

Die Eignung des Unterdruckdichtetests zur Bestimmung der Schmelzereinheit von Aluminiumlegierungen

The Suitability of the Reduced Pressure Test for the Assessment of Melt Quality of Aluminium Alloys



Dipl.-Ing. Katharina Haberl, studierte Metallurgie an der Montanuniversität Leoben und diplomierte im Oktober 2007 zum Thema: „Schmelzereinheit einer Al-Gusslegierung am Beispiel AlSi7MgCu0,5 und LM25“. Seit November 2007 ist Katharina Haberl Universitätsassistentin am Lehrstuhl für Gießereikunde an der Montanuniversität Leoben.



Dipl.-Ing. Georg Geier, studierte an der Montanuniversität Leoben Metallurgie mit den Schwerpunkten Gießereitechnik und Industriewirtschaft. Seit 2003 arbeitet er am Österreichischen Gießerei-Institut als wissenschaftlicher Mitarbeiter und leitet seit Anfang 2007 das CT-Labor.



Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Peter Schumacher, Vorstand des Lehrstuhls für Gießereikunde, Department Metallurgie, Montanuniversität Leoben und Geschäftsführer des Vereins f. praktische Gießereiforschung – Österreichisches Gießerei-Institut, Leoben.

Zusammenfassung

Die Schmelzereinheit der Al-Gusslegierung LM25 (Sekundärlegierung) wird an Hand von unterschiedlichen Messmethoden bestimmt. Die Eignung des erweiterten Unterdruckdichtetests soll speziell untersucht werden. Besonderes Augenmerk wird auf die Einflüsse der Oxide als Porenkeim gelegt.

Es zeigt sich, dass bezüglich der Oxide in der Schmelze zwischen neuen und alten Oxiden unterschieden werden muss [1]. Die neuen Oxide haben einen Einfluss auf die Poren als Bifilm, die alten Oxide bilden harte Einschlüsse [2,3,1].

Die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, dass an Hand des erweiterten Unterdruckdichte-Tests ein guter Aufschluss über die Anzahl der Keimbildner von Gasporen gegeben werden kann. Jeder Pore kann somit ein Bifilm zugrunde gelegt werden [2].

Einleitung und Theoretischer Hintergrund

Die Qualität der Schmelze einer Gießerei ist von entscheidender Bedeutung, insbesondere in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften. Es gibt viele Einflussfaktoren auf die Qualität der Schmelze. Auf Grund des steigenden Wissens des Einflusses der Oxide auf die Schmelzequalität soll deren Rolle genauer untersucht und die Eignung des Unterdruckdichtetests zur Bestimmung durchleuchtet werden.

Aluminium neigt stark zur Bildung von Oxiden, da es sehr sauerstoffaffin ist.

Kommt es zu einer Reaktion des Luftsauerstoffs mit der Badoberfläche, so entsteht augenblicklich ein Film an der Oberfläche. Dieser Film kann je nach Legierungsbestandteilen und Verweildauer in Kontakt mit Sauerstoff unterschiedlich stark ausgeprägt sein [4]. Hat sich einmal ein Film an der Oberfläche gebildet, so geht dieser nicht wieder zurück in Lösung in die flüssige Metallschmelze.

Durch Oberflächenturbulenzen können aus den Oxidfilmen der Oberfläche gefaltete Oberflächenfilme entstehen. Auch kommt es vor, dass hochgeschleuderte flüssige Metallteilchen wieder in das Schmelzebad fallen. **Abb. 1** verdeutlicht dies. Im Gussstück führt dieser Vorgang zu nichtmetallischen Einschlüssen, diese unterbrechen den Gefügeverbund und stellen somit Gussfehler dar [5,6].

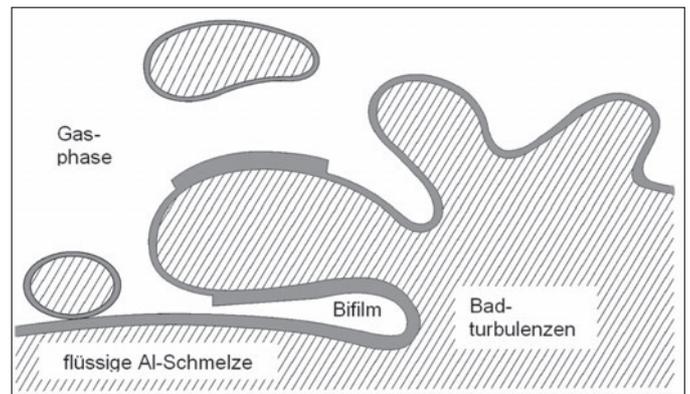


Abb. 1: Darstellung einer Schmelzebadoberfläche bei Oberflächenturbulenzen nach [7]

Prinzipiell wird zwischen zwei Arten von Oxiden unterschieden [1]:

- alte Oxide
- neue Oxide (Bifilme)

Alte Oxide entstehen bereits vor oder während des Schmelzens und haben eine voluminöse Morphologie. Neue Oxide bilden sich während des Füllens und des Gießens und haben eher eine flächige Morphologie.

Porositäten haben negative Auswirkungen auf das Gussstück. Sie verschlechtern neben den mechanischen Eigenschaften (Bruchdehnung, R_m , Dauerschwingfestigkeit) auch die Gebrauchseigenschaften. Es gibt zwei extreme Fälle von Porositäten:

- Gasporositäten
- Schwindungsporositäten

Ihre Bildung kann nicht von einander getrennt betrachtet werden. In der Regel hat eine Pore einen Anteil von Gas- und Schwindungsporosität. Dies wird in **Abb. 2** schematisch verdeutlicht.

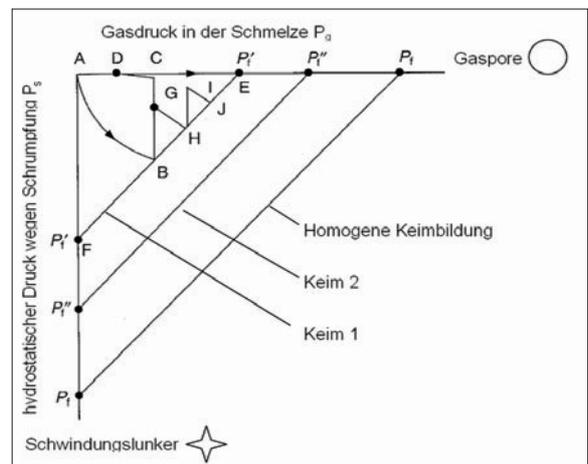


Abb. 2: Schematischer Übersichtsplan der Bildung einer Porosität nach [8]

In **Abb. 2** ist auf der x-Achse der Gasdruck in der Schmelze P_g , auf der y-Achse die hydrostatische Spannung P_s aufgetragen. Den Zusammenhang von P_g und P_s beschreibt Formel (1) [9,10]:

$$P_f = P_g + P_s \quad (1)$$

P_f ist der kritische Keimbildungsdruck, der für die Bildung einer Porosität erforderlich ist.

In der Praxis liegen üblicherweise beide Bildungsanteile P_g und P_s vor: Die Kurve bewegt sich von A nach B. Es formt sich eine Pore an Keim I. Dadurch geht der Druck der Schmelze auf C zurück. Die folgende Diffusion des Gases in die Pore lässt die Umgebung an Gas verarmen, P_g geht auf D zurück.

Schmelze, die sich weit entfernt von diesem Ereignis befindet, hat keinen hydrostatischen Druck und geht zu E. Hier kommt es zur Bildung neuer Gasporen an Keimen. Schmelze, die sich zwar in der Nähe des Ereignisses aber nicht in der unmittelbaren Umgebung befindet und deren hydrostatischer Druck daher davon betroffen ist, wird eine Senkung von P_s auferlegt, die sie aber nicht bis zu C führen muss. Man bewegt sich in diesem Fall nur bis G. Ein weiteres Keimbildungsereignis kann dann an H vorkommen, dann an I, J, usw.

Der Unterdruckdichte-Test ist gut gespeist und hat daher nur einen geringen Anteil an P_s , dieser ergibt sich in Abhängigkeit von der Erstarrungsmorphologie.

Durchgeführte Versuche zur Messung der Schmelzequalität

Die Messung der Schmelzequalität ist nicht trivial, denn die neuen Oxide, die die Schmelzequalität stark beeinflussen, können mitunter sehr dünn sein (Bifilme). Daher lassen sich Bifilme mit vielen Messmethoden nicht bestimmen. Die Schwierigkeit ist es, eine geeignete Messung zur Bestimmung von Bifilmen zu finden. Denn unterschiedliche Arten von Verunreinigungen werden von differenzierten Messmethoden erfasst, wobei die Schmelzequalität nicht nur von einem Parameter beschrieben werden kann.

Zur Bestimmung der Schmelzequalität wurde bewusst eine Sekundärlegierung LM25 gewählt, die eine Vielzahl von Verunreinigungen aufweisen kann. Die folgenden Versuche wurden durchgeführt:

- erweiterter Unterdruckdichte-Test
- PoDFA
- Zugversuche
- Schwingversuche

Die Proben wurden in der Gießerei Nematik Linz an den Stellen Transportpfanne, Gießofen vor Impellern und Gießofen nach Impellern entnommen.

Unterdruck-Dichte-Test (UD-Test)

Das UD-Gerät dient im normalen Gießereibetrieb zur qualitativen Kontrolle des Gasgehaltes in flüssigen Metallen. Es wird eine Schmelzprobe geprüft, indem man diese in einer Vakuumkammer unter genormt reduziertem Druck erstarren lässt (UD-Gerät und UD-Proben siehe **Abb. 3**). Bei Anwesenheit von gelöstem Gas wird die Probe aufgewölbt, da das gelöste Gas an Keimen als Pore frei wird und sich ausdehnt [11].

Das als Poren ausgeschiedene Gas in der Probe bewirkt eine Änderung der Gesamtdichte, dies drückt sich im Dichteindex DI aus. Dieser wird nach der Formel (2) berechnet:

$$DI = (\rho_{Atm} - \rho_{UD}) \cdot 100 / \rho_{Atm} \quad (2)$$



Abb. 3: UD-Gerät und UD-Proben (links: kleiner Gasgehalt, rechts: großer Gasgehalt)

Wobei ρ_{Atm} die Dichte einer Probe ausdrückt, die unter atmosphärischem Druck erstarrt ist; ρ_{UD} ist die Dichte der Probe, die unter Unterdruck erstarrt ist. Üblicherweise wird ein Dichteindex von rund 1 eingestellt. Dies entspricht ungefähr einem Wasserstoffgehalt von 0,1 ml/100g. **Abb. 4** verdeutlicht diesen Zusammenhang.

Der theoretisch berechnete Gasgehalt stimmt jedoch nicht exakt mit dem praktisch gemessenen Gasgehalt überein (siehe **Abb. 4**). Der theoretisch errechnete Gehalt (nach dem DI) ist niedriger als der tatsächliche Gehalt (z.B. nach dem Chapel-Verfahren). Je niedriger der DI wird, desto größer wird die Diskrepanz. Gründe hierfür sind die Erschwerung der Porenkeimbildung bei kleinem Dichte-Index, da bei der Entgasungsbehandlung gleichzeitig Gasgehalt und Porenkeimstellen reduziert werden. Damit bestehen zu wenige Stellen, an welchen die Keimbildung stattfinden kann und sich somit Gasblasen zum Ausgleich des H_2 -Haushaltes bilden könnten.

Erweiterter UD-Test:

Die Gasporen, die sich im flüssigen Metall bilden, entstehen an Keimstellen. Als Keimstellen bevorzugt werden in der Schmelze vorhandene Oxide (Bifilme) und andere Einschlüsse. Somit stellt jede Gaspore in der UD-Probe einen vorhandenen Oxidfilm bzw. einen anderen keimbildungsrelevanten Einschluss dar, der durch den stark erniedrigten Druck aktiviert wurde, eine Pore zu bilden. Durch die Auswertung der Anzahl der Gasporen kann so schnell auf die Anzahl der Bifilme bzw. auf die anderen Einschlüsse als Keimbildner geschlossen werden [13].

Mit den UD-Proben wurden für den erweiterten UD-Test zwei verschiedene Auswertungen durchgeführt, um die Porenverteilung und -geometrie zu bestimmen. Diese waren:

- bildanalytische Auswertung der Poren
- Computertomographie

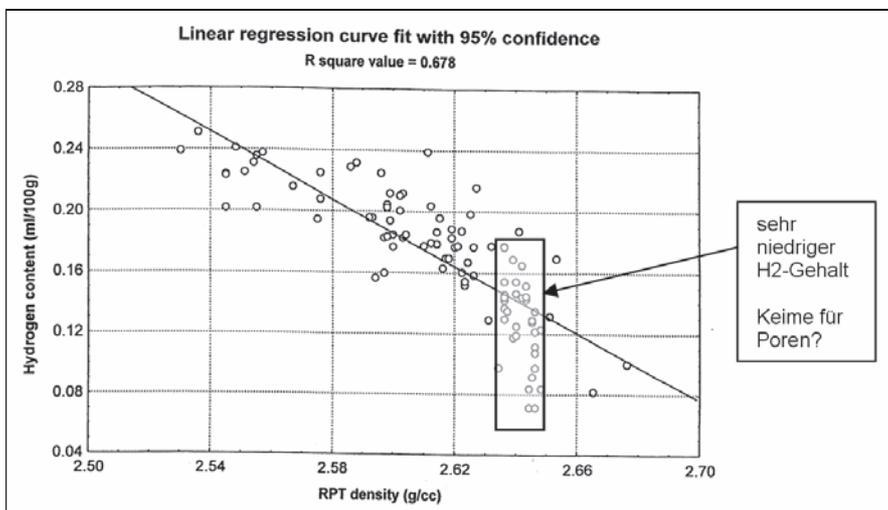


Abb. 4: Zusammenhang Wasserstoffgehalt und DI nach [12]

Bildanalytische Auswertung der Poren:

Die Poren des Schliffes der UD-Proben wurden mikroskopisch ausgewertet und die Anzahl der Poren pro mm² wurde ermittelt (siehe **Abb. 5**). Die Porenauswertung erfolgte analog zum VDG-Merkblatt P 201.

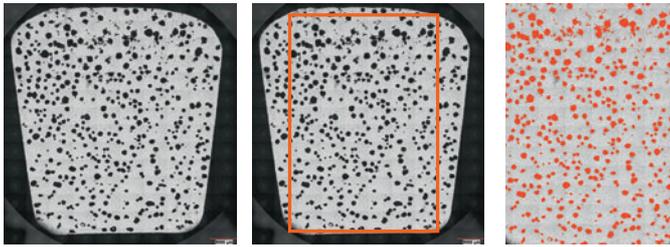


Abb. 5: Bildanalytische Auswertung der Schliffe der UD-Proben

Um der Problematik der Mikro- bzw. Makrolunker und Porenunterscheidungen entgegenzuwirken (siehe auch **Abb. 2**), wurden die folgenden Kriterien in der bildanalytischen Auswertung berücksichtigt:

- Maximaldurchmesserkriterium (um Makrolunker auszuschließen): Die Fläche der Pore muss kleiner sein als 7 mm²
- Minstdurchmesserkriterium (um Mikrolunker auszuschließen): Der Durchmesser der Pore muss mindestens der Größe des Sekundärdendritenarmabstandes entsprechen
- Rundheitskriterium (um Mikrolunker auszuschließen): Die Rundheit der Poren (Circularity) muss mind. 0,5 betragen (1,0 höchst möglicher Wert entspricht Kreis)

Das Ergebnis der Messung waren Poren pro Fläche. Damit konnte die Porendichte im Schliff sowie die Größenverteilung gemessen werden. In dieser Arbeit wird auf die Porendichte im Querschliff näher eingegangen.

Computertomographie CT:

Die CT-Untersuchungen wurden vom Österreichischen Gießerei-Institut (ÖGI) in Leoben durchgeführt.

Zufolge der geometrischen Bedingungen in Schliffbildern kann durch die Stereographie nicht von jeder Pore exakt der maximale Porendurchmesser gemessen werden. Hierfür sind 3-dimensionale Untersuchungsmethoden notwendig. Mit Hilfe der CT können Porendurchmesser, Größe und Volumen bestimmt werden, wenn die Grenzfläche zwischen Gaspore bzw. Mikrolunker eindeutig definiert werden kann. Wird die Grenzflächenerkennung zu weit definiert, können je nach Einstellung unterschiedliche Porendurchmesser und -anzahlen entstehen, insbesondere bei kleinen Porendurchmessern.

In Zusammenarbeit mit dem VRVis (Wien) wurde eine Software mit besonderen Transferfunktionen erstellt, mit der die Grenzflächen nahezu eindeutig beschrieben werden können. Dies erlaubt auch eine eindeutige Unterscheidung zwischen Mikrolunker und Gasporen.

Eine typische Übereinstimmung von Metallographie und CT kann aus **Abb. 6** ersehen werden. Die Messung der Porenverteilung mit Hilfe der CT wird jedoch den Schwerpunkt einer weiteren Veröffentlichung darstellen.

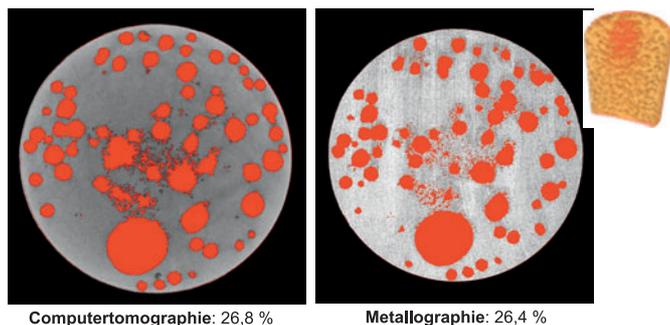


Abb. 6: Bildanalytische Auswertung der Fläche der Poren; links: CT, rechts: Schliff

PoDFA (Porous Disc Filtration Analysis)

Mit der PoDFA- Messung können ungelöste Verunreinigungen in der Metallschmelze qualitativ bestimmt werden.

Die PoDFA wird üblicherweise dargestellt als der gesamte Flächenanteil von Einschlüssen in einer normierten Schliffplatte eines Durchflussversuches (siehe **Abb. 7**).

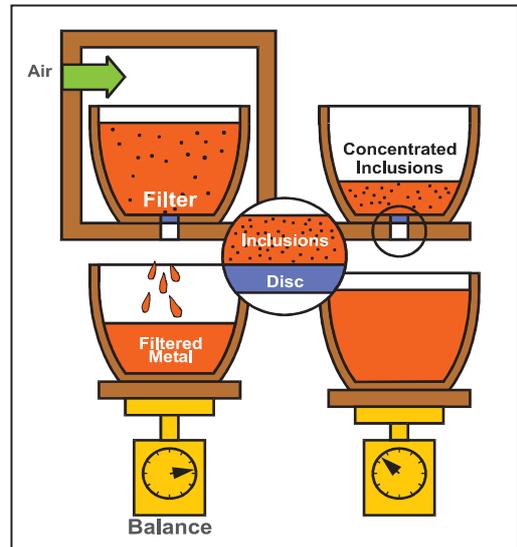
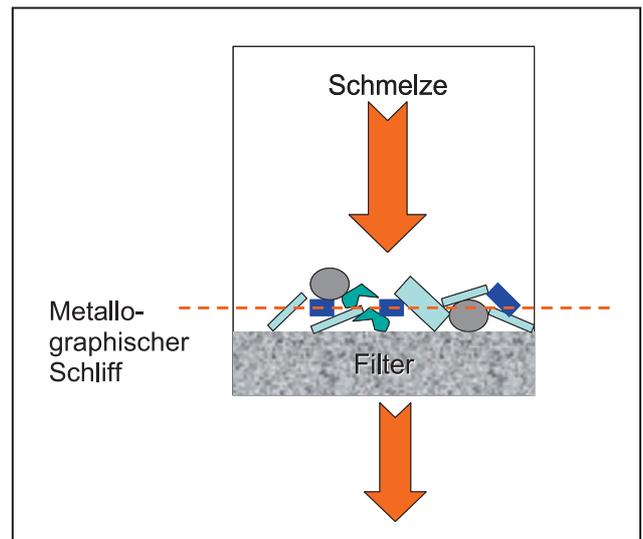


Abb. 7: Schematischer Überblick der PoDFA-Einrichtung [14] und ...



... schematische Darstellung der Auswertung.

Während des Filtervorgangs bildet sich ein Filterkuchen oberhalb des Filters aus, in dem auch Partikel, die kleiner als der Porendurchmesser des Filters sind, aufgefangen werden. Jedoch haben Bifilme auf Grund ihrer geringen Steifigkeit nur einen beschränkten Anteil am Filterkuchen. Des weiteren werden Bifilme wegen ihrer flächigen Morphologie nur schwer detektiert. Bei PoDFA gibt es unter den gemessenen Verunreinigungen keine eigene Kategorie für Bifilme. Das typische Spektrum einer AlSiMg-Schmelze enthält als wesentliche Verunreinigungen Al-Oxid, Al-Karbid, Ti-Borid, Al-Nitrid, Mg-Oxid und Spinell.

Es ist zu beachten, dass das Ergebnis nichts über die Größenverteilungen der detektierten Verunreinigungen aussagt, wobei die Größe auf Grund der Kerbwirkung einen wichtigen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Alle detektierten Einschlüsse stellen grundsätzlich harte Kerben dar.

Das Auswertergebnis ist die Summe der in der Schmelze befindlichen Verunreinigungen in mm²/kg.

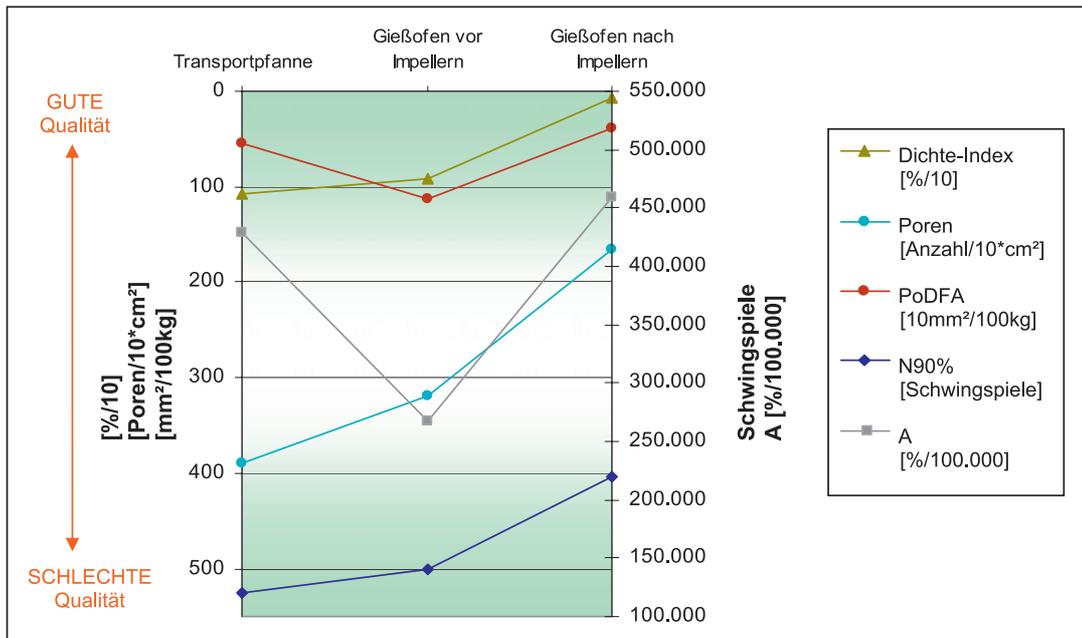


Abb. 8: Trendlinien der einzelnen Versuche mit LM25

Mechanische Prüfungen

Es wurden Zugversuche und Schwingversuche durchgeführt. Die Zugproben wurden im Labor der Fa. Nematik Linz GmbH auf einer Zwick/Roell Z050 geprüft (Prüfnorm EN 10002). Die Schwingversuche wurden im Schwinglabor des ÖGI nach akkreditiertem Prüfverfahren (nach DIN 50100) auf einer Resonanzprüfmaschine Russenberger Prüfmaschinen AG, Bauart Mikrotron 9201/129, durchgeführt. Bei der Auswertung der Zugversuche wurde beachtet, dass als sensibelster Messwert die Bruchdehnung besondere Bedeutung und Aussagekraft hat.

Zur Prüfung der Schwingfestigkeitsproben wurden Zug-Schwell-Prüfungen durchgeführt. Für die Auswertung wurde eine Log-Normalverteilung herangezogen und ein Wahrscheinlichkeitsnetzdiagramm erstellt, aus dem die ertragbaren Schwingspiele bei bestimmten Überlebenswahrscheinlichkeiten herausgelesen werden konnten.

Ergebnisse

Abb. 8 zeigt eine Zusammenstellung der Ergebnisse entlang des metallurgischen Schmelzeverlaufs für die Legierung LM25. Die Darstellung ist so gewählt, dass eine gute Qualität im oberen Bereich der Abbildung und eine schlechte Qualität im unteren Bereich zu finden ist. Die Werte sind normiert worden, so dass es möglich ist, die Messergebnisse auf zwei Achsen darzustellen: links befinden sich die Reinheitswerte, rechts befinden sich die mechanischen Kennwerte.

Die Qualität der Schmelze in der Transportpfanne bzw. im Gießofen vor dem Impellern war erwartungsgemäß schlecht. Im Gießofen nach dem Impellern zeigte sich eine bessere Qualität. Dies ist darauf zurückzuführen, dass sich bei einem geringeren Gasgehalt eine günstigere Porenverteilung mit geringeren Porendurchmessern einstellt. Besondere Beachtung ist auch dem Sumpf im Gießofen zu schenken. Da es sich bei der Legierung um eine Sekundärlegierung handelt, ist dieser Einfluss ausgeprägt und es kommt zu einer Anreicherung im Gießofen nach dem Umfüllvorgang aus der Transportpfanne.

Dichteindex DI:

Der DI wird mit zunehmend fortschreitendem Verlauf der Schmelzebehandlung geringer. Dies ist im Gießofen vor dem Impellern auf den Ausgleich mit der Atmosphäre und im Gießofen nach dem Impellern auf die Spülbehandlung zurückzuführen.

PoDFA:

Hier ist ein deutlicher Einfluss des Gießofensumpfes nach dem Umfüllvorgang Transportpfanne/Gießofen zu beobachten. Es kommt zu einer Anreicherung des Metalls mit (harten) Einschlüssen.

Bruchdehnung:

Auch hier ist ein deutlicher Einfluss des Sumpfes ersichtlich. Harte Einschlüsse haben einen wesentlichen Einfluss auf die Bruchdehnung

Poren/Fläche:

Die ausgewerteten Poren/Fläche aus dem erweiterten UD-Test zeigen eine deutliche Verbesserung mit fortschreitender

Schmelzebehandlung. Dies ist auf die Reduzierung der vorhandenen Oxide dank Erhöhung der Schmelzeinheit zurückzuführen.

Schwingspielzahl:

Die erreichte Schwingspielzahl bis zum Bruch steigt mit zunehmendem Verlauf der Schmelzebehandlung an. Dies ist auf die Reduzierung der vorhandenen Oxide zurückzuführen. Oxide führen zu Poren, die wiederum einen negativen Einfluss auf die Schwingspielzahl haben.

Es ergibt sich qualitativ ein guter Zusammenhang zwischen den Ergebnissen des erweiterten UD-Tests und der Schwingversuche. Ein weiterer qualitativer Zusammenhang besteht zwischen PoDFA und Zugversuchen.

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen bestätigten die Theorie, dass die Bruchauslöser der Schwingversuche eher Poren waren. Diese sind es auch, die für die Anzahl der Poren des erweiterten UD-Test verantwortlich sind. Die Bruchauslöser der Zugversuche hingegen waren eher harte Einschlüsse, welche die Ergebnisse von PoDFA maßgeblich beeinflussen.

Zusammenfassung

- Der UD-Test gibt Aufschluss über Keimbildner von Gasporen.
- Der Dichteindex der UD-Proben ist proportional zum H₂-Gehalt (wenn dieser hoch ist)
- Harte Einschlüsse können nicht mit dem UD-Test bestimmt werden, hierfür eignet sich allerdings die PoDFA-Messung bestens.
- Bei niedrigem H₂-Gehalt wird die Bruchdehnung von harten Einschlüssen bestimmt. Die Bruchdehnung korreliert mit den PoDFA-Resultaten.
- Bifilme können mit dem UD-Test bestimmt werden.
- Die Schwingspielzahl wird von Poren dominiert und korreliert gut mit Porenzahl und Dichteindexwerten des UD-Tests.
- Eine genaue Bestimmung der Porenbildung erfordert CT-Untersuchungen.

Danksagung

Unser besonderer Dank gilt der Gießerei Nematik Linz GmbH für die Möglichkeit der Durchführung dieser Versuche im Rahmen einer Diplomarbeit, für die finanzielle Unterstützung und für die hervorragende Zusammenarbeit.

Danken möchten wir auch dem Österreichischen Gießereinstitut und dem VRVIs Wien. Schließlich sei der FFG für die finanzielle Förderung von Teilen dieser Arbeit gedankt.

Literatur

- [1] Q.G. Wang, P.N. Crepeau, J.R. Griffiths, C.J. Davidson; P. Crepeau, M. Tiryakioglu (Herausgeber) Shape Casting: The John Campbell Symposium, TMS, Warrendale, Pennsylvania, 2005, S. 205-213.
- [2] K. Haberl: Schmelzereinheit einer Al-Gusslegierung am Beispiel AlSi7MgCu0,5 und LM25, Leoben 2007, S. 95-97.
- [3] G. E. Byczynski, J. Campbell; P. Crepeau, M. Tiryakioglu (Herausgeber) Shape Casting: The John Campbell Symposium, TMS, Warrendale, Pennsylvania, 2005, S. 235-244.
- [4] J. Campbell: Castings, Butterworth-Heinemann, Oxford 2003, S. 12.
- [5] E. Brunnhuber (Herausgeber), Giesserei Lexikon, Schiele & Schön, Ausgabe 1994, S. 864.
- [6] Aluminium-Zentrale (Herausgeber), Aluminium-Taschenbuch, Aluminium-Verlag GmbH, Düsseldorf 1983, S. 377.
- [7] J. Campbell: Castings, Butterworth-Heinemann, Oxford 2003, S. 17.
- [8] J. Campbell: Castings, Butterworth-Heinemann, Oxford 2003, S. 225.
- [9] E.J. Whittenberger, R.N. Rhines, J. Metals, 4(4), 1952, S. 409-420.
- [10] E.J. Whittenberger, R.N. Rhines, Trans. AIME, 194, 1952, S. 409-420.
- [11] E. Brunnhuber (Herausgeber), Giesserei Lexikon, Schiele & Schön, Ausgabe 1994, S. 1262.
- [12] S. Dasgupta, L. Parmenter; D. Apelian, F. Jensen.; 5th International Molten Aluminum Processing Conference, AFS, Des Plaines, 1998 S. 283-300.
- [13] D. Dispinar: Determination of Metal Quality of Aluminium and Its Alloys, Birmingham 2005, S. 15.
- [14] Hydro Aluminium, Präsentation Information zur Schmelzereinheit.

Kontaktadresse:

Lehrstuhl für Giessereikunde, Department für Metallurgie
 Montanuniversität Leoben, 8700 Leoben, Austria
 Franz-Josef-Strasse 18, Tel.: +43 (0)3842 402 3313
 Fax: +43 (0)3842 402 3302, E-Mail: Katharina.Haberl@unileoben.ac.at