



## Masterarbeit

Thema:

## Ermittlung der Einflussgrößen für die Verbindungsbildung bei dem Kupferverbundguss von Kühlelementen

Ersteller: Tobias Hangler

Betreuer: Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Peter Schumacher Dipl.-Ing. Stefan Wallner

Leoben, Juni 2018

## Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

**Tobias Hangler** 

Leoben, Jänner 2017

## Danksagung

Hiermit möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die mich bei der Erstellung dieser Arbeit unterstützt haben. In erster Linie gilt mein Dank meinen Betreuern Herrn Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. Peter Schumacher und DI Stefan Wallner die mich von Anfang an bei der Erstellung der Arbeit unterstützt haben und mir mit Rat zur Seite gestanden sind. Ich möchte Dr. Iris und Dr. Andreas Filzwieser einen besonderen Dank aussprechen, dass sie das Projekt ermöglicht haben. Das gesamte Team der Mettop GmbH war unglaublich hilfsbereit und hat das Fortschreiten des Projekts ermöglicht, hierfür bin sehr dankbar.

Von Seiten der Firma Welding Copper wurde ich nicht nur äußerst freundschaftlich in Spanien für meinen Aufenthalt willkommen geheißen, es ist außerordentlich wie schnell und unproblematisch die gesamte Belegschaft Lösungen für alle Probleme entlang des Weges fand. Mein besonderer Dank gilt hierbei Javier und Pablo Bolado welche die Versuche ermöglichten haben und das Projekt vorantrieben. Es wäre ohne die exzellente Zusammenarbeit des ganzen Unternehmens nicht möglich gewesen das Projekt durchzuführen. Des Weiteren möchte ich noch DI Andreas Cziegler für die Unterstützung bei den metallographischen Untersuchungen und Christoph Hanfstingl für die konstruktiven, fertigungstechnischen Diskussionen danken.

Abschließend möchte ich mich noch bei meiner gesamten Familie bedanken. Sie hat mich nicht nur während der Zeit der Masterarbeit unterstützt sondern auf meinen Weg bis zu diesem Punkt getragen. Meiner Lebensgefährtin Eva Rainer BA BA möchte ich einen großen Dank für die positive Beeinflussung und ihre Hilfe bei dem Verfassen meiner Abschlussarbeit zukommen lassen. Sie war außerdem eine große Hilfe, um die Arbeit in die vorliegende Form zu bringen.



# Kurzfassung

Diese Arbeit befasst sich mit den wesentlichen Einflussgrößen auf die Verbindung zwischen einem Kupferrohr und dem umgebenden Gusskupfer bei der Herstellung von Kupferkühlern im Verbundgussverfahren. Hierfür werden Rohrschlangen in eine Sandform gelegt und anschließend das flüssige Kupfer in die Form rund um das Rohr gegossen. So entsteht ein Gussteil mit einem integrierten Kühlkanal. Die daraus gefertigten Kühlelemente werden hauptsächlich in der metallurgischen Industrie zur intensiven Kühlung von voreilenden Verschleißzonen in Öfen verwendet. Besonderes Augenmerk der Untersuchungen liegt auf der gebildeten Grenzfläche zwischen dem Kupferrohr und der anhaftenden Kupferschmelze während des Gießprozesses, da dieses wesentlich für den Wärmeübergang und die Effizienz des Kühlelements ist. Als neuer Verfahrensschritt wurden auch Versuche mit einer aktiven Kühlung der Rohrschlangen während der Herstellung des Kupfergusses durchgeführt. Durch die Kühlung wird das Aufschmelzen der Rohre verhindert und so wird die Herstellung selbst größter Kühlelemente mit Kupferrohren möglich. Diese verfügen folglich über beste Wiederverwertbarkeit da keine Fremdmetalle enthalten sind. Der Einfluss dieses neuen Verfahrens auf die Bindungsgüte wird mit jenem von ungekühlten Proben verglichen.

## Abstract

The thesis describes the relevant factors influencing a successful joint between a copper pipe and the surrounding cast copper in the fabrication of cooling elements by compound casting. For this process the tubing is placed in a sand mold which is then filled with liquid copper. By this procedure a cast part with an integrated cooling circuit can be created in one step. The created cooling elements are mainly used in the metallurgical industry. They are applied for cooling zones against premature wear in the refractory lining of furnaces. The focus of the research is the interface between the copper casting and the copper tubes as it is responsible for the heat transfer and the overall efficiency of the cooling element. As a new process step active cooling of the tubing during the casting was applied. This enables foundries to cast cooling elements on a large scale using only copper for the entire part and hence improving recyclability. The influence of the cooling on the interface is compared with other results without cooling.

# Inhaltsverzeichnis

Akronyme		- 4 -
1 Einlei	tung	- 5 -
1.1 Ei	nsatzgebiet und Umfeld	- 6 -
1.2 Be	estehende Verfahren und Patente	- 8 -
1.2.1	Bohren von Kupferblöcken	- 8 -
1.2.2	Umgießen von Stahlrohren in Sandgussformen	- 8 -
1.2.3	Eingießen von Monelrohren in Sandgussformen	- 9 -
1.2.4	Eingießen von sandgefüllten Kupferrohren im Sandguss	- 10 -
1.2.5	Gießen mit Hilfe von Sandkernen	- 10 -
1.2.6	Eintauchen von Rohrbündeln in flüssiges Kupfer nach dem Abguss	- 10 -
1.2.7	Eingießen von Kupferrohren, welche während des Abgießens gekühlt werden	- 11 -
1.3 Zi	elsetzung	- 11 -
2 Theor	etische Grundlagen	- 14 -
2.1 Tł	neorie der Fügeverfahren	- 14 -
2.1.1	Reinheit der Kontaktflächen	- 14 -
2.1.2	Flussmittel	- 15 -
2.1.3	Metallische Schichten	- 15 -
2.1.4	Temperatureinfluss	- 16 -
2.1.5	Oxidvermeidung	- 17 -
2.1.6	Oberflächenstrukturen	- 19 -
2.1.7	Einfluss von Strömung und Turbulenzen	- 20 -
2.1.8	Einfluss der radialen Position	- 21 -
2.1.9	Einfluss Gießpositionen	- 21 -
2.1.10	Sauerstoffgehalt der Schmelze	- 22 -
2.2 Al	tive Kühlung im Verbundguss – Chancen und Herausforderungen	- 22 -
2.2.1	Funktion und Aufbau der ILTEC-Anlage	- 23 -
2.2.1	.1 Erstarrungsverhalten	- 24 -
2.2.2	Einflussgrößen der aktiven Kühlung	- 25 -
2.2.2	.1 Festigkeit des Kupfers	- 25 -
2.2.2	.2 Leitfähigkeit des Kupferrohrs	- 27 -
2.2.2	.3 Rohrwandstärke	- 29 -
2.2.2	.4 Druck im Inneren des Rohrs	- 30 -
2.2.2	.5 Innendurchmesser und Rohrlänge	- 30 -
2.2.2	.6 Förderrate	- 31 -
2.2.2	.7 Temperatur der Flüssigkeit	- 31 -

3 Exper	imentelle Methoden	- 33 -
3.1 Vo	orversuche zur Kühlung mit Ionischen Flüssigkeiten	- 33 -
3.1.1	Wechselwirkungen des hydraulischen Systems	- 33 -
3.1.2	Ermittlung des höchstmöglichen Durchflusses	- 35 -
3.2 Ve	ersuche zur Evaluierung der Einflussfaktoren für die Bindungsqualität	- 36 -
3.2.1	Verwendete Materialien und Probenvorbereitungen	- 36 -
3.2.1	.1 Rohre -	- 37 -
3.2.1	.2 Kupfer -	- 38 -
3.2.1	.3 Flussmittel -	- 38 -
3.2.1	.4 Schlichten -	- 40 -
3.2.1	.5 Schutzgas -	- 41 -
3.2.1	.6 Formstoffe -	- 42 -
3.2.1	.7 Speiser -	- 43 -
3.2.2	Versuchsserie 1: Anguss mit Filter	- 43 -
3.2.3	Versuchsserie 2: Versuche in Luftatmosphäre	- 44 -
3.2.4	Versuchsserie 3: Versuche mit Schutzgas und reduzierendem Formsand	- 46 -
3.2.5	Versuchsserie 4: Vergleich eines Rohrs mit Finnen und eines	
	vorgewärmten Rohrs mit den Normalbedingungen	- 48 -
3.2.6	Versuchsserie 5: Versuche mit aktiver Kühlung und Schutzgasatmosphäre	- 50 -
3.2.7	Versuchsserie 6: Vergleich aktiv gekühlter Proben mit und ohne Nickelbeschichtung	- 51 -
3.3 Th	nermographie -	- 52 -
3.3.1	Aufbau der Versuche	- 52 -
3.4 Fa	arbeindringprüfung und numerische Auswertung der Bilder	- 53 -
3.5 Li	chtmikroskopie -	- 55 -
4 Resul	tate	- 57 -
4.1 Si	mulation -	- 57 -
4.1.1	Simulation der Probengeometrie für Versuche zur Evaluierung der	57
111	Author der Simulation	57
4.1.1		- J7 -
4.1.1	3 Erstarrung	- 00 - 60
4.1.1 12 Ei	and and a second se	- 00 - 60
4.2 LI	Temperaturmessungen während den Abgüssen	61
4.2.1	Earbeindringsrüfung und numerische Bildanalvee	65
4.2.2		- 00 - 68
4.2.3 100	1 Verdleich radialer Positionen am Pohr	- 60 -
4.2.J	2 Finfluss von ovidierten Oberflächen	- 00 -
4.2.3		- 70 -
4.2.3		- 70 -

4.2.3.4 Einfluss der Position auf die Wirkung des Flussmittels	- 72 -	
4.2.3.5 Einfluss des Temperatuverlaufs auf die Verbindungsbildung	- 73 -	
4.2.3.6 Strukuriertes Rohr	- 74 -	
4.2.3.7 Einfluss der aktiven Kühlung	- 75 -	
4.3 Zerstörungsfreie Qualitätskontrolle mittels Thermographie	- 76 -	
4.3.1 Ergebnisse	- 76 -	
4.3.2 Ausblick und Verbesserungen	- 78 -	
5 Zusammenfassung der Ergebnisse -		
6 Ausblick		
Abbildungsverzeichnis		
Quellenverzeichnis		
7 Anhang - 9		
7.1 Matlab Code für die Quantifizierung der Ergebnisse der Farbeindringprüfe	ung - 90 -	
7.2 ILTEC – Anlage: Piping and Instrumentation Diagram (PID)	- 92 -	
7.3 Datenblatt der ionischen Kühlflüssigkeit IL-B2001	- 93 -	

## Akronyme

Abb.	Abbildung
IL	Ionic Liquid / Ionische Flüssigkeit
ÖGI	Österreichisches Gießereiinstitut
Cu	Kupfer
min.	Minute(n)
sec.	Sekunde(n)
Q	Wärmestrom [W]
С	Spezifische Wärmekapazität [J/(kg·K)]
ṁ	Massenstrom [kg/s]
ΔΤ	Temperaturdifferenz [K]
$T_{Guss}$	Abgusstemperatur [K]
Ts	Solidustemperatur [K]
D	Diffusionskoeffizient [m <sup>2</sup> /s]
D <sub>0</sub>	Maximaler Diffusionskoeffizient bei unendlicher Temperatur [m²/s]
E <sub>A</sub>	Aktivierungsenergie für Diffusion [J/mol]
Т	Absolute Temperatur [K]
R	Universelle Gaskonstante [J/(mol*K)]
Δр	Druckverlust durch Rohrreibung [Pa]
λ	Rohrreibungszahl [-]
$\lambda_{Cu}(T)$	Wärmeleitfähigkeit von Kupfer als Funktion von der Temperatur [W/(m K)]
σ	Elektrische Leitfähigkeit [1/(Ωm)]
L	Lorenz-Zahl [W Ω K <sup>-2</sup> ]
I	Rohrlänge [m]
ρ	Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]
V	Strömungsgeschwindigkeit [m/s]
di	Rohrinnendurchmesser [m]
da	Rohraußendurchmesser [m]
D	Mittlerer Durchmesser [m]
S <sub>min</sub>	Minimale Wanddicke [m]
р	Innendruck [N/m <sup>2</sup> ]
σ	Zulässige Spannung [N/m²]
S 1	Zuschlag für Toleranzfehler [m]
<b>S</b> <sub>2</sub>	Zuschlag für Korrosion bzw. Erosion [m]

## 1 Einleitung

In der Metallurgie wurden in den letzten Jahrzehnten vermehrt große Kühlelemente eingesetzt, um die Lebensdauer von wichtigen Ofenanlagen durch intensive Kühlung in Verbindung mit der Feuerfestzustellung zu erhöhen [1]. Diese weisen oft komplexe Geometrien auf und verfügen über innenliegende Kühlkanäle durch die eine Kühlflüssigkeit strömt. Um diesen geometrischen Herausforderungen gerecht zu werden und gleichzeitig akzeptable Herstellkosten zu gewährleisten, werden diese Elemente meist mittels Verbundguss hergestellt. Dies ist ein Verfahren bei dem ein Festkörper definierter Abmessungen mit einem flüssigen Metall eingegossen wird. Bei der Kühlerherstellung werden vorgeformte Rohrbögen mit einer Schmelze umgossen. Die durch die Rohre abgebildeten Kanäle dienen im fertigen Produkt als Kühlschlangen durch welche das Kühlmedium strömt. Durch die Kombination des Sandgussverfahrens mit dem Eingießen von vorgeformten Kühlschlangen, wird es möglich komplexe Geometrien herzustellen. Ein einen Deckenkühler eines metallurgischen Aggregats, Beispiel für der durch Kupferverbundguss hergestellt wurde, ist in Abbildung 1.1 dargestellt.



Abbildung 1.1: Kupferkühlelement mit eingegossenen Rohrschlangen und kombinierter Feuerfestzustellung.

Da die Anwender höchste Wärmeleitfähigkeit und Standzeit der Kühlelemente fordern, wird als Gussmetall oft Reinkupfer verwendet. Um eine möglichst gute Wärmeleitung zu erreichen, wäre es von Vorteil, dass auch das Rohr aus reinem Kupfer besteht. Daraus ergibt sich aber die Schwierigkeit, dass das einzugießende Objekt den gleichen Schmelzpunkt hat wie das flüssige Metall mit dem es einen Verbund eingehen soll. Daher kann es leicht zum örtlichen Durchschmelzen des Substrats (Rohr) kommen, wenn dieses nicht von Innen gekühlt wird. Damit wird das Gussstück zum Ausschuss, da die Kühlkanäle beschädigt werden und die Kühlwirkung reduziert wird. Die Einflussfaktoren der Herstellungsparameter auf die Wärmeleitung derartiger Kupferkühler mit Kupferrohren im Inneren werden im Zuge dieser Arbeit ermittelt.

### 1.1 Einsatzgebiet und Umfeld

Metallurgische Betriebe gewinnen, erzeugen oder verarbeiten Metalle. Zum Schmelzen und Verhütten sind sehr hohe Temperaturen notwendig. Die benötigten Öfen und Aggregate sind durch flüssige Schlacken, Speisen und Metallschmelzen stark beansprucht, weshalb der Stahlbau zum Schutz mit feuerfesten Steinen und Massen ausgekleidet werden muss. Um in besonders beanspruchten Zonen voreilenden Verschleiß zu verhindern, werden diese zunehmend intensiv gekühlt. Die Aggregate müssen in regelmäßigen und zum Teil kurzen Zeitabständen partiell repariert oder neuzugestellt werden. Ziel eines jeden Betriebes ist es, die Intervalle zwischen den notwendigen Wartungsarbeiten zu verlängern und so die Gesamtproduktivität zu steigern. Dafür werden immer mehr Bereiche in den Zonen stärkster Beanspruchung mit intensiven Kühlungen ausgestattet. Durch die Kühlung des Kupfers hinter dem Feuerfestmaterial wird der Temperaturgradient zwischen der Schmelze im Ofeninnenraum über die Feuerfestzustellung bis hin zum Stahlmantel steiler. Dadurch wird das Anfrieren einer Schlackenschicht ermöglicht oder die Reduktion der Eindringtiefe in die Poren des Feuerfestmaterials erreicht wird. Dadurch kann ein gleichmäßigerer Verschleiß der Gesamtzustellung erreicht werden, wodurch eine Standzeitverlängerung des gesamten Ofens erzielt wird. Diese Kühlungen werden mittels Kühlelementen aus Stahl oder Kupfer und der Verwendung unterschiedlicher Kühlmedien umgesetzt. Aktuell bestehen die meisten Kupferkühler aus gegossenem Reinkupfer mit eingegossenen Kühlschleifen (Abbildung 1.2) aus Edelstahl, Monel oder Kupfer.



Abbildung 1.2: Typischer Aufbau eines Kupferkühlers: links die Rohrschleifen vor dem Abgießen; rechts der fertige Kühler (Quelle: Mettop GmbH).

Wenn die heißseitige Kühlfläche eines Kupferkühlers verschlissen ist, muss dieser komplett ausgetauscht werden. Der Kupferkühler muss bis dato in den ersten Prozessschritten der Kupferherstellung rezykliert werden. Die mechanische Trennung der Rohre vom Kupfergussteil ist meist nicht mit vertretbarem Aufwand durchführbar, weshalb die Reststücke der Elemente meistens im Primäraggregat (Badschmelzofen in Abbildung 1.3) oder Konverter einer Kupferhütte eingeschmolzen werden. Grund hierfür ist das die verunreinigenden Elemente aus den Rohrlegierungen oder Beschichtungen nur in diesen Aggregaten abgetrennt werden können. Die Abbildung 1.3 zeigt die Herstellungsroute von Kupfer.



Abbildung 1.3: Darstellung des gesamten Kupferherstellungsprozesses vom Rohstoff hin bis zur fertigen Katode [2].

Würde ein Kühlelement zur Gänze nur aus reinem Kupfer bestehen, so wäre ein Recyceln viel einfacher möglich. Ein solches könnte in einem Schmelzofen einer Kupfergießerei einfach wieder aufgeschmolzen und zu einem neuen Kühler abgegossen werden. Das Produkt würde am Ende der Lebenszeit einen höheren Restwert besitzen als bisher. Dies bringt dem Kunden im Vergleich zu aktuell verfügbaren Kühlern eine Kostenersparnis über den gesamten Lebenszyklus des Produkts.

Die Verwendung von Monel oder Stahlrohren beeinträchtigt jedoch nicht nur die Aufbereitung von alten Kühlelemente. Durch die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Rohrmetalle und dem Kupferguss entstehen im Betrieb Spannungen, welche oftmals zur Spaltbildung führen. Wenn sich das Rohr vom restlichen Kupferblock ablöst und sich ein feiner Luftspalt bildet, wird die Wärme nur noch unzureichend abgeführt und das Element verschleißt rascher durch die stärkere lokale thermische Belastung. Dies ist besonders in Öfen ein Problem, welche zyklischen Temperaturschwankungen unterliegen, wie beispielsweise dem Elektrolichtbogenofen. Wenn nur Kupfer als Werkstoff verwendet wird,

besitzen Rohr und Matrix dieselben Ausdehnungscharakteristika und es entstehen keine resultierenden Spannungen [3].

### 1.2 Bestehende Verfahren und Patente

In diesem Kapitel wird der aktuelle Stand der Technik auf dem Gebiet der Kühlerherstellung sowie deren Verwendungsgebieten, Vor- und Nachteilen beschrieben. Bei der Verwendung von Kupferrohren wird oft auf eine elektrolytische Beschichtung zurückgegriffen, um die Bindung zu verbessern. Dieser Prozess ist nicht nur sehr kostenintensiv, sondern verbraucht neben den Ressourcen Nickel und Silber auch beträchtliche Mengen an Energie und verschlechtert die Rezyklierbarkeit. Da keine der nachstehenden Technologien alle Zielsetzungen vollständig erfüllt, ist die Entwicklung eines neuen Prozesses von Interesse.

#### 1.2.1 Bohren von Kupferblöcken

Dies ist ein einfaches und kostengünstiges Verfahren, welches schon lange Verwendung findet und für einfache Geometrien gut geeignet ist [4]. Die Probleme hierbei sind jedoch, dass komplexere, runde oder gewölbte Geometrien der Kühlkanäle nicht realisierbar sind und dass die offenen Enden der Bohrkanäle wieder verschlossen werden müssen. Diese zugeschweißten Fügestellen sind Schwachstellen, da sie immer wieder zu Leckagen im Betrieb führen. Eine derartige Fehlfunktion stellt im Falle einer Wasserkühlung ein großes Sicherheitsrisiko dar. Es kann zu einer Dampfexplosion kommen, wenn das Kühlwasser direkt mit einer Metallschmelze in Kontakt kommt. In weiterer Folge kann das austretende Wasser aus kleinen Leckagen die Lebensdauer der umgebenden Feuerfestmaterialien durch Feuchtigkeitsaufnahme stark beeinträchtigen [5].



Abbildung 1.4: Beispiel eines gebohrten Kupferkühlers der Firma Nakkilan Metals [6].

#### 1.2.2 Umgießen von Stahlrohren in Sandgussformen

Anstatt die Kühlkanäle durch Bohrungen zu fertigen, werden bei diesem Verfahren Stahlrohre verwendet, um die Kühlkanäle abzubilden. Sie werden zu Rohrbündeln

verarbeitet, welche in der Sandform positioniert werden. Diese Rohre (niedrig sowie hochlegierte) sind relativ einfach in der Handhabung und günstig in der Verarbeitung. Sie können problemlos eingegossen werden, da ihr Schmelzpunkt deutlich über dem von Kupfer liegt. Problematisch sind jedoch das Fehlen der metallischen Bindung zwischen dem eingegossenen Rohr und der Kupfermatrix, sowie die deutlich unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten. Diese führen zu einer geringen Grenzschicht-Festigkeit und einem schlechten Wärmeübergang. Es kommt hier zur Ablösung des Rohrs von der Kupfermatrix. Die so entstehenden Spalten haben auch bei nur geringsten Breiten eine große negative Auswirkung auf den Wärmeübergang. Die Gesamteffizienz der Kühlblöcke wird zusätzlich durch die geringe Wärmeleitfähigkeit von Stahl verschlechtert [7].

#### 1.2.3 Eingießen von Monelrohren in Sandgussformen

Monel-Legierungen sind Cu-Ni Legierungen mit einem höheren Schmelzpunkt als Reinkupfer. Sie können daher, ähnlich wie Stahlrohre, einfach ohne Kühlung oder Stützen eingegossen werden und zeigen vor allem in Kombination mit Beschichtungen eine deutlich bessere metallische Bindung zu dem umgebenden Kupfer als Stahl. Monelrohre sind jedoch aufgrund des hohen Nickelanteils sehr teuer und können wegen ihrer hohen Festigkeit kaum gebogen werden. Stattdessen muss auf vorgefertigte Rohrbögen zurückgegriffen werden, die dann verschweißt werden. Neben den erhöhten Fertigungskosten aufgrund des zusätzlichen Fertigungsaufwandes, der dafür benötigt wird, ist jede Schweißnaht auch eine potentielle Fehlstelle. Das häufig verwendete Material Monel 400 weist einen ähnlich niedrigen Wärmeleitungskoeffizienten wie Edelstahl (1.4301: 15 [W/(m\*K)], Monel: ~22 [W/(m\*K)], Kupfer: 380 [W/(m\*K)]) auf, wodurch sich auch hier, trotz einer deutlich besseren Bindung zum Kupfer, eine reduzierte Effizienz der Kühler einstellt [1].



Abbildung 1.5: Füllsimulation eines Kupferkühlers: die Kühlschlangen sind zu diesem Zeitpunkt bereits bis zur halben Höhe vom Gussmetall umschlossen (Quelle: Click2Cast Simulation des Herstellers solidThinking).

#### 1.2.4 Eingießen von sandgefüllten Kupferrohren im Sandguss

Bei diesem Verfahren besteht auch das Rohr aus Kupfer, damit die Wärme besser abgeleitet werden kann und kein Engpass beim Wärmeabtransport entsteht. Dies bedeutet jedoch, dass der Werkstoff des Rohrs den gleichen Schmelzpunkt besitzt wie jener der Schmelze. Das führt dazu, dass das Rohr erweicht oder sogar aufschmilzt und damit die Kühlkanäle nicht formgetreu abgebildet werden können. Oftmals werden daher die Rohre zuvor dicht mit Sand gepackt, wodurch sie während des Gusses formstabiler sind. Daraus ergibt sich jedoch das Problem, dass Sandrückstände im Rohr verbleiben, welche während der Verwendung ausgeschwemmt werden und in den Kühlkreislauf gelangen. Dort Verursachen sie Schwierigkeiten mit Pumpen und Filtern. Außerdem ist dieses Verfahren in der maximalen Größe der Kupferkühler stark eingeschränkt. Bei großen Gussstücken schmilzt das Rohr auf oder bekommt Risse. Derartige Fehlgüsse bestehen dann die gängigen Prüfmethoden der Qualitätskontrolle nicht und können daher nicht verwendet und meist auch nicht repariert werden. Derartiger Ausschuss stellt einen entsprechenden finanziellen Schaden für die Gießerei dar. Die gängigsten Qualitätsüberprüfungen sind eine Druckprüfung bei 8-10 bar mit Wasser, bei der die Dichtheit des Systems überprüft wird und der Ball-Test, bei dem ein kugelförmiger Prüfkörper definierten Durchmessers durch die Rohrleitungen geblasen wird, um sicherzustellen, dass der Innenrohrdurchmesser durchgängig ausreichend groß ist [1].

#### 1.2.5 Gießen mit Hilfe von Sandkernen

Ähnlich wie im Automobilbau ganze Motorblöcke mit Hilfe von Sandguss und Sandkernen hergestellt werden, können diese Kerne auch verwendet werden, um Kühlkanäle in Kühlelementen herzustellen. Hierbei limitiert die relativ geringe Festigkeit der Formstoffe jedoch die möglichen Geometrien und die Sandkerne müssen oftmals unterstützt werden. Sie würden sonst durch ihr Eigengewicht oder auch durch den Auftrieb in der Schmelze abbrechen. Die eingeschränkte Formfreiheit, der Aufwand für das Entfernen des Sandes aus dem Inneren des fertigen Gussstücks sowie die verbleibenden Sandreste in den Kühlkanälen stellen hier die größten Probleme dar. Stützstrukturen führen zu Löchern, welche durch Schweißen oder andere Verfahren geschlossen werden müssen und daher auch wieder ein erhöhtes Leckage-Risiko darstellen. Dieses Herstellungsverfahren wird daher in der Industrie kaum angewandt.

#### 1.2.6 Eintauchen von Rohrbündeln in flüssiges Kupfer nach dem Abguss

Es existieren ebenfalls Ansätze, dass das Rohrbündel erst nach dem Abgießen in die Schmelze getaucht wird. Dadurch soll das Aufschmelzen der Rohre vermieden werden. Hierbei sind die möglichen Geometrien jedoch stark eingeschränkt und die Positioniergenauigkeit ist geringer [8].Die Verwendung von Speisern und geschlossenen Sandformen ist nicht möglich, weshalb auch dieses Herstellungsverfahren nicht angewandt wird.

#### 1.2.7 Eingießen von Kupferrohren, welche während des Abgießens gekühlt werden

In Zuge dieses Ansatzes wurde versucht die Rohrbündel mit Hilfe einer handelsüblichen ionischen Flüssigkeit (niedrigschmelzende, organische Salzschmelzen) zu kühlen. Durch die Kühlung mit der im Patent beschriebenen chlorhaltigen Flüssigkeit, traten große Probleme aufgrund der stark korrosiven Wirkung dieser Flüssigkeit auf [5]. Hierbei wurden zwar kostspielige Vorkehrungen getroffen, um das Kupferrohr innen gegen die Korrosion zu schützen, jedoch wurde auch das gesamte Pumpen- und Rohrleitungssystem inklusive Wärmetauschern und Ventilen von dem starken korrosiven Angriff beschädigt [9]. Die technische Durchführbarkeit dieses Verfahrens war deshalb bisher nicht gegeben [8].

#### 1.3 Zielsetzung

Ziel dieser Arbeit ist es, die wesentlichsten Einflussfaktoren für einen optimalen Wärmeübergang bei der Herstellung von Kupferkühlern darzustellen. Diese Informationen sollen zur Entwicklung eines sicheren Herstellverfahrens mit dem bestmöglichen Wärmeübergang und bester Wiederverwertbarkeit der Kupferkühlelemente verwendet werden.

Um einen optimalen Wirkungsgrad der Kühlung zu erzielen, ist die Verwendung von Kupferrohren generell als Optimum zu sehen, da Kupfer die Wärme am besten von allen Technologiemetallen leitet. Welche Faktoren für den optimalen Verbund zwischen dem Rohr und der Gussmatrix notwendig sind, wird in den nachfolgenden Kapiteln diskutiert. Für Gussteile mit einem geringen Gussgewicht (abhängig von der Geometrie bis zirka 800 kg) können die Rohre vor dem Abguss mit Sand gefüllt werden, um deren Stabilität zu erhöhen und ein Kollabieren der Rohrwandungen zu verhindern.



Abbildung 1.6:Beispiel eines speziellen Kühlerdesigns für die Schlackentüre eines Elektrolichtbogenofens (Quelle: Mettop GmbH).

Bei größeren Gussteilen, hohen Rohrlängen, dünneren Rohrwandstärken und hohen Gießmodulen wird eine aktive Innenkühlung notwendig, da die Kupferrohre sonst durch die hohe thermische Belastung während dem Abguss durchschmelzen. Wasser kann nicht als Kühlmittel verwendet werden, da ein akutes Explosionsrisiko besteht, wenn es in Kontakt mit Metallschmelzen kommt [5, 10]. Durch die spontane Vervielfachung des Volumens von dem flüssigen Wasser zu Wasserdampf entstehen enorme, explosionsartige Kräfte. Aus diesen Sicherheitsüberlegungen bieten sich als alternative Kühlmedien für derartigen Anwendungen Ionische Flüssigkeiten an. Diese können in einem größeren Temperaturfenster verwendet werden. Durch den äußerst niedrigen Dampfdruck stellen sie im Schadensfall bei hohen Temperaturen kein Sicherheitsrisiko dar, da sie sich lediglich zersetzen und es zu keiner explosionsartigen Verpuffung kommt. Viele der marktüblichen ionischen Flüssigkeiten sind jedoch stark korrosiv, weshalb für die Versuche mit aktiver Kühlung in dieser Arbeit die nicht korrosive ionische Flüssigkeit IL-B2001 der Firma PROIONIC verwendet wurde, deren Einsatz für metallurgische Prozesse durch die Firma METTOP patentiert ist [11]. Die Abfuhr großer Mengen an Energie durch die Kühlung stellt einen wesentlichen Einflussfaktor für die Grenzschicht dar und wird deshalb ebenfalls beleuchtet. Das optimale Herstellverfahren in Abhängigkeit des Gussgewichts kann so besser festgelegt werden.



Abbildung 1.7: Wasserfreie Kühllösung - Ionische Flüssigkeit IL-B2001 (Quelle: Mettop GmbH).

Es ist nicht Ziel dieser Arbeit ein Verfahren zu beurteilen für welches die Verwendung eines Fremdmetalls an der Grenzschicht auch nur in kleinsten Mengen benötigt wird. Dies würde die Wiederverwertbarkeit beeinträchtigen und ist daher unerwünscht. Eine Beschichtung des Rohrs mit Metallen oder auch die Verwendung einer anderen Rohrlegierung als Reinkupfer sind daher nicht Gegenstand der Untersuchungen. Ein essentielles Kriterium für die Verwendung Rohren Versuche stellt hingegen die von zur Abbildung der Kühlkreislaufgeometrie dar. Folglich haben alle Versuche gemein, dass sich zwischen einem Kupferrohr und einer Reinkupfermasse eine Grenzschicht bildet, welche für den Wärmeübergang verantwortlich ist.

In den nächsten Kapiteln werden zuerst die theoretischen Hintergründe erläutert und die Experimentellen Methoden vorgestellt und anschließend werden die Resultate vorgestellt, zusammengefasst und ein Ausblick auf das weitere Vorgehen gegeben.

## 2 Theoretische Grundlagen

Ziel dieses Kapitels ist es die wichtigsten theoretischen Hintergründe zusammen zu fassen. Im ersten Teil wird auf die Grundlagen für einen erfolgreichen Verbundguss eingegangen und im zweiten auf die Rolle der aktiven Kühlung in diesem Verfahren.

## 2.1 Theorie der Fügeverfahren

Alle gängigen metallischen Fügeverfahren haben eines gemein: Zwei möglichst oxidfreie, saubere Oberflächen werden durch Einwirkung thermischer Energie verbunden. Bei einigen spielt die Benetzbarkeit des Substrats durch eine Metallschmelze eine größere Rolle (Hartund Weichlöten), bei anderen wiederum stellen Festkörperdiffusion oder Krafteinwirkung den wichtigsten Faktor dar (Mokume-Gane, Sprengplattieren) [12, 13]. Auch im Verbundguss sind eine metallisch blanke Oberfläche und ein ausreichender thermischer Energieeintrag für eine ausreichende Bindung notwendig [5]. Im folgenden Kapitel werden die Hintergründe der wichtigsten Einflussparameter beschrieben.

### 2.1.1 Reinheit der Kontaktflächen

Um eine chemische Bindung zwischen zwei metallischen Oberflächen zu erzeugen, ist die Herstellung eines direkten Kontakts der beiden Oberflächen wesentlich. Bereits ein sehr dünner Ölfilm, Staub oder andere Schmutzpartikel am Rohr können den Kontakt verhindern, da die Benetzung des Substrats beeinträchtigt wird. Wenn unreine Oberflächen (Vergleich: Abbildung 2.1) vorliegen, muss zu Verfahren gegriffen werden, welche dabei helfen die Schmutzschichten aufzubrechen (Ultraschalllöten), um eine Bindung zu erzeugen. Eine weitere Möglichkeit Oxide und Unreinheiten zu bereinigen, ist die Verwendung von Flussmitteln und wird im nächsten Punkt beschrieben [12, 13].



Abbildung 2.1: links: metallisch blankes Rohr, rechts: oxidiertes Rohr.

### 2.1.2 Flussmittel

In Löt- und Schweißverfahren finden unterschiedlichste chemische Substanzen Einsatz als Flussmittel. Ihre Hauptrolle ist es, die Oberfläche vor der Entstehung von Oxiden zu schützen und bestehende Oxide zu lösen. Sie werden vor allem dort eingesetzt, wo ein Fügen unter Vakuum oder Schutzgas nicht möglich ist oder anfangs keine ausreichende Reinheit der Oberflächen gegeben ist. Sie besitzen die Eigenschaft, den Benetzungswinkel zwischen dem festen Substrat und der Schmelze zu verringern und somit das Entstehen einer Bindung zu begünstigen [13].



Abbildung 2.2: Einfluss des Flussmittels auf die Hochtemperaturoxidation von Kupfer - oben: benetzt mit Flussmittel; unten: oxidierte Oberfläche ohne Flussmittel.

### 2.1.3 Metallische Schichten

Es sollen im Zuge dieser Arbeit keine metallischen Überzüge eingesetzt werden, dennoch soll deren Wirkprinzip der Vollständigkeit halber hier kurz erklärt werden. Die Beschichtung der zu fügenden Flächen mit unterschiedlichen Metallen kann auf zwei unterschiedliche Arten helfen eine gute Bindung herzustellen. Einerseits kann eine Beschichtung mit edlen Metallen wie Silber helfen die Bildung von Oxiden zu vermeiden und eine blanke Oberfläche zu gewährleisten [5]. Dies ist beispielsweiße im Falle einer elektrolytischen Nickelschicht der Fall. Andererseits können Beschichtungen auch dazu dienen, lokal eine eutektische Phase zu bilden, die leichter aufschmilzt als das Grundmetall [9]. Voraussetzung für eine wirksame Zwischenschicht ist eine gute Löslichkeit mit dem Substrat und dem Gussmetall. Da dieser dünne Film den Festkörper bereits vor Durchführung des Fügeverfahrens benetzt, muss währenddessen lediglich die Verbindung der niedrigschmelzenden Phase mit der Schmelze stattfinden, welche auch bei geringerem Energieeintrag möglich ist. Hierfür bieten sich im Falle von Kupferverbundguss Silber, Messing, Bronzen sowie Hartlotlegierungen an, die eine gute Löslichkeit für Kupfer aufweisen und einen geringeren Schmelzpunkt haben [13].

### 2.1.4 Temperatureinfluss

Für die Bildung von metallischen Schweiß- oder Lotverbindungen ist in jedem Fall eine gewisse Mindestenergieeinwirkung notwendig. Bei den meisten konventionellen Verfahren, mit Ausnahmen wie dem Sprengplattieren oder Verbundwalzen, erfolgt dieser Energieeintrag durch Hitzeeinwirkung [12]. Der Gesamtenergieeintrag, der für die Bindungsbildung durch Aufschmelzen oder Diffusionsvorgänge vorhanden ist, wird über die Höhe der Temperatur sowie die Einwirkungsdauer bestimmt. So werden beispielsweise beim Punktschweißen kurze Energiepulse verwendet, um das Material lokal aufzuschmelzen und zu verbinden. Im Gegensatz dazu werden bei der Mokume-Gane Herstellung mehrere Edelmetalle zu einem Schichtverbund verarbeitet, indem sie lange Zeit unter Druck bei Temperaturen unter den Schmelzpunkten der Metalle gehalten werden [14]. Das Ergebnis ist in beiden Fällen eine metallische Bindung zwischen den Komponenten. Im ersten Fall erzeugt durch Aufschmelzen der Metalle und im zweiten durch Festkörperdiffusionsvorgänge [13].

Für einen Verbundguss, welcher auf die Erzielung einer guten metallischen Verbindung abzielt, ist der Zeit und Temperaturverlauf an der Oberfläche entscheidend. Generell ist hierfür eine höhere Temperatur und mehr Zeit förderlich, wobei die Temperatur ausschlaggebend ist, da die Intradiffusionsvorgänge im Festkörper mit der Arrhenius Gleichung beschrieben werden können [15].

Formel 2.1:

$$D = D_0 \exp\left\{-\frac{E_A}{RT}\right\}$$

Die Diffusivität D, ist ein Maß für die Beweglichkeit von Teilchen, beschrieben durch die folgende Formel [15]:

Formel 2.2:

$$D = \frac{\langle x^2 \rangle}{2 t}$$

Die Abgusstemperatur ist jedoch nach oben hin begrenzt, da bei höheren Temperaturen vermehrt Wasserstoff und Sauerstoff im flüssigen Metall aufgenommen werden. Diese sind aufgrund der Gasblasenbildung während der Erstarrung unerwünscht [16]. Der aufgenommene Sauerstoff wirkt sich des Weiteren negativ auf eine Bindungsbildung aus wie in Abschnitt 2.1.5 beschrieben ist. Die Zeit bei der die Oberfläche des Rohrs Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt von Kupfer hat, ist bei ungekühlten Prozessen um ein Vielfaches länger als bei gekühlten Prozessen. Wenn eine Kühlung der Rohre notwendig ist, steht folglich deutlich weniger Energie an der Grenzschicht zu Verfügung, was eine

Bindungsbildung erschweren wird. Daher wird eine gute Abstimmung der Kühlparameter und der verwendeten Rohre entscheidenden Einfluss auf die resultierende Wärmeleitung haben [5].

Ein Vorheizen des Festkörpers verhindert ein vorzeitiges Anfrieren der Schmelze und stellt einen als positiv zu erachtenden Energiebeitrag dar. Die Höhe der Vorheiztemperatur ist theoretisch nur durch die zunehmende Oxidbildung bei erhöhten Temperaturen und dem Aufschmelzen des Rohrs beim Eingießen begrenzt. Der Oxidbildung könnte mit Hilfe von Schutzgasen entgegengewirkt werden. In der Praxis sind hohe Vorheiztemperaturen jedoch technologisch schwer zu realisieren, da auch ionische Flüssigkeiten in ihrer Anwendungstemperatur nach oben hin beschränkt sind [13].

### 2.1.5 Oxidvermeidung

Sowohl der Sauerstoff aus der Umgebungsluft als auch der in der Schmelze gelöste bilden bei den hohen Temperaturen während dem Abguss Kupferoxide und Kupferoxidyl [17]. Ein derartiges Oxid an der zu fügenden Oberfläche behindert die Bindung enorm. Es kommt zu unzureichender Benetzung des Substrats und auch zu keinem direkten metallischen Kontakt [12]. Als Folge dessen ist der Wärmeübergang deutlich schlechter und die mechanischen Eigenschaften der Fügeverbindung bilden sich unzureichend aus [16].

Um eine sauerstoffarme Atmosphäre zu erzielen, kann die Umgebungsluft entweder mit einem Schutzgas verdrängt werden oder es kann eine Abbindung des O<sub>2</sub> über eine Verbrennung mit Kohlen- und Wasserstoff erfolgen [17]. Die für die Oxidprävention notwendige Gaszusammensetzung kann in Abhängigkeit der Temperatur aus Abbildung 2.3 abgelesen werden. Als mögliche Quellen für Reaktionspartner bieten sich Formstoffbinder und Schlichten an, da diese im Kontakt mit der Schmelze reduzierende Ausgasungsprodukte erzeugen können. Durch gezielten Einsatz geeigneter Materialien für den Formenbau lässt sich die Atmosphäre in der Gussform beeinflussen [18]. Es ist hierbei wichtig zu verhindern, dass sich bei der Verwendung von Kohlenstoff als Reaktionspartner Glanzkohlenstoffe bilden. Diese würden sich auf dem Rohr niederschlagen und eine Verbindung ebenfalls verhindern.

Eine Kombination aus Schutzgas und Reduktionmittel bieten sogenannte Formiergase. Sie enthalten variierende Prozentsätze an Wasserstoff in einem inerten Trägergas (N<sub>2</sub> oder Ar). Geringe Beimengungen von H<sub>2</sub> ergeben ein noch nicht brennbares Gasgemisch welches ohne Sicherheitsrisiko eingesetzt werden kann. Wenn das Mischungsverhältnis 12% Wasserstoff übersteigt, wird das Gas entflammbar [19]. Um Kupfer bei Gießtemperatur vor



Oxidation zu schützen, sind jedoch nur wenige Promille an freiem Wasserstoff notwendig und die Verwendung von handelsüblichen 5%  $H_2$  im Schutzgas ist daher ausreichend [17].

Abbildung 2.3: Ellingham Diagramm mit hervorgehobener Gleichgewichtslinie für Kupfer [17]

#### 2.1.6 Oberflächenstrukturen

Im speziellen Fall des Verbundgusses mit zwei gleichen Metallen als Substrat und Gussmetall, spielt die Oberflächenbeschaffenheit eine wichtige Rolle. Dies gilt besonders, wenn eine aktive Kühlung eingesetzt wird, um den Festkörper vor dem vollständigen Aufschmelzen zu schützen. Im Fall einer glatten Oberfläche kommt es zu einer gleichmäßigen Energieeinwirkung und Verbindung, sofern oberflächlich genügend Energie und Zeit zur Verbindungsbildung zur Verfügung steht. Bei rauen Oberflächen kommt es nicht nur zu einem intensiveren Energieeintrag, da mehr Oberfläche zur Verfügung steht, sondern es kommt an den Erhebungen des Materials zu thermischen Hotspots. Die eingebrachte Wärme kann von dort nur über einen kleineren Querschnitt zum kühleren Grundkörper des Rohrs abgeführt werden (Abbildung 2.4). In Folge dessen Schmelzen diese Stellen leichter auf und bilden Bindungsbrücken. Ein einfacher Ansatz um diesen Effekt auf kleinstem Maßstab auszunutzen ist das Sandstrahlen des Substrats. Dies sorgt für eine saubere metallische Oberfläche und die schmalen Strukturen der Oberfläche können durch die Kapillarwirkung ebenfalls positiv für die Benetzung sein [20]. Auf makroskopischer Ebene sind gewindeartige Strukturen (siehe Abbildung 2.6), Längs- und Querrippen oder angeschweißte Drahtstücke denkbar. Hierbei muss darauf geachtet werden, dass keine Gasfallen gebildet werden, da diese verhindern, dass Gase bei der Formfüllung nach oben hin entweichen können (siehe Abbildung 2.5).



Abbildung 2.4: Visualisierung des Wärmeflusses an einer rauen Oberfläche unter Annahme einer gleichmäßigen Hitzeeinwirkung an der Oberfläche.



Abbildung 2.5: Darstellung eines möglichen Gaseinschlusses bei längsextrudierten Profilen.

Bei der Verwendung derartiger Rohre wird nicht nur das Anschmelzen der Erhebungen gefördert, sondern ebenfalls die gesamte Oberfläche welche für den Wärmeübergang zur Verfügung steht vervielfacht. Dies resultiert bei einer vergleichbaren Grenzschicht in einer besseren Wärmeabführung und einem formschlüssigen Verbund.



Abbildung 2.6: Axiale Rohrstrukturierung mit unterschiedlichen Schnitttiefen.

#### 2.1.7 Einfluss von Strömung und Turbulenzen

Da die lokal vorhandene thermische Energie für die Bildung einer starken metallurgischen Verbindung durch Strömungen gesteigert wird, ist zu erwarten, dass lamellare Strömungen über das Substrat einen positiven Einfluss haben. Ein Beispiel aus der industriellen Anwendung, bei der dieser Effekt in ähnlicher Form ausgenutzt wird, ist das Wellenlöten. Turbulenzen sind jedoch nur begrenzt einsetzbar, da sie sich negativ auf die Gussqualität auswirken und die Gefahr von Einschlüssen und Oxiden gesteigert wird. Starke Turbulenzen können ebenfalls vorzeitig Spritzer flüssigen Metalls auf das Rohr bringen. Diese frieren allenfalls lediglich an und verhindern so eine Verbindungsbildung. Die Anpassungen des Gieß- und Speisersystems und der daraus resultierenden Strömungen sind möglich, jedoch ebenfalls limitiert durch die Produktgeometrien und andere gusstechnische Problemstellungen, da eine vollständige Formfüllung gewährleistet sein muss.

### 2.1.8 Einfluss der radialen Position

Während der Formfüllung kommt es bereits zu einer leichten Erwärmung des Rohrs durch die Abstrahlung des steigenden Metallspiegels. Bei dem ersten Kontakt der Schmelze mit dem Rohr ist das Rohr noch relativ kühl. Durch den guten Wärmeübergang und die hohe Wärmeleitfähigkeit aller beteiligten Metalle erhitzt sich das Kupferrohr jedoch ab der ersten direkten Berührung mit dem flüssigen Kupfer rasch. Es ist zu erwarten, dass der darüber liegende Teil des Rohrs bereits stark vorgewärmt ist, wenn dieser vom steigenden Metallspiegel umhüllt wird. Dieser Moment ist ein wichtiger Zeitpunkt für eine gute Bindung der beiden Metalle und diese wird durch die Vorwärmung stark begünstigt. Zusätzlich zu diesem Phänomen und der daraus begünstigten Bindung der oberen Region kommt ebenfalls ein geometrischer Umstand hinzu: Es ist in den oberen Regionen deutlich leichter Unreinheiten, Gasblasen oder auch aufgeschmolzenes Flussmittel aufschwimmen zu lassen und in den Speiser abzutrennen als dies unterhalb des Rohrs ist. Hier wirken die Auftriebskräfte zum größten Teil gegen die darüber liegende Rohrwandung wie in Abbildung 2.7 verdeutlicht wird.





#### 2.1.9 Einfluss Gießpositionen

Hier sind zwei wesentliche Faktoren zu betrachten: Einerseits macht es ein von der Horizontalen abweichender Winkel leichter Unreinheiten abzutrennen; andererseits wird das Kupfer durch Wärmeleitung entlang des Rohrs vorgewärmt und hat so bei Erstkontakt mit der Schmelze höhere Temperaturen(siehe wie in Abbildung 2.8). Es ist folglich als positiv zu erachten, wenn die Rohre nicht horizontal in der Gussform liegen, sondern gewinkelt oder vertikal positioniert sind.



Abbildung 2.8: Vorwärmung des Rohrs bei Abguss mit schräggestellten Rohren.

### 2.1.10 Sauerstoffgehalt der Schmelze

Wie in Kapitel 2.1.4 erwähnt, ist eine O<sub>2</sub>-Aufnahme der Schmelze unerwünscht und führt zur Bildung von Poren. Der Sauerstoff kommt meist aus der Atmosphäre beim Erschmelzen und Umfüllen vom Ofen in die Pfanne und von der Pfanne in die Sandform. Die Löslichkeit von Gasen in Kupfer nimmt bei der Erstarrung sprungartig ab. Dadurch kommt es einerseits zur Gasblasenbildung bei der Erstarrung und andererseits bedeutet dies auch, dass es bei dem ersten Kontakt der Schmelze mit dem kühleren Rohr zu einer lokalen Übersättigung der Schmelze mit Sauerstoff kommt. Diese könnte sich entweder durch Oxidbildung als auch durch Gasblasenbildung an der Oberfläche des Rohrs äußern. Deshalb ist der Sauerstoffgehalt in der Schmelze möglichst gering zu halten.

### 2.2 Aktive Kühlung im Verbundguss – Chancen und Herausforderungen

Bei der Herstellung von großen Kühlelementen aus reinem Kupfer kommt es örtlich zum Aufschmelzen, Kollabieren oder Einreißen der eingegossenen Kupferrohre durch hohe thermische Spannungen. Daher ist für derartige Gussteile eine aktive Innenkühlung notwendig. Dies bedeutet jedoch auch, dass bei gleicher Geometrie weniger Energie und Zeit für die Verbindungsbildung des Rohrs mit dem Gusskupfer zur Verfügung steht. Daher stellt es eine technische Herausforderung dar, sehr große Gussteile für die eine Kühlung notwendig ist, bei gleichzeitig höchsten Qualitätsanforderungen herzustellen. Der Aufbau einer solchen Kühlanlage sowie die mit der Kühlung verbundenen Parameter und zu erwartenden Einflüsse sind im folgenden Kapitel beschrieben. Abbildung 2.9 zeigt die ILTEC Anlage der Firma Mettop GmbH die für die Versuche verwendete.



Abbildung 2.9: ILTEC Anlage zur aktiven Kühlung von Hochtemperaturanwendungen.

### 2.2.1 Funktion und Aufbau der ILTEC-Anlage

Die Grundfunktion der Innenkühlung ist es, genügend Energie aus dem Rohr abzuführen, um dieses während dem Gießvorgang mechanisch stabil genug zu halten und so einen Schadensfall zu verhindern. Hierfür wird eine thermisch hochbelastbare Flüssigkeit im Kreis gepumpt und vor Wiedereintritt rückgekühlt. Die entzogene Wärmemenge kann durch die Grundgleichung der Wärmelehre beschrieben werden [21].

Formel 2.3:

$$\dot{Q} = c * \dot{m} * \Delta T$$

Die Kühlflüssigkeit verfügt über ein beschränktes Temperaturfenster in welchem diese verwendet werden kann. Durch den maximal möglichen Temperaturanstieg ergibt sich die minimale Durchflussmenge, welche bei einer vorgegebenen Rohrgeometrie möglich ist, um eine Überhitzung der Kühlflüssigkeit zu vermeiden. Je schneller die Flüssigkeit das Rohr wieder verlässt, desto geringer ist die Neigung zur Überhitzung, da weniger Zeit für den Wärmeübergang zu Verfügung steht. Es muss also nicht nur darauf geachtet werden wie viel Energie entzogen werden muss um ein Aufschmelzen zu verhindern, sondern auch wie hoch die kleinstmögliche Durchflussmenge ist, die gewährleistet, dass die ionische Flüssigkeit unter der maximalen Betriebstemperatur bleibt. Aus diesen beiden Überlegungen ergibt sich der angewandte Volumenstrom der Kühlung.

Eine ILTEC Anlage besteht im Prinzip aus einem Tank in dem die Kühlflüssigkeit gespeichert wird, einer Pumpe zur Förderung sowie einem Wärmetauscher und einem Durchlauferhitzer zur Temperierung der Flüssigkeit. Das PID (piping and instrumentation diagramm) der Anlage ist im Anhang unter 7.2 dargestellt. Des Weiteren sind diese Anlagen mit Sensoren für die Durchfluss- und Temperaturmessung ausgestattet. Da die Temperatur an der Grenzfläche zwischen Rohr und Gusskupfer in der Produktion nicht gemessen werden kann, sondern lediglich jene der Kühlflüssigkeit, werden anhand der dort vorherrschenden Trends Rückschlüsse auf die Bedingungen gezogen. Die hierfür relevante Messstelle befindet sich beim Wiedereintritt der Flüssigkeit in die Maschine, nachdem diese durch die einzugießenden Cu-Rohre gepumpt wurde. Die hier gemessene Temperatur der ionischen Flüssigkeit sowie für die Prozesskontrolle verwendet und spiegelt die aus den Kühlern entzogene Wärme über die Zeit wieder.

### 2.2.1.1 Erstarrungsverhalten

Die abgeführte Wärme aus dem Kühlkreislauf führt zu einer beschleunigten und gelenkten Erstarrung. Die Kühler erstarren folglich von innen heraus, was zu einer Vereinfachung der vollständigen Formfüllung und einem günstigeren Gussgefüge führt. Durch die Kühlung findet der Erstarrungsprozess in einem Bruchteil der normalen Zeit statt und es bilden sich sehr viel kleinere gerichtete Körner im erstarrten Kupferblock. Dies hat wiederum einen positiven Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Produkts und verbessert so Festigkeit, Härte und Zähigkeit im Vergleich zu konventionellen Gussstücken [3]. In Abbildung 2.10 ist ein Teststück gezeigt, bei dem die Erstarrungsfronten eines gekühlten Teils sichtbar gemacht wurden indem die restliche Schmelze kurze Zeit nach dem Abguss aus der Form entleert wurde. So konnte die um ein Vielfaches schnellere Erstarrung rund um die Rohre im Vergleich zur natürlichen Abkühlung an den Wänden verdeutlicht werden.



Abbildung 2.10: Schnitt durch einen teilerstarrten Kühler aus dem die verbleibende Schmelze während der Erstarrung abgeführt wurde.

### 2.2.2 Einflussgrößen der aktiven Kühlung

Um einen Einblick auf die Zusammenhänge der für die Kühlung und den sich ausbildenden Temperaturgradienten relevanten Parameter zu geben, sind im folgenden Kapitel die wichtigsten Punkte der Strömungs- und der Wärmelehre zusammengestellt. Je nach Kombination des äußeren und inneren Wärmeübergangs sowie der thermischen Leitfähigkeit des Rohrs können sich im Betrieb unterschiedliche Temperaturgradienten ausbilden. Einige mögliche Beispiele hierfür sind in Abbildung 2.11 dargestellt.



Perfekte Wärmeübergänge Schlechte Leitfähigkeit des Rohrs



Guter Wärmeübergang zur Schmelze Exzellente Leitfähigkeit des Rohrs



Keine aktive Kühlung des Rohrs Sand im Inneren des Rohrs erhitzt sich



Schlechte Wärmeübergänge Exzellente Leitfähigkeit des Rohrs



Guter Wärmeübergang zum Kühlmedium Exzellente Leitfähigkeit des Rohrs



Verringerte Wandstärke Mäßige Wärmeleitung und -übergänge

Abbildung 2.11: Gegenüberstellung möglicher Extremfälle des Temperaturgradienten in Abhängigkeit von der verwendeten Kühlung, des Wärmeübergangs und der thermischen Leitfähigkeit des Rohrs und der Wandstärke des Rohrs.

### 2.2.2.1 Festigkeit des Kupfers

Je nachdem wie sich der Temperaturgradient im Betrieb einstellt, liegt das Rohr lokal bei unterschiedlichen Temperaturen vor. Eine erhöhte Temperatur bedingt eine niedrigere Festigkeit des Metalls wie durch Abbildung 2.12 verdeutlicht wird.



Abbildung 2.12: Warmfestigkeit von Reinkupfer [22].

Um auch bei stark erhöhten Temperaturen gewährleisten zu können, dass das Rohr nicht birst, wurde eine Abschätzung der notwendigen Wandstärke für 700 °C und 10 bar Druck durchgeführt. Das Rohr, das für die Rechnung herangezogen wurde, hat 21 mm Innendurchmesser und eine Wandstärke von 6 mm [23, 24]:

Formel 2.4:

$$s_{min} = \frac{p * \frac{(d_a + d_I)}{2}}{2 * R_m} + s_1 + s_2$$
$$s_{min}] = \frac{1 * 10^6 * \frac{(0,0033 + 0,0021)}{2 * 35 * 10^6}}{2 * 35 * 10^6} + 0,002 + 0 = 0,0058 \ [m] = 0,58 \ [mm]$$

Aus der Abschätzung lässt sich ableiten, dass eine Wandstärke von 0,6 mm bereits ausreichen würde um einem Druck von 10 bar standzuhalten, wenn der gesamte Rohrquerschnitt konstant mit 700 °C angenommen wird. Die genauen Bedingungen während des Abgusses sind vorab nicht bekannt, werden jedoch deutlich geringer eingeschätzt. Da die Kühlflüssigkeit bis maximal 250 °C eingesetzt wird, kann davon ausgegangen werden, dass im Inneren der Rohrwandung immer eine ausreichend kühle Schicht verbleibt, die dem Druck standhält. Kritisch wird es jedoch, wenn die Kühlung ausfällt und das Rohr auf Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt kommt. Dann fällt die Festigkeit des Kupfers auf äußerst geringe Werte ab. Wenn die Kühlung einmal ausgefallen ist, darf sie aus Sicherheitsgründen nicht wieder gestartet werden, da es ansonsten zu einem Durchbruch kommen könnte.

#### 2.2.2.2 Leitfähigkeit des Kupferrohrs

Der Wärmeleitungskoeffizient von Kupfer hängt stark vom Gehalt an Fremdelementen ab und ist am höchsten im Falle des reinen Metalls. Besonders starke Auswirkungen haben in der Praxis die Restphosphorgehalte, die aus der Desoxidation im Metall verbleiben [25]. In Abbildung 2.13 ist der Effekt von Verunreinigungs- und Legierungselemente auf die Leitfähigkeit des Kupfers dargestellt und es ist zu erkennen, dass die Phosphorgehalte des Rohrkupfers laut Norm von 0,015 – 0,04 % die (elektrische) Leitfähigkeit signifikant beeinflussen. Die elektrische und thermische Leitfähigkeit beide hauptsächlich von der Anzahl freier Ladungsträger abhängig sind und somit sind gute elektrische Leiter ebenfalls gute thermische Leiter. Da die Messung der elektrischen Leitfähigkeit experimentell jedoch deutlich einfacher wird oftmals lediglich diese bestimmt. Die beiden Leitfähigkeiten verfügen entsprechend dem Wiedemann-Franz Gesetz auch über die Temperatur die in Formel 2.5 beschriebende Proportionalität:

Formel 2.5

$$\frac{\lambda}{\sigma} = LT$$



Abbildung 2.13: Leitfähigkeit von Kupfer in Abhängigkeit vom Legierungsmittelgehalt [26].

Der Einfluss der Temperatur auf die Leitfähigkeit von Kupfer ist Abbildung 2.14 dargestellt. Die Leitfähigkeit wird folglich bei steigender Temperatur geringer, was als begünstigender Faktor eingestuft werden kann. Das Gusskupfer hat entsprechend der Abbildung 2.15 eine geringere Leitfähigkeit als das Rohr oder das bereits erstarrte Kupfer. Dies bedeutet, dass durch Wärmeleitung langsamer Energie aus der Schmelze nachtransportiert wird als diese über die kühleren, festen Regionen hin zur Kühlflüssigkeit abtransportiert wird. Dies erschwert das Aufschmelzen der Grenzschicht und begünstigt das anfrieren der Schmelze ohne Bindungsbildung. Konvektiver Wärmetransport in der Schmelze ist folglich ein wichtiger Faktor um mehr Energie an die Grenzschicht transportieren zu können und einen metallurgischen Verbund zu fördern.



Abbildung 2.14: Leitfähigkeit von Metallen und Legierungen in Abhängigkeit der Temperatur [27]



Abbildung 2.15: Elektrischer Widerstand von Kupfer als Funktion der Temperatur über die Phasenänderung hinweg. [28]

Die Ausbildung des Temperaturgradienten sowie die Temperaturen an der Rohraußenseite hängen stark von der thermischen Leitfähigkeit als Funktion der Temperatur und der chemischen Zusammensetzung als auch der Rohrwandstärke ab. Allgemein ist für die Verbindungsbildung eine niedrigere Wärmeleitung des Rohrs positiv ist, da dies in höheren Temperaturen an der Grenzschicht resultiert. Für den Kupferkühler ist in der Anwendung jedoch eine möglichst hohe Leitfähigkeit anzustreben, um hohe Wirkungsgrade zu ermöglichen. Eine Erhöhung der Wandstärke lässt ebenfalls eine höhere Temperatur an der Grenzschicht zu, da eine größere Wegstrecke für den Ausgleich des Temperaturgradienten zwischen Kühlflüssigkeit und Kupferschmelze zur Verfügung steht. Jedoch bedeutet ein dickeres Rohr auch eine größere thermische Masse die erhitzt werden muss so mehr Energie aus der Schmelze entzogen wird die nicht mehr für das Aufschmelzen des Rohrs zur Verfügung steht.

#### 2.2.2.3 Rohrwandstärke

Die wesentliche Funktion der Rohrwandung ist die Trennung der Kühlflüssigkeit von der Schmelze sowie die geometrische Abbildung der Kühlkanäle. Die Wandstärke ist nach unten hin durch die Belastung des Betriebsdrucks und die verringerte Festigkeit des Kupfers bei erhöhten Temperaturen begrenzt. Nach oben hin stellt die Verarbeitbarkeit zu Rohrschlangen durch Biegen, eine Begrenzung dar, die von den geforderten Radien und dem Innenrohrdurchmesser abhängt. Dementsprechend werden in der Praxis meist Rohre mit Wandstärken zwischen 2 und 10 mm für die Herstellung von Kupferkühlelementen eingesetzt. Die Wandstärke der Rohre hat jedoch nicht nur einen Einfluss auf den sich einstellenden Temperaturgradienten im Rohr im "Steady-State" während das Metall durcherstarrt. Bei dem ersten Kontakt der Schmelze mit dem Rohr wird das gesamte Rohrmaterial der Länge nach aufgeheizt. Da die Leitfähigkeit des beinahe reinen Kupfers äußerst gut ist, findet der Ausgleich sehr rasch statt. Wenn demnach immer die gesamte Masse des Kupferrohrs auf über 1000 °C gebracht werden muss, bedeutet dies, dass eine steigende Wandstärke zu einer verlangsamten Durchwärmung führen kann. Bis zu diesem Zeitpunkt könnte sich rund um das Kupferrohr bereits eine, bei ungünstigen Verhältnissen, erstarrte Schreckschicht gebildet haben.

#### 2.2.2.4 Druck im Inneren des Rohrs

Diese Größe hat im Besonderen eine große Bedeutung für die Sicherheit des Prozesses. Da die maximale Belastbarkeit des Rohrs während des Abgusses durch die erhöhte Temperatur verringert ist, stellt die Kenntnis des vorherrschenden Drucks in den Rohrschlangen einen wichtigen Faktor dar. Entsprechend der Bernoulli-Gleichung muss der Druck im Inneren eines Rohrs mit kleinerem Durchmesser geringer sein, da dort die Geschwindigkeit des Fluids höher ist [29]. Dies bedeutet also, dass der Pumpendruck immer höher ist als jener, der in dem kleineren Rohr der Kühlschlange vorherrscht. Um genauere Daten zu dem Verhalten des Systems zu gewinnen, wurden Vorversuche durchgeführt, welche unter Abschnitt 3.1 beschrieben sind.



Abbildung 2.16: Verbildlichung des Bernoulli-Effekts [30].

#### 2.2.2.5 Innendurchmesser und Rohrlänge

Aus der Fluidmechanik ist bekannt, dass sich ein höherer Fließwiderstand bei abnehmendem Durchmesser und steigender Rohrlänge ergibt. Dieser Zusammenhang lässt sich über folgende Formel ausdrücken [29]:

Formel 2.6:

$$\Delta p = \frac{\lambda * l * \rho * v^2}{d_i * 2}$$

Hier ist zu beachten, dass bei gleichbleibendem Massenstrom bei einem kleineren Rohr nicht nur der Rohrinnendurchmesser abnimmt, sondern gleichzeitig auch die Strömungsgeschwindigkeit ansteigt, welche quadratisch in den Druckanstieg eingeht. Folglich ist es besonders bei größeren Rohrlängen wichtig, einen möglichst großen Strömungsquerschnitt zu verwenden, um die gewünschten Förderraten bei gegebenem Maximaldruck der Pumpen zu erreichen [31].

Ein weiterer Faktor, der vom Innendurchmesser der Rohre beeinflusst wird, ist das Oberflächen/Volumen-Verhältnis. Über die Innenseite des Rohrs wird thermische Energie auf die Flüssigkeit übertragen und das Flüssigkeitsvolumen erwärmt. Bei steigendem Querschnitt steigt das Volumen überproportional zur Oberfläche an, was zu einem günstigeren Verhältnis führt und ein mögliches Überhitzen der Flüssigkeit weniger wahrscheinlich macht.

#### 2.2.2.6 Förderrate

Die Förderrate der ionischen Flüssigkeit hängt nicht nur von der Pumpenleistung und der Rohrgeometrie ab, sondern ändert sich auch aufgrund der Viskositätsänderung bei Erhöhung der Temperatur.

Die Förderrate hat, wie in der Formel 2.3 beschrieben, direkten Einfluss auf die entzogene Energiemenge und ist somit proportional zur Kühlwirkung bei gleicher Temperaturdifferenz der Kühlflüssigkeit. Da es sich jedoch um ein Wechselspiel zwischen Förderrate, Temperatur der Flüssigkeit und der von dem Rohr übertragenen Wärmemenge handelt, ist eine genaue Voraussage des Einflusses nicht möglich. Eine Steigerung der Förderrate bewirkt jedenfalls einen Anstieg der Kühlwirkung [32].

### 2.2.2.7 Temperatur der Flüssigkeit

Die Flüssigkeit wärmt bereits vor Gussbeginn das Rohr vor. Diese Vorwärmung stellt einen positiven Einflussfaktor für die Verbindungsbildung dar und sollte generell möglichst hoch gewählt werden. Dies gilt jedoch nur bis zu jener Temperatur ab welcher sich ein Kupferoxidfilm am Rohr zu bilden beginnt. Bei atmosphärischen Bedingungen liegt diese Temperatur in etwa bei 125 °C, wobei generell zu beachten ist, dass sich bereits bei Raumtemperatur eine feine Oxidschicht bildet, welche mit steigender Temperatur immer dicker wird. Mit einer Schutzgasatmosphäre kann diesem Effekt entgegengewirkt werden und höhere Vorheiztemperaturen können sinnvoll realisiert werden [33].
Im Gegensatz zur Vorwärmung steht die Kühlung des Rohrs während dem Eingießen. Da das Rohr in ständigem Kontakt mit der Kühlflüssigkeit ist und über eine sehr gute thermische Leitfähigkeit verfügt, erhitzt sich das Metall auch an der Außenseite nur bedingt. Wenn das flüssige Kupfer in die Form gegossen wird und in Kontakt mit der Rohraußenwandung kommt, folgt eine Energieübertragung auf die Flüssigkeit. In Folge steigt die Temperatur der Kühlflüssigkeit zwischen Eintritt in die Kupferrohrschleife und dem Austritt. Der Durchfluss und die Anfangstemperatur müssen daher so gewählt werden, dass die Austrittstemperatur noch unter der maximalen Anwendungstemperatur liegt [32]. Dieser Umstand begrenzt im Anwendungsfall die Vorwärmtemperatur bei größeren Gussteilen.

# 3 Experimentelle Methoden

Das folgende Kapitel ist in fünf Abschnitte gegliedert, in welchen die unterschiedlichen Versuchsaufbauten und Analytikmethoden vorgestellt und deren Systematik erläutert werden. Im ersten Teil werden die Vorversuche vorgestellt, welche zur Gewährleistung der Arbeitssicherheit notwendig waren. Darauf folgen die iterativen Hauptversuchsreihen zur Ermittlung der relevanten Faktoren für einen guten Wärmeübergang. Nach den einzelnen Versuchsserien wurden aufgrund von ersten Beobachtungen die Parameter für darauffolgende Versuche korrigiert. Im dritten und letzten Teil wird auf eine mögliche zerstörungsfreie Qualitätsprüfung von Kühlelementen mit Hilfe von Thermographie eingegangen. In den beiden letzten Kapiteln wird auf die Analytik der Farbeindringprüfung und Lichtmikroskopie eingegangen.

# 3.1 Vorversuche zur Kühlung mit Ionischen Flüssigkeiten

In diesem Abschnitt wird auf den Versuchsaufbau und die Ergebnisse der Vorversuche eingegangen, welche für die optimale und sichere Nutzung des ILTEC Systems notwendig sind.

# 3.1.1 Wechselwirkungen des hydraulischen Systems

Um einen genaueren Einblick zu erlangen, wie hoch die Drücke im Inneren des Rohrs sind welche ein mögliches Bersten der Rohre verursachen könnten, wurde eine Parameterstudie durchgeführt. Hierbei wurde der theoretische Ansatz aus 2.2.2.4 mit dem in Abbildung 3.1 dargestellten Versuchsaufbau überprüft. Es wurden zwei Manometer in einem Rohr mit einem Innendurchmesser von 21 mm und einer Rohrlänge von 1,8 m montiert. Anschließend wurden unterschiedliche Betriebszustände simuliert und sowohl der maximale Druck der Manometer als auch jener, der in der Anlage hinter den Pumpen gemessen wurde, aufgezeichnet (siehe 7.2).



Abbildung 3.1: Versuchsaufbau zur Messung der Drücke im Rohr.

Die im Abbildung 3.2 dargestellten Zusammenhänge korrelieren mit den erwarteten Tendenzen. Der Förderdruck steigt exponentiell mit der Förderrate an und lässt sich durch Steigern der Temperatur etwas senken, da die Viskosität der Flüssigkeit abnimmt. Diese geringe Druckverminderung lässt sich technisch jedoch kaum sinnvoll nutzen, da mit steigender Temperatur ebenfalls das nutzbare Temperaturfenster für die Wärmeaufnahme kleiner wird.



Abbildung 3.2: Pumpendruck und Druck im Rohr über den Durchfluss aufgetragen, in Abhängigkeit von der Kühlmitteltemperatur in einem 1,8 m langem Rohr.

Die verwendeten Manometer für die Messung des Innendrucks im Rohr wiesen eine unzureichende Messgenauigkeit im Bereich von niedrigsten Drücken auf. Daher konnte für geringe Förderraten kein Druck gemessen werden. Es ist ersichtlich, dass der Druck im Rohr auch bei maximalem Förderdruck nicht über 3 bar ansteigt. Die für die Versuche verwendeten Rohre verfügen über eine 6mm dicke Wandung, die wie in wie in Abschnitt 2.2.2.1 berechnet mehr als ausreichend sind. Ein Bersten der Rohre ist folglich auch bei stark erhöhten Temperaturen höchst unwahrscheinlich, solange die Kühlung durch das flüssige Medium gewährleistet ist. Der Innendruck kann lediglich dann kritisch werden, wenn die Kühlung komplett ausfällt und das gesamte Rohr auf Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt erhitzt wird. Nach einem kurzen Ausfall der Kühlung darf diese folglich nicht wieder in Betrieb genommen werden.

# 3.1.2 Ermittlung des höchstmöglichen Durchflusses

Die maximale Förderleistung ist sowohl von der Pumpenleistung als auch vom maximalen Pumpendruck nach oben hin begrenzt. Bei geringem Rohrreibungsdruckverlust erbringen die Pumpen die maximale Fördermenge, welche sich über das Fördervolumen der Pumpen sowie die Drehzahl der Motoren errechnet. Bei kleiner werdenden Rohrquerschnitten und steigenden Rohrlängen steigt der Gegendruck hinter den Pumpen an. Da die ILTEC-Anlage einen maximal zulässigen Pumpendruck von 7,5 bar hat, sollten Prozesse nicht mit mehr als 6 bar Pumpendruck gestartet werden um einen eventuellen Anstieg des Drucks während des Abgusses noch abfedern zu können. Durch diese Gegebenheit sind die maximalen Förderraten für kleinere Rohrinnendurchmesser limitiert. Um den maximalen Durchfluss für zwei unterschiedliche Rohrlängen zu ermitteln, wurden die Pumpendrücke unterschiedlicher Betriebszustände aufgezeichnet.

Es sind, wie in Abbildung 3.3 zu erkennen ist, bei höheren Temperaturen höhere Durchflussraten möglich, da der Fließwiderstand mit abnehmender Viskosität ebenfalls abnimmt. Dieser Effekt ist jedoch nicht stark genug ausgeprägt um technisch von Nutzen zu sein, da mit der Erhöhung der Temperatur ebenfalls das maximal nutzbare Temperaturfenster der Flüssigkeit kleiner wird. Da die Viskosität der ionischen Flüssigkeit IL-B2001 unterhalb von 50 °C stark ansteigt, wird diese vor der Verwendung entsprechend der Herstellerempfehlung in den folgenden Tests immer auf diese Temperatur vorgewärmt. [34]



Abbildung 3.3: Vergleich der Pumpendrücke zwischen 1,8 und 3,8 m Rohrlänge bei unterschiedlichen Temperaturen.

Entsprechend dieser Parameterstudie ist für ein 3,8 m langes Rohr mit einem 21 mm Innendurchmesser und zwei 90° Bögen ein maximaler Durchfluss von 10 m<sup>3</sup>/h möglich. Randbedingung hierfür sind ein maximaler Förderdruck von 6 bar und eine IL Temperatur von 50 °C. Bei einem 1,8 m langen Rohr können daher entsprechende Förderraten von bis zu 11 m<sup>3</sup>/h realisiert werden, wenn die maximale Kühlleistung gefordert ist. Die Differenz ergibt sich durch den erhöhten Rohrreibungswiderstand des längeren Rohrs.

# 3.2 Versuche zur Evaluierung der Einflussfaktoren für die Bindungsqualität

Um die unterschiedlichen Einflussparameter auf die Bindungsgüte zu untersuchen, wurde eine Pilotstudie durchgeführt. Ziel dieser iterativen Versuchsserie ist es, Tendenzen in der Parametermatrix zu erkennen und basierend darauf das Feld für einen nachfolgenden, detaillierteren Versuchsplan abzustecken. Die verwendete Probengeometrie samt Angusssystem ist in Abbildung 3.4 dargestellt und wurde in den ersten 5 Versuchsserien immer gleich gehalten. Die Zylinderachse der Proben ist horizontal ausgerichtet um über die gesamte Rohrlänge vergleichbare Verhältnisse zu erzeugen.



Abbildung 3.4: Probengeometrie mit Anguss und Speisern.

## 3.2.1 Verwendete Materialien und Probenvorbereitungen

Um eine möglichst gute Bindung zwischen dem Rohr und dem Gussmetall zu erreichen, ist es wichtig einen metallischen Kontakt zwischen beiden zu gewährleisten. Dies kann durch die Verhinderung der Oxidation mittels einer gezielten Steuerung der Atmosphäre erreicht werden sowie auch durch die Verwendung von Flussmitteln oder elektrolytisch aufgebrachten Metallschichten aus Nickel oder Silber.

# 3.2.1.1 Rohre

Für alle Versuche wurden die gleichen Rohre verwendet, deren Oberflächenvorbereitung und Profilierung sich aber unterschied. Die chemische Zusammensetzung des Metalls ist nach der EN 12449: 2012-07 definiert und ist Reinkupfer mit 0,015 – 0,04 % Phosphor. Der Außendurchmesser beträgt 33 mm und der Innendurchmesser 21 mm. Die Proportionen eines Versuchskörpers mit der resultierenden Wandstärke von 6 mm sind in Abbildung 3.5 dargestellt.





Die Oberflächenbeschaffenheit der Rohre variierte (geschliffen, sandgestrahlt, gerieft), um eine möglichst günstige Kombination aus gutem Verbund und leichter Verarbeitbarkeit zu finden. Bei zwei der Versuche wurde mit Hilfe eines schmalen Werkzeugs auf einer Drehbank eine abgestufte Riefung in das Rohr eingeschnitten, wie in Abbildung 3.6 zu sehen ist. Hierbei wurde bei einer Probe immer nur die Schnitttiefe variiert, die Finnenbreite und Taltiefe jedoch gleich gehalten. Die Finnenbreite wurde zwischen den beiden Proben verändert, um Unterschiede in der Wärmeabführung und deren Einfluss auf das Aufschmelzen der Oberfläche zu untersuchen.



Abbildung 3.6: oben: Strukturiertes Rohr des Versuchs S-06 mit drei unterschiedlichen Schnitttiefen. Links: 1 mm; Mitte: 1,8 mm; Rechts: 2,5 mm; / unten: Rohr mit schmaleren Finnen für den Versuch A-08 um das Aufschmelzen zu begünstigen. Beide Rohre verfügen über einen Außendurchmesser von 33 mm und einen von Innendurchmesser 21 mm.

# 3.2.1.2 Kupfer

Das Rohmaterial für den Abguss sowohl der Proben als auch von den Kühlelementen ist hochreines, primärerzeugtes Kupfer mit einer Reinheit von 99,995 %. Dieses wird in Form von Drahtabschnitten in den Tiegel eingebracht und während dem Schmelzprozess mit Holzkohle abgedeckt um eine Oxidation zu vermeiden. Die Schmelze wird kurz vor dem Abguss nach Erreichen der adäquaten Temperatur für das jeweilige Gussteil desoxidiert. Das genaue Verfahren der Desoxidation darf aus Gründen der Geheimhaltung nicht genauer beschrieben werden.



Abbildung 3.7: Primärkupfer, das für die Schmelzen verwendet wird.

## 3.2.1.3 Flussmittel

Es kamen zwei unterschiedliche Flussmittel zur Anwendung, die beide besonders für Kupfer geeignet sind und eine Arbeitstemperatur aufweisen, die den Bereich der Gießtemperatur beinhaltet. Das eine ist ein pastöses, konventionelles Produkt mit der Marktbezeichnung

2 cm

Castolin 18, welches zum Schweißen wie auch zum Hartlöten von Kupferbasislegierungen geeignet ist.

Das zweite Flussmittel ist ein in Methanol gelöstes Borax-Decahdydrat. Borax findet in vielen Gebieten Anwendung und kann auch bei sehr hohen Arbeitstemperaturen noch verwendet werden. Geschmolzenes Borax legt sich nicht nur als schützende Glasschmelze über das Metall und verbessert die Benetzbarkeit, sondern weist auch eine Löslichkeit für Kupferoxid auf. Methanol bietet sich als Lösungsmittel zur einfacheren Aufbringung des ansonsten pulverförmigen Minerals an, da es bereits bei Raumtemperatur eine gute Löslichkeit für Borax aufweist.

Die Flussmittel wurden bei den sektionierten Proben so auf dem Rohr aufgebracht, dass je eines der äußeren Drittel des Rohrs mit einem der beiden Flussmittel bedeckt war. Die mittlere Region blieb metallisch blank mit geschliffener Oberfläche. Dies ist schematisch in Abbildung 3.8 dargestellt und Abbildung 3.9 zeigt eines der vorbereiteten Rohre.



Abbildung 3.8: Modell des Probenkörpers für die Gussversuche mit dem eingegossenen Rohr in der Mitte; die Beschriftungen beziehen sich auf die Oberflächenvorbereitung des Rohrs vor dem Guss.



Abbildung 3.9: Rohr in der Sandform vor dem Zusammenfügen der Form. Das Rohr ist in drei Sektionen geteilt, welche mit unterschiedlichen Flussmittel benetzt bzw. blank geschliffen wurden - Linkes Drittel: Castolin; Mitte: metallisch Blanke Oberfläche; Rechtes Drittel: Borax.

Um Proben aus jeder der drei Regionen zu gewinnen, wurde je eine Scheibe aus der Mitte der jeweiligen Sektion geschnitten und in Abbildung 3.10 als Probensegment B, D und F gekennzeichnet ist. Die Probensegmente A und G wurden verworfen da diese aufgrund der schnelleren Abkühlung über die Zylinderstirnseite nicht repräsentativ sind. Die Stücke C und E wurden weiter in vier Teilstücke zerteilt. Eine Schnittebene liegt somit in der Vertikalen und die so freigelegten Fügestellen zwischen Kupferrohr und Gussmetall repräsentieren Oberund Unterseite des Rohrs wie es in der Gussform lag. Die Unterseite hat den ersten Kontakt mit der Schmelze wenn diese von unten nach oben die Form füllt. Die zweite Teilungsebene liegt in der Horizontalen und legt so die beiden Grenzschichten auf halber Höhe des Rohrs frei.



Abbildung 3.10: Probenteilung – links: Extraktion je einer Scheibe aus den Bereichen der Flussmittel und dem blank geschliffenen in der Mitte (B, D, F); rechts: Zerteilung der Segment C und E in vier kleiner Teilsektionen.

## 3.2.1.4 Schlichten

Für sieben von neun Versuchen wurde die Schlichte Teno®coating BBPX (Batch Nummer: 26302631) von Foseco verwendet. Diese weist, wie die schwarze Farbe vermuten lässt, einen hohen Kohlenstoffanteil auf. Dieser liegt im Gegensatz zu vielen anderen Schlichten nicht in Form von Graphit vor, sondern wird aus Kohle gewonnen. Dieser Kohlenstoff ist aufgrund seiner offeneren Morphologie reaktionsfreudiger und bindet so leichter atmosphärischen Sauerstoff ab. Das Ziel dieser Schlichte ist es, eine leicht reduzierende Atmosphäre in der Gussform zu erreichen ohne dabei auf ein Schutzgas zurückgreifen zu müssen. Bereits ein CO/CO<sub>2</sub> Verhältnis von 1/1000 reicht entsprechend Abbildung 2.3 gesehen aus, um Kupfer bei bis zu 1200 °C vor der Reaktion zu Kupferoxid zu schützen. Dazu muss jedoch zuerst der gesamte freie Sauerstoff mit dem Kohlenstoff verbrannt werden, um eine oberflächliche chemische Umsetzung des Metalls gemäß den nachstehenden Reaktionsgleichungen zu verhindern [17].

**Oxidation von Kupfer** 

$$4\ Cu+O_2 \rightarrow 2\ Cu_2O$$

**Reduktion von Kupfer** 

 $Cu_2 0 + CO \rightarrow 2 Cu + CO_2$  $Cu_2 0 + H_2 \rightarrow 2 Cu + H_2 0$ 



Abbildung 3.11: Unterkasten mit der Schlichte Teno®coating BBPX.

Bei der zweiten Schlichte, die zum Einsatz kam, handelt es sich um eine zirkonbasierte Schlichte SEMCO von Vesuvius. Sie enthält keinen Kohlenstoff und bringt auch keine reduzierende Wirkung mit sich und diente daher als Referenz.



Abbildung 3.12: Probenformhälfte fertig vorbereitet direkt vor dem Zusammensetzen des Unter- und Oberkastens - Silikatsand mit Amasilic Binder von Foseco und SEMCO Schlichte.

### 3.2.1.5 Schutzgas

Bei jenen Versuchen bei denen die Verwendung von Schutzgas angemerkt ist, kam Argon des Typs Argon S1 zum Einsatz. Es wurde verwendet um eine oberflächliche Oxidation des Kupfers zu verringern und dadurch entstehende Bindungsfehler zu vermindern. Das verdichtete Gasgemisch mit dem die Form vor Abguss gründlich gespült wurde besteht aus 99% Argon und bis zu 1% Sauerstoff. Hierbei wurden der Anguss und die Speiseröffnungen mit einer Fasermatte abgedeckt, um eine übermäßige Konvektion zu verhindern. Das Gasgemisch wurde mit Hilfe einer Lanze am untersten Punkt der Form eingebracht, um dadurch möglichst den gesamten vorhandenen Sauerstoff zu verdrängen. Kurz vor dem Abguss wurden die Fasermatten entfernt und die Argon Lanze herausgezogen.



Abbildung 3.13: Formkasten bei der Spülung mit Argon vor dem Abguss - die Fasermatten decken die Anguss- und Speiseröffnung ab um übermäßige Lufteintritt zu verhindern.

## 3.2.1.6 Formstoffe

Für die Versuche kamen zwei unterschiedliche Sand-Bindergemische zum Einsatz. Formstoffe haben einen bedeutenden Einfluss auf die Entwicklung der Atmosphäre in der Gussform. Dieses Gasgemisch ist wiederum für die Oxidation oder Reduktion des Kupfers entscheidend. Daher hat dies einen starken Einfluss auf das Benetzungs- und Bindungsverhalten des Kupfers mit dem Rohr. Der Formstoff, der für alle Versuche bis auf die Probe C-05 (Tabelle 6) eingesetzt wurde, ist ein Silikatsand mit dem Wasserglasbinder AMASILIC von Foseco. Der zweite Formstoff ist ein kohlenstoffhaltiger Chromitsand, der eine deutlich höhere reduzierende Wirkung aufweisen würde, jedoch auch deutlich, teurer ist und im Normalfall nur für Stellen und Kernpakete genommen wird, in denen ein hohe Wärmeleitfähigkeit entscheidend ist.



Abbildung 3.14:Teil eines Kernpakets für einen CFM Kühler, welches aus Chromitsand hergestellt wurde und mit Zirkonschlichte oberflächlich behandelt ist.

# 3.2.1.7 Speiser

Für die Versuche wurden isolierende, nicht reaktive Speiser des Typs KALMIN 700 G95/175 ZTA3R von Foseco verwendet. Diese wurden ebenfalls in der Simulation berücksichtigt.

# 3.2.2 Versuchsserie 1: Anguss mit Filter

Im ersten Ansatz wurde die Verwendung von einem Filter im Anguss vorgesehen, um eine laminare Strömung zu erzielen und mögliche Spritzer am Rohr sowie Turbulenzen zu minimieren. Bei der Abgusstemperatur von 1112 °C handelt es sich um einen typischen, durchschnittlich hohen Wert für das Gießen von Reinkupfer. Das einzugießende Rohr wurde mit Hilfe einer ILTEC Versuchsanlage gekühlt. Das verwendete Kühlmedium ist die ionische Flüssigkeit IL-B2001. Durch die Kühlung dieser Probe sollte ermittelt werden, wie viel Wärme aus dem System entzogen wird und ob der Prozess sicher ist.

Probennummer	S-01	
Gießtemperatur	1112	[°C]
Gießzeit	45	[s]
Rohr	33x21 // 6 mm	Keine Flussmittel, gesamte Länge des Rohrs blank
Schlichte	BBPX	3 Schichten
Sand	Silikat Sand	
Atmosphäre	Luft	
Besonderheiten	Kühlung mit IL: ILTEC Starttemperatur: 52 °C	
Thermoelemente	-	
Anmerkungen	Filter fror in den ersten Momenten des Gusses zu und es wurde von oben durch den Speiser eingegossen	
Oberflächenvorbereitung	Sandgestrahlt und mit Aceton gereinigt	

#### Tabelle 1: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch S-01.

## 3.2.3 Versuchsserie 2: Versuche in Luftatmosphäre

Nachdem die erste Probe erfolgreich abgegossen werden konnte, jedoch die Ergebnisse der Lichtmikroskopie aber noch nicht vorlagen, wurden zunächst die Proben ohne aktive Kühlung durchgeführt. Anhand von diesen sollten die Einflussfaktoren für die Bindung zwischen Rohr und Kupfer systematisch erprobt werden. Hierfür wurden die Rohre mit Chromitsand gefüllt und ohne aktive Kühlung vergossen. Da die Verwendung eines keramischen Filters bei S-01 zu Problemen führte, wurde für die weiteren Versuchsserien auf die Verwendung eines solchen verzichtet.

Probennummer	S-02	
Gießtemperatur	1104	[°C]
Gießzeit	12	[s]
Rohr	In 3 Zonen unterteiltes Rohr wie in Abbildung 3.8 in dargestellt ist	
Schlichte	BBPX	3 Schichten
Sand	Silikat Sand	
Atmosphäre	Luft	
Besonderheiten	-	
Thermoelemente	keine	
Anmerkungen	-	
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60	

#### Tabelle 2: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch S-02.

Probennummer	S-04	
Gießtemperatur	1132	[°C]
Gießzeit	17	[s]
Rohr	In 3 Zonen unterteiltes Rohr wie	in Abbildung 3.15 dargestellt ist
Schlichte	BBPX	3 Schichten
Sand	Silikat Sand	
Atmosphäre	Luft	
Besonderheiten	-	
Thermoelemente	<ul> <li>An folgenden drei Positionen:</li> <li>A - Außenwand des Rohrs</li> <li>B - Halbe radiale Distanz zwischen Rohr und Sandform</li> <li>C - Rand der Form</li> </ul>	
Anmerkungen	-	
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60	

#### Tabelle 3: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch S-04.



Abbildung 3.15: Formkasten mit eingelegtem Rohr und den Thermoelementen positioniert.

Probennummer	S-06	
Gießtemperatur	1110	[°C]
Gießzeit	15	[s]
Rohr	Strukturiertes Rohr wie in Abbild rechteckige Struktur wurde in da eingeschnitten. Das Profil hatte Erhebungsbreite über die ganze jedoch in den 3 Segmenten zwis unterschiedliche Wärmeabführu Aufgrund der Struktur des Rohrs Borax Decahydrat, welches in M Um eine frühzeitige Oxidation da das Rohr nur vorsichtig mit eine	dung 3.16 abgebildet ist. Die as Rohr auf der Drehbank eine gleichbleibende Tal- und Länge. Die Schnitttiefe wurde chen 1 und 2,5 mm variiert um ingsszenarien zu erzielen. s wurde das ganze Rohr mit ethanol gelöst war, benetzt. es Kupfers zu vermeiden, wurde m Propanbrenner getrocknet.
Schlichte	ВВРХ	3 Schichten
Sand	Silikat Sand	

#### Tabelle 4: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch S-06.

Atmosphäre	Luft
Besonderheiten	-
Thermoelemente	-
Anmerkungen	Dampfbildung während des Abgusses aufgrund unzureichender Trocknung des Boraxes.
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60



Abbildung 3.16: Kupferrohr mit eingeschnittener Struktur, um ein verbessertes Aufschmelzen und mehr Oberfläche für den Wärmeübergang zu erzielen.



Abbildung 3.17: Die drei Formenkästen der Versuchsserie 2 nach dem Abguss des Reinkupfers.

### 3.2.4 Versuchsserie 3: Versuche mit Schutzgas und reduzierendem Formsand

Da aus den, letzten Versuchen ersichtlich wurde, dass die Schlichte alleine keine ausreichend starke reduzierende Wirkung hat, wurden in dieser Versuchsserie weitere Oxidvermeidungs-Maßnahmen getestet. Deshalb wurden zwei Proben mit Argon Atmosphäre in der Sandform abgegossen und bei der dritten Probe wurde ein stark C-haltiger Chromitsand als Formstoff verwendet.

Die Flussmittelaufbringung und -trocknung stellte in der vorherigen Versuchsserie teils ein Problem dar. Besonders bei dem strukurierten Rohr ist eine gleichmäßige Aufbringung des Flussmittels schwierig. Wenn das Flussmittel nicht vollständig getrocknet wird, entsteht bei Kontakt mit der Schmelze Wasserdampf. Da dieser Effekt bei Versuch S-06 beobachtet wurde, erfolgte die Trocknung der nachfolgenden Proben bei höheren Temperaturen.

#### Tabelle 5: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch A-03.

Probennummer	A-03	
Gießtemperatur	1115	[°C]
Gießzeit	20	[s]
Rohr	In 3 Zonen unterteiltes Rohr wie	in Abbildung 3.8 dargestellt ist
Schlichte	BBPX	3 Schichten
Sand	Silikat Sand	
Atmosphäre	Argon	
Besonderheiten	-	
Thermoelemente	Keine	
Anmerkungen	Lange Wartezeit der Pfanne vor dem Abguss weil die	
	Temperatur zu hoch war. Die Argonlanze wurde kurz vor	
	Abguss entfernt und Öffnungen wurden während dem Spülen	
	mit einer Glasfasermatte abgedeckt.	
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60	

#### Tabelle 6: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch C-05.

Probennummer	C-05	
Gießtemperatur	1150	[°C]
Gießzeit	19	[s]
Rohr	In 3 Zonen unterteiltes Rohr wie in Abbildung 3.8 dargestellt ist	
Schlichte	Zirkon	3 Schichten
Sand	Chromit Sand	
Atmosphäre	Luft	
Besonderheiten	-	
Thermoelemente	-	
Anmerkungen	-	
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60	

#### Tabelle 7: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch A-07.

Probennummer	A-07		
Gießtemperatur	1132	[°C]	
Gießzeit	19	[s]	
Rohr	In 3 Zonen unterteiltes Rohr wie	In 3 Zonen unterteiltes Rohr wie in Abbildung 3.8 dargestellt ist	
Schlichte	BBPX	3 Schichten	
Sand	Silikat Sand		
Atmosphäre	Argon		
Besonderheiten	Dickere Flussmittelschicht		
Thermoelemente	2 Thermoelemente Typ K (Hersteller Jumo)		
Anmerkungen	-		
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60		



Abbildung 3.18: Abguss der Probe A-07.

# 3.2.5 Versuchsserie 4: Vergleich eines strukturierten und eines vorgewärmten Rohrs mit den Normalbedingungen

Da sich die Argon Atmosphäre dem ersten Eindruck nach in der letzten Serie als positiv erwiesen hatte, sollte diese weiter verbessert werden, indem eine kontinuierliche Spülung der Form während des Abgusses durch eine Lanze realisiert wurde. Des Weiteren soll eine Probe vorgeheizt werden, um den Temperatureinfluss auf die Bindung besser zu beleuchten.

Probennummer	A-08	
Gießtemperatur	1144	[°C]
Gießzeit	17	[s]
Rohr	Rohr mit feinen Finnen und blan	ker Oberfläche
	Talbreite: 2,5 mm	
	Erhöhungsbreite: 1 mm	
	Schnittiefe variiert: 2 / 2,8 / 3,5 mm	
Schlichte	BBPX	3 Schichten
Sand	Silikat Sand	
Atmosphäre	Argon, kontinuierlich auch während Abguss	
Besonderheiten	-	
Thermoelemente	-	
Anmerkungen	Hoher Sauerstoff- und Wasserstoffgehalt in der Schmelze	
	aufgrund einer hohen Gießtemperatur und Überhitzung im	
	Ofen, welche zu langen Wartezeit in der Pfanne führte.	
	Dadurch Blasenbildung bei der Erstarrung. Nach dem Abguss	
	waren starke Turbulenzen durch Gasbildung an der Oberfläche	
	der Speißer zu sehen.	
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60	

#### Tabelle 8: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch A-08.



Abbildung 3.19: Abguss der Probe A-08 mit Argonspülung während dem Abguss.

Probennummer	P-09	
Gießtemperatur	1120	[°C]
Gießzeit	16	[s]
Rohr	Blank geschliffenes Rohr	
Schlichte	BBPX	3 Schichten
Sand	Normal / Silikat	
Atmosphäre	Luft	
Besonderheiten	Vorgewärmtes Rohr: ~150°C	
	Es wurde kein Chromitsand im Inneren des Rohrs verwendet,	
	um eine lediglich geringere ther	mische Masse auf Temperatur
	bringen zu müssen	
Thermoelemente	Ein Thermoelement Typ K im Inneren des Rohrs (Hersteller	
	Jumo)	
Anmerkungen	Frisch Desoxidierte Schmelze da beim ersten Abguss Probleme	
	mit O/H Gehalten. Hohe Gießtemperatur, Fehlen von	
	Chromitsand und Vorwärmen des Rohrs führten zu	
	Aufschmelzen des Rohrs, das Thermoelement wurde im Rohr	
	eingegossen. Die Temperatur des Thermoelements stieg	
	kurzfristig auf 1185°C an	
	Bei Abguss wieder Gasbildung sichtbar, könnte eventuell	
	aufgrund des Aufschmelzens des Rohrs erklärbar sein oder es	
	kommt aus der Schmelze	
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifbar	nd der Körnung K60

#### Tabelle 9: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch P-09.

Probennummer	N-10		
Gießtemperatur	1110	[°C]	
Gießzeit	18	[s]	
Rohr	Normal / 3 Zonen	Normal / 3 Zonen	
Schlichte	Zirkon / Weiß	3 Schichten	
Sand	Silikat Sand		
Atmosphäre	Luft		
Besonderheiten	-		
Thermoelemente	-		
Anmerkungen	Keine Turbulenzen, ruhigere Erstarrung als die Probe P-09		
Oberflächenvorbereitung	Geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60		

#### Tabelle 10: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch N-10.

## 3.2.6 Versuchsserie 5: Versuche mit aktiver Kühlung und Schutzgasatmosphäre

Bei Versuch P-09, bei dem vorgeheizt wurde und kein Sand im Rohrinneren war, schmolz das Rohr teils auf und Kupferschmelze füllte das Innere des Rohrs.

Die lichtmikroskopische Auswertung des ersten gekühlten Versuchs ergab, dass die Korngröße nach dem Abguss noch sehr fein ist und keine ausgeprägten Rekristallisationsvorgänge stattgefunden haben. Daraus lässt sich schließen, dass die Temperatur des Rohrs nicht für längere Zeit nahe dem Schmelzpunkt von Kupfer gekommen ist, da ab 0,3\*T<sub>s</sub> bei Reinmetallen Rekristallisation eintritt. Mit diesen Ergebnissen und jenen aus den Vorversuchen konnte gezeigt werden, dass bei aktiver Kühlung kein Risiko des Aufplatzens der Rohre besteht. Lediglich eine Abschaltung der Kühlung ist während des Abgusses nicht zulässig. [35]

In dem folgenden Versuch wurde nun eine Probe mit der gleichen Oberfläche, Atmosphäre und Formstoffen wie jene der bisher besten Ergebnisse abgegossen und zusätzlich die aktive Kühlung angewandt. Die vorgegangen Versuchsserien haben ergeben, dass die Verwendung von einer blanken Oberfläche und Argon als Schutzgas bessere Ergebnisse ergibt als die Verwendung von Flussmitteln am Rohr. Deshalb wird nun bei dieser Probe eine sandgestrahlte Oberfläche mit einer geschliffenen gegenübergestellt um eventuell eine weitere Unterscheidung der Oberflächenbeschaffenheit erkennen zu können.

Probennummer	A-11	
Gießtemperatur	1130	[°C]
Gießzeit	12	[s]
Rohr	21 mm Innendurchmesser	
	6 mm Wandstärke	
	Vergleich geschliffen und Sandgestrahlt	
Schlichte	BBPX	3 Schichten

Tabelle 11: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch A-11

Sand	Silikat Sand		
Atmosphäre	Argon, kontinuierlich während dem Abguss		
Besonderheiten	Aktive Kühlung mit Hilfe von IL (50°C Eintrittstemperatur)		
Thermoelemente	Ein Thermoelement Typ K (Hersteller Jumo) an der Rohraußenwandung		
Anmerkungen:	-		
Oberflächenvorbereitung:	Eine Hälfte geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60, die andere Sandgestrahlt		



Abbildung 3.20: Vorbereitete Oberform mit eingelegtem Rohr, die linke Hälfte des Rohrs ist sandgestrahlt, die rechte geschliffen mit K60.

# 3.2.7 Versuchsserie 6: Vergleich aktiv gekühlter Proben mit und ohne Nickelbeschichtung

Der vorangehende Versuch ergab, dass sich das Rohr nach der Abkühlung im Zylinder drehen ließ. Folglich kam es zu keiner ausreichenden Verbindungsbildung oder Aufschrumpfung des Gussmetalls auf das Rohr. Um dieses Ergebnis zu verifizieren und mit den Resultaten des bekannten Verfahrens zu vergleichen bei dem die Oberfläche mit Nickel beschichtet wird, wurden zwei weitere Proben mit aktiver Kühlung abgegossen.

Probennummer	A-12		
Gießtemperatur	1125	[°C]	
Gießzeit	44	[s]	
Rohr	21 mm Innendurchmesser		
	6 mm Wandstärke		
Schlichte	BBPX	3 Schichten	
Sand	Silikat Sand		
Atmosphäre	Argon, kontinuierlich während dem Abguss		
Besonderheiten	Aktive Kühlung mit Hilfe von IL (50°C Eintrittstemperatur, 8 m <sup>3</sup> /h)		
Thermoelemente	-		
Anmerkungen:	-		
Oberflächenvorbereitung:	Eine Hälfte geschliffen mit einem Schleifband der Körnung K60, die andere Sandgestrahlt		

Tabelle	12:	Parameter	und	Anmerkungen	711	dem	Versuch	A-12
lanene	14.	Falameter	unu	Annerkungen	Zu	uem	VEISUCII	A-12

Probennummer	Ni-13		
Gießtemperatur	1130	[°C]	
Gießzeit	42	[s]	
Rohr	21 mm Innendurchmesser		
	6 mm Wandstärke		
Schlichte	BBPX	3 Schichten	
Sand	Silikat Sand		
Atmosphäre	Argon, kontinuierlich während dem Abguss		
Besonderheiten	Aktive Kühlung mit Hilfe von IL (50°C Eintrittstemperatur,		
The sum of a low surface	8 (11 / 11)		
Inermoelemente	-		
Anmerkungen:	Auch nach diesen Versuchen lässt sich das Rohr im Gussteil		
	rotieren, es bildete sich keine ausreichende metallische Bindung.		
Oberflächenvorbereitung:	Nickelbeschichtet (elektrolytisch)		

#### Tabelle 13: Parameter und Anmerkungen zu dem Versuch Ni-13

# 3.3 Thermographie

Ziel dieser Versuche ist es, eine zerstörungsfreie Qualitätsprüfung für die Herstellung von Kupferkühlelementen durchzuführen. Es soll insbesondere eine ausreichende und gleichmäßige Wärmeleitfähigkeit garantiert werden können.

## 3.3.1 Aufbau der Versuche

Um mögliche Unregelmäßigkeiten im Wärmeübergang zwischen den Kupferrohren und dem Gusskupfer der Kühler zu erkennen, wurden einige Stichproben genommen und diese mit Hilfe einer Thermographie-Kamera betrachtet. Dafür wurde durch die Rohrleitungen heiße ionische Flüssigkeit geleitet und diese so rasch erwärmt. Durch die Betrachtung der Oberfläche der Kupferkühler mit der Thermokamera kann so eine zerstörungsfreie Qualitätskontrolle durchgeführt werden. Die Versuche wurden mit Hilfe eines kleineren ILTEC Systems durchgeführt als das in Abschnitt 2.2.1 beschriebene, es besitzt jedoch den gleichen funktionellen Aufbau. Die ionische Flüssigkeit wurde zuerst im Tank auf Temperaturen zwischen 150 und 190 °C erhitzt und dann abrupt in die Kupferkühler gepumpt um einen hohen Temperaturgradienten und damit einen guten Kontrast zu erzielen. Um einen gleichmäßigen Emissionskoeffizienten zu gewährleisten, wurde die Oberfläche der CFM-Kühler abgeschliffen und mit einem matt-schwarzen Lack lackiert. Die verwendete Thermographie Kamera sowie auch die zugehörige Software Smarthview 4.2 stammen vom Hersteller Fluke.

# 3.4 Farbeindringprüfung und numerische Auswertung der Bilder

Im folgenden Abschnitt wird auf die Grenschichtqualität zwischen Rohr und Gussmatrix aus den in Kapitel 3.1 beschriebenen Versuchen eingegangen. Die Probenkörper wurden hierfür zerkleinert, die Oberflächen mit einem Schleifband der Körnung abgeschliffen und anschließend eine Farbeindringprüfung mit den Produkten von Diffutherm durchgeführt.



Abbildung 3.21: Schematischer Ablauf einer Farbeindringprüfung [36].

Wie in Abbildung 3.21 illustriert, wird hierbei nach der Reinigung mit Aceton (Schritt 1) ein niedrigviskoses, rotes Öl aufgesprüht (Schritt 2), welches in alle Fugen und Kavitäten der Oberfläche eindringt und auch feinste Kapillarspalten auffüllt. Anschließend wird die Oberfläche wieder mit Wasser und Aceton von dem überschüssigen Prüfmittel gereinigt (Schritt 3). Nach verstrichener Trocknungszeit wird ein Entwickler aufgesprüht (Schritt 4). Dieser bildet einen dünnen Kreidefilm auf der Oberfläche. Diese Schicht saugt das Öl aus den Spalten hervor und macht kleinste Fehlstellen sichtbar. Das Resultat dieser Behandlung ist eine, wie in Abbildung 3.22 dargestellt, rot/weiß kontrastierte Oberfläche wobei die roten Bereiche eine Fehlstelle anzeigen. Je tiefer und größer solche Fehlstellen sind, desto größer wird der Bereich um den Riss oder die Pore, die durch die Saugkraft des Entwicklers eingefärbt werden.



Abbildung 3.22: Probenkörper nach Probenvorbereitung mit Hilfe der Farbeindringmittel.

Um für die Auswertung nur die relevanten Bereiche herauszufiltern, wurden die Aufnahmen mit Hilfe einer Schablone und einer Halterung gemacht. So kann immer der gleiche Abstand, Winkel und Probenbereich fotografiert werden. Um auch die Lichteinflüsse möglichst zu egalisieren, wurden LED Spots zur Ausleuchtung verwendet und auf gleichbleibende Umgebungsbedingungen geachtet. Anschließend wurde mit Hilfe von Matlab und der darin enthaltenen Image Processing Toolbox ein Code erstellt, welcher die Bilder auf den relevanten Bereich zuschneidet und anschließend durch die Color-Thresholding-Funktion die rötlichen Flächen erkennt. Im nächsten Schritt werden die so generierten Daten in ein binäres Bild abgespeichert. In diesem Bild stellen nun die schwarzen Bereiche die erkannten Fehlstellen dar und die weißen Regionen ohne Hohlräume. Ein perfekt weißes Bild stellt dieser Messmethode nach einen Bereich mit perfekter Bindungsgüte dar und ein vollständig ausgefüllten, schwarzer Balken einen Bereich äußerst schlechter Bindung. Basierend auf der maximalen Pixelanzahl in schwarz und weiße wurde ein Qualiätsindex definiert welcher 100 erreicht bei perfekter Bindung und 0 wenn der gesamte untersuchte Bereich schwarz ist. Dies entspricht einer äußerst schlechten Verbindung mit großen, durchgehenden Spalten. Der Qualitätsindex der einzelnen Bilder ist nun ein guantitativer, vergleichbarer und statistisch auswertbarer Faktor.



Abbildung 3.23: Transformation der originalen Aufnahmen in binäre Bilddateien. Oben sind jeweils die originalen Bildausschnitte mit dem schwarzen Rahmen der Schablone zu sehen und unten die transformierten Ergebnisse. Die linke Probe entspricht einer guten Bindung, die rechte weist große Defekte auf. Mit Hilfe der generierten Zahlenwerte von 224 Probensegmenten konnten unterschiedliche Parameter und Parameterkombinationen verglichen werden, um positive und negative Einflussfaktoren zu erkennen. Durch die Korrelation der genauen Ereignisse der Abgüsse mit den Ergebnissen der Farbeindringprüfung und den genauen Untersuchungen mit Hilfe der Lichtmikroskopie kann eine gute Einschätzung über Einflussfaktoren und deren Auswirkung gemacht werden.

# 3.5 Lichtmikroskopie

Um die beobachteten Trends aus der numerischen Auswertung der Farbeindringprüfung besser mit ihren Ursachen korrelieren zu können, wurden lichtmikroskopische Untersuchungen mit einem Auflichtmikroskop durchgeführt. Die Kupferverbundgussproben wurden nach einem Zerkleinern durch gekühlte Zerspanungsverfahren mithilfe der in Tabelle 14 dargestellten Schritten präpariert. Die geschliffenen und polierten Proben sind in Abbildung 3.24 ersichtlich.

Tabelle 14: Vorbereitungsablauf der Proben für die Lichtmikroskopie.

Schleifen:	240, 320, 600, 1000, 1200, (2000)	Körnung
Polieren	3µm	Diamant Suspension Mono
	50 µm - Alkaline	Colloidal Silica Suspension
Ätzlösung 1	100ml Destilliertes Wasser	Ätzdauer: 10 s bei RT
	2 ml HCl 37%	
	10,5 g Fe <sub>3</sub> Cl (anhydrous)	
Ätzlösung 2	Farbätzmittel nach Klemm II	Ätzdauer: 10 s bei RT
	Stammlösung + Kaliumdisulphat	

## Metallographische Probenvorbereitung



Abbildung 3.24: Links: geschliffen und polierte Proben; Rechts: geätzte Probe.

Die Schliffe zeigten teils Schleifriefen und vor allem in höheren Vergrößerungen auch Reste der Diamantsuspension, welche in das Metall gepresst wurden. Dies lässt sich bei Reinkupfer nur durch sehr langwierige Probenpräparation verringern und wurde durch den Umstand erschwert, dass die Proben teils viele Poren und Verunreinigungen enthielten. Die Qualität der Proben war jedoch ausreichend um einen qualitativen Vergleich der Bindungen anstellen zu können und die Korngröße und Korngrenzen zu sehen.

# 4 Resultate

Im folgenden Kapitel werden die aufbereiteten Daten aller Untersuchungen vorgestellt und die daraus gewonnenen Erkenntnisse behandelt. Im ersten Teil wird die Simulation der Probengeometrie behandelt. Dies wird gefolgt von der Wärmestrombetrachtung der Kühlung, der Grenzschichtanalyse durch Farbeindringprüfung, die Lichtmikroskopie und die Thermographie als zerstörungsfreie Qualitätkontrolle.

# 4.1 Simulation

Aufbauend auf den in Kapitel 2 beschriebenen theoretischen Hintergründen wird in diesem Abschnitt der Herstellprozess mit Hilfe von numerischen Methoden analysiert, um einen Einblick in den Prozess und die vorherrschenden Bedingungen zu gewährleisten. In Kapitel 2 wurde erklärt, welche Einflussfaktoren für einen guten Wärmeübergang zwischen Rohr und Gussmetall eine Rolle spielen und welche Bedeutung eine metallische Verbindung spielt. In dem folgenden Kapitel wird exemplarisch beleuchtet, wie diese Bedingungen im Anwendungsfall zustande kommen. Zusammen mit der Auswertung des experimentellen Teils kann so ein besserer Rückschluss auf die Ursachen für das entstehende Bindungsverhalten und den Wärmeübergang gezogen werden. Für die Betrachtung des Gießprozesses mittels Simulation spricht der deutlich bessere Zugang vieler Parameter als durch Messungen. Die Ermittlung von Geschwindigkeitsverteilungen oder auch lokalen Erstarrungszeiten wäre experimentell nicht mit vertretbarem Aufwand im Rahmen dieser Arbeit durchführbar.

# 4.1.1 Simulation der Probengeometrie für Versuche zur Evaluierung der Einflussfaktoren für die Bindungsqualität

Um einen besseren Einblick in die Strömungen, die Temperaturverteilungen und das Erstarrungsverhalten während der Formfüllung der Probengeometrie zu bekommen, wurde eine Simulation mit Hilfe der Finite Elemente Software Click2Cast von solidThinking durchgeführt.

# 4.1.1.1 Aufbau der Simulation

Bei dieser Software handelt es sich um eine praxisnahe Softwarelösung für Gießereibetriebe, die eine rasche Simulation der Problemstellen zulässt. Es handelt sich hierbei um eine Annäherung um das Verständnis hinsichtlich den Trends in Strömungen, Temperaturverläufen und dem Erstarrungsverhalten zu verbessern. Die Probengeometrie ist ein Horizontaler Zylinder durch dessen Achse das Rohr führt (Abbildung 3.4). Der Anguss erfolgt seitlich von unten und es sind zwei Speiser aufgesetzt. Die Rohre können in dieser Simulation als Kühleisen berücksichtigt werden, eine aktive Kühlung kann jedoch nicht simuliert werden.

## 4.1.1.2 Formfüllung

Mit Hilfe der Simulationssoftware können sowohl die Geschwindigkeitsvektoren von Partikeln in der Schmelze als auch die Schmelze als Volumskörper während der Formfüllung berechnet werden. Dies gibt einen guten Einblick in die unterschiedlichen Strömungsbedingungen innerhalb des Probenkörpers und hilft so die Qualität unterschiedlicher Stellen mit den jeweiligen Bedingungen an der Position der Probe zu korrelieren.



Abbildung 4.1: Geschwindigkeitsvektoren während die Schmelze die Probenform füllt.

Die Form wird nicht gleichmäßig gefüllt, da aufgrund der Angussgeschwindigkeit der Schmelze mit einer dynamischen Überhöhung der Schmelze gegenüber des Angusses gerechnet werden muss. In Abbildung 4.2 und Abbildung 4.3 ist das Formfüllungsverhalten dargestellt.



Abbildung 4.2: Spiegel der Schmelze bei halber Formfüllung (links); Formfüllungszeit an jeder Position der Gussform (rechts).

Je weiter die Formfüllung fortschreitet desto mehr egalisiert sich dieses Phänomen jedoch wieder, wie Abbildung 4.3 zeigt. Der Gießspiegel wird nach mit fortschreitender Formfüllung immer ruhiger, da Strömungen durch die bereits in der Form vorhandene Schmelze gedämpft werden.



Abbildung 4.3: Zeitlicher Verlauf der Formfüllung von der Seite betrachtet.

Bei genauerer Betrachtung der Geschwindigkeitsvektoren in der Angussebene (Abbildung 4.4) wird sichtbar, dass es nicht nur zu einem Aufstauen gegenüber des Angusskanals kommt, sondern auch zu einer Wirbelbildung parallel zur Rohrachse. Eine derartige Strömung könnte einen merklichen Einfluss auf die Grenzschichtqualität haben, da deutliche mehr Energieeintrag auf das Rohr vorhanden ist bevor die Schmelze am Rohr anfriert.



Abbildung 4.4: Zeitlicher Verlauf der Geschwindigkeitsvektoren in der Schmelze; Vertikaler Schnitt durch die Mitte der Probe.

In den Bereichen mit größerer axialer Distanz zum Anguss sind entsprechend der Abbildung 4.5 deutlich weniger Turbulenzen zu erwarten, grundsätzlich sind aber ähnliche Trends zu erkennen.



Abbildung 4.5: Zeitlicher Verlauf der Geschwindigkeitsvektoren in der Schmelze, vertikaler Schnitt bei 1/3 der Probenlänge, an der Position eines Speisers.

## 4.1.1.3 Erstarrung

Bei Analyse der Erstarrungszeiten in Abbildung 4.6 ist zu erkennen, dass die Enden des Probezylinders deutlich rascher Erstarren, da durch die Stirnflächen mehr Energie an den umliegenden Formstoff abgegeben wird und diese Gebiete weiter von den Speisern entfernt sind.



Abbildung 4.6: Isometrische Ansicht (links) und vertikale Schnittfläche durch die Mitte eines Speisers (rechts), die die Erstarrungszeiten in dem Modell darstellen.

## 4.2 Ergebnisse der Untersuchungen der Grenzschichtqualität

In diesem Kapitel wird sowohl auf die Verfahren zur Charakterisierung der Verbindungsflächen der in Kapitel 3.1 beschriebenen Proben eingegangen als auch auf die während den Versuchen aufgezeichneten Messdaten. Es wurden während den Versuchen Temperaturdaten an verschiedenen Stellen der Proben als auch des Kühlkreislaufes aufgezeichnet, welche helfen sollen die Bindungsbildung besser zu verstehen. Die Probenkörper selbst wurden mit Hilfe von Farbeindringprüfung und einer standardisierten

Bildauswertung untersucht. In weiterer Folge wurden ausgewählte Probensegmente mit Hilfe von Lichtmikroskopie untersucht und verglichen. Beide Verfahren und deren Ergebnisse werden im folgenden Abschnitt erläutert.

## 4.2.1 Temperaturmessungen während den Abgüssen

Um die genauen Bedingungen in der Probe besser zu verstehen, wurden bei der Probe S-04 (siehe Tabelle 3) Thermoelemente an drei Stellen (Positionen siehe Abbildung 3.15) angebracht. Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Abbildung 4.7 dargestellt. Wie erwartet steigen die Temperaturen der in der Schmelze liegenden Thermoelemente zu Beginn sehr stark an und erreichen Werte nahe der Gießtemperatur (1132 °C). Anschließend verbleiben die Temperaturen auf einem sehr hohen Niveau knapp unter dem Schmelzpunkt bis die gesamte Probe durcherstarrt ist, da durch die Erstarrung immer weiter Kristallisationswärme frei wird. Nach vollständiger Erstarrung beginnt die Temperatur langsam unter 1000 °C zu sinken. Aus den Messdaten ist ersichtlich, dass sich die gute Leitfähigkeit des Reinkupfers durch eine recht homogene Temperaturverteilung im Gussteil bemerkbar macht, da alle Messwerte nach anfänglichen Schwankungen in einem Bereich von +/- 10 °C beieinander liegen.



#### Abbildung 4.7: Temperaturverläufe unterschiedlicher Regionen in einer ungekühlten Probe.

Um einen Vergleich zwischen den Verhältnissen an der Randschicht eines gekühlten und ungekühlten Rohrs anstellen zu können, wurde bei der Probe A-11 (siehe Tabelle 11 ebenfalls ein Thermoelement an der Rohraußenseite angebracht. In Abbildung 4.8 sind die Temperaturen der beiden Messungen gegenübergestellt. Bei der aktiv gekühlten Probe erreicht die Temperatur maximale Werte von 1045 °C im Vergleich zu einem Höchstwert von

1132 °C bei der ungekühlten Probe. Die Messwerte fallen durch die Kühlung rasch ab und zeigen trotz konstanter Durchflussmessung ausgeprägte, regelmäßige Schwankungen. Die Frequenz der Temperaturfluktuation der Messwertlinie T1 aus Abbildung 4.8 ist vergleichbar groß wie jene der Rücklauftemperatur aus Abbildung 4.9. Diese Temperaturen wurden mit unabhängigen Messgeräten und an unterschiedlichen Stellen aufgezeichnet. Eine mögliche Erklärung hierfür dafür könnte eine unterbrochene Erstarrung des Kupfers sein, da das feste Kupfer eine höhere Wärmeleitfähigkeit besitzt als das flüssige und viel Wärme abgezogen wird. Bei der Erstarrung eines Inkrements der Erstarrungsfront wird Kristallisationswärme frei, welche sich lokal in alle Richtungen ausbreitet und so die Temperatur des nächsten Inkrements wieder knapp unter T<sub>s</sub> anhebt und so eine weitere Erstarrung kurzzeitig verhindert. Da durch die Kühlung Energie entzogen wird, fällt die nächste Schicht wieder unter die Solidustemperatur und erstarrt. Dieser Vorgang wiederholt sich bis der gesamte Gussblock erstarrt ist.

Für die Bindungsstärke zwischen dem Kupferrohr und der Gussmatrix sind die maximale Temperatur der Grenzschicht sowie die Dauer der für die Festkörperdiffusion wirksamen Temperaturen wesentlich, wie bereits in Abschnitt 2.1.4 beschrieben. Aus den Messdaten ist ersichtlich, dass die Kühlung nicht nur einen Einfluss auf die Abkühlgeschwindigkeit hat, sondern auch auf die maximale Temperatur bei Erstkontakt. Wenn das Rohr nicht oberflächlich kurz anschmilzt oder für eine gewisse Zeit eine Temperatur nahe dem Schmelzpunkt vorliegt um Festkörperdiffusionsvorgänge zu ermöglichen, könnte dies zur Folge haben, dass die Verbindung nicht die gleiche Stärke aufweist wie ohne Kühlung. Um dem entgegen zu wirken, können entweder eutektische Legierungen an der Oberfläche aufgebracht werden um den Schmelzpunkt lokal zu senken oder auch eine strukturierte Oberfläche des Rohrs verwendet werden, was das lokale Aufschmelzen der Spitzen begünstigt, wie in Abschnitt 2.1.3 und 2.1.6 genauer erläutert ist.



Abbildung 4.8: Vergleich des Temperaturverlaufs an der Rohroberfläche zwischen einer ungekühlten und einer aktiv innengkühlten Probe.

In der ILTEC Anlage wurden die Temperaturen der Kühlflüssigkeit des Vorlaufs (bevor die Flüssigkeit in die Kupferkühlschlangen eintritt) und des Rücklaufs (nachdem sie diese wieder verlässt) aufgezeichnet. Diese Temperaturverläufe sind exemplarisch für die Probe S-01 in Abbildung 4.9 dargestellt. Die ionische Flüssigkeit hatte zu Beginn des Versuchs eine Temperatur von 55 °C. Bei Gießbeginn wurden die Wärmetauscher geöffnet und es kommt deshalb zuerst zu einem Abfallen der Temperaturen. Bei dem ersten direkten Kontakt der Schmelze mit dem Rohr stieg die Temperatur des Rücklaufs schlagartig an und erreichte ihr Maximum. Die Vorlauftemperatur sank währenddessen zu Beginn weiter ab da kühle Flüssigkeit aus den Wärmetauschern zum Gussstück gepumpt wird. Bei Minute 2:30 begann die Temperatur des Vorlaufs ebenfalls zu steigen. Dies bedeutet, dass die erhitzte Flüssigkeit aus dem eingegossenen Rohr die Weglänge durch Wärmetauscher und Pumpen zurückgelegt hat und nun wieder nach vorne gefördert wird. Die Dauer der ersten kritischen Phase beträgt bei dieser Probengeometrie in etwa eine Minute. Danach kommt es bereits zu einem Absinken der Temperaturen, wobei immer wieder kleinere Schwankungen zu beobachten sind.



Abbildung 4.9: Temperatur der Kühlflüssigkeit vor und nach dem Durchfließen des innengekühlten Rohrs der Probe S-01.

Aus den Daten des Abbildung 4.9 lässt sich mit Hilfe des in Formel 2.3 beschriebenen Zusammenhangs die Kühlleistung berechnen. Diese stellt die dem System entzogene und auf das Kühlwasser übertragene thermische Energie dar und verhält sich wie in Abbildung 4.10 dargestellt. Da der Wärmestrom proportional zur Differenz der beiden Temperaturen ist und die Vorlauftemperatur und der Durchfluss relativ konstant bleiben, gleicht die Form des Verlaufs stark jenem der Rücklauftemperatur. Der erste Peak ist jedoch noch stärker ausgeprägt. Die gesamte über diesen Zeitraum entzogene Enthalpie beträgt 16,9 MJ.



Abbildung 4.10: Entzogene Wärmemenge durch die Innenkühlung des Rohrs der Probe S-01.

## 4.2.2 Farbeindringprüfung und numerische Bildanalyse

Anhand der in Abschnitt 4.2.2 beschriebenen Vorgehensweise wurden die Proben in Hinsicht auf die Bindungsgüte untersucht. In diesem Teil werden die experimentellen Ergebnisse zusammengefasst und interpretiert.

Ein wesentliches Kriterium für die Grenzschichtqualität ist wie aus Abbildung 4.11 entnommen werden kann die untersuchte Stelle am Rohr. Hierbei sind Stellen an denen die Schmelze von unten in Kontakt mit dem Rohr am minderwertigsten, da das Rohr bei Erstkontakt noch relativ kalt ist und die Schmelze sofort anfriert. Außerdem können etwaige Verunreinigungen, Flussmittel oder Gase nicht leicht nach oben abgetrieben werden, da die Auftriebskraft zum größten Teil normal zum Rohr wirkt. Besonders stark beeinträchtigt sind jene Bereiche, welche an der Unterseite des Rohrs positioniert waren und an denen Flussmittel aufgebracht waren da es an diesen Stellen nicht genug Zeit hatte aufzuschmelzen und nach oben hin zu entweichen um aufzuschwimmen. Stattdessen verblieben Flussmittelreste am Rohr welche die Verbindung behindern.



Abbildung 4.11: Auswertung der Farbeindringprüfung - Vergleich unterschiedlicher Stellen radial am Rohr.

Im Gegensatz dazu fallen die beiden Seitenflächen bereits deutlich höherwertiger aus, da dort sowohl der Auftrieb günstiger wirkt als auch das Rohr bereits höhere Temperaturen durch den Kontakt mit der Schmelze angenommen hat. Jene Seite an welcher durch die Simulation stärkere Badbewegungen vorausgesagt wurden, erzielt in den Versuchen bessere Ergebnisse als die gegenüberliegende Seite. Durch die Turbulenzen wird stetig frische, noch nicht durch den Kontakt mit dem Rohr abgekühlte Schmelze nachgeliefert. Dadurch steht am Rohr mehr thermische Energie zur Verbindungsbildung zur Verfügung. Eine laminare Strömung der Schmelze in Richtung der Verbindungsstelle ist folglich ein positiver Einflussfaktor. Das obere Viertel der Proben lieferte in der Gesamtbetrachtung die besten Ergebnisse. Verantwortlich hierfür sind sicherlich die bereits stark gestiegene Temperatur des Rohrs sowie ein begünstigtes Flotieren von nichtmetallischen Fremdkörpern.

Der zweite analysierte Faktor ist der Einfluss der unterschiedlichen Oxidpräventionsmaßnahmen auf die Grenzschicht. Dafür wurden als Kontrollgruppe ebenfalls blankgeschliffene Bereiche in Luftatmosphäre abgegossen. Die für den Sandformenbau verwendete Schlichte enthält jedoch ebenfalls Kohlepulver, welches zur Sauerstoffabbindung beiträgt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.12 dargestellt. Sie legen nahe, dass die Verwendung von Flussmitteln positiv sein kann im Vergleich zum direkten Luftkontakt, jedoch auch negativen Einfluss haben kann wenn die Borax- oder Castolinschicht nicht vollständig schmilzt und aufschwimmt. So entstandene Bereiche von unterdurchschnittlicher Güte machen die Verwendung von Flussmitteln wenig ratsam, vor allem in Hinsicht auf eine konsistente Verbindungsqualität. Die Verwendung von blanken Rohren in Argon-Atmosphäre, in Kombination mit reduzierend wirkender Schlichte für die Abbindung des vorhandenen Restsauerstoffs, erzielte die gleichmäßigste und beste Verbindung. Diese Art der Oxidprävention stellt eine saubere, äußerst wirksame und kostengünstige Technik dar, die in den Versuchen beste Ergebnisse erzielt hat.



Abbildung 4.12: Auswertung der Farbeindringprüfung - Vergleich unterschiedlicher Methoden, um die Oxidbildung an der Rohroberfläche zu verhindern.

Bei Gegenüberstellung aller Ergebnisse in Hinsicht auf die Temperatur des Gussmetalls kurz vor dem Abguss ergibt sich ein Optimum im Bereich von 1115 bis 1130 °C wie in Abbildung 4.13 abgebildet. Dieser Bereich ist typisch für das Gießen von Reinkupfer. Der Umstand, dass erhöhte Temperaturen nicht zwingend zu besseren Bindungsgüten führen, kann durch die vermehrte Sauerstoffaufnahme bei höheren Temperaturen erklärt werden. Das Diagramm hat jedoch nur begrenzte Aussagekraft, da die Proben unterschiedlicher Natur waren und nicht alle anderen Einflussfaktoren konstant gehalten wurden. Für die Durchführung einer repräsentativen Einflussstatistik in Hinsicht auf die Temperatur beim Abguss war der Versuchsumfang nicht ausreichend groß.


Abbildung 4.13: Auswertung der Farbeindringprüfung - Gegenüberstellung in Hinsicht auf die Abgusstemperaturen.

In den Versuchsserien 5 und 6 wurden aktive gekühlte Proben mit den bis dato ermittelten optimalen Randbedingungen abgegossen. Die Proben wurden in Argon-Atmosphäre abgegossen und die Rohre waren blank geschliffen. Es konnte sich bei diesen ersten Tests aufgrund der zu starken Kühlung keine ausreichend starke Grenzschicht ausbilden, da nicht genug thermische Energie an der Oberfläche zur Verfügung stand um eine Verbindung zu erzeugen. Die Kupferschmelze fror lediglich am Rohr an. Nach dem Abkühlen ließ sich das Rohr im Gussblock rotieren, was auf ein Fehlen metallurgischer Bindung hinweist. Im Kontrast dazu verfügte die Vergleichsprobe ohne Kühlung über eine überdurchschnittlich gute Grenzschicht. Dies Beispiel verdeutlicht den Einfluss welchen die zur Verfügung stehende thermische Energie auf die Verbindungsbildung hat. Auch wenn alle oberflächenrelevanten Faktoren optimal gewählt sind, führt das Fehlen von ausreichender Temperatureinwirkung zu keinem metallurgischen Verbund der beiden Kupfermassen.

### 4.2.3 Lichtmikroskopie

In dem folgenden Abschnitt werden die wichtigsten Aufnahmen aus Kapitel 3.5 dargestellt und interpretiert. Die einzelnen Abschnitte sind nach den auftretenden Phänomenen gegliedert.

### 4.2.3.1 Vergleich radialer Positionen am Rohr

Bei direktem Vergleich von unterschiedlichen Positionen an einem Querschnitt aus unterschiedlichen Probekörpern sind deutliche Unterschiede zwischen der Ober- und Unterseite des Rohrs ersichtlich. An der Unterseite, an welcher die Schmelze den Erstkontakt mit dem Rohr macht, ist das Gusskupfer kaum oder gar nicht mit dem Rohr verbunden. Es ist kein direkter metallischer Kontakt vorhanden. Ein deutlich ausgeprägter Spalt mit einer Breite von bis zu 0,2 mm an der Rohraußenseite trennt das Substrat von dem Gussmetall.

Im Gegensatz dazu ist an der Oberseite eine Verbindung der beiden Kupferkörper ersichtlich und es kommt an einigen Stellen zu einem Grenzschichtübergreifendem Kornwachstum. Im rechten Bereich der in Abbildung 4.14 dargestellten oberen Seite eines Rohrs sind mehrere Bereiche in denen das Korn über die Grenzschicht hinweg gewachsen ist. In der linken Hälfte desselben Bildes ist ein direkter metallischer Kontakt ohne übergreifendes Korn zu sehen.



Obere Seite

Untere Seite



Anguss Seite

Turbulente Seite

Abbildung 4.14: Gegenüberstellung der unterschiedlichen Positionen radial am Rohr der Probe A3-II.

Die beiden seitlichen Regionen weißen ähnlich wie im oberen Bereich stellenweise eine Verbindung auf, welche jedoch von Spalten unterbrochen ist. Die Spaltbreite und –länge ist weitaus geringer als im unteren Bereich. Die Ergebnisse dieser Schliffe korrelieren daher sehr gut mit den im theoretischen Teil unter Abschnitt Abbildung 4.14 getroffenen Voraussagen. Die unteren Regionen weisen eine schlechtere Bindung auf da das Rohr bei Erstkontakt noch kalt ist und Verunreinigungen und Gase schlechter abgeschieden werden können. An den seitlichen und oberen Bereichen bildet sich eine deutlich bessere Grenzschicht aus, da dort das Rohr bereits vorgewärmt ist, wenn die Schmelze in Kontakt mit diesem kommt.

### 4.2.3.2 Einfluss von oxidierten Oberflächen

Bei einigen Probenabschnitten kam es aufgrund von Oxidbildung zu einer Verhinderung der Verbindungsbildung. Hierbei handelte es sich um Proben, welche unter Luftatmosphäre und ohne Flussmittel abgegossen wurden.



S-04 blanker Bereich an der Angussseite mit oxidierter Oberfläche

S-04: Bereich mit Castolin an der Angusseite mit einer guten Bindung

Abbildung 4.15: Vergleich einer oxidierten Probe (oben) mit einer Probe bei der die Verwendung eines Flussmittels die Oxidation verhindern konnte.

Ein ausgeprägtes Beispiel hierfür bieten die Probensegmente S-04-II-A und S-04-III-A wie in Abbildung 4.15 dargestellt. Die Bildausschnitte stellen einen Längsschnitt durch den Probenkörper dar, wobei sich das Rohr im Bild oben befindet. Ohne die Verwendung eines Flussmittels oder einer anderen sauerstoffvermindernden Maßnahme kann sich das Gusskupfer nicht mit dem Substrat verbinden, da die Oxidschicht den direkten metallischen Kontakt verhindert. Dies ist im oberen Bild zu sehen. In diesem Probensegment trat eine Spaltbreite von bis zu 1 mm auf. Im Vergleich dazu ergab eine ansonsten idente Probe, die sich lediglich durch die Verwendung des Flussmittels Castolin unterschied, äußerst gute Ergebnisse wie im unteren Bild zu sehen ist. Das Rohr verbindet sich weitgehend mit dem Guss und es wachsen Körner über die Grenzschicht hinaus. Einige Poren lassen die vormalige Oberfläche des Rohrs noch erkennen.

### 4.2.3.3 Herausforderungen beim Einsatz von Flussmitteln

Auf den folgenden Aufnahmen ist zirka ein Viertel des radialen Schnitts durch den Probenkörper zu sehen. Die Grenzschicht bildet in dieser Ansicht einen Kreisbogen von der linken oberen Ecke nach rechts unten und ist in allen Bildern deutlich zu sehen.



A-03: Flussmittel Borax



A-03: Blank geschliffen



A-03: Castolin

Abbildung 4.16: Vergleich von drei Probensegmenten, welche sich lediglich durch die Verwendung von Flussmitteln unterscheiden.

Alle Abschnitte der Abbildung 4.16 sind aus demselben Probekörper entnommen und entsprechen der gleichen Position am Rohr. Eine Oxidation wurde durch Argon-Atmosphäre verhindert. Bei den beiden Segmenten mit Flussmittel kam es nicht zu einem Anschmelzen der Oberfläche oder zu einem grenzschichtübergreifenden Wachstum von Kristallen. Das Segment bei dem eine blank geschliffene Oberfläche vorlag zeigt eine gute Verbindung. Der Grund hierfür könnte sein, dass das Aufschmelzen der Flussmittel ebenfalls einen gewissen Wärmeeintrag benötigt und so weniger Zeit und Wärme für die Verbindungsbildung zwischen den beiden Kupfermassen zur Verfügung steht. Wenn nicht genügend thermische Energie in dem Metallbad vorhanden ist, kann es ebenfalls zu Einschlüssen von festem Flussmittel kommen welche sich durch einen groben Spalt an der Rohrwandung bemerkbar machen. Für die Verwendung von Flussmitteln ist folglich ein höherer Energiebetrag im System notwendig, um dieses effektiv nutzen zu können.

### 4.2.3.4 Einfluss der Position auf die Wirkung des Flussmittels

In den folgenden Bildern sind wiederum Längsschnitte durch die Probe dargestellt wobei das Rohr jeweils oben ist. Ganz oben in der Abbildung 4.17 ist die Unterseite einer Probe zu sehen bei der das Flussmittel Castolin nicht aufgeschmolzen wurde, sondern an der Unterseite des Rohrs eine Verbindung verhinderte. Im Vergleich dazu zeigt das mittlere Bild N-10-II-U den Abschnitt der gleichen Probe an der gleichen radialen Position, wobei kein Flussmittel verwendet wurde. Hier konnte sich eine gute metalische Bindung ausbilden welche einen exzellenten Wärmeübergang ermöglicht.



Probe N-10: Castolin – Unterseite mit Flussmittel

Probe N-10: Blanker Bereich – Unterseite ohne Flussmittel



Probe N-10: Castolin – Turbulente Seite des Rohrs mit Flussmittel

#### Abbildung 4.17: Vergleich von Probensegmenten des in Tabelle 10 beschriebenen Versuchs in Bezug auf das Aufschmelzen und Abtrennen des Flussmittels.

Vergleicht man diese Ergebnisse mit der turbulenten Seite des gefluxten Segments, zeigt dieses bereits ein deutlich besseres Ergebnis mit metallurgischer Bindung zum Rohr. Dieser Umstand kann, wie in 2.1.8 diskutiert wurde, durch die Vorwärmung des Rohrs und die besseren geometrischen Bedingungen an dieser Seite Rohrs erklärt werden.

### 4.2.3.5 Einfluss des Temperatuverlaufs auf die Verbindungsbildung

Die Abbildung 4.18 stellt zwei Segmente einer Probe gegenüber, welche sich nur durch deren axiale Position unterscheiden.



P-09: Aufgeschmolzener Bereich in der Mitte der Probe

P-09: Kältere Randstelle

Abbildung 4.18: Vergleich einer kälteren Randstelle mit einer aufgeschmolzenen Stelle in der Mitte des Probenkörpers P-09 (siehe Tabelle 9)

Das obere Bild zeigt den Probenausschnitt in dem thermischen Zentrum des Probenkörpers. Hier sind Körner zu sehen welche sich über die Grenzschicht zwischen Rohr und Gussmatrix erstrecken. Es gibt kaum Poren oder Eischlüsse. Auf dem zweiten Bild ist ein Ausschnitt nahe dem Ende des Probenzylinders zu sehen. Dieser Bereich erstarrt deutlich schneller und die Wärme, die auf das Rohr übertragen wird, kann am Rand ebenfalls axial weggeleitet werden. Dies ergibt eine geringere Verfügbarkeit von thermischer Energie zur Verbindungsbildung. Hier besteht zwar ein direkter metallischer Kontakt, jedoch ist das Rohr weder aufgeschmolzen noch wuchsen Körner über die Grenzschicht hinaus.

#### 4.2.3.6 Strukuriertes Rohr

Die Verwendung von strukturierten Proben wurde angestrebt, um einerseits lokal thermische Hotspots an den Spitzen der Strukturierungen zu erzielen und andererseits, um die Fläche, die für den Wärmeübergang zur Verfügung steht, zu vervielfachen.

Bei beiden Versuchen mit diesen Rohren kam es jedoch zu Komplikationen und es konnten keine repräsentativen Proben gewonnen werden. Bei der einen Probe war die Flussmittelschicht nicht vollständig trocken und produzierte so Wasserdampf bei Kontakt mit der Schmelze. Bei der anderen Probe enthielt das Gusskupfer zu hohe Sauerstoffgehalte und es kam zur Porenbildung und Oxidation. Die Ergebnisse dieser Probe sind in Abbildung 4.19 dargestellt. Die Ecken der Strukturen wurden nicht vollständig ausgefüllt und bei dem Segment des unteren Bildes gab es sogar ganze Lücken die aufgrund der Oberflächenspannung nicht gefüllt wurden und die Schmelze bereits zuvor erstarrte. In den Bereichen wo das Kupfer in die Zwischenräume gedrungen ist, ist jedoch weitgehend eine metallische Bindung mit grenzschichtübergreifenden Körnern vorhanden. Einige Bereiche

der Oberfläche scheinen durch die Oxidation sichtlich betroffen, hier konnte es trotz des höheren Energieeintrags an den Spitzen der Finnen nicht zu einer Verbindung kommen.



Probe A-08: Durchschnittliche Stelle mit eingezeichneter Grenzschicht

A-08: Gut verbunden Stelle



A-08: Angefrorene Schmelze kann die Hohlräume nicht vollständig füllen

Abbildung 4.19: Unterschiedliche Segmente der Proben bei welchen strukturierte Rohre verwendet wurden (siehe Tabelle 8). Das Rohr befindet sich jeweils im oberen Teil der Bilder und das Gusskupfer im unteren.

### 4.2.3.7 Einfluss der aktiven Kühlung

In Abbildung 4.20 ist deutlich zu sehen, dass sich die Kristallstruktur und Korngröße durch aktiver Kühlung verändert. Die Körner des Rohrs bleiben sehr viel kleiner da nicht genug thermische Energie für die Rekristallisation verfügbar ist. Das Gussmetall erstarrt durch die erhöhte Wärmeabfuhr von der Rohrseite gerichtet und in sehr feinen Kristallen.

An der Grenzfläche kommt es auch bei ansonsten optimalen Bedingungen, zu keiner metallischen Bindung, da bei den Versuchen zu viel Wärme über die Kühlung abgeführt wurde. Es stand folglich nicht genug Energie für das Aufschmelzen oder die übergreifende Rekristallisation zur Verfügung.



S-01: Feines Korn im Rohr- und Gussmetall und eine deutlich ausgeprägte Grenzschicht Abbildung 4.20: Querschnitt der ersten Probe welche mit aktiver Kühlung abgegossen wurde.

### 4.3 Zerstörungsfreie Qualitätskontrolle mittels Thermographie

Im folgenden Kapitel werden die ersten Erfahrungen der Thermographie mit Hilfe des ILTEC Systems vorgestellt. Des Weiteren werden mögliche Verbesserungen diskutiert um mit Hilfe dieses Systems die Gussstücke hinsichtlich ihres Wärmeübergangs auf Qualität zu prüfen.

### 4.3.1 Ergebnisse

Bei einem Durchfluss von rund 25m<sup>3</sup>/h was dem Maximum der kleineren ILTEC Anlage entspricht, sank die Temperatur der Flüssigkeit zwischen Ein- und Austritt des CFM-Kühlers um etwa 45 °C. Dadurch ist der Kontrast auf den thermographischen Aufnahmen für die zweite Kühlschleife jeweils etwas geringer wie in Abbildung 4.21 zu sehen ist. Am untersten Anschlusspunkt strömt die heiße IL B-2001 in das Kühlelement ein, verlässt dieses am zweiten Anschluss von unten und tritt durch den nächsten Anschluss welcher durch ein kurzes Schlauchstück verbunden ist in die zweite Kupferrohrschleife. Die Höhe der Anfangstemperatur der Flüssigkeit war durch die maximale Anwendungstemperatur der ionischen Flüssigkeit von 200 °C nach oben hin begrenzt und wurde von 150 bis 190 °C variiert.



Abbildung 4.21: Rechts: Vorbereiteter CFM-Kühler mit lackierter Oberfläche; Links: Thermographieaufnahme desselben Elements.

In Abbildung 4.22 sind die Aufnahmen unterschiedlicher Elemente gegenübergestellt. Es wurden je Element zwei Bilder mit möglichst vergleichbarem, gutem Kontrast gewählt. In der linken Spalte befinden sich thermographische Bilder von CFM Kühlern, die mit Hilfe der ILTEC Technologie hergestellt wurde. Sie wurden also aktiv gekühlt während des Abgusses. In der rechten Spalte befinden sich die Aufnahmen von Elementen, die ohne Kühlung abgegossen wurden. Bei dieser Vorgehensweise wurden die Rohre mit Chromitsand gefüllt, um diese zu stabilisieren.



Abbildung 4.22: Vergleich der Thermographieaufnahmen mit unterschiedlichen Prüftemperaturen der IL B-2001 sowie eine Gegenüberstellung zwischen Elementen die mit und ohne aktiver Kühlung.

Wie aus Abbildung 4.22 hervorgeht, ist durch höhere Prüftemperaturen ein besserer Kontrast erzielbar. Die beiden Herstellungsvarianten vergleichend, kann durch die vorhandenen Stichproben keine Aussage zur Bindungsgüte getroffen werden da das Verfahren noch nicht präzise genug war. Es ist jedoch gut erkennbar, wie gleichmäßig die Verbindung zwischen dem Rohr und der Gussmatrix ist. Für das Element c) sind in beiden Bildern die selben

Unregelmäßigkeiten an der Kehre der unteren sowie am Ansatz der oberen Kühlschleife zu erkennen. Alle anderen Elemente weisen eine durchwegs gleichmäßige Wärmeleitung auf.

### 4.3.2 Ausblick und Verbesserungen

Durch die ersten Versuche wurde klar, dass eine hohe Heizleistung notwendig ist um die gesamte Flüssigkeit in einer akzeptablen Zeit auf 200 °C zu erhitzen. Es würde in einem kontinuierlichen Produktionsprozess zu viel Zeit benötigen alle Produkte zu testen, da nach jedem Test die Flüssigkeit stark an Temperatur verliert. Es ist des Weiteren notwendig einen deutlich höheren Durchfluss zu realisieren als es mit dieser veralteten Anlage möglich war. Die Leistung der in Abschitt 7.2 abgebildeten Anlage wird diesen Anforderungen bereits gerecht. Sie verfügt außerdem über genügend Heizleistung, um das Intervall zwischen den einzelnen Tests signifikant zu verringern und das größere Tankvolumen der Anlage hilft die Temperatur der IL über den Test hinweg stabil zu halten.

In den Versuchen wurde eine deutliche Verbesserung des Kontrasts durch Steigerung der Temperatur beobachtet. Mit der IL-B2001 sind keine Temperaturen über 200 °C zulässig. Dennoch könnte der Prozess in Zukunft weiter verbessert werden, wenn dieser mit einer Flüssigkeit durchgeführt wird welche höhere Temperaturen zulässt.

Um vergleichbare Ergebnisse für eine kontinuirliche Qualitätssicherung zu gewinnen, ist die oberste Priorität alle Kriterien von der Wahl der Lackierung, dem Betrachtungswinkel hin zu den Förderleistungen und Temperaturen der ILTEC Anlage gleich zu halten. Nur wenn der genaue Zeitpunkt des Flüssigkeitseintritts mit den Thermographieaufnahmen korreliert wird, können die Temperatur-Zeitverläufe der Aufnahmen verglichen werden. Unter Einhaltung dieser Faktoren ist eine Qualitätskontrolle der Kühler durch dieses Verfahren zielführend, da dasselbe Wirkprinzip das überprüft wird, im Betrieb vorherrscht. Lediglich die Richtung der Wärmeleitung ist umgekehrt.

# 5 Zusammenfassung der Ergebnisse

Nach einer eingehenden Literaturrecherche und den durchgeführten Versuchen konnte, die Bedingungen für das Erreichen einer direkten metallische Verbindung zwischen dem Rohr und der Matrix ermittelt werden. Eine metallisch blanke, saubere Oberfläche in Kombination mit einer sauerstoffarmen Atmosphäre hat sich hierbei als erfolgreich erwiesen. Um die geeignete Atmosphäre zu erreichen, wurde Argon erfolgreich als Schutzgas sowie die kohlenstoffhaltige Schlichte Teno®coating BBPX von Foseco auf dem Formstoff eingesetzt um Restsauerstoff abzubinden.

Während der Abgusstemperatur bei den Versuchen eine eher untergeordnete Rolle zugeordnet wird, konnte gezeigt werden, dass die Grenzschichtgüte stark von der radialen Position am Rohr abhängt. Das hierfür verantwortliche Phänomen ist die Vorwärmung und die geometrisch begünstigte Abscheidung von Unreinheiten. Um diesen Effekt auf weiten Teilen des Rohrs besser nutzen zu können, kann das Rohrbündel in gekippter oder vertikaler Position abgegossen werden. Eine weitere Methode um mehr thermische Energie an die Grenzschicht zu führen, ist es eine gerichtete Strömung des Angusssystems auf das Rohr zu richten. Dadurch wird konstant frische Schmelze in diese Richtung geleitet und eine vorzeitige Erstarrung an der Grenzschicht verhindert.





Die Temperatur der Grenzschicht hängt einerseits von den zu- und abgeführten Wärmeströmen ab und andererseits wird für die Erwärmung des Rohrmaterials selbst die Energiemenge  $\Delta E$  benötigt die von der Anfangstemperatur und der zu erhitzenden Masse und somit der Rohrwandstärke abhängt.

Im Falle des Verbundgusses mit aktiv gekühlten Rohren wurde in den ersten Versuchen zu viel Energie aus der Grenzschicht entzogen. Es konnte sich keine metallische Bindung zwischen dem Rohr und dem Gusskupfer ausbilden. Um dem entgegenzuwirken, werden im Kapitel 6 Lösungsansätze diskutiert um höhere Temperaturen des Kupfers der Grenzschicht zu erreichen.

Im Zuge dieser Arbeit wurde eine Vielzahl an Faktoren identifiziert, welche eine Steuerung des Prozesses mit und ohne Kühlung zulassen. Die meisten dieser Beeinflussungsparameter können auf zwei wesentliche Punkte zurückgeführt werden: einerseits den Temperaturverlauf und andererseits die Oxidvermeidung an der Grenzschicht. Diese Zusammenhänge sind in Abbildung 5.2 exemplarisch dargestellt. Hier sind die Wirkrichtungen der möglichen Maßnahmen abgebildet. So kann bei Beobachtung von Grenzschichtfehlern entsprechend korrigiert werden. Für eine Quantifizierung der Einflussstärke der einzelnen Faktoren sind weitere Versuchsserien notwendig.



Abbildung 5.2: Prozesskarte für den Cu-Cu-Verbundguss in Hinsicht auf den Temperatureinfluss und die Oxidpräventionsmaßnahmen.

In diesem Schema ist auf der X-Achse der Temperatur-/ Zeitverlauf der Grenzschicht für Verbindungsbildung dargestellt. Für die Verbindung ist entweder ein kurzes Anschmelzen des Rohrs oder eine Temperatur knapp unter dem Schmelzpunkt für längere Zeit notwendig.

- Der Temperatur-/Zeitfaktor lässt sich grundsätzlich durch alle positiven Energiebeiträge (Wärmeeintrag in das grenzschichtnahe System) weiter nach rechts und durch Entzug von Wärme nach links verschieben.
- Die aufzuheizende Masse beeinträchtigt diesen Faktor ebenfalls, da so die vorhandene thermische Energie pro Masseneinheit beeinflusst wird. Eine dickere Rohrwandung benötigt dabei mehr Energie benötigt, um dieselbe Temperatur zu erreichen.

- Die lokal herrschende Temperatur lässt sich auch durch die Positionierung der Rohre beeinflussen, da es bei einer Schrägstellung der Rohre zum Vorheizen des Kupfers kommt und das Rohr so oberflächlich leichter Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt erreicht.
- Die Strukturierung der Oberfläche führt zu einer stärkeren lokalen Erhitzung der Spitzen, was Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt trotz Kühlung ermöglicht.

Auf der Y-Achse ist Oxidprävention als zusammenfassende Größe dargestellt. Sie umfasst einerseits die in der Gussform herrschende Atmosphäre und andererseits auch den Sauerstoffgehalt der Schmelze und der zur Reaktion mit Sauerstoff zur Verfügung stehenden Elemente.

- Um den Sauerstoff aus der Umgebungsluft abzubinden, können kohlenstoff- und kohlenwasserstoffhaltige Formstoffe und Schlichten verwendet werden.
- Mit Schutzgasen kann Sauerstoff weitestgehend aus der Form verdrängt werden.
- Flussmittel helfen bereits entstandene Oxide zu lösen und deren Neubildung zu verhindern. Das Aufschmelzen des Flussmittels benötigt jedoch Wärme, wodurch wiederum die vorhandene thermische Energie für die Verbindungsbildung gesenkt wird.
- Wenn die Formstoffe zu viel reaktiven Kohlenstoff enthalten, kann es zur Glanzkohlenstoffbildung an den Rohren kommen. Eine derartige Schicht wird eine Verbindung jedenfalls verhindern, da es zu keiner Benetzung des Rohrs durch das Gusskupfer kommt.
- Bei der Verwendung von Wasserstoff als Reaktionspartner f
  ür den vorhandenen Sauerstoff besteht kein Risiko f
  ür die Verbindungsbildung und der Gehalt kann theoretisch beliebig gesteigert werden. Bei Gehalten 
  über 12% kommt es jedoch zur Flammbildung und es besteht eine erh
  öhte Explosionsgefahr, wenn sich das Gas in geschlossenen R
  äumen unter der Decke sammelt. Deshalb werden Gehalte von maximal 5%, wie in Formiergasen, empfohlen.

# 6 Ausblick

Im Zuge dieser Arbeit konnte ein Vorgehen gefunden werden, um eine gute Bindung zwischen den Rohrschlangen und dem Gusskupfer herzustellen, wenn die Rohre mit Sand gefüllt werden. Die Ergebnisse mit aktiver Kühlung waren bei ansonsten gleichen Parametern jedoch noch nicht ausreichend gut. Um diese Grenzschicht in Übereinstimmung mit den Randbedingungen der Zielsetzung weiter zu verbessern, stehen für weitere Versuche eine Reihe an Möglichkeiten zur Verfügung:

- Die Kühlleistung der ILTEC Anlage soll auf das Minimum für die jeweilige Rohrlänge reduzieren werden um nur so viel Energie zu entziehen wie notwendig.
- Es ist eine möglichst vertikale Anordnung der Kühlschleifen in der Form anzustreben um, durch die Wärmeleitung entlang des Rohrs eine Vorwärmung der Randschicht zu erzielen.
- Ein steiler Winkel verringert die maximale Belastung der Kühlflüssigkeit, da der Erstkontakt mit der Schmelze auf einen längeren Zeitraum verteilt wird. Dadurch wird die benötigte Mindestkühlleistung zum Schutz der Kühlflüssigkeit geringer. Daher können mit dem gleichen Kühlsystem größere Gussteile gefertigt werden oder es kann bei kleineren Gussteilen eine geringere Kühlung zur Verbesserung der Grenzschicht eingestellt werden.
- Die Zirkulationsrichtung der Flüssigkeit sollte nach Möglichkeit so gerichtet werden, dass die Flüssigkeit von unten nach oben strömt und so bei fortschreitendem Guss das Rohr ebenfalls vorwärmt.
- Um eine möglichst gute Vorwärmung der Randschicht zu erreichen wird tendenziell eine niedrigere Gießgeschwindigkeit bei erhöhter Gusstemperatur empfohlen.
- Es wird die Verwendung von strukturierten Oberflächen der Rohre empfohlen da dies zu lokal höhere Temperaturen beiträgt und so das Aufschmelzen der Erhebungen und eine gute Bindung begünstigt. Gleichzeitig vervielfacht sich die Oberfläche die für den Wärmeübergang zur Verfügung steht und es kommt damit zu einer formschlüssigen Verbindung der beiden Teile.
- Für dieses Verfahren sind tiefdesoxidierte Kupferrohre zu bevorzugen, da Sauerstoffe einen negativen Einfluss auf die Fügbarkeit darstellten und der restliche Phosphor im Kupfer durch Absenkung der Wärmeleitung zu einem günstigeren Temperaturprofil während dem Abguss führt.

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1: Kupferkühlelement mit eingegossenen Rohrschlangen und	
kombinierter Feuerfestzustellung.	- 5 -
Abbildung 1.2: Typischer Aufbau eines Kupferkühlers: links die Rohrschleifen vor	
dem Abgießen; rechts der fertige Kühler (Quelle: Mettop GmbH).	- 6 -
Abbildung 1.3: Darstellung des gesamten Kupferherstellungsprozesses vom Rohstoff	hin
bis zur fertigen Katode [2].	- 7 -
Abbildung 1.4: Beispiel eines gebohrten Kupferkühlers der Firma Nakkilan Metals [6].	- 8 -
Abbildung 1.5: Füllsimulation eines Kupferkühlers: die Kühlschlangen sind zu diesem	
Zeitpunkt bereits bis zur halben Höhe vom Gussmetall umschlossen (Quelle:	
Click2Cast Simulation des Herstellers solidThinking).	- 9 -
Abbildung 1.6:Beispiel eines speziellen Kühlerdesigns für die Schlackentüre eines	
Elektrolichtbogenofens (Quelle: Mettop GmbH).	- 12 -
Abbildung 1.7: Wasserfreie Kühllösung - Ionische Flüssigkeit IL-B2001 (Quelle:	
Mettop GmbH).	- 13 -
Abbildung 2.1: links: metallisch blankes Rohr, rechts: oxidiertes Rohr.	- 14 -
Abbildung 2.2: Einfluss des Flussmittels auf die Hochtemperaturoxidation von Kupfer	-
oben: benetzt mit Flussmittel; unten: oxidierte Oberfläche ohne Flussmittel.	- 15 -
Abbildung 2.3: Ellingham Diagramm mit hervorgehobener Gleichgewichtslinie für	
Kupfer [17]	- 18 -
Abbildung 2.4: Visualisierung des Wärmeflusses an einer rauen Oberfläche unter	
Annahme einer gleichmäßigen Hitzeeinwirkung an der Oberfläche.	- 19 -
Abbildung 2.5: Darstellung eines möglichen Gaseinschlusses bei längsextrudierten	
Profilen.	- 20 -
Abbildung 2.6: Axiale Rohrstrukturierung mit unterschiedlichen Schnitttiefen.	- 20 -
Abbildung 2.7: Gegenüberstellung der Wirkrichtung der Auftriebskraft während der	
Formfüllung.	- 21 -
Abbildung 2.8: Vorwärmung des Rohrs bei Abguss mit schräggestellten Rohren.	- 22 -
Abbildung 2.9: ILTEC Anlage zur aktiven Kühlung von Hochtemperaturanwendungen.	- 23 -
Abbildung 2.10: Schnitt durch einen teilerstarrten Kühler aus dem die verbleibende	
Schmelze während der Erstarrung abgeführt wurde.	- 24 -
Abbildung 2.11: Gegenüberstellung möglicher Extremfälle des Temperaturgradienten	
in Abhängigkeit von der verwendeten Kühlung, des Wärmeübergangs und der	
thermischen Leitfähigkeit des Rohrs und der Wandstärke des Rohrs.	- 25 -
Abbildung 2.12: Warmfestigkeit von Reinkupfer [23].	- 26 -

Abbildung 2.13: Leitfähigkeit von Kupfer in Abhängigkeit vom	
Legierungsmittelgehalt [27].	- 27 -
Abbildung 2.14: Leitfähigkeit von Metallen und Legierungen in Abhängigkeit der	
Temperatur [28]	- 28 -
Abbildung 2.15: Elektrischer Widerstand von Kupfer als Funktion der Temperatur	
über die Phasenänderung hinweg. [29]	- 29 -
Abbildung 2.16: Verbildlichung des Bernoulli-Effekts [31].	- 30 -
Abbildung 3.1: Versuchsaufbau zur Messung der Drücke im Rohr.	- 33 -
Abbildung 3.2: Pumpendruck und Druck im Rohr über den Durchfluss aufgetragen, in	
Abhängigkeit von der Kühlmitteltemperatur in einem 1,8 m langem Rohr.	- 34 -
Abbildung 3.3: Vergleich der Pumpendrücke zwischen 1,8 und 3,8 m Rohrlänge bei	
unterschiedlichen Temperaturen.	- 35 -
Abbildung 3.4: Probengeometrie mit Anguss und Speisern.	- 36 -
Abbildung 3.5: Kupferrohr, das mit dem Gussmetall verbunden werden soll.	- 37 -
Abbildung 3.6: oben: Strukturiertes Rohr des Versuchs S-06 mit drei	
unterschiedlichen Schnitttiefen. Links: 1 mm; Mitte: 1,8 mm; Rechts: 2,5 mm; /	
unten: Rohr mit schmaleren Finnen für den Versuch A-08 um das Aufschmelzen	
zu begünstigen. Beide Rohre verfügen über einen Außendurchmesser von 33 mm	
und einen von Innendurchmesser 21 mm.	- 38 -
Abbildung 3.7: Primärkupfer, das für die Schmelzen verwendet wird.	- 38 -
Abbildung 3.8: Modell des Probenkörpers für die Gussversuche mit dem	
eingegossenen Rohr in der Mitte; die Beschriftungen beziehen sich auf die	
Oberflächenvorbereitung des Rohrs vor dem Guss.	- 39 -
Abbildung 3.9: Rohr in der Sandform vor dem Zusammenfügen der Form. Das Rohr	
ist in drei Sektionen geteilt, welche mit unterschiedlichen Flussmittel benetzt bzw.	
blank geschliffen wurden - Linkes Drittel: Castolin; Mitte: metallisch Blanke	
Oberfläche; Rechtes Drittel: Borax.	- 39 -
Abbildung 3.10: Probenteilung – links: Extraktion je einer Scheibe aus den Bereichen	
der Flussmittel und dem blank geschliffenen in der Mitte (B, D, F); rechts:	
Zerteilung der Segment C und E in vier kleiner Teilsektionen.	- 40 -
Abbildung 3.11: Unterkasten mit der Schlichte Teno®coating BBPX.	- 41 -
Abbildung 3.12: Probenformhälfte fertig vorbereitet direkt vor dem Zusammensetzen	
des Unter- und Oberkastens - Silikatsand mit Amasilic Binder von Foseco und	
SEMCO Schlichte.	- 41 -
Abbildung 3.13: Formkasten bei der Spülung mit Argon vor dem Abguss - die	
Fasermatten decken die Anguss- und Speiseröffnung ab um übermäßige	
Lufteintritt zu verhindern.	- 42 -

Abbildung 3.14:Teil eines Kernpakets für einen CFM Kühler, welches aus	
Chromitsand hergestellt wurde und mit Zirkonschlichte oberflächlich behandelt ist.	- 43 -
Abbildung 3.15: Formkasten mit eingelegtem Rohr und den Thermoelementen	
positioniert.	- 45 -
Abbildung 3.16: Kupferrohr mit eingeschnittener Struktur, um ein verbessertes	
Aufschmelzen und mehr Oberfläche für den Wärmeübergang zu erzielen.	- 46 -
Abbildung 3.17: Die drei Formenkästen der Versuchsserie 2 nach dem Abguss des	
Reinkupfers.	- 46 -
Abbildung 3.18: Abguss der Probe A-07.	- 48 -
Abbildung 3.19: Abguss der Probe A-08 mit Argonspülung während dem Abguss.	- 49 -
Abbildung 3.20: Vorbereitete Oberform mit eingelegtem Rohr, die linke Hälfte des	
Rohrs ist sandgestrahlt, die rechte geschliffen mit K60.	- 51 -
Abbildung 3.21: Schematischer Ablauf einer Farbeindringprüfung [37].	- 53 -
Abbildung 3.22: Probenkörper nach Probenvorbereitung mit Hilfe der	
Farbeindringmittel.	- 54 -
Abbildung 3.23: Transformation der originalen Aufnahmen in binäre Bilddateien.	
Oben sind jeweils die originalen Bildausschnitte mit dem schwarzen Rahmen der	
Schablone zu sehen und unten die transformierten Ergebnisse. Die linke Probe	
entspricht einer guten Bindung, die rechte weist große Defekte auf.	- 54 -
Abbildung 3.24: Links: geschliffen und polierte Proben; Rechts: geätzte Probe.	- 56 -
Abbildung 4.1: Geschwindigkeitsvektoren während die Schmelze die Probenform füllt.	- 58 -
Abbildung 4.2: Spiegel der Schmelze bei halber Formfüllung (links); Formfüllungszeit	
an jeder Position der Gussform (rechts).	- 59 -
Abbildung 4.3: Zeitlicher Verlauf der Formfüllung von der Seite betrachtet.	- 59 -
Abbildung 4.4: Zeitlicher Verlauf der Geschwindigkeitsvektoren in der Schmelze;	
Vertikaler Schnitt durch die Mitte der Probe.	- 59 -
Abbildung 4.5: Zeitlicher Verlauf der Geschwindigkeitsvektoren in der Schmelze,	
vertikaler Schnitt bei 1/3 der Probenlänge, an der Position eines Speisers.	- 60 -
Abbildung 4.6: Isometrische Ansicht (links) und vertikale Schnittfläche durch die	
Mitte eines Speisers (rechts), die die Erstarrungszeiten in dem Modell darstellen.	- 60 -
Abbildung 4.7: Temperaturverläufe unterschiedlicher Regionen in einer ungekühlten	
Probe.	- 61 -
Abbildung 4.8: Vergleich des Temperaturverlaufs an der Rohroberfläche zwischen	
einer ungekühlten und einer aktiv innengkühlten Probe.	- 63 -
Abbildung 4.9: Temperatur der Kühlflüssigkeit vor und nach dem Durchfließen des	
innengekühlten Rohrs der Probe S-01.	- 64 -

Abbildung 4.10: Entzogene Wärmemenge durch die Innenkühlung des Rohrs der	
Probe S-01.	- 65 -
Abbildung 4.11: Auswertung der Farbeindringprüfung - Vergleich unterschiedlicher	
Stellen radial am Rohr.	- 66 -
Abbildung 4.12: Auswertung der Farbeindringprüfung - Vergleich unterschiedlicher	
Methoden, um die Oxidbildung an der Rohroberfläche zu verhindern.	- 67 -
Abbildung 4.13: Auswertung der Farbeindringprüfung - Gegenüberstellung in	
Hinsicht auf die Abgusstemperaturen.	- 68 -
Abbildung 4.14: Gegenüberstellung der unterschiedlichen Positionen radial am	
Rohr der Probe A3-II.	- 69 -
Abbildung 4.15: Vergleich einer oxidierten Probe (oben) mit einer Probe bei der	
die Verwendung eines Flussmittels die Oxidation verhindern konnte.	- 70 -
Abbildung 4.16: Vergleich von drei Probensegmenten, welche sich lediglich durch	
die Verwendung von Flussmitteln unterscheiden.	- 71 -
Abbildung 4.17: Vergleich von Probensegmenten des in Tabelle 10 beschriebenen	
Versuchs in Bezug auf das Aufschmelzen und Abtrennen des Flussmittels.	- 73 -
Abbildung 4.18: Vergleich einer kälteren Randstelle mit einer aufgeschmolzenen	
Stelle in der Mitte des Probenkörpers P-09 (siehe Tabelle 9)	- 74 -
Abbildung 4.19: Unterschiedliche Segmente der Proben bei welchen strukturierte	
Rohre verwendet wurden (siehe Tabelle 8). Das Rohr befindet sich jeweils im	
oberen Teil der Bilder und das Gusskupfer im unteren.	- 75 -
Abbildung 4.20: Querschnitt der ersten Probe welche mit aktiver Kühlung	
abgegossen wurde.	- 76 -
Abbildung 4.21: Rechts: Vorbereiteter CFM-Kühler mit lackierter Oberfläche;	
Links: Thermographieaufnahme desselben Elements.	- 77 -
Abbildung 4.22: Vergleich der Thermographieaufnahmen mit unterschiedlichen	
Prüftemperaturen der IL B-2001 sowie eine Gegenüberstellung zwischen	
Elementen die mit und ohne aktiver Kühlung.	- 77 -
Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des gekühlten Rohrs und dessen	
Wärmeströmen	- 79 -
Abbildung 5.2: Prozesskarte für den Cu-Cu-Verbundguss in Hinsicht auf den	
Temperatureinfluss und die Oxidpräventionsmaßnahmen.	- 80 -

### Quellenverzeichnis

- [1] Allan J. MacRae: Furnace-wall cooling block, https://patents.google.com/patent/US6280681 (29.03.2018)
- [2] Metalle pro Klima: Kaiser Recycling System: Verfahrensfließbild, http://metalleproklima.de/wp-content/uploads/2015/05/Bild-1-Verfahrensfließ9Fbild.jpg (29.03.2018)
- [3] Haasen, P.: Physikalische Metallkunde, Berlin, Heidelberg (u.a.): Springer Berlin Heidelberg, 1994
- [4] Hartmut Ing. HilleWerner Ing. Otremba: Kühlplatten für Schachtöfen, https://patents.google.com/patent/EP0741190B1 (29.03.2018), 1996
- [5] Karlfried Pfeifenbring: Kühlelement für metallurgische Öfen sowie Verfahren zur Herstellung eines Kühlelements, https://patents.google.com/patent/DE102015001190A1/de?oq=EP+0816515+B1 (29.03.2018), 2016
- [6] Nakkilan Metals: Drilled copper cooling element: Copper Cooling Element, http://nakkilanmetals.com/portfolio-item/copper-cooling-elements/ (24.04.2018)
- [7] Ulrich Stein: Kühlplatte für metallurgische Öfen der Eisen- und Stahlindustrie, https://patents.google.com/patent/EP0816515B1 (29.03.2018), 1998
- [8] PFEIFENBRING, K.; Hering, M.: Kühlelement, insbesondere für Öfen, sowie Verfahren zur Herstellung eines Kühlelementes, 2003
- Seppälä, K.; Koitto, J.; Saarinen, R.: Kühlelement und Verfahren zu dessen Herstellung, https://patents.google.com/patent/EP1954999B1/de?oq=EP-1954999B1 (29.03.2018), 2008
- [10] Fröhlich, G.: Dampfexplosionen durch Kontakt zwischen Wasser und heißen Schmelzen, Chemie Ingenieur Technik 50 (1978), Nr. 11, S. 861–866
- [11] Filzwieser, A.; Filzwieser, I.: Method for cooling a metallurgical furnace: CA Grant, https://patents.google.com/patent/WO2010136403A1/en?q=Method&q=cooling&q=m etallurgical+furnace&assignee=mettop&oq=Method+for+cooling+a+metallurgical+furn ace+mettop 2018, 2010
- [12] Lofting, R.: Brazing and soldering, Crowood Metalworking Guides, New York: Crowood, 2014
- [13] Humpston, G.; Jacobson, D. M.: Principles of soldering, Materials Park, Ohio: ASM International, 2004

- [14] Binnion, J.; Chaix, B.: Old Process, New Technology: Modern Mokume Gane, https://s3.amazonaws.com/academia.edu.documents/32496557/santafepaper.pdf?A WSAccessKeyId=AKIAIWOWYYGZ2Y53UL3A&Expires=1522315980&Signature=JrS B4GNIxH74928ZFaTpNIKOgG4%3D&response-contentdisposition=inline%3B%20filename%3DOId\_Process\_New\_Technology\_Modern\_Mo kume.pdf (29.03.2018)
- [15] Jost, W.: Diffusion in solids, liquids, gases : W. Jost., 3. Aufl., New York: Academic Press, 1960
- [16] Hinzmann, R.: Nichteisenmetalle: Erster Teil: Kupfer, Messing, Bronze, Rotguß, Bd.
   45, Werkstattbücher, Für Betriebsbeamte, Konstrukteure und Facharbeiter, Vienna: Springer, 1941
- [17] Ellingham, H. J. T.: Transactions and Communications, J. Soc. Chem. Ind. (London) 63 (1944), Nr. 5
- [18] Tilch, W.; Polzin, H.; Franke, M.: Praxishandbuch bentonitgebundener Formstoffe,1. Aufl., Berlin: Fachverlag Schiele Schön, 2015
- [19] Knauber Flaschengas: Formiergas, https://www.knauber-flaschengas.de/unsereflaschengase-uebersicht/technische-gase-uebersicht/formiergas-schweissenloeten.html (09.05.2018)
- [20] Satyanarayan; Prabhu, K. N.: Wetting Characteristics of Sn-0.7Cu Lead-Free Solder Alloy on Copper Substrates, Materials Science Forum 710 (2012), S. 569–574
- [21] Mach, E.: Die Prinzipien der Wärmelehre: Historisch-kritisch entwickelt, 2. Aufl., /
   Ernst Mach ; Band 5, Ernst Mach Studienausgabe, Berlin: xenomoi Verlag e.K, 2016
- [22] H. J. Wallbaum: Landolt-Börnstein: "Zahlenwerte und Funktionen", Bd. 2, Bandteil B, Berlin: Springer, 1964
- [23] Deutsches Kupferinstitut: Cu ETP: Werkstoff Datenblätter, http://www.abmkupral.hu/letoltes/certec/Cu-ETP.pdf (22.04.2018)
- [24] finetubes: SICHERE ROHRDRÜCKE, http://www.finetubes.de/produkte/technischereferenzen/sichere-rohrdruecke/ (22.04.2018)
- [25] Smith, C. S.; Palmer, E. W.: Thermal and Electrical Conductivities of Copper Alloys
- [26] Deutsches Kupferinstitut: Eigenschaften: Niedriglegierte Kupferwerkstoffe, https://www.kupferinstitut.de/de/werkstoffe/eigenschaften/niedriglegiertekupferwerkstoffe.html

- [27] Davies, T. W.: THERMAL CONDUCTIVITY VALUES, in: Hewitt, G. F.; Shires, G. L.; Polezhaev, Y. V. (Hrsg.): International encyclopedia of heat & mass transfer, Boca Raton, Fla.: CRC Press, 1997
- [28] Ezenwa, I. C.; Secco, R. A.; Yong, W.; Pozzo, M.; Alfè, D.: Electrical resistivity of solid and liquid Cu up to 5 GPa: Decrease along the melting boundary, Journal of Physics and Chemistry of Solids 110 (2017), S. 386–393
- [29] Böswirth, L.: Technische Strömungslehre: Lehr- und Übungsbuch, Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 2007
- [30] HyperPhysics: Bernoulli Equation, http://hyperphysics.phyastr.gsu.edu/hbase/pber.html (22.03.2018)
- [31] Schweizer-FN: Strömungstechnik: Druckverlust durch Rohrreibung, https://www.schweizerfn.de/stroemung/druckverlust/druckverlust.php#druckverlustrohr (20.03.2018)
- [32] Jischa, M.: Konvektiver Impuls-, Wärme- und Stoffaustausch, Grundlagen der Ingenieurwissenschaften, Wiesbaden (u.a.): Vieweg+Teubner Verlag, 1982
- [33] Lenglet, M.; Kartouni, K.; Machefert, J.; Claude, J. M.; Steinmetz, P.; Beauprez, E.; Heinrich, J.; Celati, N.: Low temperature oxidation of copper: The formation of CuO, Materials Research Bulletin 30 (1995), Nr. 4, S. 393–403
- [34] Bartz, W. J.: Viskosität und Fließverhalten: Glossary, Bd. 7, Handbuch der Tribologie und Schmierungstechnik, Renningen-Malmsheim: expert-Verl., 1994
- [35] Srinivasan, R.: Engineering materials and metallurgy, 2. Aufl., New Delhi: Tatas McGraw Hill Education Private Ltd, 2010
- [36] Academic: Eindringprüfung, http://deacademic.com/dic.nsf/dewiki/378454

### 7 Anhang

### 7.1 Matlab Code für die Quantifizierung der Ergebnisse der Farbeindringprüfung

```
%% Open a sequence of pictures
% Read files file1.txt through file20.txt, mat1.mat through mat20.mat
% and image1.jpg through image20.jpg. Files are in the current directory.
  % Make a new excel file for saving data to excel File
  filename = 'testdata.xlsx';
  A = {'Identity','Quality Index', 'nBlack', 'nWhite'};
  sheet = 1;
  xlRange = strcat('A1');
  xlswrite(filename, A, sheet, xlRange);
  s = 32;
for k = 1:s
  jpgFilename = strcat('Bild_', num2str(k), '.jpg');
  if exist(jpgFilename, 'file')
    inputimage1 = imread(jpgFilename);
  else
    warningMessage = sprintf('Warning: image file does not exist:\n%s',
jpgFilename);
    uiwait(warndlg(warningMessage));
  end
  picture = inputimage1;
  %Crop Image
  cropped = imcrop(picture, [530 1690 850 200]); %I2 = imcrop(I,rect)
crops the image I. rect is a four-element position vector of the form
[xmin ymin width height] that specifies the size and position of the crop
rectangle. imcrop returns the cropped image, I2.
  imshow(cropped);
  pause(1);
  BW = createMask(cropped); %function macro made by color thresholder
   imshow(BW);
  %pause(1); %pause for a short time in order to give the user time to see
the original picture befor showing the BWpicture
  nWhite = sum(BW(:));
  nBlack = numel(BW) - nWhite; %Number of elements in an array
  qualityIndex = 100 - (nBlack/64000*100); %put the reference number for a
perfekt picture here
  % Save to excel File
  A = {num2str(k), qualityIndex, nBlack, nWhite};
  xlRange = strcat('A', num2str(k+1));
  xlswrite(filename, A, sheet, xlRange)
end
  function [BW,maskedRGBImage] = createMask(RGB)
%createMask Threshold RGB image using auto-generated code from
colorThresholder app.
  [BW, MASKEDRGBIMAGE] = createMask(RGB) thresholds image RGB using
  auto-generated code from the colorThresholder app. The colorspace and
9
  range for each channel of the colorspace were set within the app. The
8
  segmentation mask is returned in BW, and a composite of the mask and
8
  original RGB images is returned in maskedRGBImage.
8
```

- 90 -

```
% Auto-generated by colorThresholder app on 30-Jan-2018
%_____
% Convert RGB image to chosen color space
I = rgb2ycbcr(RGB);
% Define thresholds for channel 1 based on histogram settings
channel1Min = 80.000;
channel1Max = 202.000;
% Define thresholds for channel 2 based on histogram settings
channel2Min = 147.000;
channel2Max = 204.000;
% Define thresholds for channel 3 based on histogram settings
channel3Min = 152.000;
channel3Max = 211.000;
% Create mask based on chosen histogram thresholds
sliderBW = (I(:,:,1) >= channel1Min ) & (I(:,:,1) <= channel1Max) & ...</pre>
    (I(:,:,2) >= channel2Min ) & (I(:,:,2) <= channel2Max) & ...
    (I(:,:,3) >= channel3Min ) & (I(:,:,3) <= channel3Max);</pre>
BW = sliderBW;
% Invert mask
BW = \sim BW;
% Initialize output masked image based on input image.
maskedRGBImage = RGB;
\% Set background pixels where BW is false to zero.
maskedRGBImage(repmat(~BW, [1 1 3])) = 0;
```

end



7.2 ILTEC – Anlage: Piping and Instrumentation Diagram (PID)

### 7.3 Datenblatt der ionischen Kühlflüssigkeit IL-B2001

	IL-B2001	Datum	21.01.2016
proionic 🌔	Kühlmittel für metallurgische Anlagen	Revision	7.2
mellop	Produktnummer C000000022	Freigabe	RKa
	Technisches Datenblatt	Seite	1 von 3

#### Produktidentifikation:

- 1-Ethyl-3-methylimidazolium Tetrafluoroborate stabilisiert (stabilized EMIM-BF<sub>4</sub>)
- Registrierungsnummer REACH: 01-2120086816-43-0000
- CAS-Nummer: 143314-16-3
- Summenformel (Hill Notation): C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>BF<sub>4</sub>N<sub>2</sub>

### Produktspezifikationen:

- Gehalt Dialkylimidazolium<sup>+</sup> (HPLC)<sup>1</sup> ≥ 93 %w
- Gehalt BF₄<sup>−</sup> (Titration) ≥ 93 %w
- Gehalt Stabilisator (HPLC) 4.5 5.5 %w
- Gehalt F<sup>-</sup> (Ionenchromatographie) ≤ 1.5 %w
- Gehalt H<sub>2</sub>O (Karl Fischer Titration) ≤ 1 %w
- pH(50)<sup>2</sup> = 5.5 8.0
- Brechungsindex nD<sub>20</sub> = 1.4100 1.4250
- Massenverlust ∆m bei 200°C (TGA, 24h, Ar) ≤ 7 %w
- Aspekt nach Ph.Eur.5.0: klare bis schwach tr
  übe viskose Fl
  üssigkeit
- Farbe nach Ph.Eur.5.0: hellgelb bis braun

### Thermische Eigenschaften:

- Reguläre Betriebstemperaturen: 50°C bis 200°C
- Thermische Stabilität in einem geschlossenen System unter Stickstoff: 200°C f
  ür mind.
   2 Jahre, 250°C f
  ür bis zu 3 Stunden.
- Flammpunkt: Kein Flammpunkt gemäß EU-Methode A.9
- Schmelzpunkt: 15°C bis -60°C<sup>3</sup>
- Siedepunkt: Kein Siedepunkt gemäß OECD 103 und EU Methode A.2
- Zersetzungsenthalpie: +689.2 J/g (endotherm) bei Tonset = 418°C (TGA-DSC, 2K/min, Ar)
- Spezifische Wärmekapazität: 1.325 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (20°C), 1.367 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (40°C), 1.418 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (60°C), 1.457 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (80°C), 1.500 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (100°C), 1.541 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (120°C), 1.583J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (140°C), 1.633 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (160°C), 1.687 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (180°C), 1.698 J·g<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (200°C).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Summe aus 1,3-Dimethylimidazolium, 1-Ethyl-3-methylimidazolium, 1,3-Diethylimidazolium

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> pH-Wert 50 %w in Wasser bei 20°C

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> In Abhängigkeit der Abkühlkinetik und weiterer Parameter bildet IL-B2001 ein Glas oder kristallisiert aus; daraus resultieren beim Aufheizen von IL-B2001 unterschiedliche Schmelzpunkte. Generell liegt der Schmelzpunkt unter 0°C.

	IL-B2001	Datum	21.01.2016
proionic 🌔	Kühlmittel für metallurgische Anlagen	Revision	7.2
mellop	Produktnummer C000000022	Freigabe	RKa
	Technisches Datenblatt	Seite	2 von 3

- Volumetrische Wärmekapazität: 1.666 J⋅cm<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup> (20°C), 1.711 J⋅cm<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup> (40°C), 1.814 J⋅cm<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup> (100°C), 1.864 J⋅cm<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup> (140°C), 1.928 J⋅cm<sup>-3</sup>K<sup>-1</sup> (200°C).
- Wärmeleitfähigkeit: 0.157 W·m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (20°C), 0.162 W·m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> (100°C)
- Thermischer Ausdehnungskoeffizient: 6.61·10<sup>-4</sup> K<sup>-1</sup>

### Weitere Eigenschaften:

- Dichte: 1.2571 g⋅cm<sup>-3</sup> (20°C), 1.2520 g⋅cm<sup>-3</sup> (40°C), 1.2091 g⋅cm<sup>-3</sup> (100°C)
   1.1778 g⋅cm<sup>-3</sup> (140°C), 1.1352 g⋅cm<sup>-3</sup> (200°C).
- Verteilungskoeffizient n-Oktanol/Wasser (log POW) = -1.932 bei 25°C
- Dampfdruck: 2.20·10<sup>-6</sup> Pa (20°C)<sup>4</sup>, 4.30·10<sup>-6</sup> Pa (25°C)<sup>4</sup>, 1.16·10<sup>-3</sup> Pa (75°C),
   5.77·10<sup>-3</sup> Pa (90°C), 1.35·10<sup>-2</sup> Pa (105°C), 6.22·10<sup>-2</sup> Pa (120°C), 8.50·10<sup>0</sup> Pa (200°C)<sup>4</sup>
- Oberflächenspannung: 50.7 mN·m<sup>-1</sup> bei 20°C
- dynamische Viskosität:



<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Interpoliert über Regressionsgerade y = -5075,7x + 11,657 abgeleitet aus den vier experimentell erhaltenen Werten zwischen T = 75°C und T= 120°C; y entspricht log P in [log Pa]; x entspricht 1/T in [1/K], Korrelationskoeffizient r<sup>2</sup> = 0.9872

	IL-B2001	Datum	21.01.2016
proionic 🌔	Kühlmittel für metallurgische Anlagen	Revision	7.2
mellop	Produktnummer C000000022	Freigabe	RKa
	Technisches Datenblatt	Seite	3 von 3

Temperatur [°C]	Viskosität [mPa*s]	Temperatur [°C]	Viskosität [mPa*s]	Temperatur [°C]	Viskosität [mPa*s]
IL-B2001_Probe 1	IL-B2001_Probe 1	IL-B2001_Probe 2	IL-B2001_Probe 2	IL-B2001_Probe 3	IL-B2001_Probe 3
0	82,41	2,5	85,88	1,4	86,55
0	82,41	11,6	54,55	10,7	54,65
20	35,75	21,2	36,83	20,8	36,98
40	18,57	39,6	19,81	39,7	19,54
60	11,43	59,4	12,02	59,1	11,93
80	7,82	79,1	7,81	77,0	7,67
100	5,99	98,7	5,66	94,5	5,70
120	4,87	118,2	3,99	117,8	4,28
130	4,03	130,3	3,55	137,7	3,35
150	3,87	150,1	2,95	157,1	2,89
170	3,19	168,9	2,54	179,5	2,35
		178,50	2,37		

 Korrosionstest bei T=200°C nach 1 Monat in einem geschlossenen System unter Stickstoff

Material	St52	X6	A101	A965	Cu	Monel 400
Korrosion	< 0.08	< 0.01	< 0.01	< 0.03	<0.02	<0.02
∆d/t [mm/Jahr]						

>0,1mm nicht empfehlenswert, ≤0,1mm geeignet, ≤0,05mm gut, ≤ 0,02mm sehr gut

### Anmerkung:

Die dargestellten Werte sind die Ergebnisse aus validierten Untersuchungen an repräsentativen Chargen von IL-B2001<sup>5</sup>. Messwerte aus anderen Chargen können geringfügig abweichen. Auch können sich die physikalisch-chemischen Eigenschaften während der Anwendung mit der Zeit geringfügig verändern. Dies beeinflusst aber keinesfalls die volle Funktionsfähigkeit von IL-B2001 sondern ist das Ergebnis einer ganz normalen Chargen-Variabilität innerhalb der Spezifikationen bzw. das Ergebnis der natürlichen Produktalterung.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Lot.17PI118\_6, 17PI120\_1, 17PI131, 17PI131\_5, 17PI158\_3, 25PI049\_2 und 25PI049\_3