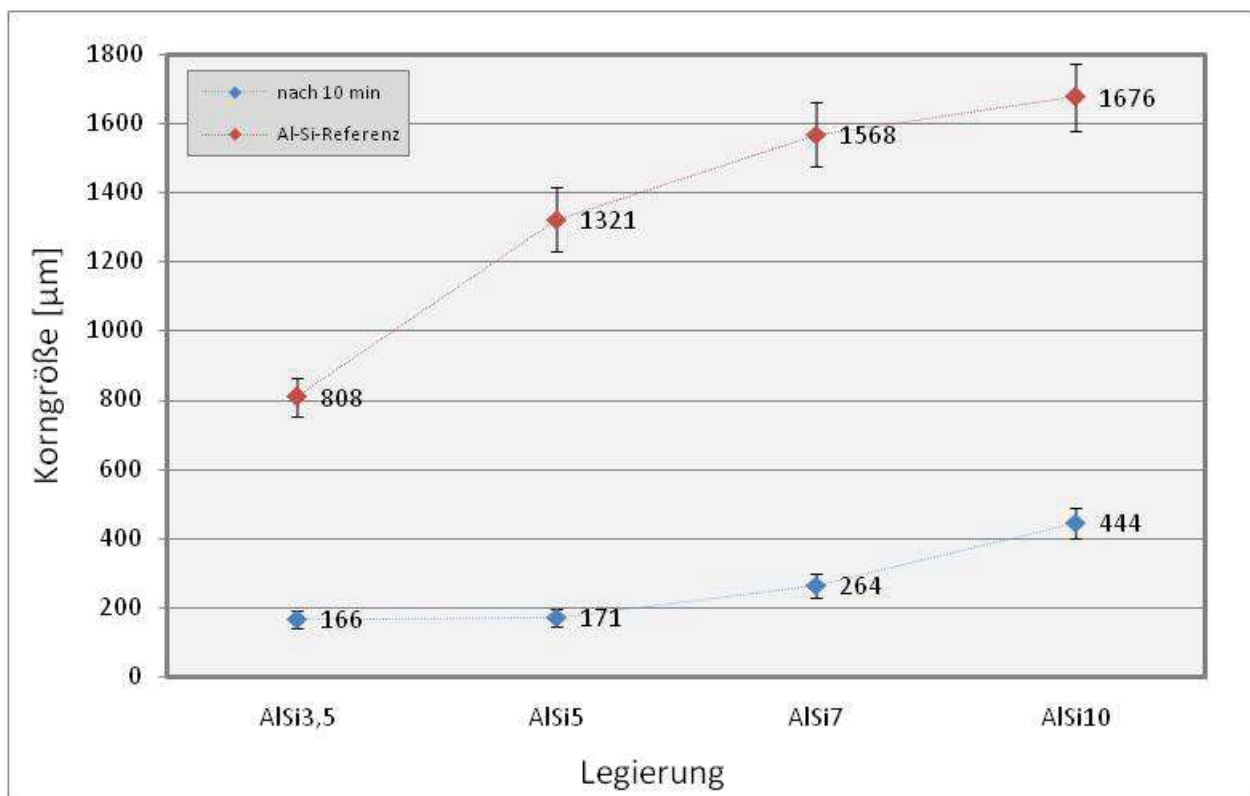
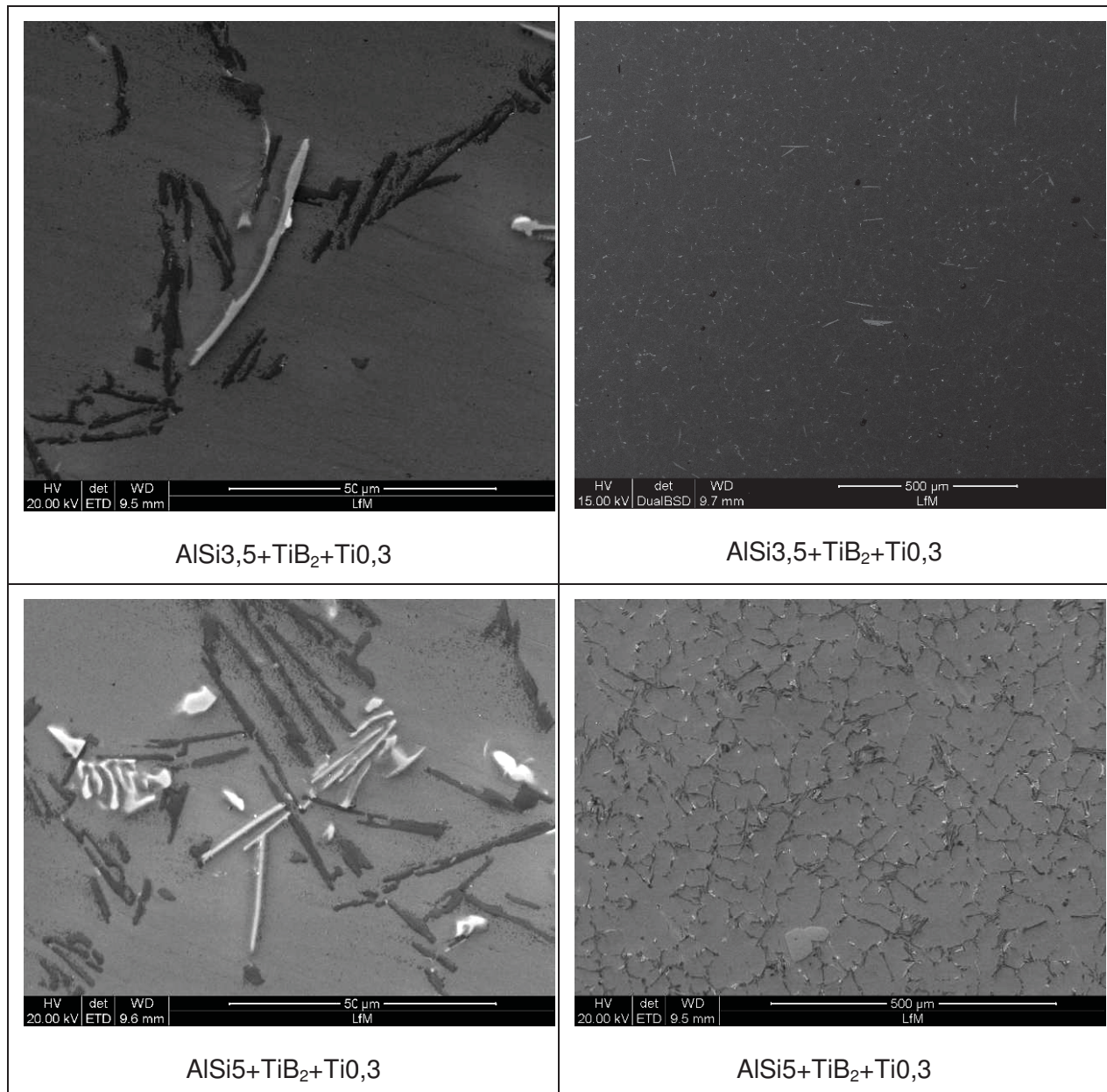


Abbildung 4-10: Vergleich des Kornfeinungsverhalten der AlSi+TiB₂+Ti_{0,3}-Legierung zur Referenzlegierung.

4.2.3.2 REM-Analyse von $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{TiO}_3$

In **Abbildung 4-11** sind REM-Gefügeaufnahmen der Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{TiO}_3$ ersichtlich. Repräsentativ wurden zum Vergleich Bilder der Proben 7% und 10% Silizium dargestellt.



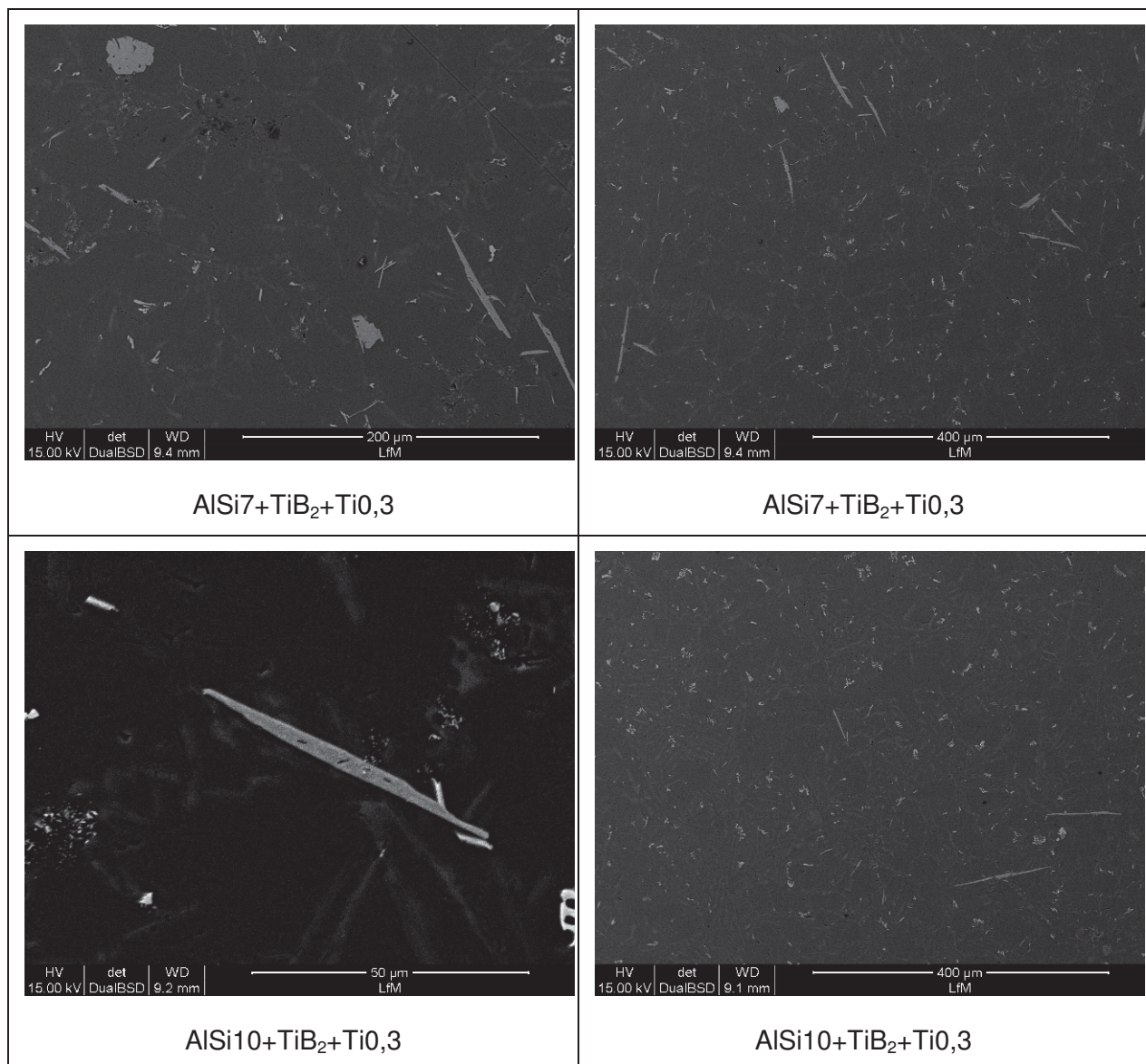


Abbildung 4-11: REM-Analyse Legierung AlSi+TiB₂+Ti_{0,3}.

Abbildung 4-12 zeigt die Ergebnisse der Punktanalysen. Der erhöhte Ti-Gehalt von 0,3% hatte zur Folge, dass sich Ti-Phasen plattenförmig ausgeschieden haben. Die Phasen, die im Gefüge gefunden wurden konnten als Al₃Ti-Phasen deklariert werden. Neben diesen dominierenden Phasen wurden teils auch Phasen mit den Elementen Fe und Mn gefunden. Die gekraupelten nicht vollständig gelösten TiB₂-Partikel wurden auch hier detektiert. Die erwartete τ-Phase konnten in dieser Untersuchung nicht gefunden werden.

<p>Ausscheidungen AlSi_{3,5}+TiB₂+TiO₃</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>Massen%</th> <th>Atom%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Al</td> <td>70.09</td> <td>82.86</td> </tr> <tr> <td>Mn</td> <td>5.36</td> <td>3.11</td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>24.55</td> <td>14.02</td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>			Element	Massen%	Atom%	Al	70.09	82.86	Mn	5.36	3.11	Fe	24.55	14.02	Total			
Element	Massen%	Atom%																
Al	70.09	82.86																
Mn	5.36	3.11																
Fe	24.55	14.02																
Total																		
<p>Ausscheidungen AlSi₅+TiB₂+TiO₃</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>Massen%</th> <th>Atom%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Al K</td> <td>77.70</td> <td>86.08</td> </tr> <tr> <td>Ti K</td> <td>22.30</td> <td>13.92</td> </tr> <tr> <td>Insgesamt</td> <td>100.00</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>			Element	Massen%	Atom%	Al K	77.70	86.08	Ti K	22.30	13.92	Insgesamt	100.00					
Element	Massen%	Atom%																
Al K	77.70	86.08																
Ti K	22.30	13.92																
Insgesamt	100.00																	
<p>Ausscheidungen AlSi₇+TiB₂+TiO₃</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>Massen%</th> <th>Atomic%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Al</td> <td>52.17</td> <td>62.37</td> </tr> <tr> <td>Si</td> <td>11.41</td> <td>13.11</td> </tr> <tr> <td>Ti</td> <td>36.42</td> <td>24.52</td> </tr> <tr> <td>Totals</td> <td>100.00</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>			Element	Massen%	Atomic%	Al	52.17	62.37	Si	11.41	13.11	Ti	36.42	24.52	Totals	100.00		
Element	Massen%	Atomic%																
Al	52.17	62.37																
Si	11.41	13.11																
Ti	36.42	24.52																
Totals	100.00																	

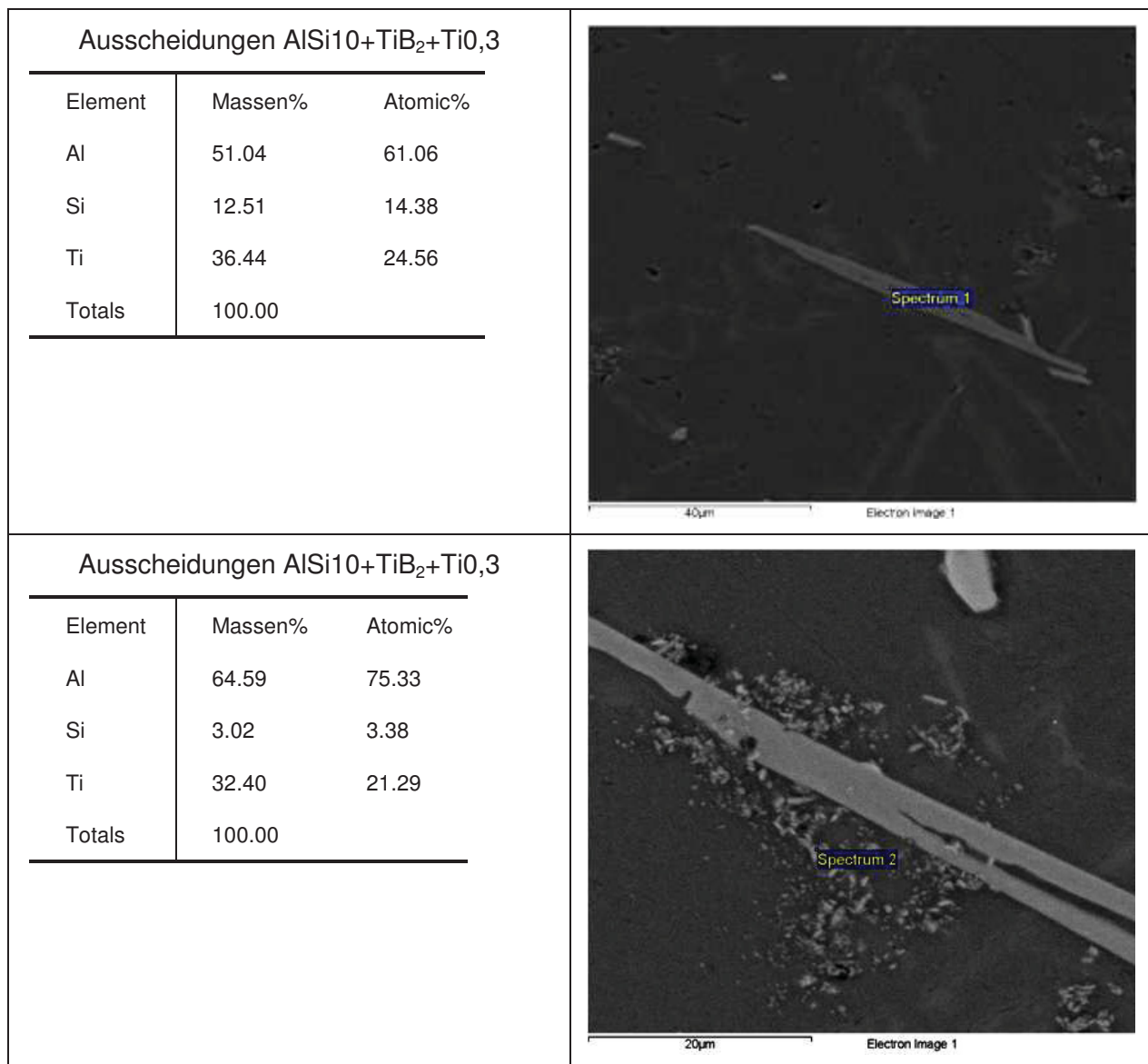


Abbildung 4-12: EDX- Punktanalysen - Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,3.

4.2.3.3 Restschmelze-Analyse von AlSi5+TiB₂+Ti0,3

Nachdem die τ -Phase mit dem kommerziellen TP1-Test nicht nachgewiesen werden konnte, wurde versucht, den Tiegel mit der Schmelze abstehen zu lassen. Nach 96 Stunden wurde erneut eine TP1-Probe genommen. Der Rest der Schmelze wurde im Tiegel erstarrt und untersucht. In der TP1-Probe wurden ident zu den vorherigen Untersuchungen hauptsächlich Fe-Phasen gefunden, jedoch keine Ti-bzw. τ -Phasen, siehe **Abbildung 4-13**. In der Restschmelze am Tiegelboden befand sich das restliche Ti in Form von großen Al₃Ti-

Phasen. Jedoch konnten auch hier keine τ -Phasen detektiert werden. Eine EDX-Analyse davon ist in **Abbildung 4-14** zu sehen.

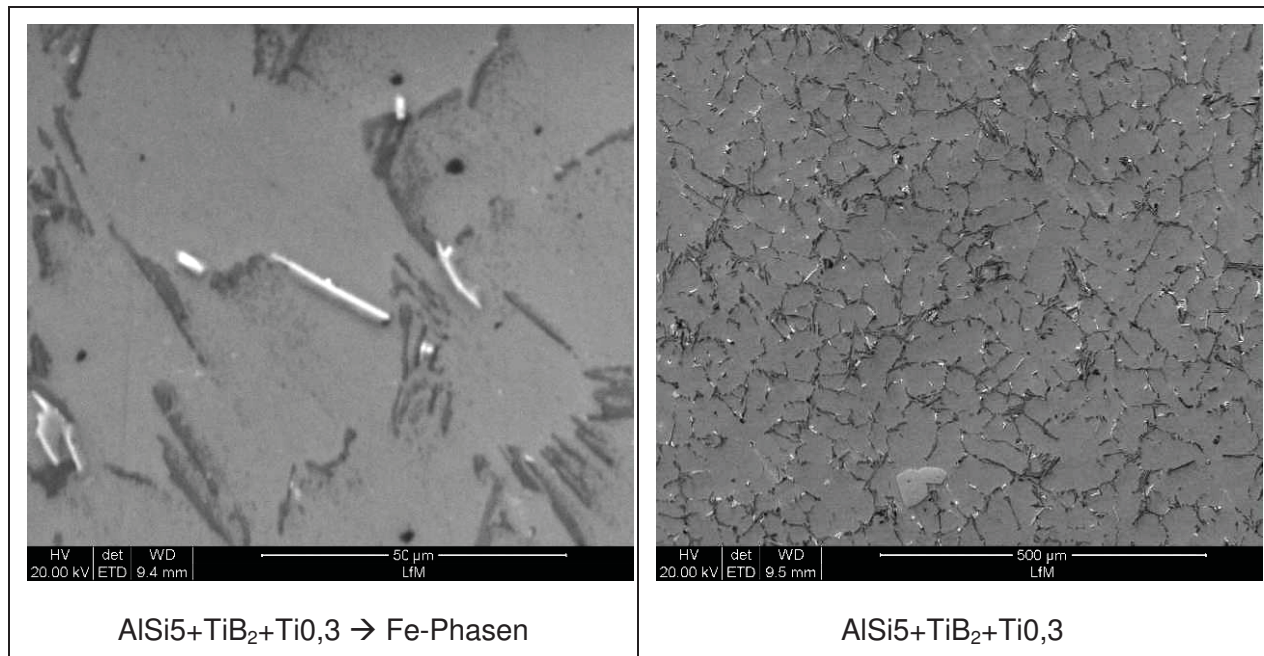


Abbildung 4-13: REM-Analyse Legierung AISi5+TiB₂+Ti0,3 – TP1-Test nach 96h Abstehen lassen der Schmelze.

Ausscheidungen der Restschmelze AISi5+TiB ₂ +Ti0,3 am Tiegelboden		
Element	Massen%	Atom%
Al	58.05	71.07
Ti	41.95	28.93
Insgesamt	100.00	

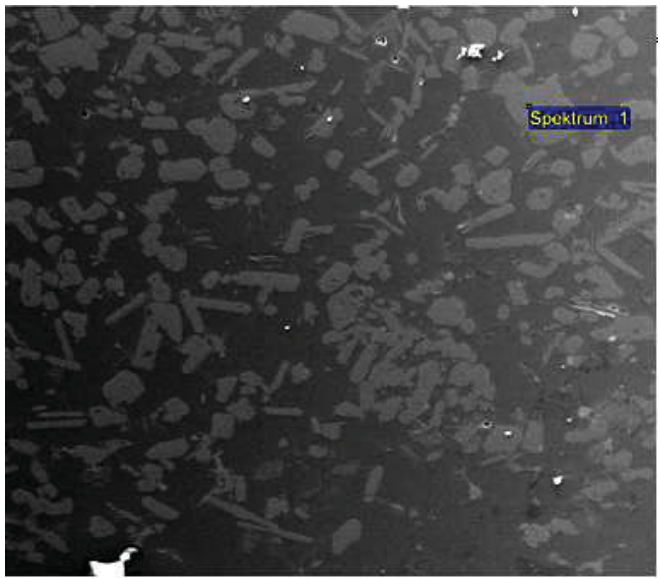


Abbildung 4-14: EDX- Punktanalysen - Legierung AISi5+TiB₂+Ti0,3 nach 96 h: Erstarrung der Restschmelze am Tiegelboden.

4.2.3.4 Zugversuch der Probe AlSi+TiB₂+Ti0,3

In **Abbildung 4-15** sind die Ergebnisse der Zugprüfungen der Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,3 gegenübergestellt. Darin sind jeweils die Zugfestigkeit (R_m) und die Streckgrenze bei 0,2 % plastischer Deformation ($R_{p0,2}$) in MPa auf der linken Seite aufgetragen und die prozentuellen Werte der Bruchdehnung (A_5) auf der rechten Seite. In der Literatur werden typische Festigkeitswerte zwischen 170 und 380 MPa, sowie eine Bruchdehnung zwischen 1 und 25 je nach Wärmebehandlung angegeben [60]. Demnach sind bei Zugabe von 0,3% Ti Werte im unteren Bereich der Literatur zu finden.

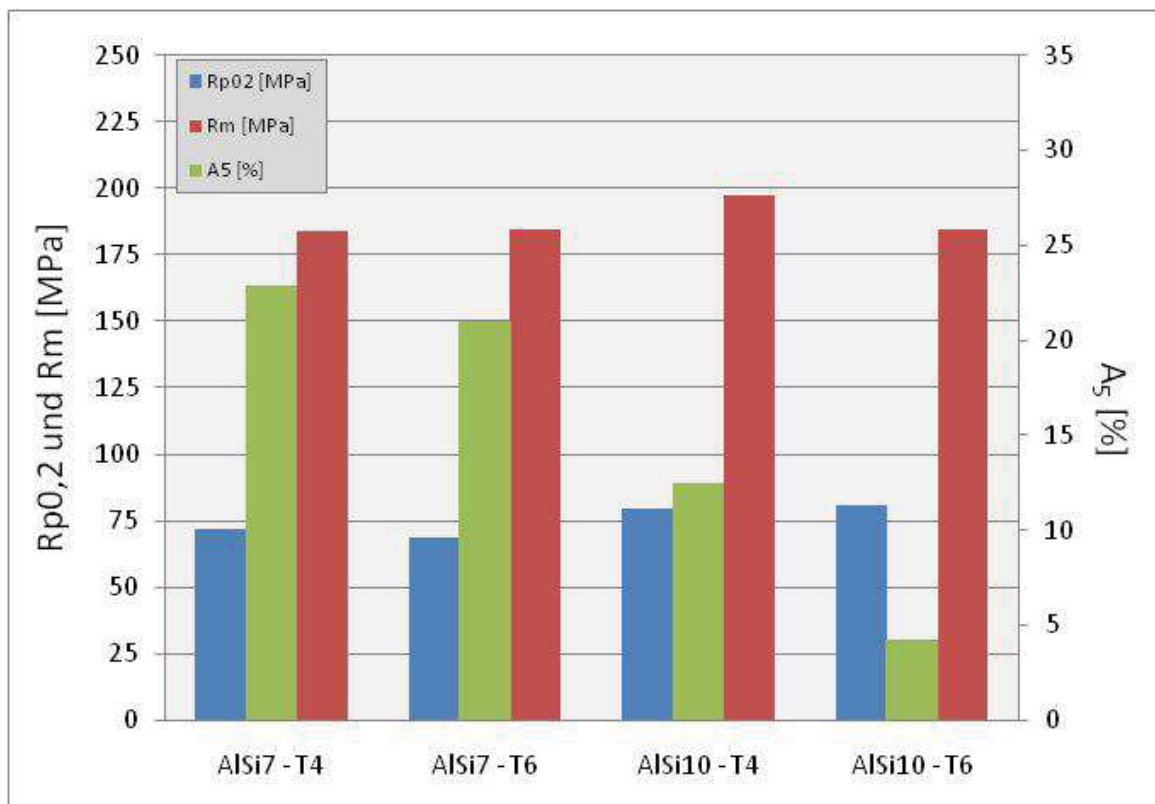


Abbildung 4-15: Zugversuch der Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,3.

4.2.4 Thermocalc-Berechnung

Die Berechnungsgrundlagen für Thermocalc sind aus **Kapitel 3.3** zu entnehmen. Für die Auswertung des Q-Faktors wurden ein Fe-Gehalt von 0,1% und ein Cu-Gehalt von 0,5% angenommen. Variiert wurden die Si- und Ti-Gehalte. Borpartikel, die in Form von TiB_2 gebunden sind, wurden nicht berücksichtigt. Zur Berechnung wurde der Wert des freien Ti-Gehalt herangezogen. Eine Gegenüberstellung des Q-Faktors der $AlSi+TiB_2+Ti_{0,05}$, $AlSi+TiB_2+Ti_{0,3}$ -Berechnungen sowie von der Referenzlegierung ohne Titan und deren Korngrößenauswertungen sind aus **Abbildung 4-17** zu entnehmen. Auch wenn der Q-Faktor bei der Berechnung von $AlSi_{10}Ti_{0,05}$ und $AlSi_{10}Ti_{0,3}$ gleich ist, erhöht sich die Korngröße um das Vierfache. Bei den beiden Auswertungen von $AlSi_7Ti_{0,05}$ und $AlSi_7Ti_{0,3}$ sinkt die Korngröße von 455 μm auf 267 μm . Die Ergebnisse der theoretischen Thermocalc-Berechnungen sind in **Abbildung 2-13** dargestellt. Die Werte des Q-Faktors und den ausgewerteten Korngrößen sind **Tabelle 4-2** zu entnehmen.

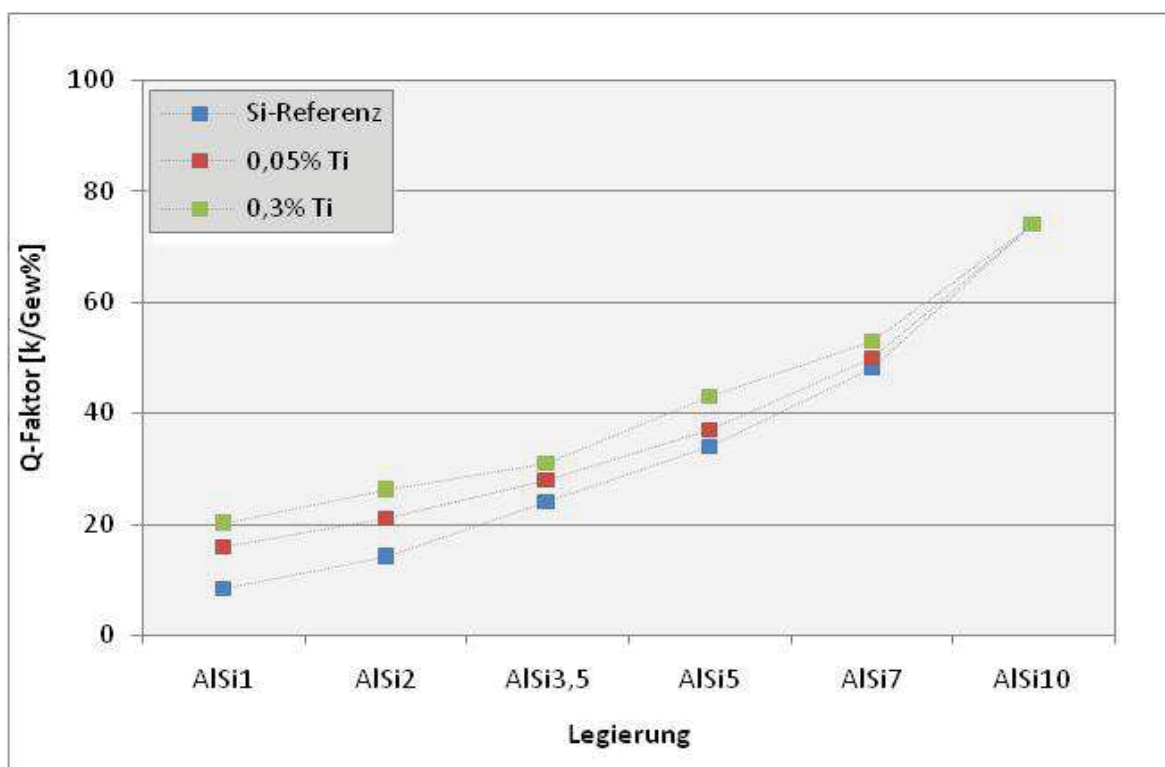


Abbildung 4-16: Gegenüberstellung des Q-Faktors bei unterschiedlichen Ti-Gehalten.

Tabelle 4-2: Q-Faktor und Korngröße.

		Q-Faktor			Korngröße	
		ohne Ti	0,05% Ti	0,3% Ti	TiB ₂ +Ti _{0,05}	TiB ₂ +Ti _{0,3}
Legierung	AlSi1	8,5	16	20	94	-
	AlSi2	14	21	26	119	-
	AlSi3,5	24	28	31	157	166
	AlSi5	34	37	43	344	171
	AlSi7	48	50	53	455	267
	AlSi10	74	74	74	1555	444

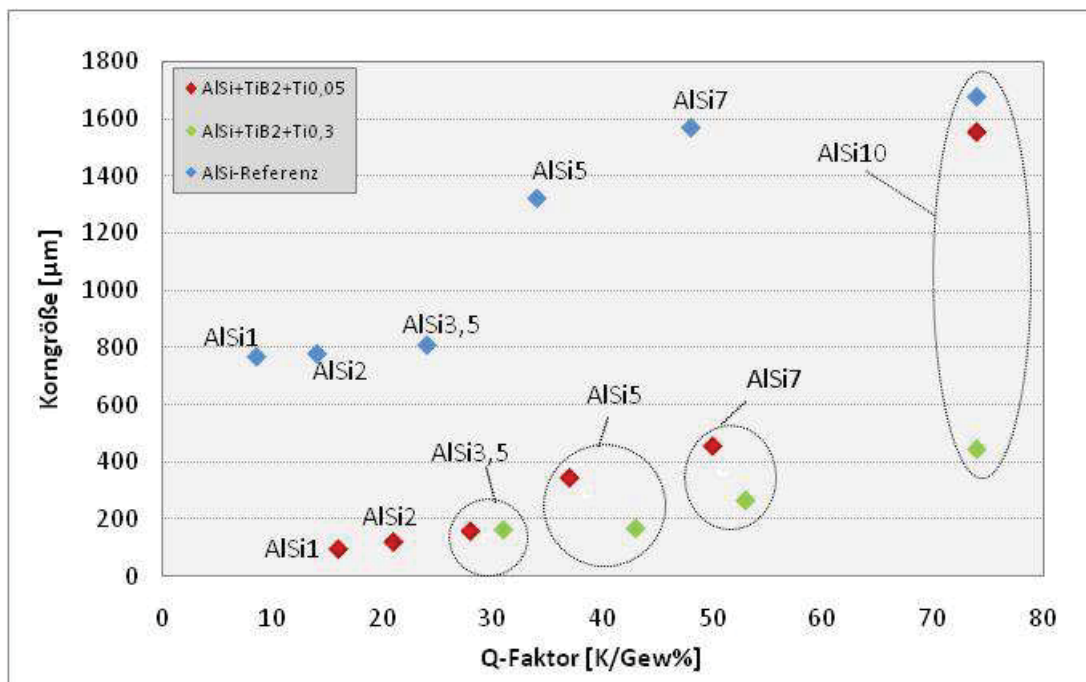


Abbildung 4-17: Q-Faktor vs. Korngröße.

Laut Literatur sollte, je höher der Q-Faktor steigt, die Korngröße sinken. Jedoch konnte in den Versuchsreihen eher ein leichter Anstieg der Korngröße je höher der Si-Gehalt ist nachgewiesen werden. Die Werte AlSi10 sollten dabei kritisch betrachtet werden, da die Korngrößenauswertung nur Annäherungen waren, da es sich um lang ausgebildete Dendriten handelte.

Was jedoch übereinstimmt ist, dass bei erhöhter Titanzugabe, die Korngröße sinkt und die Werte des Q-Faktors steigen. Bei den Berechnungen wurden jedoch keine TiB₂-Partikel

berücksichtigt, da Bor in Thermocalc nicht in der Datenbank hinterlegt ist und somit nicht berechnet werden kann. Als Annäherung kann jedoch Q und P herangezogen werden, um eine Korngrößeneinschätzung zu machen.

4.3 Mikrostruktur der Al-Si-B-Legierungen

4.3.1 AlSi+B0,05

4.3.1.1 Korngrößenauswertung von AlSi+B0,05

Ein Vergleich der Haltezeiten ist in **Abbildung 4-18** zu sehen. Ein signifikanter Korngrößenunterschied beim Abgießen nach 5 min oder 60 min ist nicht zu erkennen. In **Abbildung 4-19** sind repräsentative Bilder der Korngrößenauswertung der Legierungen AlSi+B0,05 dargestellt. Die wachsenden Körner bei steigendem Si-Gehalt in der Legierung sind hier nicht eindeutig zu erkennen, jedoch eine Gefügeänderung vom kompakten Korn bis hin zum dendritischen Gefüge.

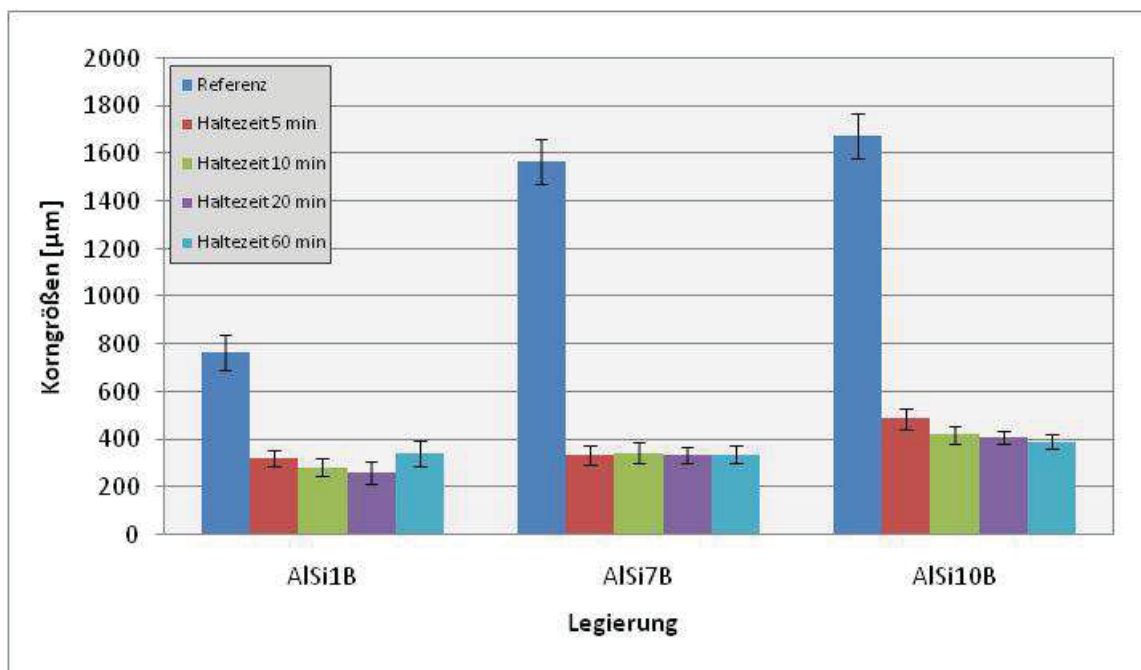
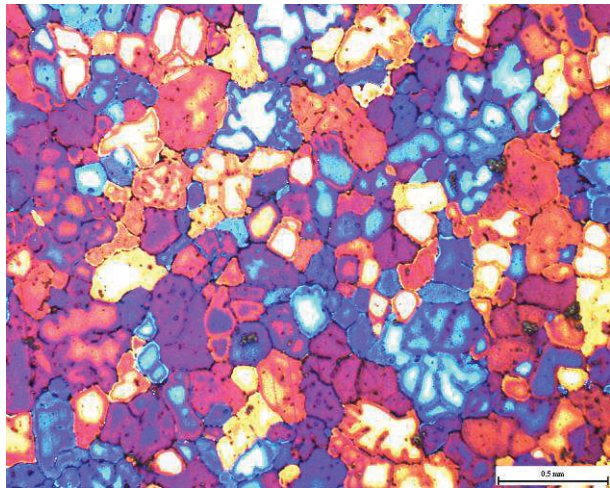


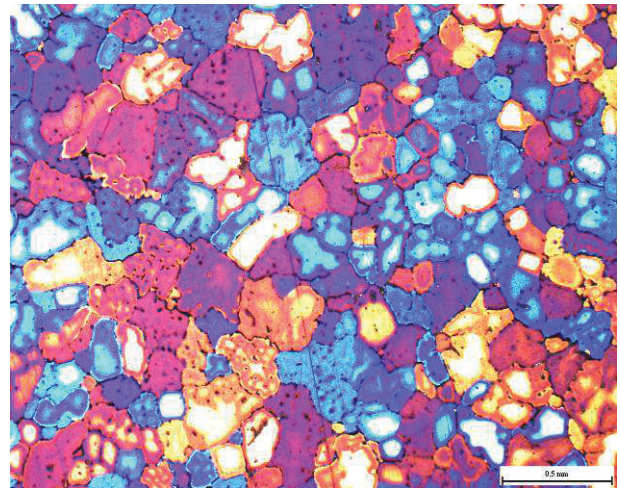
Abbildung 4-18: Vergleich der Haltezeiten der Legierung AlSi+B0,05.

Wenn AlTi5B in eine Al-Si-Schmelze mit über 2% Si-Gehalt gegeben wird, bildet sich ein Silizid in Form von Ti_5Si_3 . Dieser Partikel bildet sich wie eine Schale um $TiAl_3$, welches somit

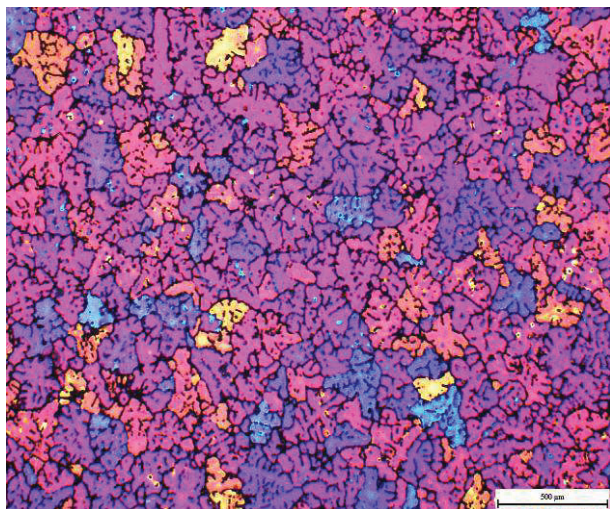
das Potential als Keimbildungspartikel verliert. Ti_5Si_3 vergiftet somit $TiAl_3$. Bei AB_2 wird diese Schale nicht gebildet und behält daher seinen Kornfeinungseffekt. Daher wirkt AlB_2 ab einem Si-Gehalt von 2% als Kornfeiner [21].



AISi1+B0,05 nach 5 min



AISi1+B0,05 nach 60 min



AISi3,5+B0,05 nach 5 min

Keine Messung nach 60 min Haltezeit

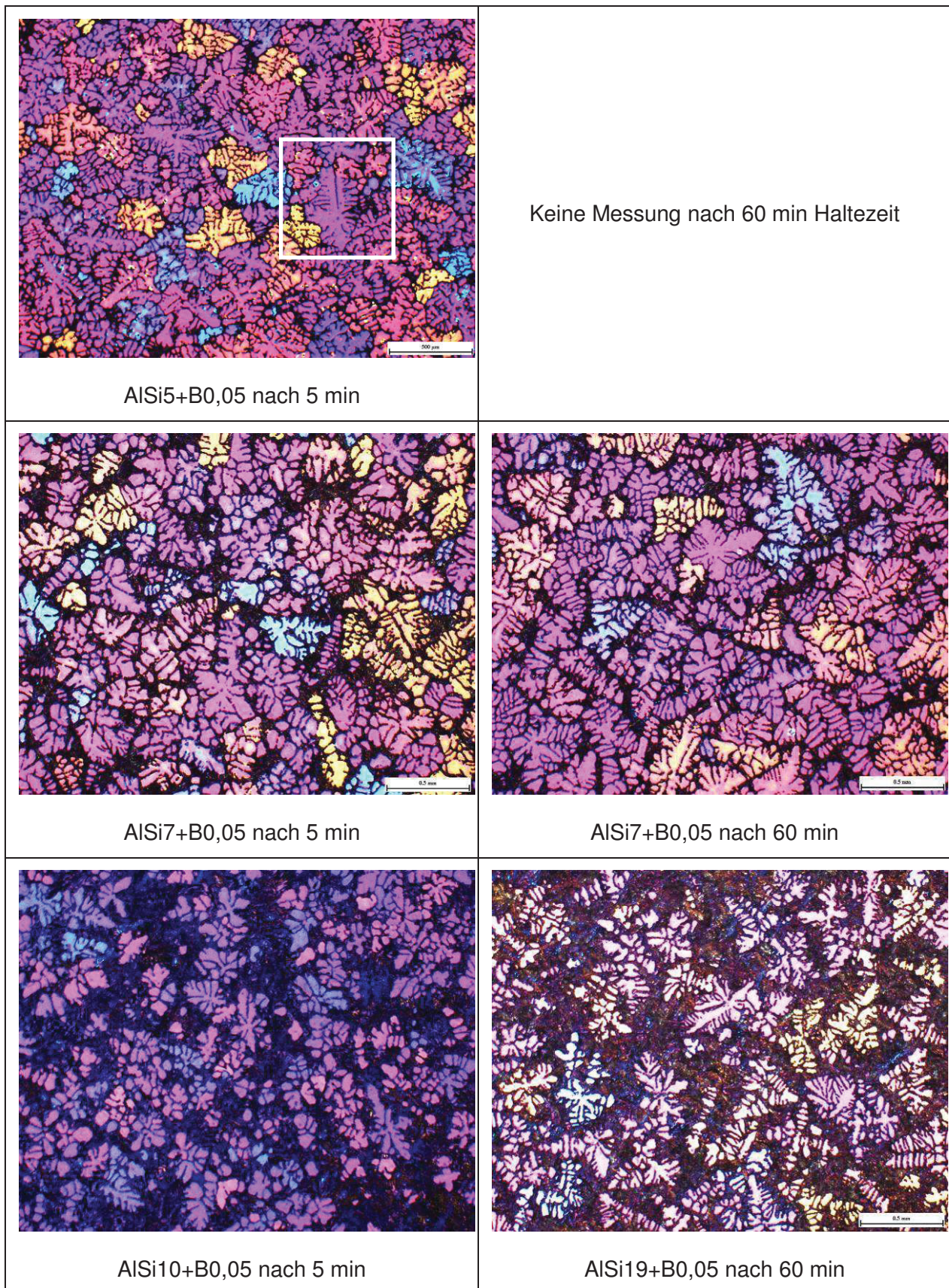


Abbildung 4-19: KG-Auswertung der Legierung AISi+B0,05 mit Hinweis auf Federkristall.

In **Abbildung 4-20** ist das Kornfeinungsverhalten von AlSi+B0,05 ersichtlich. Da die Legierungen mit 1%, 7% und 10% Si-Gehalt zur ersten Versuchsreihe gehörten, wurden Proben im Intervall von 5, 10, 20 und 60 min abgegossen. Die Legierungen mit 3,5% und 5 % wurden zu einem späteren Zeitpunkt gegossen, wo die Ineffizienz der Haltezeit schon nachgewiesen wurde und daher nur eine Probe mit 5 min Haltezeit gegossen wurde. Die Korngröße verändert sich von 1% Si-Gehalt auf 10%-Si-Gehalt nicht wesentlich. Demnach kann die Literatur von Qiu[21] bestätigt werden (siehe **Kapitel 2.3.1**). Bei der Legierung AlSi5+B0,05 nach 5 min wurde ein Federkristall gefunden (weiß umrandet). Bei der Legierung mit 10% Si kann eine leichte Senkung der Korngröße nach 60 min Haltedauer erkannt werden. Eine Zusammenfassung der Werte ist in **Tabelle 4-3** ersichtlich.

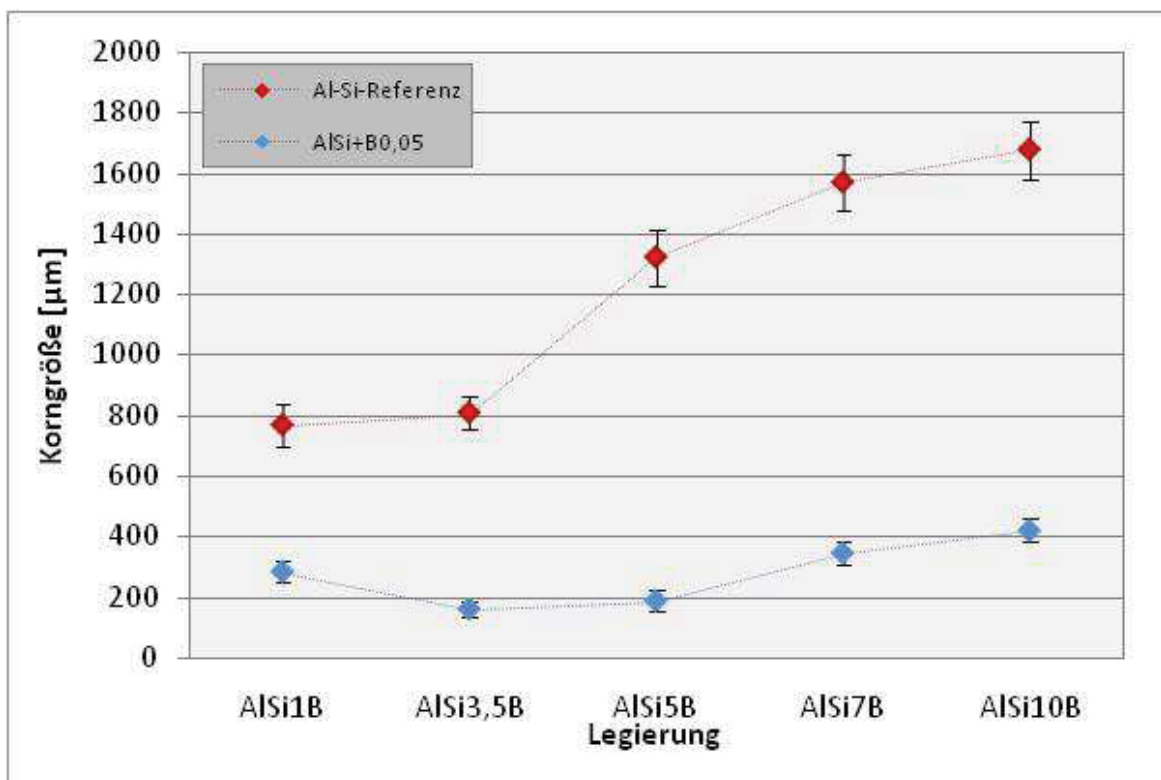


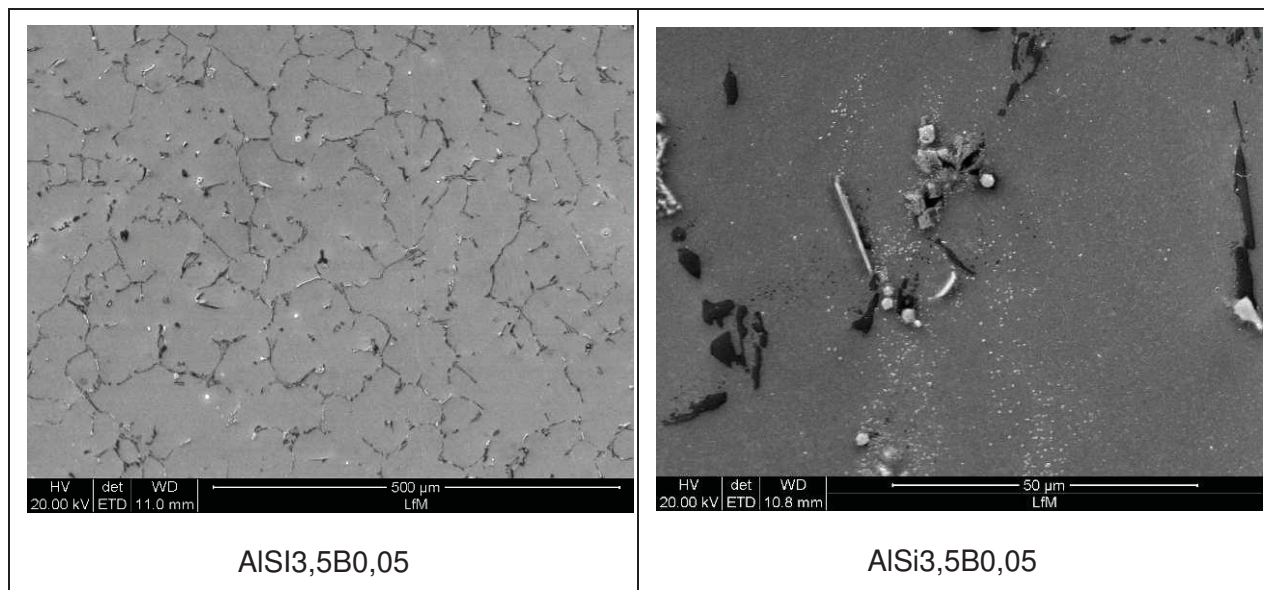
Abbildung 4-20: Kornfeinungsverhalten der AlSi+B0,05 -Legierung.

Tabelle 4-3: Korngrößenbewertung, Legierungen AISi+B0,05.

		AISi+B0,05				
		Si-Anteil [%]				
Intervalle [min]		1	3,5	5	7	10
Korngrößen [µm]	R	767	808	1321	1568	1676
	5	166	159	186	336	490
	10	164	-	-	346	421
	20	150	-	-	335	411
	60	188	-	-	340	393
	Schnitt	167	159	186	339	429

4.3.1.2 REM-Analyse von AISi+B0,05

In **Abbildung 4-21** sind REM-Gefügeaufnahmen der Legierung AISi+B0,05 ersichtlich. Zum Vergleich wurden Bilder der Proben mit 7% und 10% Silizium dargestellt.



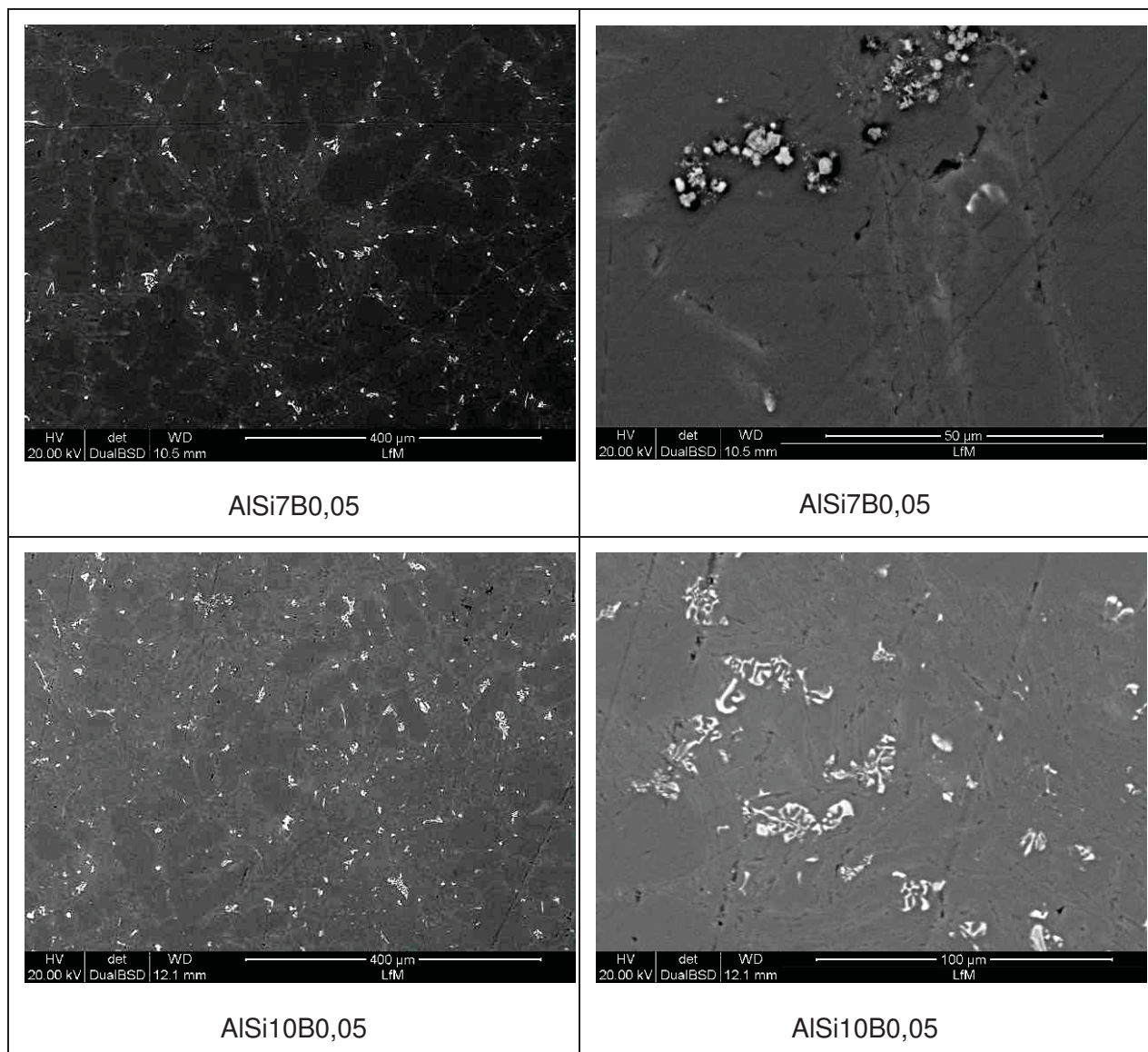


Abbildung 4-21: REM-Analyse Legierung AISi+B0,05.

Abbildung 4-22 zeigt das Ergebnis der Punktanalyse der AISi7+B0,05-Legierung. Ein vollständiges Auflösen der Partikel fand nicht statt. Diese geclusterte Struktur konnte schon bei der Legierung AISi+TiB₂TiB0,05 und AISi+TiB₂TiB0,3 beobachtet werden. In dieser Legierung sollte kein Ti und auch kein V vorhanden sein. Die Ursache für die Verunreinigung könnte ein verschmutzter Tiegel gewesen sein.

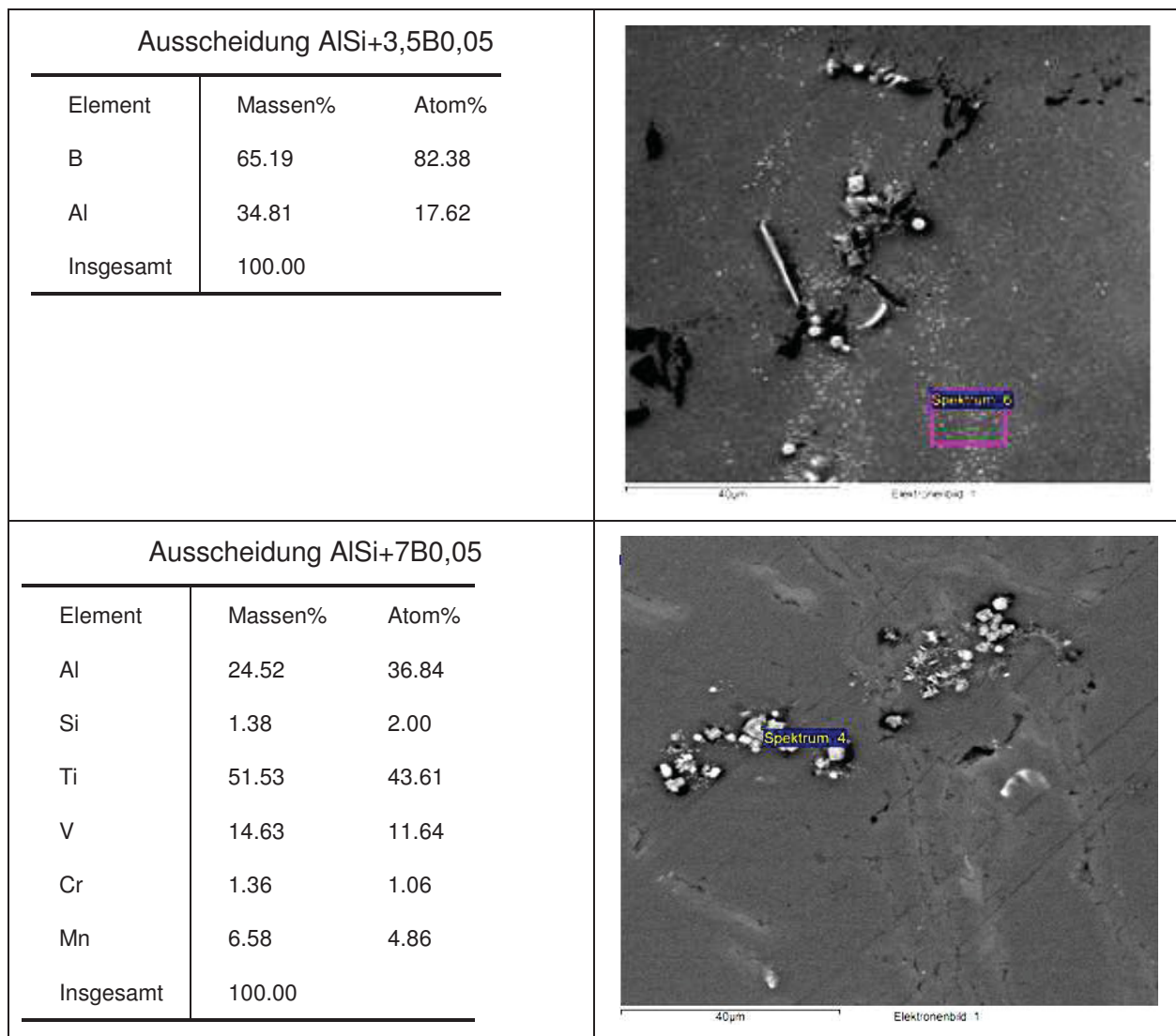


Abbildung 4-22: EDX- Punktanalysen - Legierung AlSi+B0,05.

4.4 Mikrostruktur der Al-Si-Ta-Legierungen

4.4.1 AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1

4.4.1.1 Korngrößenauswertung von AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1

In **Abbildung 4-23** sind repräsentative Bilder der Korngrößenauswertung der Legierungen AlSi+Ta0,1 dargestellt. Ein Kornfeinungseffekt konnte nicht festgestellt werden. Körner konnten nicht eindeutig ausgewertet werden. Eine dendritische Struktur ist zu erkennen.

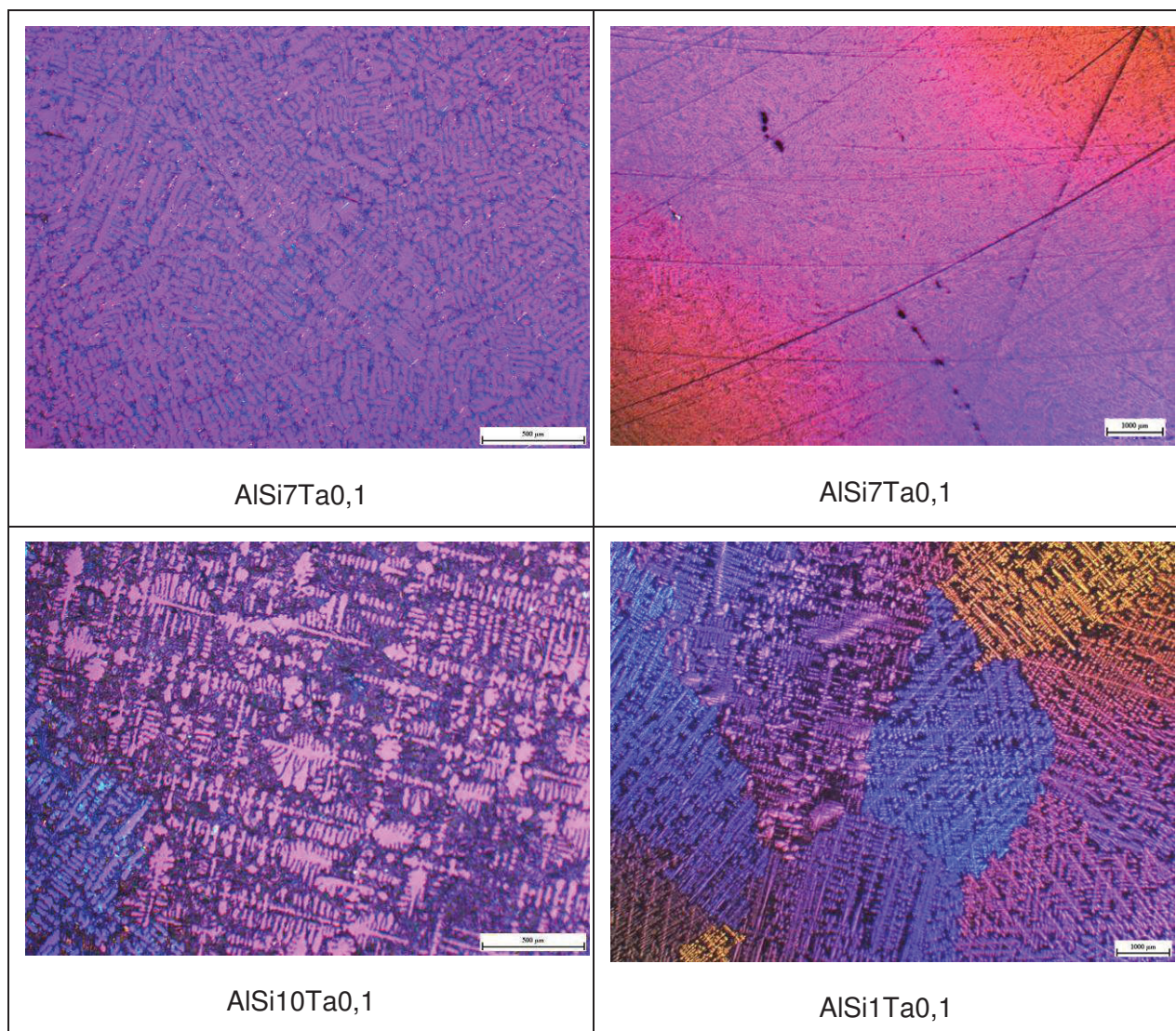


Abbildung 4-23: KG-Auswertung der Legierung AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1.

4.4.1.2 REM-Analyse von AlSi+Ta0,1 Versuchsreihe 1

Aufgrund der Vermutung, dass sich Tantal nicht aufgelöst hat oder oxidiert ist, wurden keine REM-Analysen durchgeführt, sondern eine weitere Versuchsreihe mit 0,2% Ta gestartet.

4.4.2 AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1

4.4.2.1 Korngrößenauswertung von AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1

In **Abbildung 4-24** sind repräsentative Bilder der Korngrößenauswertung der Legierungen AlSi+Ta0,2 dargestellt. Ein Kornfeinungseffekt konnte nicht festgestellt werden. Bei Legierung AlSi7 bewegte sich die Korngröße um 700 bis 800 μm . Bei Legierung AlSi10 konnten Körner nicht eindeutig ausgewertet werden. Eine dendritische Struktur ist zu erkennen.

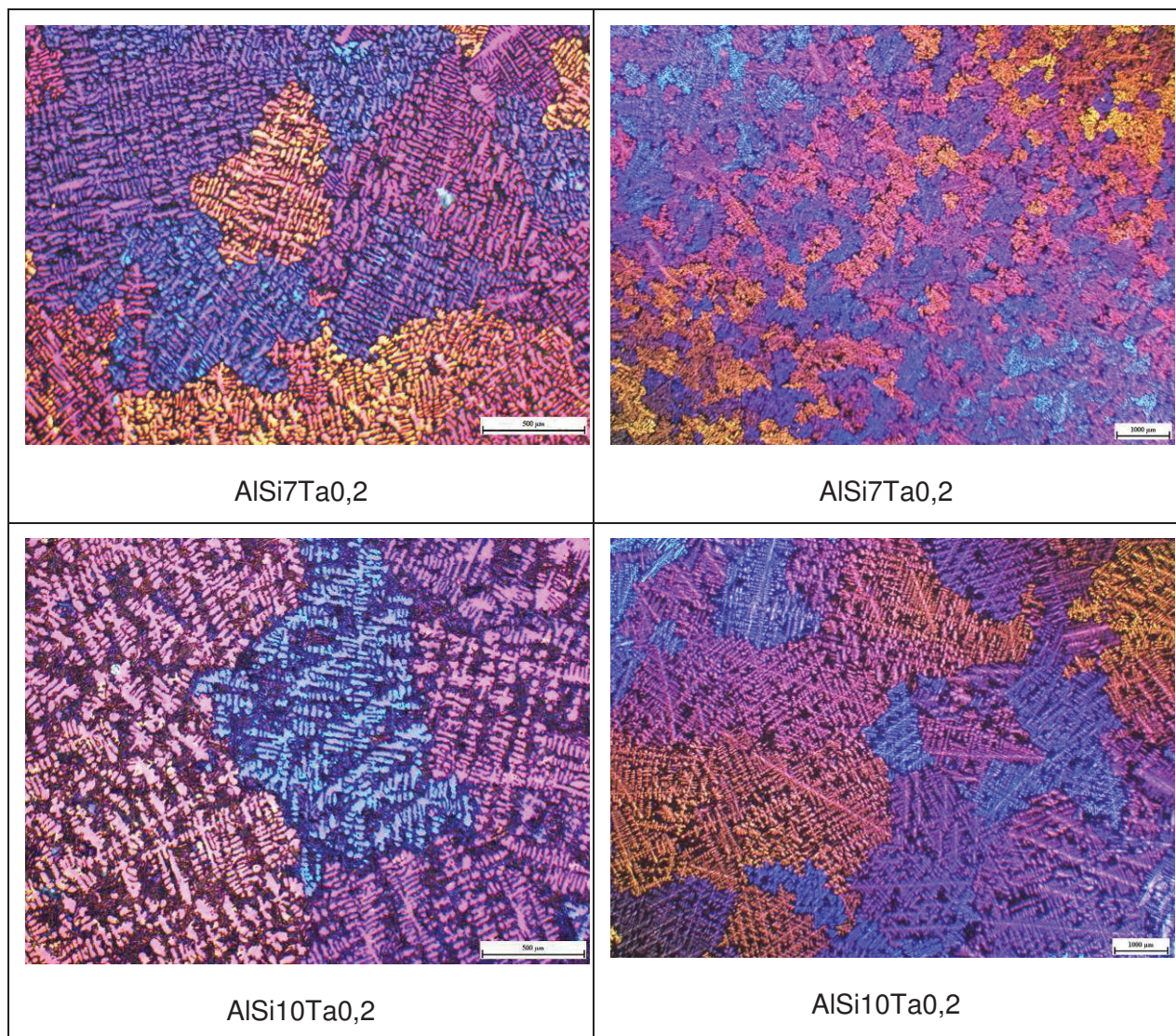


Abbildung 4-24: KG-Auswertung der Legierung AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1.

4.4.2.2 REM-Analyse von AISi+Ta0,2 Versuchsreihe 1

In **Abbildung 4-25** sind REM-Gefügaufnahmen der Legierung AISi+Ta0,2 ersichtlich. Repräsentativ wurden Bilder der Proben mit 7% und 10% Silizium dargestellt.

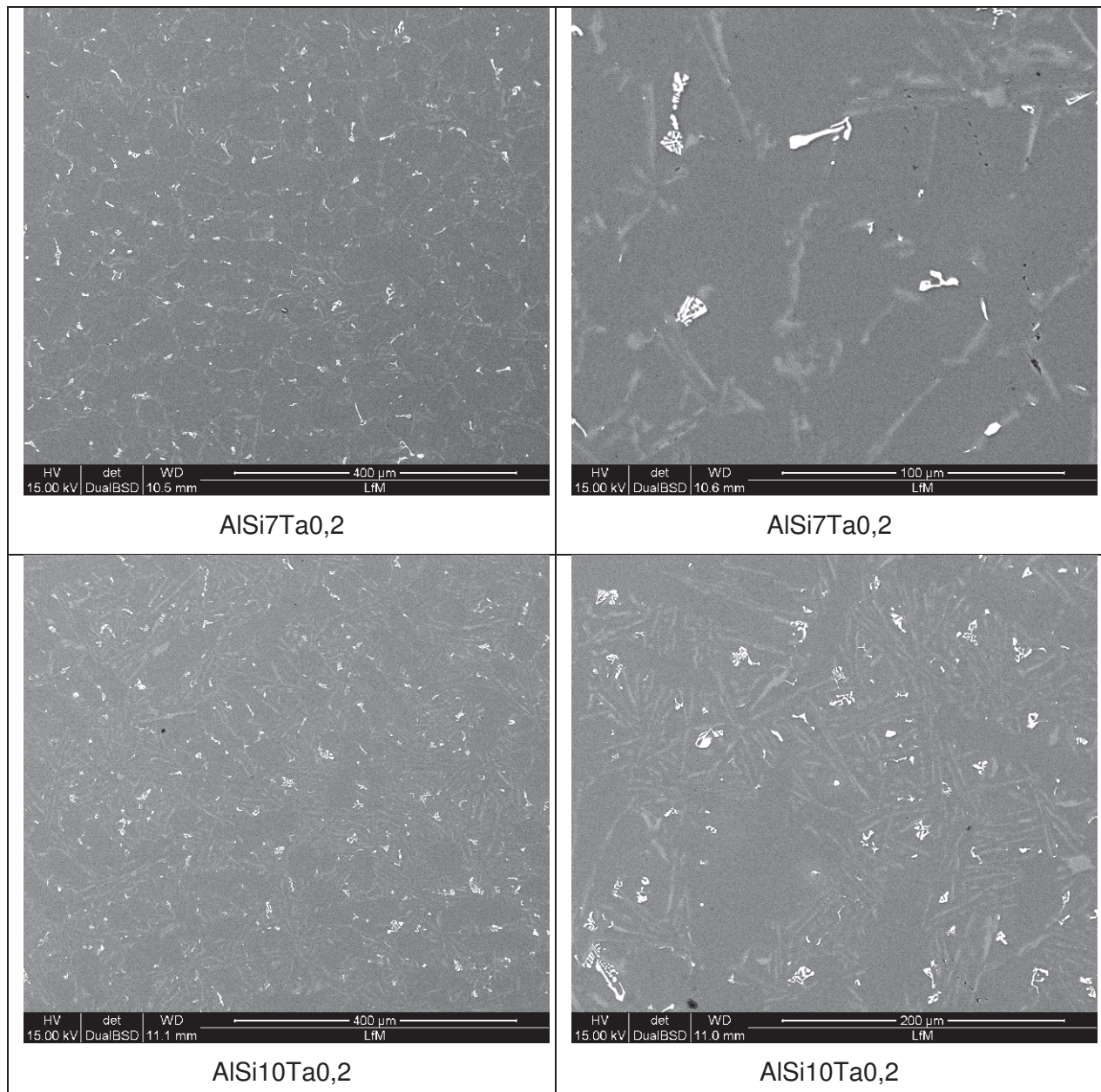


Abbildung 4-25: REM-Analyse Legierung AISi+Ta0,2 Versuchsreihe 1.

Abbildung 4-26 zeigt das Ergebnis der Punktanalyse der AlSi7Ta0,2-Legierung. Ein Auflösen der Partikel konnte nicht beobachtet werden. In den Ausscheidungen wurden keine Ta-Phasen gefunden. Ausscheidungen von Fe, Mn und Si wurden gefunden.

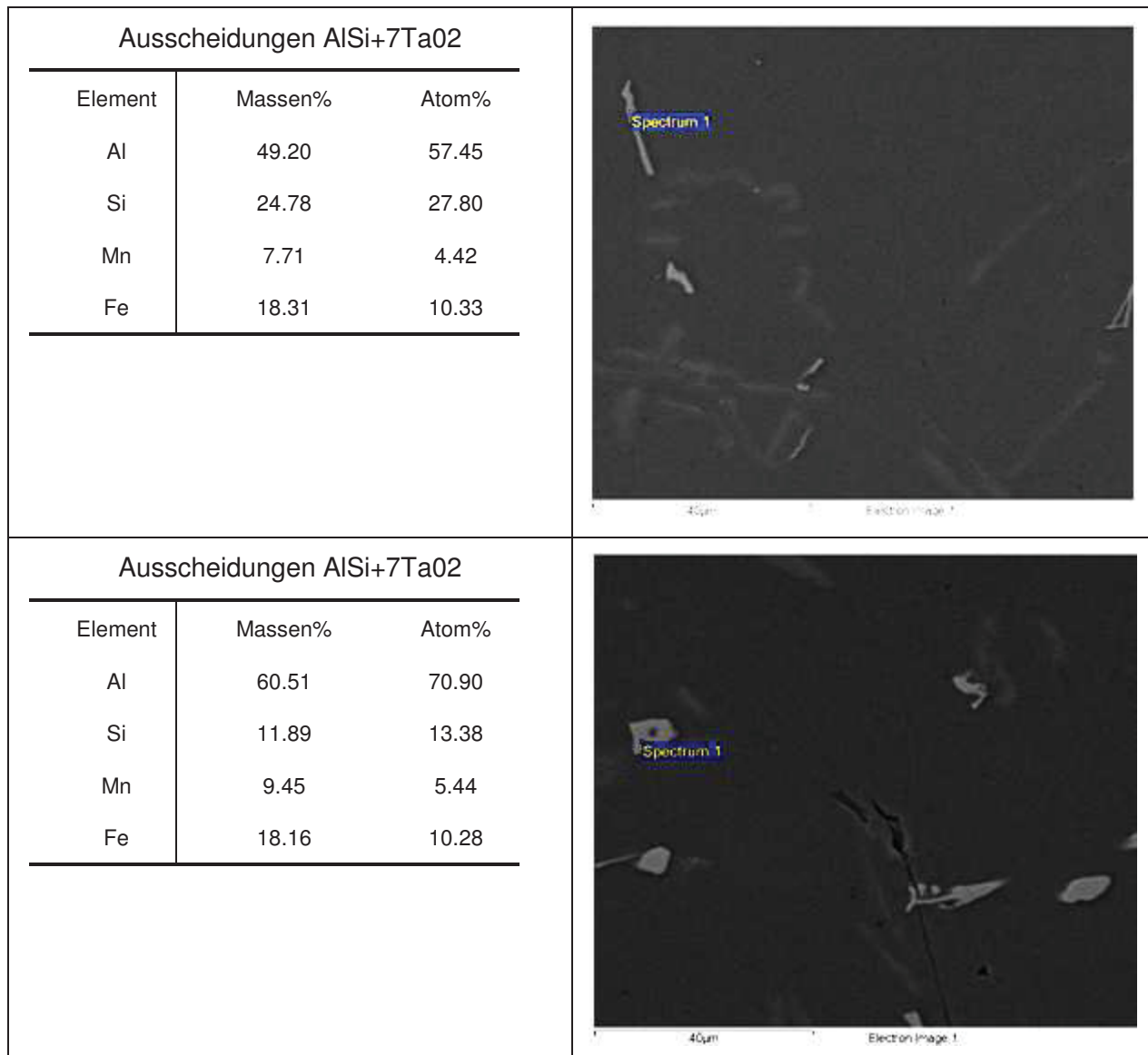


Abbildung 4-26: EDX- Punktanalysen - Legierung AlSi+Ta0,2 Versuchsreihe 1.

4.4.3 Nasschemische Untersuchung der Versuchsreihe 1

Die Ergebnisse der Korngrößen- und REM-Untersuchungen lassen darauf schließen, dass einerseits Ta oxidiert und in die Krätze gelangt ist, von der Ausmauerung des Ofens aufgenommen wurde oder dass sich Ta nicht wie gewünscht in Lösung gebracht hat. Daher wurde eine nasschemische Untersuchung durchgeführt. Die AlSi+TaO₂-Probe mit 10% Si-Gehalt wurde nach dem Säureaufschlussverfahren, ICP-OES nach EN ISO 11885:2009, analysiert. Das Ergebnis laut **Tabelle 4-4** beweist, dass Tantal nicht wie gewünscht in der Probe vorhanden ist. Es wurden lediglich 0,01% Ta gefunden, die nicht ausreichen, um eine kornfeinende Wirkung zu erzielen.

Tabelle 4-4: Ergebnis der Nasschemischen Analyse der TaO₂-Probe, Versuchsreihe 1.

Probe:	% Ta
AlSi10 - 1	0,01

4.4.4 AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 – Versuchsreihe 2

In Versuchsreihe 2 wurde eine Legierung mit einem Teil AlTa₁₃ und einem Teil AlTa₅ im Lichtbogenofen hergestellt (siehe **Anhang**). In der Versuchsreihe 1 wurde die AlTa₂₀ nicht ausreichend oft im Lichtbogenofen aufgeschmolzen. Dementsprechend wurden noch immer große Phasenanteile des Tantals gefunden, die sich nicht gelöst haben. Auch in der Versuchsreihe 2 musste immer wieder die Probe aufpoliert werden, um zu sehen, ob sich die Phasen bereits gelöst haben, in **Abbildung 4-27** ist ein Beispiel nach 4maligem Aufschmelzen zu sehen. Erst beim zehnten Mal Aufschmelzen verschwanden die Phasen und die Probe konnte zur Legierungsherstellung verwendet werden. Zusätzlich wurde die gleiche prozentuelle Menge an AlTi₅B₁ zugegeben, wie bei der Legierung AlSi₇ +TiB₂+Ti_{0,05}.



Abbildung 4-27: AlTa13-Legierung nach 4maligem Aufschmelzen: Ta-Phasen haben sich noch nicht gelöst.

4.4.4.1 Korngrößenauswertung von $\text{AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05}$ - Versuchsreihe 2

In **Abbildung 4-28** sind repräsentative Bilder der Korngrößenauswertung der Legierungen $\text{AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05}$ aus der zweiten Versuchsreihe dargestellt. Ein Kornfeinungseffekt konnte eindeutig festgestellt werden. Im Schnitt weisen die Körner einen Durchmesser von $196 \mu\text{m}$ auf, bei einer Standardabweichung von 16,7.

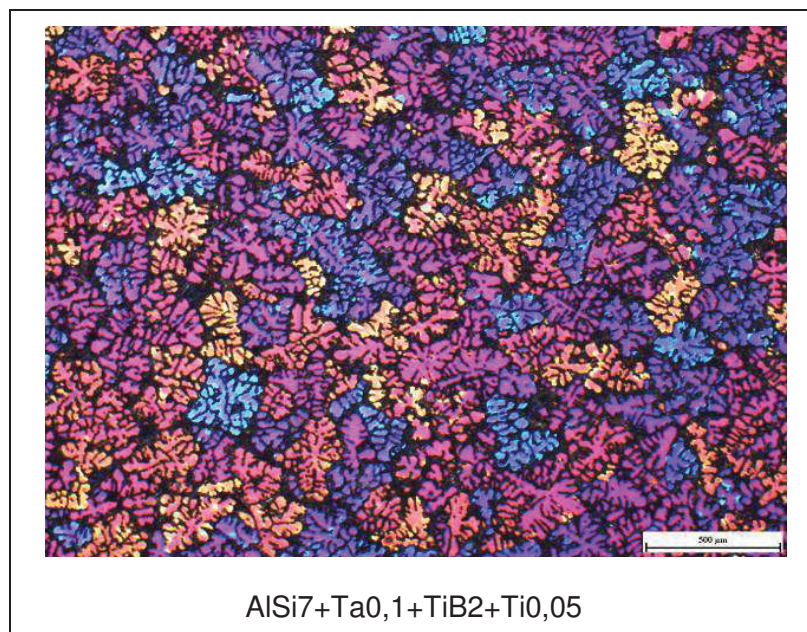


Abbildung 4-28: KG-Auswertung der Legierung $\text{AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05}$ Versuchsreihe 2.

4.4.4.2 REM-Analyse von AISi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 - Versuchsreihe 2

In **Abbildung 4-29** sind REM-Gefügebildungen der Legierung AISi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 ersichtlich. Repräsentativ wurden Bilder der Proben mit 7% Silizium dargestellt. Graue Phasen überwiegen das Bild. Jedoch wurden sehr helle Bereiche entdeckt die mittels EDX genauer untersucht wurden.

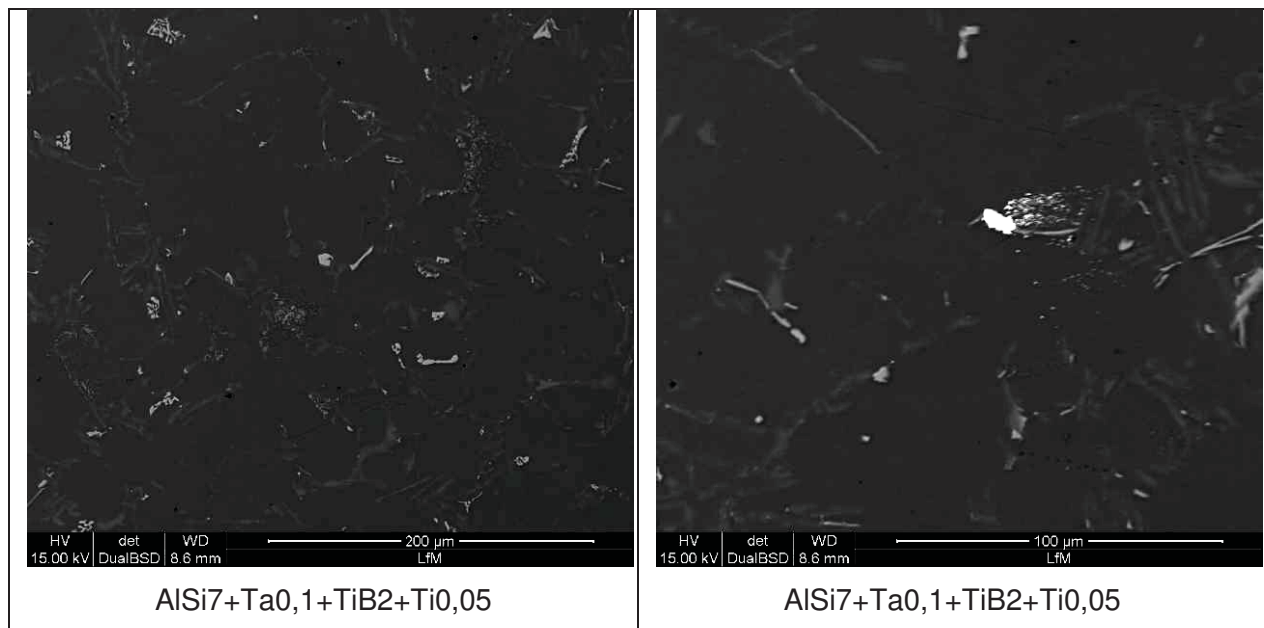


Abbildung 4-29: REM-Analyse Legierung AISi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 Versuchsreihe 2.

Abbildung 4-30 zeigt das Ergebnis der Punktanalyse aus der AISi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 – Legierung. Fe-Mn-Phasen überwiegen in der Legierung wie auch schon in den vorherigen Untersuchungen. TiB₂-Ausscheidungen wurden wieder in Form von kraupeligem Schleier gefunden. Durch die EDX-Analyse konnte bewiesen werden, dass die weißen Partikel Ta-Ausscheidungen darstellen.

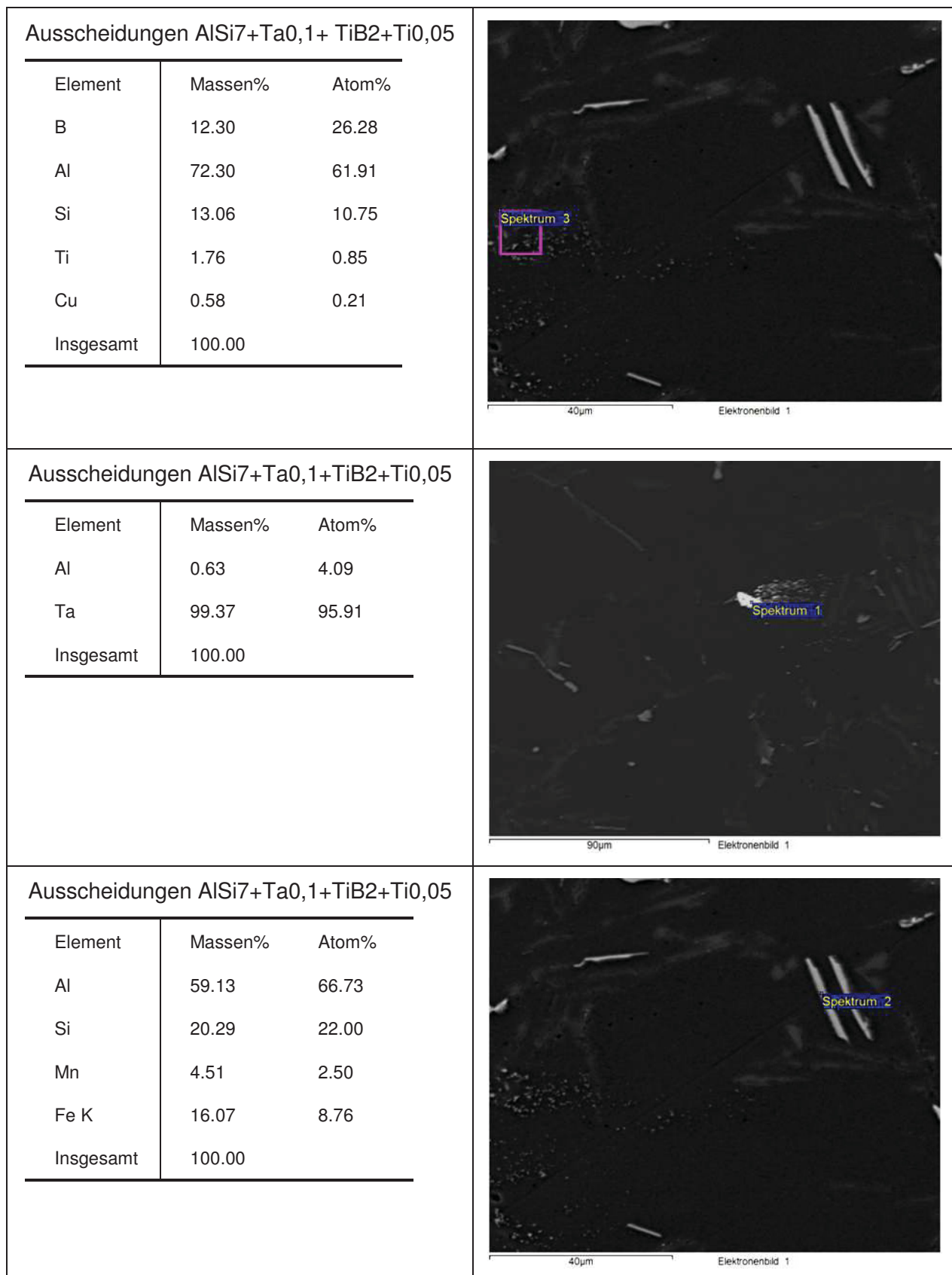


Abbildung 4-30: EDX- Punktanalysen - Legierung AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05 Versuchsreihe 2.

5 Diskussion der Ergebnisse

5.1 Gegenüberstellung der Ti-geimpften Legierungen

Da Legierung $\text{AlSi+TiB}_2\text{+Ti0,05}$ die Erste in der Versuchsreihe war, wurden diese im Intervall von 5, 10, 20 und 60 min gezogen. In **Abbildung 5-1** ist das Kornfeinungsverhalten bei Zugabe von ca. 1,78% der Legierung AlTi5B pro Tiegel, das einen Ti-Gehalt von 0,05% entspricht, zu sehen. Es konnte kein gravierender Unterschied bei den Zeitintervallen festgestellt werden. Als Referenz wurde die Linie aus **Abbildung 4-2** eingefügt, um den Effekt besser darzustellen. Besonders bei Si-Gehalten bis 7% reicht eine geringe Titanmenge aus, um einen wesentlichen Effekt zu erzielen. Bei einem Si-Gehalt von 10% ist hingegen kein Unterschied zu erkennen. Dabei ist zu erwähnen, dass die Auswertung bei Legierungen mit 10% Si schwierig war, da Korngrenzen nicht deutlich zu erkennen waren. Ein wesentlicher Punkt ist, dass keine τ -Phasenausscheidungen gefunden werden konnte.

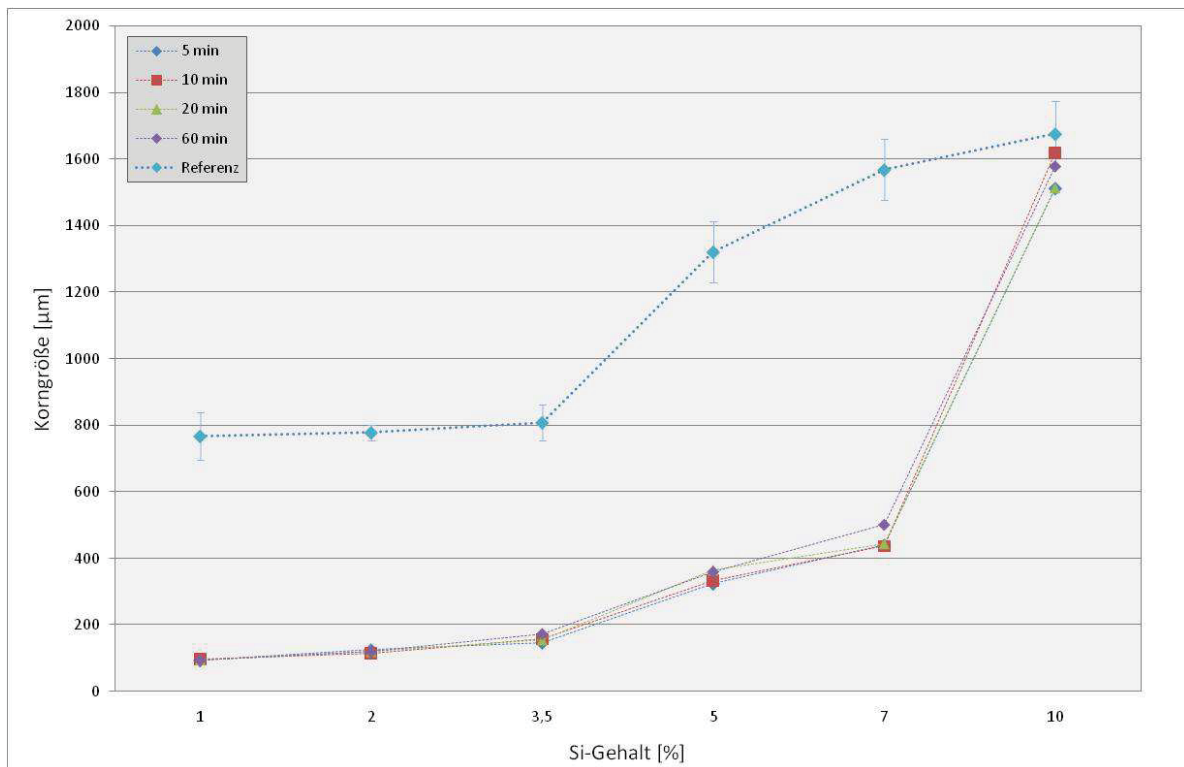


Abbildung 5-1: Kornfeinungsverhalten der Legierung AlSi+TiB₂+Ti_{0,05} mit unterschiedlichen Abgussintervallen.

Zum weiteren Vergleich wurden die Korngrößenanalysen aller Ti-geimpften Legierungen zwischen 3,5 und 10% Si-Gehalt in **Abbildung 5-2** gegenübergestellt (keine Werte für AlSi_{3,5}+Ti_{0,05}% und AlSi₅+Ti_{0,05}%). Bei 7% Si-Gehalt kann auch mit reinem Titan eine kornfeinende Wirkung erzielt werden, jedoch ist der Effekt mit Bor-Partikel und höherem Ti-Gehalt wesentlich größer. Bei 10% Si-Gehalt wird eine kornfeinende Wirkung nur bei AlSi+TiB₂+Ti_{0,3} erkennbar. Bei dieser Legierung AlSi+TiB₂+Ti_{0,3} treten jedoch, wie in **Abbildung 4-11** und **Abbildung 4-12** ersichtlich, lange plattenförmige Al₃Ti-Phasen auf, die den Werkstoff in seinen Eigenschaften beeinflussen. In **Abbildung 5-3** sind nochmals die Gefüge der kommerzielleren 7%igen bzw. 10%igen AlSi-Legierung mit unterschiedlicher Kornfeinung zu sehen.

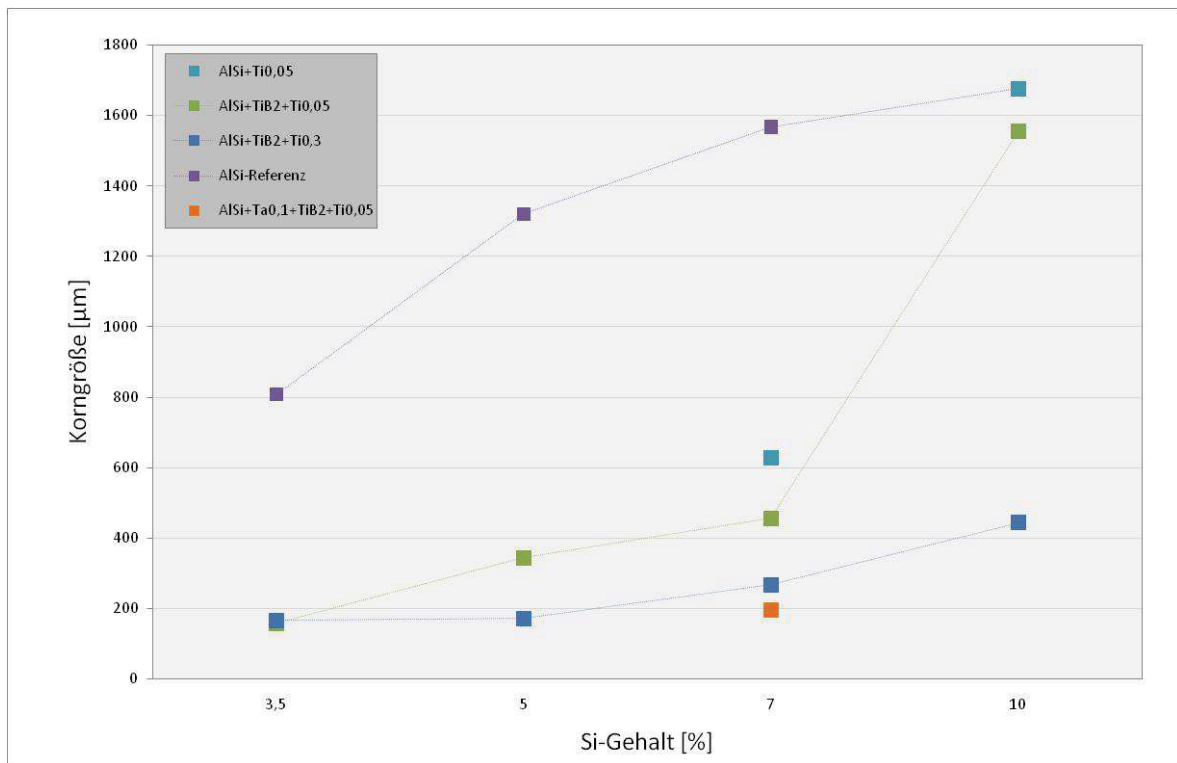


Abbildung 5-2: Korngrößenbewertung der Ti-geimpften Legierungen.

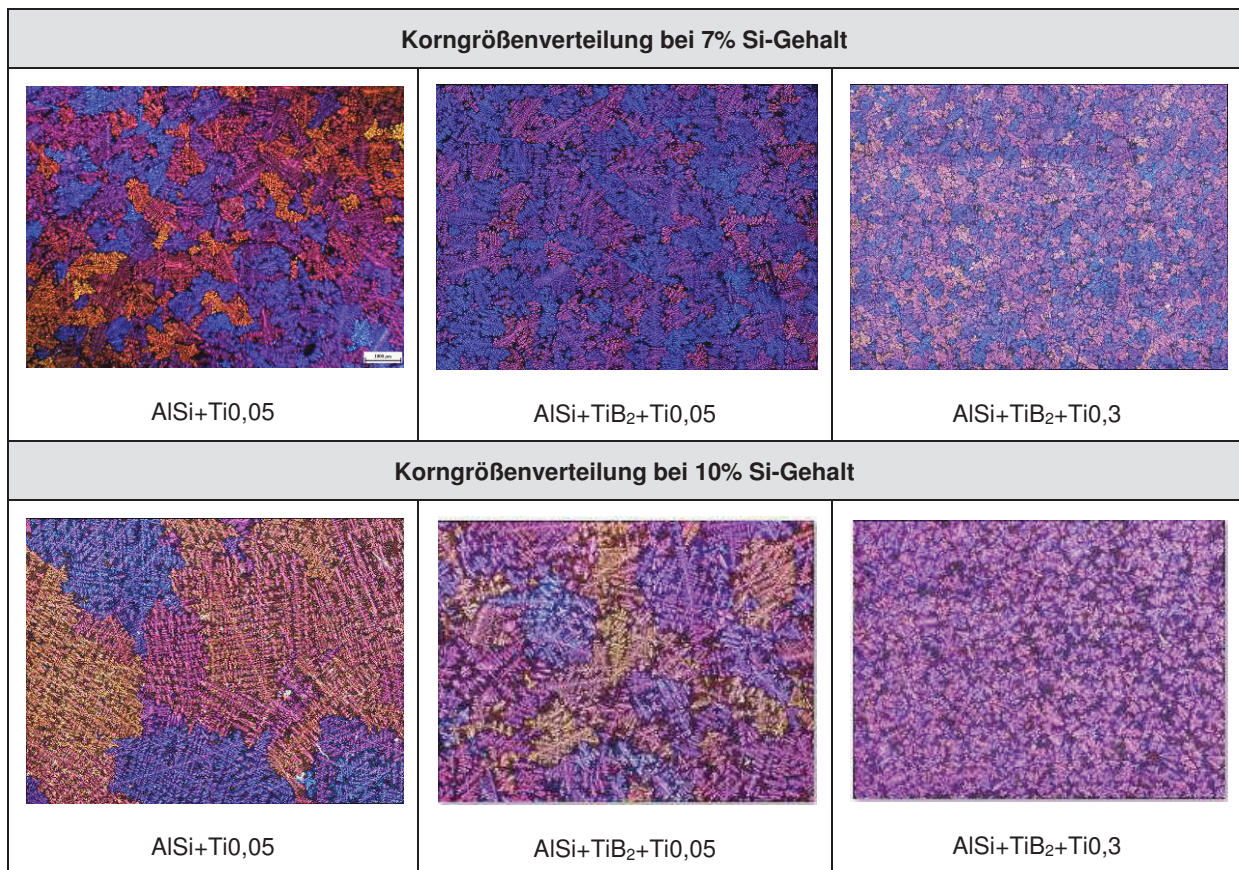


Abbildung 5-3: Vergleichsbilder der Korngrößenbewertung bei 7- und 10% Si-Gehalt.

Die Werte der Korngrößen sind aus **Tabelle 5-1** zu entnehmen. Eine wesentliche Kornfeinung bei höheren Si-Gehalten ist nur bei AlSi+TiB₂+Ti_{0,3} zu erkennen.

Tabelle 5-1: Korngrößenbewertung aller Ti-geimpften Legierungen.

		Si-Gehalt [%]					
		1	2	3,5	5	7	10
Korngrößen [μm]	Referenz	767	778	808	1321	1568	1676
	AlSi+Ti _{0,05}					627	1676
	AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,05}	94	119	157	344	455	1555
	AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,3}			166	171	267	444

5.2 Gegenüberstellung aller untersuchten Legierungen

In **Abbildung 5-4** sind die Korngrößenbewertungen der untersuchten Legierungen gegenübergestellt. Bei niedrigen Si-Gehalten sind schon niedrige Ti-Gehalte für verbesserte Kornfeinung ausreichend. Das ändert sich mit Erhöhung des Si-Gehalts. Besonders bei den kommerziellen Legierungen von AISi7 und AISi10 sind erhebliche Unterschiede zu erkennen. Eine fast idente Kornfeinungswirkung haben AISi+TiB₂+Ti_{0,3} und AISi+B_{0,05}. Das bedeutet, auch wenn kein Ti zusätzlich beigemischt wird, kann alleine mit Bor eine deutliche Kornfeinung bei erhöhten Si-Gehalten erzielt werden. Zum Schluss wurde nochmals eine Ta-Legierung hergestellt und verglichen. Da diese nur mit AISi7 versucht wurde, ist auch nur ein Punkt (orange) im Diagramm dargestellt. Demnach erzielt die Kombination aus Ta_{0,1}+TiB₂+Ti_{0,05} die niedrigsten Korngrößenwerte für die AISi7-Legierung.

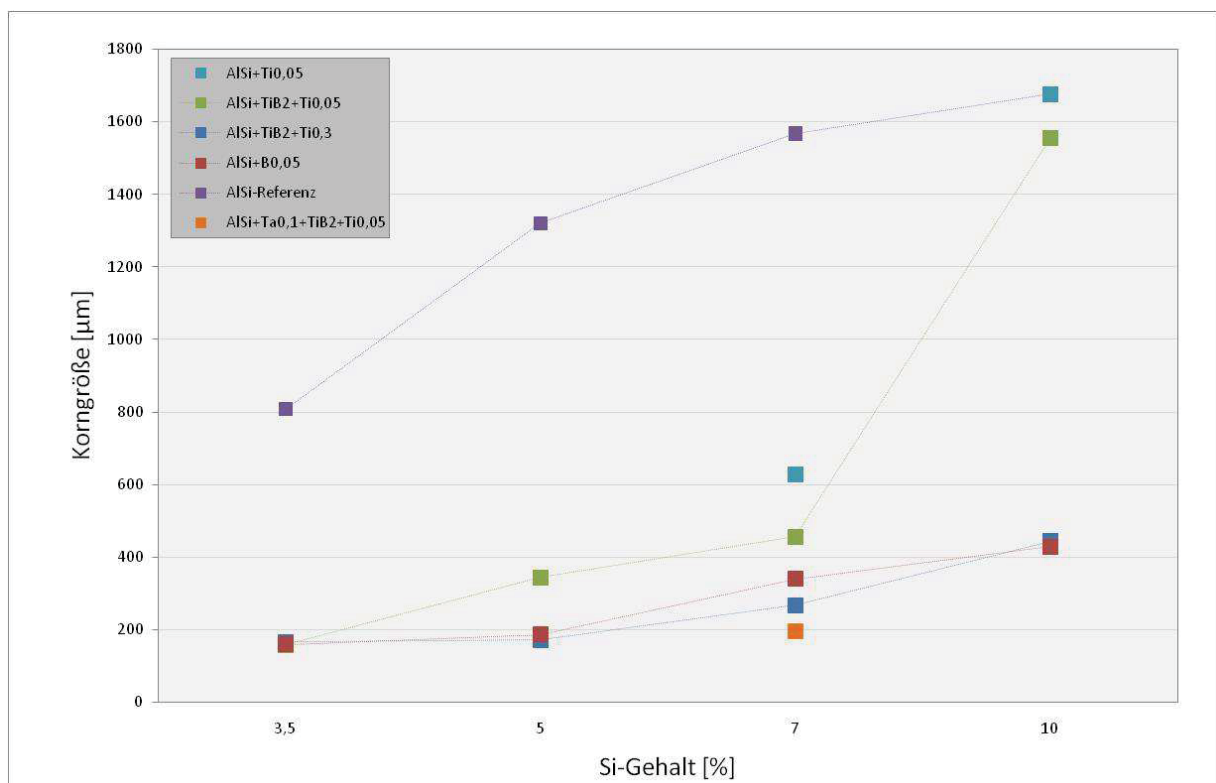


Abbildung 5-4: Übersicht der Kornfeinungswirkung aller untersuchten Legierungen

6 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde die Kornfeinung von Titan, Tantal und Bor auf AlSi-Legierung mittels TP1-Test untersucht. Dafür wurden schon erprobte Kornfeinungsmittel wie AlTi5B1 untersucht bzw. modifiziert. Um die Wirkung der Kornfeinung zu erkennen, wurden Auswertungen mittels Lichtmikroskop mit Barker geätzten Proben durchgeführt. Auch Phasenbildungen wurden mittels Rasterelektronenmikroskop analysiert. Die schwer zu findende τ -Phase konnte auch in dieser Arbeit nicht nachgewiesen werden. Womöglich befindet sich diese auf den TiB_2 -Partikeln als Schale, oder sie ist an den Korngrenzen zu finden. Die Untersuchungen hinsichtlich Korngrenzen müsste auf einem hochauflösenden Rasterelektronenmikroskop erneut untersucht werden. Bei Zugabe von 0,3%Ti+ TiB_2 konnten jedoch bei 7 und 10% Si-Gehalt lange Al_3Ti -Phasen gefunden werden. Die Zugversuchsreihe zeigte keinerlei Abweichungen zur Literatur [60].

Si-Vergiftungseffekt und Kornfeinung

Wie an den Referenzlegierungen erkennbar, ist ein Si-Vergiftungseffekt ersichtlich. Dies lässt darauf schließen, dass das wenig Titan in den Basislegierungen ausreicht, um diesen Effekt zu erzielen. Dass AlB_2 -Phasen ohne zusätzliche Zugabe von Ti auch eine kornfeinende Wirkung haben ist in [61] und [21] beschrieben. Eine verbesserte Wirkung soll die Zugabe gemeinsam von Ti und B in Form von AlTi5B in AlSi-Legierungen erreicht werden [62]. Die Ergebnisse zeigen jedoch, dass die Zugabe von 0,05%B ausreichend ist, um eine größtmögliche Kornfeinung zu erzielen.

Einfluss von Legierungsgehalts und Keimbildungspartikel

Der Einfluss von gelösten Elementen (vorwiegend Ti) und Keimbildungspartikel wie TiB_2 oder Al_3Ti auf die Korngröße kann über den Unterkühlungsparameter P oder dem Wachstumsbehinderungsfaktor Q in Zusammenhang gebracht werden. Laut Literatur sollte, je höher der Q-Faktor steigt, die Korngröße sinken. Jedoch konnte in den Versuchsreihen eher ein leichter Anstieg der Korngröße je höher der Si-Gehalt ist nachgewiesen werden. Was jedoch übereinstimmt ist, dass bei erhöhter Titanzugabe, die Korngröße sinkt und die Werte des Q-Faktors steigen. Bei den Berechnungen wurden jedoch keine TiB_2 -Partikel berücksichtigt, da Bor in Thermocalc nicht miteinbezogen werden kann. Als Annäherung kann jedoch Q und P herangezogen werden, um eine Korngrößeneinschätzung zu machen. Besonders Q kann dafür verwendet werden, um die Umwandlung von columnar zu equiaxed Kornwachstums (CET) zu vorhersagen.

Ausblick

Für weitere Untersuchungen mit Tantal ist zu empfehlen, fertige Vorlegierungen einzusetzen oder für das Aufschmelzen im Lichtbogenofen einer selbst hergestellten Legierung Helium statt Argon einzusetzen. Auch beim Aufschmelzen im Induktionsofen könnten dafür Optimierungen getroffen werden, indem unter Argon aufgeschmolzen wird, um mögliches Oxidieren zu vermeiden.

Bezüglich der Legierungsforschung sollte in Richtung kommerzieller Legierungen wie $AlSi7Mg$, $AlSi10Mg$ oder $AlSi9Cu$ weiter an der optimierten Zugabe von möglichen Kornfeinungsmitteln gearbeitet werden. Besonders interessant wäre hier eine weitere Forschungsreihe nur mit Bor ohne zusätzliche Zugabe von Titan oder mit Tantal. Auch die Zugabe in Kombination von Tantal + Bor wäre zu erforschen.

Weiters ist die Formation von Federkristallen in den Legierungen zu untersuchen. Der Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften, die Wirkung der Kornfeinung und diese in Legierungen zu vermeiden, ist momentan ein noch sehr unerforschter Bereich.

Weiters sollten bei zukünftigen Untersuchungen Abkühlraten bzw. thermische Analysen bei Abgüssen begleitet werden, um Erstarrungsgeschwindigkeiten, Thermische Gradienten, etc. zu bestimmen. Besonders bei Untersuchungen bezüglich Federkristalle sollte dieser Aspekt vorrangig beachtet werden.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Darstellung der homogenen Keimbildung [3].	12
Abbildung 2-2: Benetzungswinkel bei homogener und heterogener Keimbildung [].	12
Abbildung 2-3: Freies Wachstum Abhängig von Partikelgröße und Unterkühlung [].	13
Abbildung 2-4: Darstellung des Dendritenwachstums durch konstituioneller Unterkühlung und Übersättigung im untereutektischen Bereich, wenn $f_s > 0$ [13].	14
Abbildung 2-5: Darstellung des Wachstums an der Dendritenspitze, wenn $f_s = 0$	15
Abbildung 2-6: Ungerichtetes Kornwachstum, (a) globulitische Ausbildung, (b) dendritische Ausbildung der Körner.	16
Abbildung 2-7: Unterkühlungsparameter P und Q-Faktor im Zweiphasensystem [].	17
Abbildung 2-8: Korngröße als Funktion von Q [29].	18
Abbildung 2-9: Kornstruktur in Abhängigkeit von G, ΔT_c und dem Solid-Liquidübergang [11].	19
Abbildung 2-10: Einfluss von G, R auf die Kornmorphologie [11].	20
Abbildung 2-11: Konzentrations- und Temperaturfeld von Dendriten in Legierungen ($c_0 > 0$) [].	21
Abbildung 2-12: Zwillingsdendrit mit einem flüssigen Kanal, der in das Stammzentrum ragt und dort erstarrt [17].	22
Abbildung 2-13: Al-Si-System [].	24

Abbildung 2-14: links: Al-Ti-Zweiphasensystem; rechts: Ausschnitt Al-Ti-Peritektikum [].	26
Abbildung 2-15: Dreiphasensystem Al-Si-Ti bei 700°C [].	27
Abbildung 2-16: Al-reiches binäres eutektisches Diagramm [].	29
Abbildung 2-17: Haltezeit nach Zugabe von Kornfeinungsmittel [].	31
Abbildung 2-18: Al-Ta-Zweiphasensystem [].	32
Abbildung 2-19: Ternäres System Al-Si-Ta [].	32
Abbildung 3-1: Lichtbogenofen zur Herstellung der AlTa ₂₀ -Legierung.	35
Abbildung 3-2: Wassergekühlte Kupferplatte mit Tiegelmulden.	35
Abbildung 3-3: Q-Berechnung aus Thermocalc.	36
Abbildung 3-4: Schmelzofen.	38
Abbildung 3-5: Chargierung in Keramiktiegel.	38
Abbildung 3-6: Diezprobe.	39
Abbildung 3-7: Skizze der TP1-Kelle.	39
Abbildung 3-8: TP1-Testvorrichtung.	40
Abbildung 3-9: Testvorrichtung mit Kelle nach ASTM TP1-Standardtest.	40
Abbildung 3-10: Schliffprobe nach dem TP1-Verfahren.	41
Abbildung 3-11: Schleif- u. Poliermaschine ATM Saphier 350.	42
Abbildung 3-12: Elektrolytisches Ätzgerät, ATM Kristall 620 mit externer Elektrolytzelle.	42
Abbildung 3-13: (a) Carl Zeiss Axio Imager.A1m Lichtmikroskop [], (b) Anordnung LM und Auswertung.	43
Abbildung 3-14: REM mit EDX-Einheit.	44
Abbildung 4-1: Darstellung des Si-Vergiftungseffekts bei AlSi-Legierungen.	48
Abbildung 4-2: Gefügebilder der Proben mit unterschiedlichen Si-Gehalte.	49
Abbildung 4-3: KG-Auswertung der Legierung AlSi+Ti _{0,05} .	50
Abbildung 4-4: REM-Analyse Legierung AlSi+Ti _{0,05} .	51
Abbildung 4-5: KG-Auswertung der Legierung AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,05} .	53
Abbildung 4-6: Vergleich des Kornfeinungsverhalten der AlSi+TiB ₂ +Ti _{0,05} -Legierung zur Referenzlegierung.	54

Abbildung 4-7: REM-Analyse Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,05$.	55
Abbildung 4-8: EDX- Punktanalysen - Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,05$.	57
Abbildung 4-9: KG-Auswertung der Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$.	58
Abbildung 4-10: Vergleich des Kornfeinungsverhalten der $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$ -Legierung zur Referenzlegierung.	58
Abbildung 4-11: REM-Analyse Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$.	60
Abbildung 4-12: EDX- Punktanalysen - Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$.	62
Abbildung 4-13: REM-Analyse Legierung $\text{AlSi}5+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$ – TP1-Test nach 96h Abstehen lassen der Schmelze.	63
Abbildung 4-14: EDX- Punktanalysen - Legierung $\text{AlSi}5+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$ nach 96 h: Erstarrung der Restschmelze am Tiegelboden.	63
Abbildung 4-15: Zugversuch der Legierung $\text{AlSi}+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,3$.	64
Abbildung 4-16: Gegenüberstellung des Q-Faktors bei unterschiedlichen Ti-Gehalten.	65
Abbildung 4-17: Q-Faktor vs. Korngröße.	66
Abbildung 4-18: Vergleich der Haltezeiten der Legierung $\text{AlSi}+\text{B}0,05$.	67
Abbildung 4-19: KG-Auswertung der Legierung $\text{AlSi}+\text{B}0,05$.	69
Abbildung 4-20: Kornfeinungsverhalten der $\text{AlSi}+\text{B}0,05$ -Legierung.	70
Abbildung 4-21: REM-Analyse Legierung $\text{AlSi}+\text{B}0,05$.	72
Abbildung 4-22: EDX- Punktanalysen - Legierung $\text{AlSi}+\text{B}0,05$.	73
Abbildung 4-23: KG-Auswertung der Legierung $\text{AlSi}+\text{Ta}0,1$ Versuchsreihe 1.	74
Abbildung 4-24: KG-Auswertung der Legierung $\text{AlSi}+\text{Ta}0,2$ Versuchsreihe 1.	75
Abbildung 4-25: REM-Analyse Legierung $\text{AlSi}+\text{Ta}0,2$ Versuchsreihe 1.	76
Abbildung 4-26: EDX- Punktanalysen - Legierung $\text{AlSi}+\text{Ta}0,2$ Versuchsreihe 1.	77
Abbildung 4-27: $\text{AlTa}13$ -Legierung nach 4maligem Aufschmelzen: Ta-Phasen haben sich noch nicht gelöst.	79
Abbildung 4-28: KG-Auswertung der Legierung $\text{AlSi}7+\text{Ta}0,1+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,05$ Versuchsreihe 2.	79
Abbildung 4-29: REM-Analyse Legierung $\text{AlSi}7+\text{Ta}0,1+\text{TiB}_2+\text{Ti}0,05$ Versuchsreihe 2.	80

Abbildung 4-30: EDX- Punktanalysen - Legierung $\text{AlSi7+Ta0,1+TiB2+Ti0,05}$ Versuchsreihe
 2..... 81

Abbildung 5-1: Kornfeinungsverhalten der Legierung $\text{AlSi+TiB}_2+\text{Ti0,05}$ mit unterschiedlichen
 Abgießintervallen..... 83

Abbildung 5-2: Korngrößenauswertung der Ti-geimpften Legierungen. 84

Abbildung 5-3: Vergleichsbilder der Korngrößenauswertung bei 7- und 10% Si-Gehalt..... 84

Abbildung 5-4: Übersicht der Kornfeinungswirkung aller untersuchten Legierungen..... 86

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1: Übersicht der Legierungen.....	34
Tabelle 3-2: k-Werte für ausgewählte Elemente [29].	36
Tabelle 3-3: Parameter zur Wärmebehandlung.	45
Tabelle 4-1: Korngrößenauswertung der Legierung AlSi+TiB ₂ +Ti0,05 nach Intervallen.	53
Tabelle 4-2: Q-Faktor und Korngröße.	66
Tabelle 4-3: Korngrößenauswertung, Legierungen AlSi+B0,05.	71
Tabelle 4-4: Ergebnis der Nasschemischen Analyse der Ta02-Probe, Versuchsreihe 1.	78
Tabelle 5-1: Korngrößenauswertung aller Ti-geimpften Legierungen.....	85

Anhang

Auf den folgenden Seiten ist der Gießplan mit allen Legierungsberechnungen zu finden.

Legierung AlSi+Ti0,05

Legierung AlSi10Ti0,05					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	0,30	0,299			
AlSi13	1,10	0,957	0,143		
AlCu33	0,020	0,013		0,007	
Al10Ti	0,007	0,006			0,001
kg gesamt	1,43	1,276	0,143	0,007	0,001
% ist	100,00	89,43	10,02	0,46	0,049
% soll			10	0,5	0,05

Legierung AlSi7Ti0,05					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	0,60	0,599			
AlSi13	0,75	0,653	0,098		
AlCu33	0,020	0,013		0,007	
Al10Ti	0,007	0,006			0,001
kg gesamt	1,38	1,271	0,098	0,007	0,001
% ist	100,00	92,30	7,08	0,48	0,051
% soll		2,542	7	0,5	0,05

Legierung AlSi+TiB₂+Ti0,05

Legierung AlSi10Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	1,02	1,018			
AlSi13	3,85	3,350	0,501		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
kg gesamt	5,04	4,503	0,501	0,025	0,005
% ist	100,00	89,44	9,94	0,49	0,09
% soll			10	0,5	0,05

Legierung AlSi7Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	2,17	2,166			
AlSi13	2,70	2,349	0,351		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
kg gesamt	5,04	4,650	0,351	0,025	0,005
% ist	100,00	92,36	6,97	0,49	0,09
% soll			7	0,5	0,05

Legierung AlSi5Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	2,93	2,924			
AlSi13	1,91	1,662	0,248		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
kg gesamt	5,01	4,722	0,248	0,025	0,005
% ist	100,00	94,34	4,96	0,49	0,09
% soll			5	0,5	0,05

Legierung AlSi3.5Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	3,52	3,513			
AlSi13	1,35	1,175	0,176		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
kg gesamt	5,04	4,823	0,176	0,025	0,005
% ist	100,00	95,79	3,49	0,49	0,09
% soll			3,5	0,5	0,05

Legierung AlSi2Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	4,10	4,092			
AlSi13	0,77	0,670	0,100		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
kg gesamt	5,04	4,897	0,100	0,025	0,005
% ist	100,00	97,27	1,99	0,49	0,09
% soll			2	0,5	0,05

Legierung AlSi1Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	4,53	4,521			
AlSi13	0,39	0,339	0,051		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
kg gesamt	5,09	4,996	0,051	0,025	0,005
% ist	100,00	98,25	1,00	0,49	0,09
% soll			1	0,5	0,05

Legierung AlSi-TiB₂+Ti0,3

Legierung AlSi10Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	0,80	0,798			
AlSi13	3,70	3,219	0,481		
AlCu33	0,070	0,047		0,023	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
Al10Ti	0,100	0,090			0,010
kg gesamt	4,76	4,160	0,481	0,023	0,015
% ist	100,00	87,39	10,11	0,49	0,305
% soll		rest	10	0,5	0,3

Legierung AlSi7Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	2,00	1,996			
AlSi13	2,60	2,262	0,338		
AlCu33	0,070	0,047		0,023	
AlTi5B	0,09	0,086			0,005
Al10Ti	0,100	0,090			0,010
kg gesamt	4,86	4,480	0,338	0,023	0,015
% ist	100,00	92,19	6,95	0,48	0,298
% soll		rest	7	0,5	0,3

Legierung AlSi5Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	1,650	1,647			
AlSi13	1,150	1,001	0,150		
AlCu33	0,045	0,030		0,015	
AlTi5B	0,050	0,048			0,003
Al10Ti	0,065	0,059			0,007
kg gesamt	2,960	2,783	0,150	0,015	0,009
% ist	100,00	94,03	5,05	0,50	0,304
% soll		rest	5	0,5	0,3

Legierung AlSi3.5Ti					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	1,300	1,297			
AlSi13	0,520	0,452	0,068		
AlCu33	0,030	0,020		0,010	
AlTi5B	0,030	0,029			0,002
Al10Ti	0,045	0,041			0,005
kg gesamt	1,925	1,839	0,068	0,010	0,006
% ist	100,00	95,53	3,51	0,51	0,312
% soll		rest	3,5	0,5	0,3

Legierung AlSi+B0,05

Legierung AlSi10B					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	B [kg]
Al 99,8	1,00	0,998			
AlSi13	3,85	3,350	0,501		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlB3	0,096	0,093			0,003
kg gesamt	5,02	4,491	0,501	0,025	0,003
% ist	100,00	89,44	9,97	0,49	0,057
% soll			10	0,5	0,05

Legierung AlSi7B					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	B [kg]
Al 99,8	2,15	2,146			
AlSi13	2,70	2,349	0,351		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlB3	0,096	0,093			0,003
kg gesamt	5,02	4,638	0,351	0,025	0,003
% ist	100,00	92,37	6,99	0,49	0,057
% soll			7	0,5	0,05

Legierung AlSi1B					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	B [kg]
Al 99,8	4,53	4,521			
AlSi13	0,39	0,339	0,051		
AlCu33	0,075	0,050		0,025	
AlB3	0,096	0,093			0,003
kg gesamt	5,09	5,004	0,051	0,025	0,003
% ist	100,00	98,28	1,00	0,49	0,057
% soll			1	0,5	0,05

Legierung AlSi+Ta0,1 – Versuch 1

Legierung AlSi10Ta					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ta [kg]
Al 99,8	0,40	0,399			
AlSi13	1,55	1,349	0,202		
AlCu33	0,030	0,020		0,010	
Al20Ta	0,01	0,008			0,002
kg gesamt	1,99	1,776	0,202	0,010	0,002
% ist	100,00	89,24	10,13	0,50	0,101
% soll			10	0,5	0,1

Legierung AlSi7Ta					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ta [kg]
Al 99,8	0,90	0,898			
AlSi13	1,10	0,957	0,143		
AlCu33	0,030	0,020		0,010	
Al20Ta	0,01	0,008			0,002
kg gesamt	2,04	1,883	0,143	0,010	0,002
% ist	100,00	92,32	7,01	0,49	0,10
% soll			7	0,5	0,1

Legierung AlSi+Ta0,2 – Versuch 1

Legierung AlSi10Ta					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ta [kg]
Al 99,8	0,40	0,399			
AlSi13	1,55	1,349	0,202		
AlCu33	0,030	0,020		0,010	
Al20Ta	0,02	0,016			0,004
kg gesamt	2,00	1,784	0,202	0,010	0,004
% ist	100,00	89,19	10,08	0,50	0,200
% soll			10	0,5	0,2

Legierung AlSi7Ta					
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ta [kg]
Al 99,8	0,90	0,898			
AlSi13	1,10	0,957	0,143		
AlCu33	0,030	0,020		0,010	
Al20Ta	0,02	0,016			0,004
kg gesamt	2,05	1,891	0,143	0,010	0,004
% ist	100,00	92,26	6,98	0,48	0,20
% soll			7	0,5	0,2

Legierung Al-Si-Ta_{0,1}-Versuch 2

Legierung AlSi7Ta						
	Zugabe [kg]	Al [kg]	Si [kg]	Cu [kg]	Ta [kg]	Ti [kg]
Al 99,8	0,820	0,818				
AlSi13	1,050	0,914	0,137			
AlCu33	0,029	0,019		0,010		
Al13Ta	0,013	0,012			0,002	
Al5Ta	0,009	0,008			0,000	
AlTi5B1	0,020	0,019				0,001
kg gesamt	1,941	1,790	0,137	0,010	0,002	0,001
% ist	100,00	92,226	7,033	0,493	0,112	0,052
% soll			7,000	0,500	0,100	0,050

Prüfprotokoll

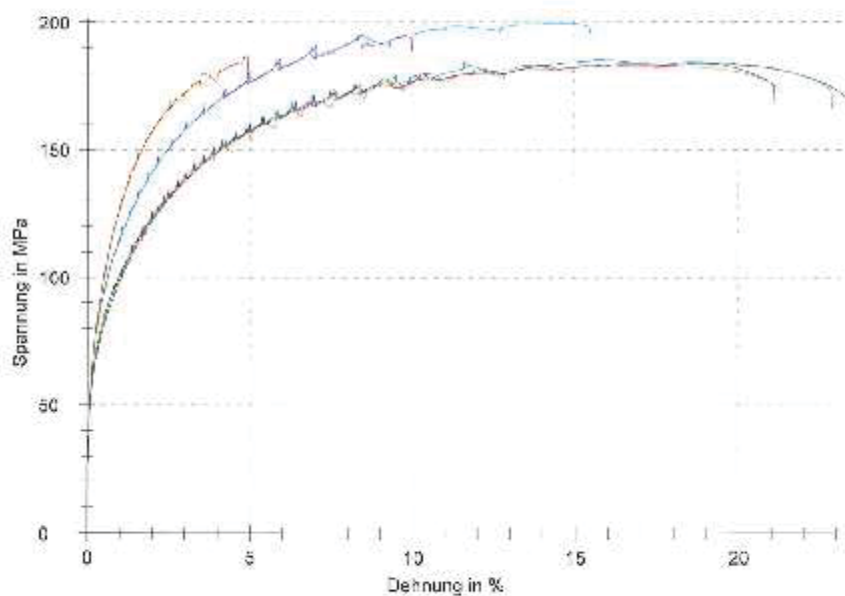
Kunde : MUL / Bernadette Doppelhofer Probentyp : B10x50 nach DIN 50125
 Auftrags-Nr. : SC 300 Prüfer : Egger
 Prüfnorm : DIN EN ISO 6892-1 A1 Maschinendaten : Steuerung WN: 208273
 Werkstoff : Al-Legierung Traverse WN: 208273
 Kraft 250 kN WN: 755320
 makroXtens WN: 208275
 Schützler

Prüfgeschwindigkeiten : Verfahren A(1) Geschwindigkeit Streckgrenze : 0,0025 1/s
 Vorkraft : 15 MPa Prüfgeschwindigkeit : 0,0067 1/s
 Geschwindigkeit E-Modul : 0,0025 1/s

Prüfergebnisse:

Probenkennung	d, mm	R _{0,2} MPa	R _m MPa	A ₅ %
7.1	9,975	72	184	22,7
7.2	10,015	72	184	23,1
7.2 WBH	10,005	69	186	20,9
7.1 WBH	10,008	68	183	21,1
10.1	10,014	79	195	9,7
10.2	10,016	80	200	15,2
10.1 WBH	10,003	80	182	3,7
10.2 WBH	10,005	81	187	4,7

Seriengrafik:



Literaturverzeichnis

-
- [1] 45nd Census of World Casting Production – 2010, Modern Casting, 12, 2011, 16-19
- [2] Dantzig, J.A.; M.Rappaz, Solidification, EPFL Press, Lausanne, 2009; S. 249-285
- [3] Sahm, P.; I.Egry; T.Volkman; Schmelzen-Erstarrung-Grenzflächen, Vieweg; 1999; S. 109-128
- [4] Turnbull, D.; Formation of Crystal Nuclei in Liquid Metals, Journal of Applied Physics, Vol. 21; 1950; S. 1022-1028
- [5] Kurz, W.; P. Sahm, Gerichtet erstarrte eutektische Werkstoffe, Springer, 1975, S. 67-81
- [6] Quested, T. E.; A.T. Dinsdale; A.L. Greer; Thermodynamic modelling of growth-restriction effects in aluminium alloys; Acta materialia; 2004; 1323-1334
- [7] Engler, SI; Erstarrung metallischer Schmelzen, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, 1981, S. 7-29
- [8] Hellawell, A.; Heterogeneous nucleation and grain refinement in aluminium castings, Solidification and casting of metals, Proceedings of the conference on Solidification, University of Sheffield; 1977; S. 161-168
- [9] Färber, K.; Einfluss von Seltenen (Erd) Metallen auf eutektische und peritektische Erstarrung in Aluminium-Legierungen; Dissertation; 2012; S 40
- [10] Spittle, J. A.; S. B. Sadli; Mater Science Technology; Vol 11; 1995; S. 533
- [11] Kou, S.; Welding Metallurgy, 2. Ausgabe, John Wiley & Sons, 2003

- [12] Engler, S.; Erstarrung metallischer Schmelzen, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel, 1981; S. 7-29
- [13] Kurz, W.; D.J. Fisher; Fundamentals of Solidification; 4. Auflage; Trans Tech Publikation; Uetikon-Zürich; 1998; S. 45-61
- [14] Savage, W.F.; Aronson, A.H.; Preferred Orientation in the Weld Fusion Zone; Welding Journal; Vol 45, 1966, S.85-89
- [15] Hunt, J.D.; Steady State Columnar and Equiaxed Growth of Dendrites and Eutectic, Materials Science and Engineering, Vol 65, 1984, S. 75-83
- [16] Salgado-Ordorica M.A.; M. Rappaz; Twinned dendrite growth in binary aluminium alloys; Acta Materialia 56, 2008, S 5708-5718
- [17] Henry S.; PhD thesis, Ecole Polytechnique Federal de Lausanne, 1999
- [18] Gonzales F.; M. Rappaz; Metall Trans A, Vol 37; 2006; S. 2797
- [19] Ludwig, T.H.; Trace Elements in Al-Si-Foundry Alloys; Universität von Trondheim 2013
- [20] <http://www.globalsino.com/micro/1/1micro9989.html>, vom 22.Mai 2014
- [21] Qiu, D., J.A. Taylor, M.X. Zhang, P.M. Kelly; A mechanism for the poisoning effect of silicon on the grain refinement of Al-Si-Alloys; science direct, Queensland, 2006; S.1447-1456
- [22] Lehnert, W.; G. Drossel, O. Liesenberger, W. Huppertz, M. Paul, S. Friedrich, C. Kammer; Aluminium Taschenbuch Band 2; 15. Auflage, 1996; S. 268-272
- [23] Kori S.A., B.S. Murty, M. Chakraborty ; Mater Sci Technol; 1999; S. 986
- [24] Birch, M.; A. Cowell; Solidification processing, Institute of Metals, London, 1987; S. 149
- [25] Schumacher, P.; A.L. Greer; Studies of the action of grain-refining particles in Al-alloys; Universität von Cambridge; 124th TMS Annual Meeting and Exhibition, 1995
- [26] Ghomashchi, R.; The evolution of AlTiSi intermetallic phases in Ti-added Al-Si-alloy; Universität von Adelaide, Australia; 2012; S. 255-260
- [27] <http://www.factsage.cn/fact/documentation/FSlite/Al-Ti.jpg>, vom 22.Mai 2014
- [28] Villars P.; A. Prince, H. Okamoto, Handbook of ternary alloy phase diagrams, ASM International; 1995; A. 4315
- [29] Schmitd-Fetzer, R.; A. Kozlov; Thermodynamic aspects of grain growth restriction in multicomponent alloy solidification; Clausthal Universität; 2011; S. 6133-6144
- [30] A.L. Greer, P.S. Cooper, M.W. Meredith, W. Schneider, P. Schumacher, J.A. Spittle, A. Tronche, Adv. Eng. Mater.5; 2003; S. 81-91
- [31] Riehle, M.; E. Simmchen; Grundlagen der Werkstofftechnik, 2. Auflage, 2000; S. 131-132

- [32] Lehnert, W.; G. Drossel, O. Liesenberger, W. Huppertz, M. Paul, S. Friedrich, C. Kammer; Aluminium Taschenbuch Band 2; 15. Auflage, 1996; S. 396-402
- [33] Rosenhain, W; Grogan, J.D.; Schofield T.H.; Gas removal and grain refinement in aluminium alloys; Journal of the Institute of Metals, Vol. 44; 1930; S 305-330
- [34] Murty, B.S.; Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying; International Materials Reviews, Vol 47 (1); 2002; S. 3-29
- [35] Delamore G.W.; Smith R.W.; The mechanism of grain refinement in dilute aluminium alloys; Metallurgical Transactions A, Vol. 2(6); 1971; S 1733-1738
- [36] Davies G.J.; Garland J.G.; Solidification Structures and Properties of Fusion Welds; International Metallurgical Reviews, Vol. 20; 1975; S.83-106
- [37] McCartney, D.G.; Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants; International Materials Reviews; Vol 34; 1989; S. 247-260
- [38] Flemings, M.C.; Solidification Processing; McGraw-Hill Company, New York, 1974
- [39] Engler, S.; Erstarrung metallischer Schmelzen, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel, 1981; S. 7-29
- [40] Arnberg, L. L. Bäckerud, H. Klang, Metall Technology, 1982; S. 7-13
- [41] Delamore, G.W.; R.W. Smith, Metall Trans. 1971; S.1733-1738
- [42] Johnsson, M.; Bäckerud, L.; Nucleants in grain refined aluminium after addition of Ti- and B-containing master alloys, Zeitschrift für Metallkunde; Vol 83; 1992; S. 774-780
- [43] Schumacher, P; Greer, A.L.; Worth, J.; Evans, P.V.; Kearns, M.A.; Fisher P.; Green, A. H.; New studies of nucleation mechanisms in aluminium alloys: implications for grain refinement practice; Materials Science and Technology; Vol. 14; 1998; S.394-404
- [44] Iqbal, N.; von Dijk, N.H.; Hansen, T.; Katgerman, L.; Kearly, G.J.; The role of solute titanium and TiB₂ particles in the liquid-solid phase transformation of aluminium alloys; Material Science and Engineering A, Vol. 386; 2004; S. 20-26
- [45] Pearson, J.; G.P. Jones; Factors affecting the grain-refinement of aluminium using titanium and boron additives; Metallurgical Trans. B, Vol. 7; Ausgabe 2; 1976; S. 223-234
- [46] www.periodensystem.info/elemente/tantal, Abruf 12.März 2014
- [47] Schreiter, W.; Seltene Metalle, Band III, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1962; S. 17-42
- [48] Cardonne, S.M.; P. Kumar, C.A. Michaluk und H.D. Scharz; Tantalum and its Alloys, Cabot Performance Materials, Pennsylvania, 1994; S. 187-194

- [49] Cardonne, S.M.; P. Kumar, C.A. Michaluk und H.D. Scharzt; Tantalum and its Alloys, Int. J. of Refractory Metals & Hard Materials 13; Großbritannien; 1995; S. S. 187-194
- [50] Du, Y.; R. Schmid-Fetzer, Thermodynamic Modeling of the Al-Ta-System, Journal of Phase Equilibrium, Vol. 17; 1996; S. 311-324
- [51] Massalski, T.B.; Binary Alloy Phase Diagrams, 2. Edition, Vol.1; USA, 1990; S142
- [52] Villars, P.; A. Prince, H.Okamoto; Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams; Vol 4, 1995, S 4309
- [53] www.edmund-buehler.de, vom 13.Februar 2014
- [54] Hasse, S.; Giesserei Lexikon, 19. Auflage, Schiele & Schön, Berlin 2008, S. 1067-1068
- [55] Schumann, H.; Metallographie, 11. Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1983, S. 51-52
- [56] Bargel, H.; Werkstoffkunde, 10. Auflage, Springer, Berlin, 2008, S.137-139
- [57] Zwiig, T.; Universelle Methodik für die randscharfe mechanische Präparation und das Farbätzen von Aluminiumlegierungen, Praktische Metallographie, Aarhus, Dänemark, 2001, S. 3-6
- [58] Hornbogen, E.; Metalle – Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen, 5. Auflage, Berlin, Springer, 2006, S. 188-210
- [59] <http://www.zeiss.de/mikro> vom 9. Dezember 2010
- [60] Kaufmann, J.G.; Properties of Al-Alloys; The Al-Association, 1999; S. 107
- [61] Arnberg, L. L. Bäckerud, H. Klang, Metall Technology, 1982; S. 7-13
- [62] Delamore, G.W.; R.W. Smith, Metall Trans. 1971; S.1733-1738