

Lehrstuhl für Gießereikunde

# Masterarbeit

Rheocasting von Aluminium-Silizium-Legierungen: der RheoMetal Prozess im Fokus

# Teo Lino Sol Stoisser, BSc

November 2024



#### EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, den Einsatz von generativen Methoden und Modellen der künstlichen Intelligenz vollständig und wahrheitsgetreu ausgewiesen habe, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich den Satzungsteil "Gute wissenschaftliche Praxis" der Montanuniversität Leoben gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 08.11.2024

Winterschrift Verfasser/in Teo Lino Sol Stoisser

## Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Peter Hofer-Hauser bedanken. Er hat zum Zeitpunkt der Themenfindung, damals noch beim Österreichischen Gießereiinstitut angestellt, diese maßgeblich gestaltet und sie innerhalb des FFG Projekts CircRheo ermöglicht.

Mein besonderer Dank gilt meiner Betreuerin, Frau Dipl.-Ing. Maria Pammer, die mir in jeglicher Hinsicht tatkräftig zur Seite gestanden ist. Sei es bei der Themenfindung als Konsortialführerin des FFG Projekts CircRheo, bei theoretischen und praktischen Fragen sowie organisatorischen Themen. Zu betonen ist die Endphase dieser Masterarbeit, wo ihr schnelles Handeln mir einen zeitgerechten Abschluss ermöglicht hat.

Des Weiteren möchte ich dem Unternehmen Pankl AG für die Finanzierung dieser Masterarbeit meinen Dank aussprechen. Damit will ich mich einerseits Pankl CEO Herrn Wolfgang Plasser für den Entschluss dieses Vorhabens und andererseits Herrn Thomas Hatzenbichler für die Durchführung und regelmäßigen Absprachen erkenntlich zeigen.

Zudem will ich mich bei den Mitarbeitern vom österreichischen Gießereiinstitut in Leoben und Lehrstuhl für Gießereikunde bedanken, die mich während der praktischen Versuche unterstützt haben. Für das zur Verfügung gestellte Material ist mein Dank der Aluminium Rheinfelden Alloys GmbH und der Krenhof AG zu widmen.

Zuletzt möchte ich mich bei meinen Eltern, Großeltern, Brüdern und vor allem meiner Freundin Gina bedanken, die mir während des gesamten Studiums immer zur Seite gestanden sind und mich in jeder Situation unterstützt haben. Darunter will ich besonders meinen Großvater Karlo Fink hervorheben, der mir mit guten Ratschlägen und erheiternden Gesprächen das Schreiben erleichtert hat.

## Kurzfassung

Der RheoMetal<sup>™</sup> Prozess macht sich das Einrühren eines Enthalpie Exchange Materials (EEM) zu Nutze, um eine semi-solide Schmelze herzustellen. Der Verzicht auf eine komplexe Temperaturregelung macht diesen zu einem reproduzierbaren, vielversprechenden Rheocasting-Verfahren für industrielle Anwendungen. Das Ziel dieser Arbeit gilt der Bestimmung der unterschiedlichen Verhaltensweisen der Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg und 6082 bei gleichen Prozesseinstellungen. Des Weiteren findet die Untersuchung des EEMs in Hinblick auf den zurückgelegten Weg sowie seinem Erstarrungsmuster im Gussteil mit dem Tracer Element Tantal statt. Die Grundlagen des Erstarrungsverhaltens der Legierungen wurde mit der Software Thermo-Calc ermittelt. Für das *EEM Tracing* erfolgte der Abguss von tantalhaltigen EEMs in einer 3D gedruckten Sandform. Nach dem Abguss fanden die Untersuchungen mit den Methoden der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC), Lichtmikroskopie in Kombination mit Weck-Ätzung und Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie statt. Mit dem RheoMetal<sup>™</sup> Prozess konnte von jeder Legierung vollständige Gussteile abgegossen werden. Die Mikrostruktur der Legierungen AlSi7MnMg und AlSi4MnMg resultierten in einer klaren Einformung der α-Al Partikel. Die Aufheizkurven der DSC Messungen zwischen den Rheocasting und Vormaterial Proben wiesen keinen nennenswerten Unterscheid auf. Bei der Bestimmung des Festphasenanteils, die mit der Weck-Ätzung ermöglicht wurde, ergab sich ein Festphasenanteil von 18,69 ± 4,59 % der Probe AlSi7MnMg-Rheo. Dieser Wert lässt sich mit der erschwerten, computerunterstützten Auswertung durch die ungleichmäßige Atzung und des Abkühlzeitpunkts in der Dauerform erklären. Ersteres verhinderte eine Auswertung der AlSi4MnMg-Rheo und 6082-Rheo. Das im EEM enthaltene Tantal konnte mittels Rasterelektronenmikroskopie nicht im Gussteil nachgewiesen werden.

## Abstract

The RheoMetal<sup>™</sup> process utilises the stirring of an Enthalpy Exchange Material (EEM) to produce a semi-solid melt. The absence of complex temperature regulation renders it a reproducible and promising rheocasting process for industrial applications. This master's thesis aims to determine the differing behaviours of the alloys AlSi7MnMg, AlSi4MnMg, and 6082 under identical process conditions. Furthermore, the investigation of the EEM focuses on its path travelled and its solidification pattern within the casting part, employing the tracer element tantalum. To treat the proposed research questions the following steps have been implemented: Fundamental research on the solidification behaviour of the alloys was conducted by using the Thermo-Calc software. For the EEM tracing, tantalum containing EEMs were cast in a sand mould. After the casting, analyses were performed using differential scanning calorimetry (DSC), light microscopy combined with Weck-etching, and scanning electron microscopy (SEM) with energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX). Utilizing the RheoMetal<sup>™</sup> process, a fully formed casting part was produced from each alloy. Microstructural analysis of the AISi7MnMg and AISi4MnMg alloys revealed a clear formation of the α-Aluminium particles. The heating curves of the differential scanning calorimetry between the rheocasting and pre-material samples showed no significant difference. Determination of the solid fraction, facilitated by Weck etching, yielded a solid fraction of 18.69 ± 4.59 % for the AlSi7MnMg-Rheo sample. One possible explanation for this value is provided by the challenges in computer-aided analysis due to uneven etching and the cooling point within the casting mould. The same issue impeded an evaluation of the AlSi4MnMg-Rheo and 6082-Rheo samples. The tantalum contained within the EEM could not be detected in the casting part via scanning electron microscopy.

# Inhaltsverzeichnis

1	Einl	leitu	ing	1
2	The	oret	tische Grundlagen	3
2	2.1	Rhe	ocasting	3
	2.1.1	1	RheoMetal™ Prozess	. 5
	2.1.2	2	Semi-Solid Metal (SSM)	. 9
	2.1.3	3	Globulitische Erstarrung	10
	2.1.4	1	Einflussparameter für semi-solide Materialien	11
	2.	1.4.1	Viskosität	11
	2.	1.4.2	Festphasenanteil	12
	2.	1.4.3	Scherspannung und Scherrate	15
	2.	1.4.4	Abkühlrate	16
2	2.2	Alun	ninium-Legierungssysteme1	16
	2.2.1	I	Al-Gusslegierungen	17
	2.2.2	2	Al-Knetlegierungen	20
	2.2.3	3	Rheocasting Legierungen	21
	2.2.4	1	Methoden zur Legierungsentwicklung	22
	2.	2.4.1	Gulliver-Scheil Modell	22
	2.	2.4.2	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)	23
3	Ехр	erin	nentelle Methoden 2	26
3	3.1	The	rmodynamische Berechnungen2	26
3	3.2	Rhe	ocasting-Versuchsreihe2	27
	3.2.1	I	Allgemeiner Ablauf	27

	3.2.	2	AlSi7MnMg mit <i>EEM Tracing</i>	. 29	
	3.2.	3	AlSi4MnMg	. 30	
	3.2.	4	AlSi1MnMg (6082)	. 30	
ć	3.3	Dyr	namische Differenzkalorimetrie (DSC)	.31	
ć	3.4	Met	allografie	.31	
	3.4.	1	Probenvorbereitung	. 32	
	3.4.	2	Lichtmikroskopie und Ätzmethode nach Weck	. 33	
	3.4.	3	Rasterelektronenmikroskopie	. 35	
4	Erg	jebr	iisse	38	
4	4.1	The	ermodynamisches Erstarrungsverhalten	.38	
	4.1.	1	Thermo-Calc	. 38	
	4.1.	2	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)	. 41	
	4.1.	3	Vergleich Thermo-Calc und DSC Kurven	. 43	
4	4.2	Rhe	eocasting-Versuchsreihe	.44	
	4.2.	1	Optische Auswertung vor Weck-Ätzung	. 45	
	4.2.	2	Optische Auswertung nach Weck-Ätzung	. 46	
	4.2.	3	Auswertung des Festphasenanteils	. 49	
	4.2.	4	REM: <i>EEM Tracing</i>	. 50	
	4.2.	5	REM: Intermetallische Phasen und Sponge Effekt	. 51	
5	Dis	kus	sion	54	
Ę	5.1	The	rmodynamisches Erstarrungsverhalten	.54	
Ę	5.2	Rhe	eocasting-Versuchsreihe	.56	
Ę	5.3	Opt	ische Auswertung nach Weck-Ätzung	.57	
Ę	5.4	Fes	tphasenanteil	.58	
ţ	5.5	Ras	sterelektronenmikroskop	.59	
6	Zus	sam	menfassung und Ausblick	62	
Lit	Literaturverzeichnis				
Ab	Abbildungsverzeichnis				
Та	Tabellenverzeichnis				
Ar	Anhang A: Experimentelle Methoden				
	A.1	Pro	zessparameter Rheocasting-Versuchsreihe	.76	
Ar	Anhang B: Ergebnisse				
	B.1	The	ermo-Calc	.77	
_		-			

B.2	DSC Messung – AC70 Rheo	.78
B.3	DSC Messung – AC70 Vormaterial	.79
B.4	DSC Messung – 6082-Rheo	.80
B.5	DSC Messung 6082 – Schmiedematerial	.81
B.6	Funkenspektrometeranalyse AlSi7MnMg	.82
B.7	Funkenspektrometeranalyse AlSi4MnMg	.82
B.8	Funkenspektrometeranalyse 6082	.83

## 1 Einleitung

Seit der Entdeckung der globulitischen Erstarrung in den 1970er Jahren von der Forschergruppe unter der Leitung M.C. Flemings, hat es ein reges Interesse an Rheocasting-Verfahren gegeben. Vor allem Vorteile wie eine bessere Formfüllung mit weniger Gasporositäten, eine niedrigere Formtemperatur sowie eine höhere Werkzeuglebensdauer sind für das Streben nach einem funktionierenden Prozess verantwortlich gewesen. Geführt von diesem Optimismus entstehen zahlreiche, unterschiedliche Verfahrensvarianten. Der große, industrielle Einsatz ist jedoch aufgrund von Themen der Stabilität und Reproduzierbarkeit ausgeblieben. Mit dem von Wessen und Cao entwickelten *Rapid Slurry Forming Process*, später RheoMetal<sup>™</sup> Prozess, scheint dieses Problem gelöst zu sein. Der Zustand einer semi-soliden Schmelze wird in diesem Fall nicht mit komplexer Temperaturregelung, sondern mit dem Einrühren eines *Enthalpy Exchange Materials* (EEM) erreicht.

Im Rahmen dieser Arbeit steht der genannte RheoMetal<sup>™</sup> Prozess im Mittelpunkt der Forschung. Dabei wird die Frage gestellt, wie sich die verschiedenen Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg sowie 6082 bei gleichen Prozesseinstellungen während des Abgusses und auf Mikrostrukturebene verhalten. Des Weiteren findet die Untersuchung des EEMs in Hinblick auf den zurückgelegten Weg und sein Erstarrungsmuster im Gussteil mit dem *Tracer Element* Tantal statt.

Um diese Zielsetzungen zu erreichen, erfolgen im Vorfeld thermodynamische Betrachtungen mit dem Programm Thermo-Calc. Das gewonnene Wissen über die verschiedenen Liquidus- und Ausscheidungstemperaturen dient der Prozessparameterfestlegung für die darauffolgende Rheocasting Versuchsreihe. Die Vorbereitungen für den Nachweis des EEMs im Gussteil gehen mit dem Abguss von Tantal versetzten EEMs in einer 3D gedruckten Sandform einher. Zur Überprüfung der Funktionsfähigkeit des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses kommt es zusätzlich zum Abguss der Legierungen AlSi7MnMg und 6082 im Druckguss Verfahren. Als Untersuchungsmethoden die kommen dynamische Differenzkalorimetrie, die Lichtmikroskopie sowie die Rasterelektronenmikroskopie mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) zum Einsatz. Erstere gewährleistet die Ermittlung des Aufheizverhaltens der im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess abgegossenen Gussteile im Vergleich zu den Vormaterialien. Im Rahmen der Lichtmikroskopie findet zusätzlich die Ätzmethode nach Weck Anwendung. Damit lassen sich Mikroseigerungen im α-Aluminium Korn und deren Wachstumsschicht sichtbar machen. Dieser Effekt bietet Rückschluss auf den Festphasenanteil, der mit einer computerunterstützten Software bestimmt wird. Die Rasterelektronenmikroskopie mit EDX ermöglicht die gualitative und guantitative Bestimmung von intermetallischen Phasen. Der Fokus liegt hierbei auf dem EEM Tracing und somit auf den tantalhaltigen Phasen.

Die vorliegende Arbeit soll im ersten Kapitel ein grundlegendes Verständnis über Rheocasting-Verfahren mit der damit verbundenen globulitischen Erstarrung sowie Einflussparametern bereitstellen. In diesem Kontext kommt es zu einer ausführlichen RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses. Die Aluminium-Legierungssysteme Behandlung des mit Schwerpunkt auf den verwendeten Materialien und Methoden der Legierungsentwicklung bilden einen Übergang zu den experimentellen Methoden. Hierbei erfolgt eine detaillierte Durchführung Beschreibung der praktischen sowie Auswerteverfahren. In den darauffolgenden Kapiteln werden die resultierenden Ergebnisse präsentiert und anschließend kritisch diskutiert. Zum Schluss rundet die Zusammenfassung die Arbeit mit einem Ausblick über zukünftige Forschungsperspektiven ab.

## 2 Theoretische Grundlagen

Dieses Kapitel soll ein Verständnis über die theoretischen Grundlagen der Rheocasting-Verfahren, von der globulitischen Erstarrung bis hin zu den Einflussparametern, vermitteln. Ein besonderer Schwerpunkt liegt hierbei auf dem RheoMetal<sup>™</sup> Prozess. Daneben kommt es zur detaillierten Betrachtung der verschiedenen Aluminium-Legierungssysteme sowie Methoden der Legierungsentwicklung.

### 2.1 Rheocasting

Seit der Entdeckung der Thixotropie in Metallschmelzen hat es einen starken Aufschwung an Forschung und Entwicklung unter den semi-soliden Gießverfahren gegeben [1]. Diese Prozesse lassen sich grundsätzlich in Thixoforming und Rheocasting unterteilen. Thixoforming ist ein allgemeiner Begriff, der die *near-net-shape* Verfahren aus nicht dendritischen, semisoliden Legierungen in einer Metallform umfasst. Die weitere Unterteilung erfolgt bezogen auf den Formaufbau in Thixocasting bei geschlossener Form und Thixoforging wenn eine offene Form zum Einsatz kommt. Der wesentliche Unterschied zum Rheocasting besteht darin, dass beim Thixoforming zwei Prozessschritte erforderlich sind. Bevor der eigentliche Prozess stattfindet, kommt es zur Herstellung von Bolzen, welche im Anschluss in den semi-soliden Bereich erhitzt und in die Form gepresst werden. Beim Rheocasting hingegen, wird der semisolide Zustand direkt in der Abkühlphase der Schmelze erreicht und anschließend abgegossen. Daraus resultieren Vorteile wie der Verzicht auf die Produktion des Vormaterials und das einfachere Recycling des Kreislaufmaterials. [2] In **Abbildung 2-1** sind die zwei unterschiedlichen Routen veranschaulicht.



Abbildung 2-1: Unterschied Thixocasting und Rheocasting [3].

Im Gegensatz zu den konventionellen Gießverfahren, lassen sich beim Rheocasting signifikante Vorteile erkennen. Als ersten positiven Aspekt ist die höhere Viskosität im Vergleich zu flüssigen Schmelzen zu nennen. Diese begünstigt den Übergang von einer turbulenten zu einer laminaren Strömung, welche in einer verbesserten Formfüllung mit weniger Luft- und Oxideinschlüssen resultiert. Zweitens wird eine geringere Überhitzung und folglich niedrigere Temperatur der Schmelze benötigt. Das führt zu einer erhöhten Werkzeuglebensdauer und einer reduzierten Klebeneigung sowie Erstarrungszeit. Einen weiteren Vorteil stellt die Entstehung einer partiell erstarrten Schmelze dar. Sie kann die Volumenschrumpfung reduzieren und eine *near-net-shape* beziehungsweise sogar *net-shape* Produktion ermöglichen. [1] Aufgrund der kleineren Schrumpfung lassen sich zudem dickwandige Gussteile leichter herstellen. Zuletzt verbessert der geringere Anteil an Gasporositäten die Möglichkeit zur Wärmebehandlung. Damit kann eine einfache sowie gezielte Einstellung der mechanischen Eigenschaften erfolgen. [4]

Zu den Herausforderungen zählen das notwendige spezifische Prozesswissen sowie der Mangel an Erfahrung bei der Anwendung der Rheocasting Technologien. Dieses Know-How verlangt einen kontinuierlichen Aufbau mit stetiger Weiterentwicklung. Speziell für die Anfangsphase ist das Vorhandensein von qualifiziertem Personal unumgänglich. Ein weiterer negativer Punkt geht mit der präzisen Temperaturkontrolle einher. Das ist durch die Abhängigkeit des Festphasenanteils sowie der Viskosität von der Temperatur zu begründen. [2]

#### 2.1.1 RheoMetal<sup>™</sup> Prozess

Der RheoMetal<sup>™</sup> Prozess beruht auf dem Prinzip der Enthalpie Übertragung zwischen einer flüssigen Schmelze und einem festen Material, dem *Enthalpy Exchange Material* (EEM). Die meisten Rheocasting-Verfahren stellen den Festphasenanteil über eine äußere Kühlung sowie eine präzise Temperaturkontrolle ein. Im Gegensatz dazu spielt beim RheoMetal<sup>™</sup> Prozess alleinig die Masse des EEMs eine Rolle. Das Prinzip dieser Enthalpie Übertragung kann vereinfacht über folgende Gleichungen beschrieben werden:

$$dQ_{aus} = dQ_{Schmelze} = m_{I} \cdot c_{p,I} \cdot (T_{0}^{L} - T_{SS}) + m_{I} \cdot (1 - f_{I}) \cdot \lambda_{S,I}$$
(2-1)

In Gleichung (2-1) beschreibt m<sub>I</sub> die Masse,  $c_{p,I}$  die Wärmekapazität sowie  $T_0^L$  die Anfangstemperatur der Schmelze,  $T_{SS}$  die Zieltemperatur im semi-soliden Bereich, f<sub>I</sub> den Flüssigphasenanteil bei der Zieltemperatur und  $\lambda_{S,I}$  die freiwerdende Schmelzwärme der flüssigen Legierung. Die freiwerdende Energie der Schmelze aus Gleichung (2-1) kann nun mit der absorbierten Energie des EEMs aus der Gleichung (2-2) gleichgesetzt werden. Daraus lässt sich die Masse des EEMs oder der Schmelze für den angestrebten Festphasenanteil errechnen.

$$dQ_{ein} = dQ_{EEM} = m_{EEM} \cdot c_{p, EEM} \cdot (T_{SS} - T_0^{EEM}) + m_{EEM} \cdot (1 - f_s) \cdot \lambda_{S, EEM}$$
(2-2)

In Gleichung (2-2) stellt m<sub>EEM</sub> die Masse, c<sub>p, EEM</sub> die Wärmekapazität sowie T<sub>0</sub><sup>EEM</sup> die Anfangstemperatur des EEMs, f<sub>s</sub> den Festphasenanteil bei der Zieltemperatur und  $\lambda_{S, EEM}$  die zu absorbierende Schmelzwärme des EEMs dar. Die Gleichungen zeigen, dass ein gewünschter Festphasenanteil ohne äußere Wärmeabfuhr einstellbar ist. [4]

In **Abbildung 2-2** ist der schematische Ablauf des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses veranschaulicht. Als erstes erfolgt das Befüllen eines vorgewärmten Tiegels mit einer Metallschmelze, die etwa 20 °C über der Liquidustemperatur liegt. Anschließend werden 5–8 % dieser Schmelze in eine Kokille mit zylindrischer Innenkontur um einen Stahlstab gegossen. Dieses Material bildet das EEM und ist mit Hilfe des Stahlstabs in ein Karussell eingespannt. Dort befinden sich insgesamt sechs Stäbe, sodass schnelle Taktzeiten und eine hohe Prozesseffizienz sichergestellt sind. Im nächsten Schritt erfolgt das Einrühren eines zuvor abgegossenen EEMs in die Schmelze. Das Nachschalten eines zweiten Rührvorgangs ermöglicht eine Homogenisierung. Danach findet die Überführung der Schmelze in die Schusskammer und der Abguss in der Druckgussmaschine statt. Abschließend werden der Tiegel und der Stahlstab gereinigt und in ihre Ausgangsposition gebracht. Somit finden sich der Tiegel in der Aufheizposition und der Stahlstab in der Gießstation für das EEM wieder und der nächste Zyklus kann beginnen. [5]



Abbildung 2-2: Schematischer Ablauf des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses (Firma CompTech) [6].

Während des Eintauchvorgangs kommt es zur Erstarrung der überhitzten Schmelze an der Oberfläche des EEMs. Dabei bildet sich eine Schicht, die besser unter der Bezeichnung Freeze on Layer bekannt ist. Die Schichtdicke hängt dabei einerseits von der Höhe der Überhitzung und andererseits von der Temperatur des EEMs ab. Bei ihrer Erstarrung überwiegt ein dendritisches Kornwachstum und im Vergleich zur restlichen Schmelze, weist sie einen um etwa 50 % reduzierten Anteil an eutektischer Phase auf. Durch den resultierenden geringeren Silizium Anteil, besteht die Mikrostruktur aus einem höheren Anteil an α-Aluminium. Aufgrund der höheren Liquidustemperatur der α-reichen Randschicht im Vergleich zur Restschmelze, kann bei einer zu niedrigen Schmelzetemperatur ein Wiederaufschmelzen des Freeze on Lavers verhindern werden. Somit verbleit dieser als feste Struktur in der Schmelze und erhöht den Festphasenanteil. Der mikrostrukturelle Unterschied des Freeze on Layers für eine AlSi7Mg0.3 Legierung ist in Abbildung 2-3 ersichtlich. Der Punkt 2 illustriert seine Situation im binären Aluminium-Silizium Phasendiagramm. [7],[8] Payandeh et al. (2017) hat bei der Untersuchung der Schmelzsequenz des EEMs herausgefunden, dass es bei einem Festphasenanteil von etwa 25 % zu einem Loslösen des Freeze on Layers kommt. Ab diesem Zeitpunkt verliert das Material die Fähigkeit den angreifenden Kräften entgegenzuwirken und wird abgeschert. Die Auflösung des EEMs geht anschließend mit dem Schmelzen der eutektischen Phase einher. Das folgende Abbrechen der Dendritenarme und Einrunden dieser wird als Ursprung der globulitischen Partikel postuliert. Demnach ist der RheoMetal<sup>™</sup> Prozess ein hybrides semi-solid Verfahren, da die sphärolithischen Körner sowohl durch die Erstarrung der Schmelze als auch durch das Aufschmelzen des EEMs entstehen. [7]



Abbildung 2-3: Al-Si Phasendiagramm: AlSi7Mg0.3 mit Mikrostruktur [8].

Ein weiteres charakteristisches Merkmal für Rheocastingverfahren stellt die Inhomogenität der Mikrostruktur innerhalb des Gussteils dar. Easton et al. (2006) begründet diese durch das schwammartige Verhalten von semi-soliden Schmelzen. Die bereits erstarrten α-Aluminium Dendriten bilden ein starres, verbundenes Netzwerk, welches von der flüssigen Schmelze Mit fortschreitender Erstarrung reichert sich diese mit gelösten umgeben ist. Legierungselementen an. Sobald Druck ausgeübt wird, beginnt die eingeschlossene, mit gelösten Elementen angereicherte Schmelze wie beim Zusammenpressen von einem Schwamm zu fließen. Bei zu starker Krafteinwirkung kommt es schließlich zur Deformation beziehungsweise zum Brechen von den dendritischen Strukturen, wodurch sie sich schlussendlich auch in der Form wiederfinden können. Das Resultat ist ein Gefüge mit groben Dendriten, umgeben von einer feinen Gussstruktur. Diese Entmischungserscheinungen treten in der Regel gegen Ende des Abgusses auf, weshalb sich die meisten groben Dendriten im Bereich des Angusses befinden. Allgemein ist dieses Verhalten besser unter dem Namen Sponge Effekt bekannt. Mit einem hohen Anteil an globulitischen Körner fällt die Inhomogenität geringer aus. Dies ist mit dem kleineren mechanischen Widerstand begründet. Im Gegensatz dazu ist bei einer niedrigeren Abgusstemperatur aufgrund des stärkeren Netzwerks mit einem größeren Sponge Effekt zu rechnen. [9] In Hinblick auf den RheoMetal<sup>™</sup> Prozess kann zwischen  $\alpha_1$ -,  $\alpha_2$ - und  $\alpha_3$ -Aluminium Körnern unterschieden werden (siehe **Abbildung 2-4**). Bei ersteren setzt die Keimbildung schon während der Rühroperationen im Gießlöffel ein. Dadurch können diese mehr Zeit für ihr Wachstum aufwenden. Im Vergleich dazu bilden sich die  $\alpha_2$ - und  $\alpha_3$ - Aluminium Körner aus der mit Legierungselementen angereicherten Schmelze während der Erstarrung innerhalb der Gussform. Der schnelleren Abkühlrate zufolge nimmt die Größe von  $\alpha_1$ - über  $\alpha_2$ - bis zu  $\alpha_3$ -Partikeln ab. [10],[11],[12] Payandeh, Jarfors et al. (2016) haben anhand von WDS Analysen festgestellt, dass der Silizium Anteil der zuletzt erstarrenden  $\alpha_3$ -Aluminium Körner am größten ist. Im Gegensatz dazu lassen sich die geringsten Anteile in den  $\alpha_1$ -Partikeln finden. [12]



**Abbildung 2-4**: Vergleich von  $\alpha_1$ -,  $\alpha_2$ - und  $\alpha_3$ -Aluminium Körner einer AlSi4 Legierung [12].

Im Laufe des Erstarrungsprozesses reichert sich die Flüssigkeit immer mehr an gelösten Legierungselementen an, bis schließlich die eutektische Reaktion eintritt. Bei der Erstarrung der Randschale beginnt die Gusshaut zu schrumpfen. Das ermöglicht der angereicherten, flüssigen Schmelze aus den angrenzenden Bereichen durch die breiartige Zone der  $\alpha_1$ -Aluminium Globulite vorzudringen. Dieser Mechanismus wird als inverse Seigerung bezeichnet. Mit dem Nachdruck kommt es zu einer Verstärkung dieses Effekts. Es entstehen kleine  $\alpha$ -Aluminium Dendriten in Kombination mit der eutektischen Phase. Neben dieser Morphologie können sich an der Oberfläche auch nahezu reine eutektische Bereiche bilden. Der hohe Anteil der eutektischen Phase lässt darauf schließen, dass diese im letzten Abschnitt der Erstarrung entstehen. Eine mögliche Erklärung liefert die Heißrissbildung durch die auftretenden Zugspannungen in Kombination mit dem angelegten Nachdruck, welche einen Weg der Schmelze zur Oberfläche öffnet. Dieser Ausscheidungsmechanismus ist in **Abbildung 2-5** verbildlicht. [13]



Abbildung 2-5: Vorgeschlagener Ausscheidungsmechanismus der rein eutektischen Bereiche an der Gussoberfläche [13].

Laut Jarfors (2020) ist ein durchschnittlicher Festphasenanteil von 35–40 % für den RheoMetal<sup>TM</sup> Prozess charakteristisch. Dadurch wird er gemäß einiger Literaturquellen als Verfahren mit hohem Festphasenanteil eingeordnet. Die kurze Rührzeit von etwa 20 Sekunden resultiert jedoch in einer schwächeren Ausprägung der Globulite als bei anderen Prozessen. Im Vergleich zum konventionellen Druckguss oder Schwerkraftguss zeigen sich vor allem Verbesserungen im Bereich der thermischen Leitfähigkeit und Duktilität, wobei die Streckgrenze leicht abnimmt. Des Weiteren lassen sich mit dem RheoMetal<sup>TM</sup> Prozess Wandstärken von 0,35 bis über 100 mm realisieren. Es ist hierbei zu erwähnen, dass bei derartigen Extremfällen eine sehr präzise und langwierige Einstellung der Prozessparameter notwendig ist. Nach Angaben von Jarfors sind mittlerweile mehr als 30 Anlagen weltweit im Einsatz. Die derzeitigen Anwendungsgebiete umfassen Gussteile wie Kühlkörper, LED fittings bis hin zu Komponenten in der Automobilindustrie. [5]

#### 2.1.2 Semi-Solid Metal (SSM)

Die Semi-Solid Metal Gießverfahren haben ihren Ursprung in den frühen 1970er Jahren im Rahmen eines Forschungsprojektes unter der Leitung von M.C. Flemings gefunden. Hierbei ist es das Ziel gewesen das Viskositätsverhalten von Blei-Zinnlegierungen während der Erstarrung zu untersuchen. Es hat sich herausgestellt, dass sich unter dem Einfluss einer externen Kraft auf die Schmelze, welche in diesem Versuch mittels mechanischen Rührens realisiert worden ist, keine dendritische, sondern eine globulitische/sphärolithische Morphologie einstellt. [14],[15] Als Grundvoraussetzung für ein SSM beziehungsweise Rheocasting-Verfahren, ist die Erstarrung über einen gewissen Temperaturbereich beziehungsweise ein Zweiphasengebiet zu nennen [16].

#### 2.1.3 Globulitische Erstarrung

Zur Beschreibung der globulitischen Erstarrung haben sich zwei Mechanismen bewährt. Einerseits die Dendritenfragmentation und andererseits die umfangreiche Keimbildung. In diesem Kontext ist darauf hinzuweisen, dass in unterschiedlichen Quellen verschiedene Ansatzmethoden bestehen und somit von dieser Erklärung abweichen können.

Die Forschergruppe unter M.C. Flemings hat den Weg der mechanischen beziehungsweise thermomechanischen Fragmentation von Dendriten postuliert. Diese Idee ist im Laufe der Zeit stetig weiterentwickelt worden. Der Mechanismus basiert auf der Annahme, dass Dendritenstücke durch direktes oder indirektes Rühren abbrechen und sich im Anschluss eine rosettenförmige beziehungsweise sphärolithische Morphologie einstellt. Mit weiterem Rühren wird die Partikelreifung durch die Reduktion der freien Grenzflächenenergie dominant. [3]

Ein alternativer Ansatz von Hellawell beschreibt die Dendritenfragmentation mit dem Wiederaufschmelzen der Dendritenarme. Das liegt der Behauptung zu Grunde, dass das duktile Verhalten der Dendritenarme in diesem Erstarrungsbereich ein Brechen durch reines Rühren verhindert. Es müssen somit lokale Aufschmelzphänomene auftreten damit es zum Abscheren kommt. Diese lassen sich mit Rekaleszenz oder lokaler Rekaleszenz durch Fluktuation erklären. Letzteres kann beispielweise während des Rührens auftreten. [17],[18]

Laut den Anfangsversuchen von Spencer und Flemings zu der Sn-Pb15 Legierung, bilden sich durch stärkeres Rühren und längere Aufenthaltszeit beziehungsweise langsamere Abkühlung vermehrt sphärolithische anstelle von rosettenförmigen Partikeln [18]. In **Abbildung 2-6** sind die Veränderungen der erstarrenden Morphologie durch die Erhöhung der Turbulenz und der Scherrate sowie die zwei Mechanismen der globulitischen Erstarrung dargestellt.



**Abbildung 2-6:** a) Veränderung der Morphologie mit fortlaufender Erstarrung und Scherrate [14]; b) Mechanismen der globulitischen Erstarrung [3].

Der zweite Mechanismus der umfangreichen Keimbildung beruht auf der thermischen Aktivierung und ist mit begrenztem sowie allseitigem Wachstum beschreibbar. Hierbei bewirkt die Entstehung von künstlich erzeugten, lokalen Unterkühlungen eine Beschleunigung der Keimbildung. In diesem Fall spielt die heterogene Keimbildung eine wesentliche Rolle, die an Objekten wie Kokillenwänden, Impfmitteln oder kalt eingetauchten Objekten stattfindet. Dennoch setzt eine erfolgreiche Keimbildung eine gewisse minimale Unterkühlung voraus. Damit entsteht die Schwierigkeit, dass viele der potenziellen Keimstellen inaktiv bleiben, da die latente Wärme der gebildeten Körner lokale Temperaturerhöhungen hervorrufen kann. Um zahlreiche Keime zu bilden, ist daher eine rasche und konstante Abkühlung sowie eine Konvektion der Schmelze nötig. [3],[17]

#### 2.1.4 Einflussparameter für semi-solide Materialien

Es existieren zahlreiche Merkmale, die semi-solide Materialien charakterisieren und deren Kenntnis eine unabdingbare Voraussetzung für funktionierende Rheocasting-Verfahren darstellen. Deswegen sind die bedeutendsten Einflussparameter im Folgenden beschrieben.

#### 2.1.4.1 Viskosität

Die Viskosität stellt die wichtigste beschreibende Eigenschaft von semi-soliden Metalllegierungen dar. Ihre Wichtigkeit kann mit dem Fließvermögen von Flüssigkeiten und dem Elastizitätsmodul von Feststoffen gleichgesetzt werden. Die Viskosität ist durch das erste Newtonsche Gesetz beschrieben, welches in Gleichung (2-3) ersichtlich ist. [19]

$$\tau = \eta \cdot \left(\frac{dv}{dv}\right) = \eta \cdot \dot{\gamma} \tag{2-3}$$

τ beschreibt die Scherspannung, η die Viskosität, v die momentane Geschwindigkeit und  $\dot{γ}$  die Scherrate. Die Viskosität ist für Newtonsche Fluide konstant, allerdings weist sie bei den Nicht-Newtonschen Fluiden eine Abhängigkeit von zahlreichen metallurgischen Prozessparametern auf. Die Gleichung (2-4) veranschaulicht die Abhängigkeit der Viskosität von den verschiedenen Größen. [19],[20]

$$\eta = f(\dot{\gamma}, t_{s}, T_{a}, \dot{T}, c_{o}, f_{s}, F, h)$$
(2-4)

In Gleichung (2-4) ist t<sub>s</sub> die Scherzeit, T<sub>a</sub> die Temperatur der Legierung,  $\dot{T}$  die Abkühlrate, c<sub>0</sub> die Legierungszusammensetzung, f<sub>s</sub> der Festphasenanteil, F der Formfaktor und h der Erinnerungseffekt [20].

#### 2.1.4.2 Festphasenanteil

Der Festphasenanteil übt einen starken Einfluss auf die Viskosität aus und ist maßgebend durch die Temperatur bestimmt. Die Möglichkeiten ihn zu ermitteln, reichen von theoretischen Berechnungen bis hin zu praktischen Methoden. Bei Annahme des thermischen Gleichgewichts, das heißt vollständiger Konzentrationsausgleich im Festkörper sowie in der Schmelze, kann das Hebelgesetz angewendet werden. In diesem Fall wird für die Bestimmung des Festphasenanteils eine gewisse Temperatur und Konzentration benötigt. In **Abbildung 2-7** ist ein beliebiges Phasendiagramm ausgewählt, um die Berechnungsparameter graphisch darzustellen. [21]





Die Berechnung des Festphasenanteils kann über die Gleichung (2-5) erfolgen.

$$f_{s} = \frac{c_{x} - c_{2}}{c_{1} - c_{2}}$$
(2-5)

In dieser Gleichung steht  $f_s$  für den Festphasenanteil und  $c_x$ ,  $c_1$  sowie  $c_2$  für die einzelnen Konzentrationen, die in **Abbildung 2-7** eingezeichnet sind. Im Vergleich zu den Gleichgewichtsbedingungen ist in realen Körpern keine vollständige Diffusion in festen Materialien möglich. Demnach hat sich aus dem Wegfall der Festkörperdiffusion die Scheil-Gleichung zur Bestimmung des Festphasenanteils entwickelt. Sie ist in Gleichung (2-6) beschrieben. [19],[21]

$$f_{s} = 1 - \left(\frac{T_{m} - T_{L}}{T_{m} - T}\right)^{\frac{1}{1 - k}}$$
(2-6)

Hierbei repräsentiert  $T_m$  den Schmelzpunkt,  $T_L$  die Liquidustemperatur, T die Temperatur, bei welcher der Festphasenanteil bestimmt werden soll und k den Verteilungskoeffizient [19]. Genauere Informationen über das Gulliver-Scheil Modell sind dem Kapitel 2.2.4.1 zu entnehmen.

Untersuchungen von Payandeh, Sabzevar et al. (2017) und Granath, Wessén et al. (2018) haben gezeigt, dass sich die Menge der im RheoMetal<sup>TM</sup> Prozess eingestellten  $\alpha$ -Aluminium Phase weit entfernt von den Gleichgewichtsbedingungen befindet. Im Vergleich zum vorhergesagten Wert des Scheil Modells kann der Anteil an  $\alpha$ -Aluminium Partikel um einen Faktor größer zehn abweichen. Nach Analysen des Aufschmelzverhaltens des EEMs und der Festphasenbildung ist der in Kapitel 2.1.2 beschriebene *Freeze on Layer* als zusätzlicher Feststoff ermittelt worden. Dieser stellt sich als kritischer Faktor für die *Slurrybildung* heraus. [7],[22],[23] Die Modellierung seiner Entstehung ist von Jarfors et al. (2023) anhand eines Couette Strömungsmodells vorgenommen worden. Damit lässt sich der größere Wert des Festphasenanteils anhand der Bildung des *Freeze on Layers* in Kombination mit der Ausscheidung des  $\alpha$ -Aluminiums des EEMs erklären. Des Weiteren ist die endgültige *Slurrytemperatur*, welche die Prozesstemperatur nach dem Auflösen darstellt, von der Unterkühlung des Dendritenspitzenwachstums bestimmt. Dies impliziert auch die Ungültigkeit der These, dass sich der gebildete *Slurry* im thermischen Gleichgewicht befindet. [24]

In der Praxis gibt es verschiedenste Möglichkeiten den Festphasenanteil zu bestimmen. Die Ermittlung durch quantitative Metallographie, die Thermische Analyse oder die Anwendung thermodynamischer Daten basierend auf Gleichgewichtsphasendiagrammen finden am häufigsten Anwendung. Bei der quantitativen Metallographie steht die Analyse des semisoliden Gefüges im Vordergrund. Mit einem Abschreckvorgang zum richtigen Zeitpunkt lässt sich das Gefüge einfrieren und der jeweilige Festphasenanteil ermitteln. Im Bereich der thermischen Analyse stehen zwei Möglichkeiten zur Verfügung: die DSC (Differential Scanning Calorimetry) und CCA (Cooling Curve Analysis). Die DSC basiert auf dem Messen der abgegebenen/aufgenommenen Wärme einer Probe und ist für Reinmetalle sowie Legierungen genauer als die CCA. Als Nachteil für die DSC sind unter anderem die kleinen Proben (im Milligramm Bereich), die hohen Kosten und die nötige technische Expertise zu nennen. Aus diesem Grund ist sie für den industriellen Gebrauch ungeeignet. Bei der CCA wird eine Abkühlkurve einer Probe erstellt und anschließend die abgegebene Wärme über den Bereich des Knickpunktes bis zum Haltepunkt berechnet. Diese Wärmemenge ist proportional zum Festphasenanteil. [25] Nähere Informationen über die Funktionsweise einer DSC sind im Kapitel 2.2.4.2 nachzulesen. In Bezug auf den RheoMetal<sup>™</sup> Prozess stellt die Ätzung nach Weck eine häufig angewendete Methode zur Bestimmung des Festphasenanteils dar. Die Farbätzung basiert auf der Sichtbarmachung der Mikroseigerungen innerhalb der α-Aluminium Körner. In Kombination mit einer gezielten Abschreckung, kann der jeweilige Festphasenanteil zu einem ausgewählten Zeitpunkt bestimmt werden [6],[8]. Die genauen Details der Weck-Ätzung sind im Kapitel 3.4.2 beschrieben.

Der Zusammenhang zwischen dem wirksamen Festphasenanteil und der Viskosität ist von Chen und Fan (2001) beschrieben worden und in den Gleichungen (2-7) sowie (2-8) ersichtlich. Der wirksame Festphasenanteil setzt sich aus der Summe des Festphasenanteils und des eingeschlossenen Flüssigphasenanteils zusammen. In ihrem Modell ist eine semisolide Schmelze eine Suspension, in der runde, feste Partikel in einer flüssigen Matrix verteilt sind. Einerseits führen Kohäsionskräfte zwischen den Partikeln zu Agglomeration und andererseits resultieren die einwirkenden Scherkräfte zu Deagglomeration. [20],[26]

$$\eta = \eta_0 \cdot (1 - f_s^{eff})^{-\frac{5}{2}}$$
 (2-7)

$$\mathbf{f}_{\mathrm{s}}^{\mathrm{eff}} = (1 + \frac{\mathrm{S} \cdot \mathrm{I}}{\mathrm{S}} \cdot \mathrm{A}) \cdot \mathbf{f}_{\mathrm{s}}$$
(2-8)

In Gleichung (2-7) spiegelt  $\eta$  die Viskosität,  $\eta_0$  die Viskosität der flüssigen Phase und  $f_s^{eff}$  den wirksamen Festphasenanteil wider. Letzterer ist wiederum in Gleichung (2-8) durch den Strukturparameter S, welcher als die durchschnittliche Anzahl an Partikeln in den Agglomeraten definiert ist, den Modellparameter A, der durch den linearen Zusammenhang den Packungszustand beschreibt und mit steigendem  $f_s$  abnimmt sowie dem theoretischen Festphasenanteil  $f_s$  definiert. Die Viskosität einer semi-soliden Schmelze ist somit eine direkte Funktion des wirksamen Festphasenanteils und der Viskosität der flüssigen Matrix. Diese steigt mit einem zunehmenden Festphasenanteil an, bis der DCP (Dendrite Coherency Point)

erreicht ist. Ab diesem Punkt formt sich ein festes, dreidimensionales Skelett, wodurch es zu einem abrupten Anstieg der Viskosität kommt. [20]

In **Abbildung 2-8 a** ist das Verhältnis zwischen Viskosität und Festphasenanteil einer dendritisch und einer globulitisch erstarrenden Schmelze gegenübergestellt. Der Grund, dass sich in semi-soliden Schmelzen der DCP zu höheren Festphasenanteilen verschiebt, lässt sich auf die globulitische Erstarrung zurückführen. [19]



Abbildung 2-8: a) Schematische Darstellung des Zusammenhangs der Viskosität und des Festphasenanteils bei unterschiedlicher Gefügeausbildung [19]; b) Zusammenhang von Viskosität und Festphasenanteil einer Al4.5Cu1.5Mg Legierung bei Variation der Scherrate in Anlehnung an Nafisi, Ghomashchi et al. [20].

#### 2.1.4.3 Scherspannung und Scherrate

Die angreifende Scherkraft ist mitunter eine der wichtigsten Prozessparameter, die einen maßgeblichen Einfluss auf die Viskosität beziehungsweise die Morphologie hat. Wie in Kapitel 2.1.3 erwähnt, weist die Dendritenfragmentation eine starke Abhängigkeit von der Scherspannung/Scherrate auf. Zudem die einwirkende Kraft kann eine Art Gleichgewichtsbedingung zwischen Agglomeration und Deagglomeration der abgebrochenen Dendritenarme herstellen, sodass sich keine massigen Partikel ansammeln. Eine steigende Scherkraft beziehungsweise Scherrate bewirkt eine Verringerung der Viskosität in semisoliden Schmelzen. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 2-8 b anhand einer Al4.5Cu1.5Mg Legierung zu sehen. [20]

#### 2.1.4.4 Abkühlrate

Wie in Kapitel 2.1.3 beschrieben, spielt die Abkühlrate für die Einstellung der sphärolithischen Morphologie eine wichtige Rolle. Nicht weniger bedeutend stellt sich der Einfluss auf die Viskosität heraus. Mit steigender Abkühlrate nimmt die Viskosität der Schmelze zu. Hierbei resultiert die verkürzte Anwesenheit im semi-soliden Bereich zu einem verminderten Abbrechen der strukturellen Verbindungen zwischen den Partikeln. Der Zusammenhang von Viskosität und Abkühlrate ist in **Abbildung 2-9** anhand einer AlSi7Mg illustriert. [27]



Abbildung 2-9: Zusammenhang der Viskosität und des Festphasenanteils bei unterschiedlicher Abkühlrate [27].

### 2.2 Aluminium-Legierungssysteme

Die Legierungsvielfalt von Aluminium ermöglicht ein breites Anwendungsspektrum. Dabei kann grundsätzlich zwischen Gusslegierungen und Knetlegierungen unterschieden werden. Gusslegierungen sind bekannt für ihr gutes Formfüllungsvermögen und ihre Gießbarkeit. Außerdem enthalten sie meist einen hohen Anteil an Legierungselementen, der in der Regel zwischen 10-12 Gew.-% beträgt. Im Vergleich dazu weisen Knetlegierungen eine gute Umformbarkeit bei meist geringem Legierungsgehalt (1-2 Gew.-%) auf. Die wichtigsten Legierungselemente des Aluminiums sind Mangan, Silizium, Zink, Magnesium und Kupfer. Hierbei ist anzuführen, dass Mangan als Hauptlegierungselement nur in Knetlegierungen vorkommt. In Abbildung 2-10 sind die Hauptlegierungselemente und deren Legierungssysteme des Aluminiums zu sehen. [28]

```
Masterarbeit T.S.
```



Abbildung 2-10: Hauptlegierungselemente des Aluminiums [28].

Die im praktischen Teil untersuchten Legierungen befinden sich im Legierungssystem Aluminium-Silizium und werden deshalb als Hauptaugenmerk für die Literaturrecherche herangezogen.

### 2.2.1 Al-Gusslegierungen

20–25 % der weltweiten Aluminiumproduktion sind auf Aluminiumgussteile zurückzuführen. Die Einteilung der verschiedenen Legierungsklassen ist komplex und unterscheidet sich über die unterschiedlichen globalen Regionen [29]. Die Hauptlegierungselemente der europäischen Norm nach DIN EN 1780:2002 sind in **Tabelle 2-1** zu sehen.

Tabelle 2-1:	Hauptlegierungselemente	der Al-Gusslegierungen nach DIN EN 17	780:2002 [30]:
			[].

Legierungsgruppe	Legierungselement
2хххх	Kupfer
4xxxx	Silizium
5xxxx	Magnesium
7xxxx	Zink
8xxxx	Zinn
9xxxx	Vorlegierung

Das mit Abstand wichtigste Legierungselement für die Aluminium-Gusslegierungen bildet das Halbmetall Silizium. Der Grund ist unter anderem die exzellente Gießbarkeit. Diese resultiert aus der sinkenden Viskosität mit steigendem Si-Gehalt, dem kleinen Erstarrungsintervall sowie dem Fakt, dass Silizium die Volumenschrumpfung des Aluminiums durch seine Ausdehnung ausgleicht. Der Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Siliziums ist mehr von der Form und der Verteilung als von dem Gehalt abhängig. Kleine, eingerundete Si-Partikel, die fein verteilt sind, können zu einer Verbesserung der Duktilität führen. Im Vergleich dazu sind facettierte, nadelförmige Partikel eher spröde, weshalb sie eine höhere Festigkeit bei verringerter Dehnung aufweisen. [31] Das binäre Al-Si Phasendiagramm ist in **Abbildung 2-11** zu sehen. Das Legierungssystem Aluminium-Silizium bildet bei etwa 12,5 % Silizium und einer Temperatur von 577 °C ein Eutektikum. Bei einem geringerem Siliziumgehalt wird von einem untereutektischen und bei einem höherem Siliziumgehalt von einem übereutektischen System gesprochen. [32]



Abbildung 2-11: Aluminium-Silizium Phasendiagramm [32].

Die maximale Randlöslichkeit von Silizium in Aluminium beträgt 1,65 Massen-% und wird bei der eutektischen Temperatur erreicht. Es ist zu berücksichtigen, dass es sich beim Phasendiagramm um eine Darstellung des Gleichgewichts handelt, weshalb es in der Praxis zu Abweichungen der Werte kommen kann. Die Abkühlung einer untereutektischen Legierung durchläuft folgendes Schema: Zunächst kühlt die Schmelze bis zur Liquidustemperatur ab. Nach Erreichen dieser Temperatur bilden sich  $\alpha$ -Mischkristalle bis zur Eutektikalen. Danach folgt die eutektische Reaktion und es bildet sich das Eutektikum aus, welches aus Siliziumplatten, eingebettet im  $\alpha$ -Mischkristall, besteht. Ohne entsprechender Maßnahmen, wie im Kapitel 2.1 beschrieben, erstarrt der  $\alpha$ -Mischkristall dendritisch. [32]

Die relevantesten Legierungen für den Formguss beziehen sich auf die Systeme Al-Si-Cu, Al-Si-Mg, Al-Si-Mg-Cu, Al-Si und Al-Mg. Die Al-Si-Cu Legierungen stellen eine Universallegierung dar, die mit einer guten Gießbarkeit, entsprechenden mechanischen Eigenschaften sowie einer großzügigen Verunreinigungsgrenze hervorsticht. Als negativer Aspekt ist jedoch die Korrosionsbeständigkeit besonders bei kupferreichen Legierungen zu nennen. [31] Kupfer kann in Aluminiumlegierungen entweder in gelöster Form oder als intermetallische Phase, wie beispielsweise CuAl<sub>2</sub>, vorliegen. Besonders in fester Lösung kann es zu einem Anstieg der Zugfestigkeit und Härte kommen. Allerdings ist Kupfer nachteilig für die Korrosionsbeständigkeit, da es in der Oxidschicht dispergiert und ihre Passivierung dadurch behindert. Zudem ist im Bereich 4–6 Gew.-% Cu mit einer verringerten Gießbarkeit sowie steigender Heißrissneigung zu rechnen, da ein großer Erstarrungsbereich vorherrscht.

Aluminium-Magnesiumlegierungen sind bekannt für ihre gute Korrosionsbeständigkeit. Grund dafür ist die Bildung einer stabileren Passivschicht mit einem höheren spezifischen Volumen. Des Weiteren ist mit steigendem Magnesium ein Anstieg an Härte, Festigkeit und Ermüdungsverhalten zu verzeichnen. Gleichzeitig kommt es zu einem Abfall der Duktilität. Die Gießbarkeit stellt einen Nachteil dieser Legierungen dar und bei geringen Gehalten kommt es zu einer verstärkten Heißrissneigung. [31] Die Eigenschaft zur Anodisierung ermöglicht die Verwendung in dekorativen Anwendungen bis zu einem Gehalt von 2,5 Gew.-% Mg [30].

Eisen ist ein häufiger Begleiter in Gusslegierungen. Die Nachteile der spröden Phasenbildung, geringeren Korrosionsbeständigkeit und die schlechtere Bearbeitbarkeit sind bekannt. Dennoch wird Eisen vor allem im Dauerformguss häufig als Legierungselement verwendet, da es die Klebeneigung reduziert. [33],[34]

Mit den unterschiedlichsten Legierungselementen nimmt folglich auch die Anzahl der intermetallischen Phasen Ausscheidung findet meist den zu. Ihre in Dendritenzwischenräumen statt. Typischerweise sind sie für ihre Sprödigkeit und Härte bekannt, was wiederum einen Nachteil für die Duktilität bildet. Beispiele für intermetallische Phasen in Aluminium-Silizium-Magnesiumlegierungen stellen die plattenförmige β-AlFeSi/Al<sub>5</sub>FeSi, die "chinesenschriftartige" π-AlMgFeSi/Al<sub>8</sub>Mg<sub>3</sub>FeSi<sub>6</sub> oder die nadelförmige Al<sub>4</sub>SrSi<sub>2</sub> dar. Die versprödende Wirkung der β-Al<sub>5</sub>FeSi Phase kann durch den gezielten Zusatz von Mangan verhindert werden. Dieser Effekt beruht auf ihrer Abbindung in der eingerundeten Phase α-Al<sub>15</sub>(Fe,Mn)<sub>3</sub>Si<sub>3</sub>. Das resultiert in einer "chinesenschriftartigen" oder polygonalen Struktur. [34]

Im System Al-Si-Mg-Fe-Mn können die beschriebenen  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\pi$ - und Mg<sub>2</sub>Si-Phase neben dem Aluminium Mischkristall sowie Silizium im Gleichgewicht vorkommen. Während die Formation der  $\pi$ -Al<sub>8</sub>Mg<sub>3</sub>FeSi<sub>6</sub> Phase mit steigender Abkühlrate zunimmt, verringern sich die Anteile der Mg<sub>2</sub>Si und  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi-Phasen. Die  $\pi$ -Phase erscheint im Gefüge mit "chinesenschriftartigem" Gefüge und ist oft eng mit der  $\beta$ -Phase verknüpft. Aus diesem Grund ist sie speziell in Mangan haltigen Legierungen, nur bei großen Erstarrungsgeschwindigkeiten ersichtlich. Je nach dem Verhältnis von Mangan zu Eisen kann es zur Bildung von unterschiedlichen Phasen kommen. Bei gleichen Anteilen bildet sich die Phase Al<sub>16</sub>(Fe,Mn)<sub>4</sub>Si<sub>3</sub> aus. Wenn ein Überschuss an Eisen vorhanden ist, entsteht zusätzlich die  $\beta$ -Phase. Im Gegensatz dazu resultiert ein größerer Mangan Gehalt in der Bildung der Al<sub>15</sub>Mn<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>- neben der Al<sub>16</sub>(Fe,Mn)<sub>4</sub>Si<sub>3</sub>-Phase. Aufgrund der Ähnlichkeit der Elemente Eisen und Mangan in Hinblick auf Atomradius können eine Vielzahl an unterschiedlichen Phasen koexistent im Gefüge auftreten. Die in nadelförmiger Morphologie vorkommende  $\beta$ -Phase kann auch Anteile an Mangan aufweisen, wodurch sie dann unter der Bezeichnung  $\beta$ -Al<sub>5</sub>(Fe,Mn)Si bekannt ist. Ein Nachteil eines zu hohen Mangangehalts bringt die Verschlechterung der Gießbarkeit mit sich. [35]

#### 2.2.2 Al-Knetlegierungen

Knetlegierungen werden nach dem Gießen durch Umformung wie zum Beispiel Walzen, Schmieden oder Ziehen, zu Halbzeugen weiterverarbeitet. Die genormten Aluminium-Knetlegierungssysteme und deren Möglichkeit zur Ausscheidungshärtung sind in **Tabelle 2-2** ersichtlich. [30]

Bezeichnung (EN AW)	Legierungstyp	Aushärtbarkeit
1xxx	Al	Nein
2xxx	AlCu(Mg,Si)	Ja
Зххх	AlMn	Nein
4xxx	AlSi(Mn)	Nein
5xxx	AIMg(Mn)	Nein
6xxx	AIMgSi	Ja
7xxx	AlZnMg(Cu)	Ja
8xxx	Al+Fe,Li,	Ja

Tabelle 2-2: Bezeichnung der verschiedenen Aluminium-Knetlegierungssystemen [30]:

Unter den aushärtbaren Aluminium Knetlegierungen lässt sich das AlMgSi Legierungssystem der 6000er Reihe mit der größten Anwendung in der Industrie wiederfinden. Sie sind von mittleren beziehungsweisen hohen Festigkeitswerten sowie moderaten Bruchzähigkeiten geprägt. Das bildet die Grundlage für eine gute Kaltumform- und Tiefziehbarkeit. Des Weiteren weist sie eine hohe Leitfähigkeit, Witterungs- und Korrosionsbeständigkeit auf. Die Kombination aus Magnesium und Silizium verstärkt allerdings das Risiko für Heißrissbildung, weshalb die Schmelzschweißbarkeit verringert wird. [30]

Al-Si-Mg Legierungen ermöglichen eine gezielte Einstellung der mechanischen Eigenschaften durch eine Ausscheidungshärtung mittels Wärmebehandlung. Dies ist aufgrund

Auflösung β-Phase (Mg<sub>2</sub>Si) hohen Temperaturen möglich. Die der der bei Ausscheidungssequenz ist in Abbildung 2-12 ersichtlich. Das Ausgangsprodukt bildet der übersättigte Mischkristall der bei einer Lösungsglühung zwischen 500 und 600 °C und nachfolgendem Abschrecken entstanden ist. Die thermische Instabilität führt bei Kaltaushärtung (<100 °C) zu Magnesium und Silizium Clusterbildung. Diese Cluster runden sich anschließend zu Co-Clustern ein und entwickeln sich dann zu sogenannten Guinier-Preston Zonen. Diese sind allerdings nur anhand ihrer Größe sowie Dichte von den Co-Clustern unterscheidbar. [36],[37]



Abbildung 2-12: Ausscheidungssequenz einer AlSiMg-Legierung [37].

Die Warmauslagerung findet bei Temperaturen zwischen 120 und 250 °C statt. Analog zum Kaltauslagern kommt es auch hier anfänglich zur Clusterbildung. Allerdings bilden sich nach dem Auflösen der GP-Zonen die nadelförmige  $\beta$ "-Phase. Bei weiterer Temperaturbeaufschlagung wandeln sich diese zunächst in die stäbchenförmige  $\beta$ '-Phase und zuletzt in die Gleichgewichtsphase ( $\beta$ -Phase) um. [36],[37]

### 2.2.3 Rheocasting Legierungen

Heute befinden sich die Rheocasting-Verfahren im Aufschwung. Ein genormtes Legierungssystem bzw. eine Einordnung in die Gusslegierungen bleibt derzeit jedoch noch aus. Wie in Kapitel 2.1.2 erwähnt, stellt die Erstarrung über einen gewissen Temperaturbereich sowie ein Zweiphasengebiet eine Voraussetzung für Rheocasting Materialien dar. Sowohl Guss- als auch Knetlegierungen sind in verschiedenen Rheocasting Prozessen erfolgreich abgegossen worden. Laut Jarfors (2020) können mit dem RheoMetal<sup>™</sup> Verfahren bereits die Legierungen Al-8Si, A356, A357, A319 und Magsimal 59 sowie eine 6082 erfolgreich verarbeitet werden. Im Vergleich dazu sind beim GISS-Prozess die Legierungen A356, Al-7Si, A380, Silafont 36, Magsimal 59, A390, 6063, 6061, 5082 und 7075 möglich. [5]

#### 2.2.4 Methoden zur Legierungsentwicklung

Neben den Einflüssen der verschiedenen Legierungselemente auf die mechanischen Eigenschaften ist auch die Veränderung des Erstarrungsverhaltens zu berücksichtigen. Bei letzterem ist das unterschiedliche Kristallisationsverhalten einzelner Phasen entscheidend. Die Ausscheidung der einzelnen Phasen hat wiederum einen Einfluss auf die Gießbarkeit sowie die Mikrostruktur. [38]

#### 2.2.4.1 Gulliver-Scheil Modell

Als weit verbreitetes Modell für die Erstarrungssimulation hat sich das Gulliver-Scheil Modell etabliert. Dabei wird ein lokales Gleichgewicht an der flüssig-festen Grenzfläche, keine Diffusion im Festen sowie vollständige Diffusion im Flüssigen angenommen. In **Abbildung 2-13 a** sind diese Annahmen verbildlicht. Folglich nehmen solide Komponenten nicht mehr an der Erstarrung teil, womit eine Simulation ohne Kenntnis von expliziten Diffusionsdaten möglich ist. [38]



Abbildung 2-13: a) Schematische Darstellung des Gulliver-Scheil Modells [39]; b) Konzentrationsverlauf bei Erstarrung [38].

Darauf basierend formulierte Scheil im Jahre 1942 die zugehörige Differentialgleichung und die analytische Lösung die in den folgenden Gleichungen zu sehen sind.

$$(c_{l} - c_{s})df_{s} = (1 - f_{s})dc_{l}$$
 (2-9)

$$c_s = k \cdot c_0 \cdot (1 - f_s)^{k-1}$$
 (2-10)

Dabei stellt  $c_l$  die Konzentration in der flüssigen Phase,  $c_s$  die Konzentration der festen Phase, k den Verteilungskoeffizienten, was dem Quotienten aus  $c_s/c_l$  entspricht, und  $f_s$  den Festphasenanteil dar. Mit den heutigen Softwaremöglichkeiten und der Nutzung von CALPHAD Datenbanken stellen die anfänglichen Begrenzungen wie die Anzahl an Komponenten beziehungsweise intermetallischen Phasen kein Hindernis mehr dar. Des Weiteren konnte das Problem der zu schnellen Festkörperdiffusion mit der Implementierung des Rückdiffusionsmodell behoben werden. [39]

Während der Erstarrung und so lange ein Zweiphasengleichgewicht besteht kommt es zu einer kontinuierlichen Änderung der Konzentrationen, bis sich eine dritte Phase ausscheidet. In Abbildung 2-13 b ist ein peritektisches binäres Phasendiagramm einer kubischflächenzentrierten und kubischraumzentrierten Komponente zu sehen. Die strichlierte Linie im Zweiphasengebiet stellt die Konzentration über das gesamte Material dar. Der Konzentrationsverlauf des kubischflächenzentrierten Anteils zeigt eine Konzentrationsänderung im Laufe der Erstarrung (siehe strichlierte Linie im Fcc Bereich). Beim Erreichen der Peritektikalen bildet sich die C14 Phase. Laut Gleichgewicht müsste die Legierung vollständig erstarren. Beim lokalen Gleichgewicht ist dies allerdings aufgrund der Diffusion durch die C14 Schicht behindert und es kommt zu Entmischungserscheinungen. [38]

#### 2.2.4.2 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Eine Methode, um das Erstarrungsverhalten von Metallen experimentell nachzuweisen bietet die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC-*Differential Scanning Calorimetry*). Dabei ist zwischen einer Wärmestrom und einer leistungskompensierten DSC zu unterscheiden. Erstere basiert auf der Wärmeflussratenmessung einer Probe sowie Referenzprobe in Abhängigkeit der Temperatur während eines kontrollierten Temperaturprogramms. Die Proben befinden sich in kleinen Tiegeln, welche in derselben Plattform innerhalb eines Ofens befestigt sind (siehe **Abbildung 2-14**). Die Anbringung von sensiblen Thermoelementen unter den Probenbehältern realisiert die konstante Temperaturüberwachung. Das ermöglicht den Rückschluss auf den Wärmefluss. [40]



Abbildung 2-14: Schematischer Aufbau einer Wärmestrom DSC Zelle [40].

Im Gegensatz dazu befinden sich bei der leistungskompensierten DSC die Probe und Referenz in zwei verschiedenen Probenhaltern mit separater Heizung und Sensoren (siehe **Abbildung 2-15**). Als Referenz wird ein leerer Tiegel verwendet. Die Temperatur wird an der Unterseite der Halter, wo sich auch die Heizelemente befinden, mittels Pt-Widerstandsthermometer gemessen. Es ist das Ziel die Programmtemperatur so gut wie möglich abzubilden. Wenn die Temperatur eines Probentiegels abweicht, wird ein Temperatursignal an den Differenzverstärker geleitet. Dieser speist dann beispielsweise die zusätzliche Leistung in das Kalorimeter ein, um den Temperaturunterschied zu kompensieren. Die zugeführte Differenzleistung wird aufgezeichnet und als Funktion der Temperatur in der DSC Kurve dargestellt. [40]



Abbildung 2-15: Aufbau einer leistungskompensierten DSC Zelle [40]

In **Abbildung 2-16 a** ist eine beispielhafte DSC Kurve dargestellt. Charakteristische Ereignisse in der Kurve sind der Wärmeflusssprung im Bereich 2, der durch eine Wärmekapazitätsänderung entstanden ist und der endotherme Peak im Bereich 6. Die strichlierte Linie im vierten Bereich stellt die Interpolation der Basislinie dar. Diese spiegelt jene Linie wider, die unter stationären Bedingungen, das heißt ohne jegliche Reaktionen oder Übergänge in der Probe, entsteht. Sie ist die Summe der Nulllinie mit jenem Wärmefluss, der

durch die Änderung der Wärmekapazität entsteht. Die Nulllinie stellt als Referenzlinie die Einflüsse des Geräts dar. Basislinie und Nulllinie sind in **Abbildung 2-16 b** ersichtlich. [41]



Abbildung 2-16: a) DSC Kurve mit Änderung der Basislinie und endothermen Peak; b) Definition Basislinie und Nulllinie einer DSC Kurve [41].

Bei einer DSC Messung bestehen viele Faktoren, die einen maßgeblichen Einfluss auf das Ergebnis haben. Im Folgenden sind einige davon genannt. Zunächst ist die Methode der Probenentnahme sowie die Geometrie und Größe der Probe zu nennen. Je nach Entnahmemethode können zum Beispiel beim Stanzen oder Fräsen Defekte in das Material eingebracht werden, die einen Einfluss auf die Ausscheidungskinetik haben. Im Gegensatz dazu weisen die Form und Größe der Probe einen Effekt auf die Wärmeübertragung und Reaktionskinetik auf. Als weiteren Punkt ist die Heiz- beziehungsweise Abkühlrate zu nennen, die ein Verschieben beziehungsweise eine Verbreiterung des Peaks zur Folge haben kann. Höhere Heizraten verschieben die Peaks zu höheren Temperaturen. Zudem können Ausscheidungs- und Lösungsreaktionen komplett unterdrückt werden und verschiedene Sequenzen überlagert ablaufen. Zuletzt seien störende Effekte eines nicht idealen Messungssetups erwähnt. Diese beeinflussen die Genauigkeit der tatsächlichen Temperatur sowie des Wärmeflusses. Das beinhaltet beispielsweise die Platzierung der Thermoelemente oder den Wärmeübergang durch Strahlung. Die Berücksichtigung der genannten Punkte, eine regelmäßige Kalibrierung, eine Referenzmessung der leeren Tiegel sowie eine Nulllinien Korrektur führen zu einer Verbesserung des Resultats der DSC Messung. [42],[43]

# **3 Experimentelle Methoden**

Im folgenden Kapitel sind die im Rahmen dieser Masterarbeit angewendeten experimentellen Methoden näher beschrieben. Zunächst schaffen die thermodynamischen Berechnungen die Grundlage für das Verständnis des Erstarrungsverhaltens der untersuchten Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg sowie AlSi1MnMg. Diese Legierungen sind daraufhin mittels des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses und des Druckguss Verfahrens am Österreichischen Gießereiinstitut (ÖGI) abgegossen worden. Als Untersuchungsmethode dient einerseits die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC), um das Aufheiz-/Abkühlverhalten der unterschiedlich abgegossenen Gussteile zu vergleichen. Andererseits findet die metallographische Untersuchung der Gussteile statt. Beim Lichtmikroskop liegt der Fokus auf der Ermittlung des Festphasenanteils. Diese wird durch die Ätzmethode nach Weck ermöglicht. Im Gegensatz verfolgt Untersuchung dazu die mit dem Rasterelektronenmikroskops den Nachweis des EEMs im Gussteil über das Tracer Element Tantal.

## 3.1 Thermodynamische Berechnungen

Die thermodynamischen Berechnungen sind mit Hilfe der Software Thermo-Calc erfolgt. Damit lassen sich thermodynamische Simulationen für Legierungssysteme höherer Ordnung durchführen, wie beispielsweise eine Erstarrungssimulation nach Gulliver-Scheil. Diese Software basiert auf der CALPHAD Methode (calculation of phase diagrams), welche für die Vorhersage von thermodynamischen, kinetischen und anderen Eigenschaften eines Multikomponenten-Systems geeignet ist. Im Fall Thermo-Calc wird die CALPHAD Methode für die Erstellung der Datenbanken genutzt. [44],[45]

Die Erstellung der Thermo-Calc Kurven, bei denen die Temperatur über den Festphasenanteil aufgetragen ist, hat mit der Datenbank TCAL8: Al-Alloys v8.1 stattgefunden. Die Simulation liegt der Ungleichgewichtserstarrung nach Scheil zu Grunde, welche im Unterkapitel 2.2.4.1 näher beschrieben ist. Der Hauptfokus ist auf der Ermittlung des Prozessfensters der Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg sowie eine AlSi1MnMg gelegen.

### 3.2 Rheocasting-Versuchsreihe

Um ein möglichst breites Legierungsspektrum abzudecken, sind eine AlSi7MnMg, eine 50:50 Mischung aus einer AlSi7MnMg und einer AlSi1MnMg (6082) sowie eine reine 6082er Legierung abgegossen worden. Die Versuche haben mittels RheoMetal<sup>™</sup> Prozess auf einer Bühler SC D/53 am Österreichischen Gießereiinstitut (ÖGI) in Leoben stattgefunden. An dieser Druckgussmaschine ist ein *Slurrymaker* der Firma CompTech SE installiert. Bei der Gussform hat es sich um eine Bestandsform des ÖGIs gehandelt, die als *Squeeze Casting* Form konstruiert worden ist. Die Formkavität enthält zwei Becher, deren Hohlräume mittels Schieber eingeformt werden. Schieber A besteht aus einem für Dauerformguss gebräuchlichen Werkzeugstahl und Schieber B aus einem wolframbasierten Sinterwerkstoff.

#### 3.2.1 Allgemeiner Ablauf

Als Vormaterialien für die Rheocastingversuche dienen Massel einer AlSi7MnMg sowie Schmiedevormaterial einer 6082er Legierung. Der Schmelzvorgang findet in einem Nabertherm T80H Schmelz- und Warmhalteofen statt. Nach dem Aufschmelzen unterläuft die Schmelze eine Entgasung mittels eines Impellers. Als Spülgas wird Argon mit einer Durchflussrate von 4,5 I pro Minute verwendet. Um die Schmelzequalität zu gewährleisten ist ein anschließendes Abkrätzen von Nöten. Danach kann die temperierte Druckgussform ohne RheoMetal<sup>™</sup> Prozess, das heißt, dass die Schmelze direkt vom Warmhalteofen mittels Gießlöffel in die Füllbüchse überführt wird, "warmgeschossen" werden. Die Gussteilentnahme erfolgt nach jedem Schuss händisch und die Aufbringung des Formtrennmittels durch einen automatischen Sprühroboter. Im Anschluss startet die "Vorwärmschleife". Der automatisch gesteuerte, kleine Gießlöffel holt die benötigte Menge an Schmelze aus den Warmhalteofen heraus und gießt sie in die Kokille für die EEM Herstellung. Die Höhe des EEMs beträgt 37 mm und der Durchmesser 40 mm. Wenn die gewünschten Plätze des Karussells besetzt sind, beginnt der eigentliche Prozess. Der Roboter entnimmt mit dem großen Gießlöffel die gewünschte Schmelzemenge (1475 g) für die Herstellung des Gussteils. Danach wird der Gießlöffel zum *Slurrymaker* bewegt und das EEM eingerührt. Nach dem Einrühren folgt der Homogenisierungsschritt bei einer zweiten Rührstation mit einem nicht auflösbaren beschichteten Rührstab. Die Rührprogramme sind in **Tabelle 3-1** ersichtlich. Der letzte Schritt der Vorwärmschleife ist das Zurückleeren in den Warmhalteofen. Sobald sich das EEM vollständig aufgelöst hat und kein Schmelzsumpf im Tiegel zurückbleibt, kann auf Rheocastingbetrieb umgeschaltet werden. Damit wird das Zurückleeren in den Warmhalteofen durch das Befüllen der Füllbüchse ersetzt. Nach diesem Ablauf werden die im Nachgang beschriebenen Legierungen verarbeitet.

Schritt	Zeit [s]	Umdrehungen [min <sup>-1</sup> ]
	0,5	200
	1,0	400
Runren 1:	2,0	550
	2,0	700
	10,0	1000
	0,5	20
	0,5	75
Rühren 2:	0,5	175
	1,0	250
	1,0	350

**Tabelle 3-1:** Rührprogramm für das Auflösen des EEMs sowie das Homogenisierungsrühren:

In **Abbildung 3-1** ist der *Slurrymaker* der Firma CompTech SE mit Gießkarussell am ÖGI in Leoben zu sehen.



Abbildung 3-1: Aufbau des Slurrymakers mit Ansicht des Karussells am ÖGI [46].
## 3.2.2 AISi7MnMg mit EEM Tracing

Für den Abguss der AlSi7MnMg Legierung werden 150 kg vorbereitet und anschließend im Schmelzofen auf 720 °C erhitzt. Nach Erreichen der Temperatur und dem Treffen der nötigen Vorbereitungen (siehe Kapitel 3.2.1) werden die Gussteile sowohl im Standard Druckguss Prozess als auch im Rheocasting Prozess hergestellt. Zusätzlich zu den genannten Verfahren findet in dieser Versuchsreihe das *EEM Tracing* statt. Ziel ist es den Weg des EEMs im Gussteil mit einem *Tracer Element* zu verfolgen. Als *Tracer Element* kommt Tantal zum Einsatz. Ein Ausschnitt des Aluminium-Tantal Phasendiagramms ist in **Abbildung 3-2** zu sehen. Ähnlich wie bei Titan kommt es bei Tantal zur Ausbildung eines Peritektikums, bei welchem die Schmelze mit Al<sub>3</sub>Ta zu α-Aluminium reagiert. Der Unterschied zu Titan liegt darin, dass die peritektische Reaktion bei einer höheren Temperatur stattfindet und Tantal keine ternären Phasen mit Silizium bildet. [47] Damit ist es möglich eine hochschmelzende intermetallische Phase zu bilden.



Abbildung 3-2: Ausschnitt des Aluminium-Tantal Phasendiagramms mit Peritektikum [47].

Tantal wird im Rahmen dieser Arbeit in Form der Masterlegierung AlTa10 eingebracht. Dazu werden jeweils 3 kg der AlSi7MnMg mit 0,5 Gew.-% Tantal versetzt und in einem Nabertherm Kammerofen (Multitherm N41/13) bei etwa 850 °C geschmolzen. Daraus erfolgt anschließend die Herstellung der EEMs in einer vorgefertigten 3D gedruckten Sandform, welche in **Abbildung 3-3** ersichtlich ist. Insgesamt sind bei zwei Abgüssen 16 EEMs hergestellt worden. Die Gleichung (3-1) beschreibt die Berechnung der Gewichtsprozente an Tantal im Gussteil mit einem EEM Anteil von 7 Gew.-%.

$$Ta_{Guss} = \frac{m_{Ta}^{EEM}}{m_{Guss}} = \frac{\frac{7 [Gew.-\%]}{100 [Gew.\%]} * m_{Guss} * \frac{0.5 [Gew.-\%]}{100 [Gew.-\%]}}{m_{Guss}} * 100 \% = 0,035 [Gew.-\%]$$
(3-1)

In dieser Gleichung beschreibt Ta<sub>Guss</sub> den Massenprozentgehalt des Elements Tantal im Gussteil,  $m_{Ta}^{EEM}$  die Masse Tantal im EEM sowie m<sub>Guss</sub> die finale Masse des Gussteils.



Abbildung 3-3: Vorbereitung EEM Tracing – 3D gedruckte Sandform mit Stahlstäben.

#### 3.2.3 AlSi4MnMg

Die Herstellung der AlSi4MnMg Legierung erfolgt mit dem Chargieren von 100 kg der AlSi7MnMg und 100 kg der 6082er Legierung. Der niedrige Silizium Anteil verlangt eine höhere Ofentemperatur von 750 °C. In diesem Fall sind ausschließlich Rheocasting Teile abgegossen worden.

### 3.2.4 AlSi1MnMg (6082)

150 kg der Legierung 6082 werden im Schmelzofen auf eine Temperatur von 770 °C erhitzt. Nach dem Aufschmelzen und der Vorwärmschleife findet der Abguss der Gussteile mittels des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses und des Druckguss Verfahrens statt. Für den Versuch mit dieser Legierung vollständige Teile herzustellen, haben gewisse Anpassungen vorgenommen werden müssen. Wesentliche Punkte sind die Erhöhung der Formtemperatur sowie Kolbengeschwindigkeit und das händische Sprühen mit höherem Trennmittelgehalt nach jedem Abguss.

## 3.3 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Die dynamischen Differenzkalorimetrie hat zur Untersuchung des Aufheiz- beziehungsweise Erstarrungsverhaltens der Legierungen AlSi7Mg und 6082 gedient. Dabei ist von jeder Legierung ein Rheocasting Gussteil analysiert worden. Darüber hinaus haben für die AlSi7Mg und 6082er Legierung weitere Untersuchungen am Vormaterial beziehungsweise Schmiedematerial stattgefunden. Hierbei ist das DSC Gerät am Lehrstuhl für Gießereikunde (Fa. Perkin Elmer; Diamond DSC) verwendet worden. Die Probenpräparation beginnt mit dem Herunterschneiden von Scheiben des Bechers A. Die Scheiben werden in kleine Stücke geschnitten und auf eine angemessene Probengröße geschliffen. Beim Schleifen ist besonders auf die Gleichmäßigkeit der Oberflächen zu achten. Nachdem die erforderliche Größe erreicht ist, erfolgt die Gewichtsmessung der Proben sowie die Eintragung des Messergebnisses in das DSC Gerät. Nach Einlegen der Probe in den vorhergesehenen Tiegel kann die DSC-Messung mit dem in **Tabelle 3-2** beschriebenen Programm gestartet werden. Das Endresultat stellen die DSC Kurven dar.

Prozessschritt	Starttemperatur [°C]	Endtemperatur [°C]	Kommentar
Halten 1	50	50	t=1 min
Heizen	50	660	10 °C/min
Halten2	660	660	t=1 min
Kühlen	660	50	10 °C/min

Tabelle 3-2:	Heiz-/Kühlprogramm der DSC	Messungen:
--------------	----------------------------	------------

# 3.4 Metallografie

Die metallographischen Untersuchungen haben am Lehrstuhl für Gießereikunde der Montanuniversität und am Österreichischen Gießereiinstitut in Leoben stattgefunden. Als Untersuchungsmethoden sind Lichtmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie zu nennen. In **Tabelle 3-3** ist ein Überblick der verwendeten Proben und den angewendeten Methoden zu sehen. Von der Legierung AlSi7MnMg werden ein Druckguss, ein Rheocasting Gussteil sowie ein Gussteil, welches mit dem Tantal haltigen EEM hergestellt worden ist, analysiert. Im Bereich der Legierung AlSi4MnMg wird ein im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess produziertes Gussteil untersucht. Für die Auswertung der 6082er Legierung werden drei Gussteile herangezogen. Dabei handelt es sich um zwei Rheocasting Gussteile, wobei bei einem die erste Rühroperation ohne EEM erfolgt ist, und ein standardmäßig abgegossenes Druckgussteil. In den Spalten der einzelnen Methoden ist die Probenanzahl ersichtlich. Die Untersuchung des Gussteils für das EEM-Tracing findet mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) und die übrigen mit dem Lichtmikroskop (LIMI) nach durchgeführter Weck-Ätzung statt.

Bezeichnung	Legierung	LIMI	REM	Weck-Ätzung	Kommentar
AlSi7MnMg-HPDC	AlSi7MnMg	6x	-	3x	Druckguss
AlSi7MnMg-Rheo	AlSi7MnMg	6x	-	3x	RheoMetal™
AlSi7MnMg-Tantal	AlSi7MnMg	-	7x	-	EEM Tracing
AlSi4MnMg-Rheo	AlSi4MnMg	6x	-	3x	RheoMetal™
6082-Rheo	AlSi1MnMg (6082)	6x	-	3x	RheoMetal™
6082-HPDC	AlSi1MnMg (6082)	6x	-	3x	Druckguss

 Tabelle 3-3:
 Überblick der zu untersuchenden Proben:

Bei der Gussteilbezeichnung steht -HPDC für den Abguss im Druckguss, -Rheo für die Herstellung mittels des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses und -Tantal für das eingerührte tantalhaltige EEM.

### 3.4.1 Probenvorbereitung

Das Ziel der Probenvorbereitung ist es eine für die Analyseverfahren plane, polierte Oberfläche zu erzeugen. Zunächst werden die zu untersuchenden Proben aus den in Kapitel 3.2 beschriebenen Gussteilen herausgeschnitten. In **Abbildung 3-4** ist das Gussteil mit den Probenpositionen für die Analyse am LIMI (a) und am REM (b) zu sehen. Um die Repräsentativität der Ergebnisse zu gewährleisten, werden Gussteile, die ähnliche Herstellungsparameter haben und optisch unauffällig waren, ausgewählt. Die relevanten Parameter der einzelnen Gussteile sind dem Anhang zu entnehmen.



**Abbildung 3-4:** Gussteil mit Probenpositionen für die Untersuchung des Lichtmikroskops (a) und Rasterelektronenmikroskops (b).

Danach erfolgt das Warmeinbetten der Proben mit einer ATM Opal 460. Dafür dient eine Mischung aus 2/3 Einbettmasse sowie 1/3 Graphit haltiges leitendes Pulver. Für die Erstellung einer planen Oberfläche sind die Probenstücke anschließend mit den Körnungen P80, P220, P800 und P1000 geschliffen worden. Danach untergehen die Proben einen zweistufigen Polierprozess mit einer Diamantsuspension (3 µm) und OP-s (50 nm). Die beschriebenen Schleif- und Polierschritte sind auf einer ATM Saphir 350 Maschine durchgeführt worden. Dieser Probenzustand ermöglicht die Analyse am Rasterelektronenmikroskop.

### 3.4.2 Lichtmikroskopie und Ätzmethode nach Weck

Jene Proben, die für die Analyse des Lichtmikroskops bereitstehen, müssen noch einer Weck-Ätzung am ÖGI unterzogen werden. Dazu wird ein Gemisch aus 4 g Kaliumpermanganat und 100 ml destilliertes Wasser hergestellt. Kurz vor der Ätzung erfolgt die Zugabe von 1 g festem Natriumhydroxid. Nach Fertigstellung der Ätzlösung findet die Tauchätzung der Proben für 12–30 s statt. Damit die Proben die gleiche Ausgangssituation aufweisen, sind alle vor der Ätzung erneut mit OP-s poliert worden.

Die Weck-Ätzung gehört zu den Farbätzmethoden und ermöglicht es Mikroseigerungen innerhalb α-Aluminium Körnern sichtbar zu machen. Es zeigt sich hierbei ein Farbunterschied von den zuerst erstarrten Bereichen im Zentrum der Körner und der davon ausgehenden Wachstumsschicht. Mit dieser Methode ist es möglich den Festphasenanteil nach dem Abschrecken abzuschätzen. [48],[49] Nach Angabe von Weck (1986) behält die Ätzlösung für

circa drei bis vier Stunden ihre Wirkung. Intermetallische Phasen erfahren keinen Angriff, sondern nur eine mehr oder weniger Starke Verfärbung. Bei Aluminium-Silizium Legierungen treten meist nur sehr schwache Kristallseigerungen auf, weshalb in einigen Fällen ein mehrmaliges Ätzen notwendig ist. [50]

In **Abbildung 3-5** ist das Gefüge einer nach Weck geätzten AlSi7Mg Legierung ersichtlich. Das innere der gelbmarkierten Linie spiegelt den bis zum Abschrecken erstarrten Anteil wider. Mit entsprechender Computersoftware lässt sich diese Fläche ermitteln und bietet Rückschluss auf den Festphasenanteil [8]. Im Detail lassen sich die Körner in vier verschiedene Bereiche unterteilen. In der Mitte des Korns befindet sich die ursprüngliche dendritische Struktur. Der Farbunterschied um die Dendriten kann auf Mikroseigerungen in Folge von einer Kornvergröberung zurückgeführt werden. Von diesem Bereich bis zur gelben Linie zeigen sich erneut Konzentrationsunterschiede bereits erstarrter Körner. Außerhalb der gelben Linie bis zur eutektischen Phase ist der Bereich während des Abschreckens dargestellt. [51] In den Gießversuchen wird das Abschrecken mit dem Abkühlen in der Gussform nachgestellt.



**Abbildung 3-5:** Gefüge einer AlSi7Mg Legierung nach Weck-Ätzung mit Fokus auf α-Aluminium Korn in Anlehnung an Jafari [8].

Die für diese Arbeit geätzten Proben werden daraufhin mit dem Lichtmikroskop (Zeiss AXIO Imager.A1 m) untersucht. Danach erfolgt computerunterstützte Bestimmung des Festphasenanteils nach dem zuvor beschriebenen Prinzip mit der Software Olympus Stream Enterprise 2.5.3 am ÖGI. Dafür sind die Proben der Legierung AlSi7MnMg und AlSi4MnMg herangezogen worden.

### 3.4.3 Rasterelektronenmikroskopie

Das Lichtmikroskop bedient sich dem Wellenlängenbereich des sichtbaren Lichts, der sich zwischen 400 und 750 nm erstreckt. Verantwortlich durch die Beugung ist das Auflösungsvermögen auf die halbe Wellenlänge begrenzt. Folglich beträgt sie bei violettem Licht 200 nm. Um eine höhere Auflösung zu erreichen, werden kleinere Wellenlängen benötigt. Dies ist beispielsweise mit Röntgenstrahlen oder Materiewellen möglich. Unter letzterem Begriff sind die Elektronenstrahlen einzuordnen. [52]

Die Wellenlänge von Elektronen ist vom Impuls abhängig und kann somit durch Beschleunigung in einem Spannungsbereich verändert werden. Höhere Spannungen resultieren in hochenergetischen Teilchen mit kleinerer Wellenlänge. Mit einer Beschleunigungsspannung von 1–300 kV können Wellenlängen zwischen 40 bis 1 pm erreicht werden. Das Rasterelektronenmikroskop basiert auf der Fokussierung des Elektronenstrahls auf einen Punkt der Probe mit anschließendem Abscannen der Fläche. Die angelegte Spannung beträgt üblicherweise zwischen 1 und 30 keV. Die Hauptbestandteile eines Rasterelektronenmikroskops stellen eine Elektronenstrahlkanone, mehrere elektromagnetische Linsen, eine unter Vakuum stehende Probenkammer und verschiedene Detektoren dar. [53]

Durch das Auftreffen des Strahls kommt es zu verschiedenen Wechselwirkungen zwischen Probe und Elektronen. Zunächst wird zwischen elastischer und inelastischer Streuung unterschieden. Bei ersterem ist die Ablenkung der primären Elektronen (PE) durch den Atomkern des Probenmaterials aufgrund der anziehenden Coulomb Kräfte verantwortlich. Die Elektronen erfahren eine starke Beschleunigung, was zur Emission von Röntgenstrahlung und folglich zum Röntgen-Bremsstrahlspektrum führt. Hierbei können Rückstreuelektronen entstehen, sobald die Energie 50 eV übersteigt. Von inelastischer Streuung ist die Rede, wenn die PE in Wechselwirkung mit den energetisch ähnlichen Elektronen in der Schale kommen. Diese können entweder auf eine höhere energetische Ebene gehoben oder sogar aus dem Atom geschlagen werden und sind unter dem Begriff Sekundärelektronen (SE) bekannt. Das PE erfährt hierbei nur eine geringe Ablenkung. Anschließend erfolgt das Auffüllen des Platzes mit Elektronen eines höheren Niveaus, wodurch Photonen (Kathodoluminiszenz) oder charakteristische Röntgenstrahlung ausgesendet werden kann. Damit ist je nach Elektronenkonfiguration der Rückschluss auf die einzelnen Elemente möglich (siehe



**Abbildung 3-6 a**). Die unterschiedlichen Wechselwirkungsprodukte mit deren Eindringtiefen, lassen sich in der Streubirne zusammenfassen und sind in **Abbildung 3-6 b** ersichtlich. [52]

**Abbildung 3-6:** a) Mechanismus der Erzeugung der charakteristischen Röntgenstrahlung; b) Streubirne mit Wechselwirkungsprodukte und deren Eindringtiefe [54].

Mit der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) lässt sich eine qualitative und quantitative Analyse von Materialien durchführen. Dies beruht auf der Erfassung der charakteristischen Röntgenstrahlung mit Halbleiterdetektoren. Die gemessene Frequenz gibt über das Moseleysche Gesetz Rückschluss auf die Ordnungszahl des jeweiligen Elements. [55] Mit heutigen Detektoren lassen sich Elemente mit Ordnungszahlen größer als Sauerstoff (Z=8) problemlos detektieren. Stoffe ab Beryllium (Z=4) sind eingeschränkt erkennbar. Bei der EDX stellen die Rückstreuelektronen und die charakteristische Röntgenstrahlung die wichtigsten Wechselwirkungsprodukte dar. [56] In **Abbildung 3-7** ist ein beispielhaftes EDX Spektrum einer Nickelsuperlegierung zu sehen. Im Diagramm ist die Signalintensität (Ordinate) gegen die Röntgenquantenenergie (Abszisse) aufgetragen.



Abbildung 3-7: EDX Spektrum einer Nickelsuperlegierung [57].

Im Rahmen dieser Masterarbeit ist das Rasterelektronenmikroskop mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (Fa. JOEL, Modell JSM-7200) für den Nachweis des Tantals sowie des *Sponge Effekts* im Gussteil eingesetzt worden. Insgesamt hat die Untersuchung von sieben Proben vom Pressrest bis zu den Überläufen stattgefunden. Das Gussteil mit den Probenstellen beziehungsweise -bezeichnungen ist in **Abbildung 3-4** zu sehen. Die spezifischen Röntgenstrahlungen von den bedeutendsten enthaltenen Elementen der untersuchten Legierung sind aus **Tabelle 3-4** zu entnehmen.

**Tabelle 3-4:** Röntgenquantenenergie von den enthaltenen Elementen der untersuchten AlSi7MnMg

 Legierung [54]:

Schale	AI	Si	Mg	Ti	Mn	Fe	Та
Kα [keV]	1,486	1,739	1,253	4,508	5,894	6,398	-
La [keV]	-	-	-	0,452	0,637	0,705	8,145
M [keV]	-	-	-	-	-	-	1,709

# 4 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Resultate detailliert beschrieben. Das beinhaltet die Auswertung der Thermo-Calc und DSC Kurven sowie die Beschreibung der Rheocasting-Versuchsreihe einschließlich der metallographischen Untersuchungen im Lichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie.

## 4.1 Thermodynamisches Erstarrungsverhalten

Für die Betrachtung des thermodynamischen Erstarrungsverhaltens sind die Software Thermo-Calc und die dynamische Differenzkalorimetrie zum Einsatz gekommen. Ein Vergleich der resultierenden Ergebnisse bietet Aufschluss über die Ausscheidung verschiedener Phasen.

### 4.1.1 Thermo-Calc

Die Ergebnisse der Thermo-Calc Kurven der Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg und AlSi1MnMg sowie ein Gesamtüberblick der Kurven sind in **Abbildung 4-1** ersichtlich. Die Farbunterschiede der Kurven stellen die verschiedenen stabilen Phasen im jeweiligen Temperaturintervall dar. Als Grundlage der Berechnungen hat die Funkenspektrometeranalyse der abgegossenen Legierungen gedient. Die verwendeten Elemente mit den dazugehörigen Werten sind aus dem Anhang zu entnehmen.



Abbildung 4-1: Thermo-Calc Kurven: a) AlSi7MnMg; b) AlSi4MnMg; c) AlSi1MnMg, d) Überblick der Legierungen.

**Tabelle 4-1** gibt einen Überblick der Temperaturen und Festphasenanteile der Thermo-Calc Berechnungen. Bei Betrachtung der Liquidus- und Solidustemperaturen stellt sich für die Legierung AlSi7MnMg, ein Erstarrungsintervall von 52,9 °C ein. Im Vergleich dazu beträgt das Temperaturintervall des Zweiphasengebiets der AlSi4MnMg 80,3 °C und der AlSi1MnMg 111,4 °C. In Hinblick auf einen Festphasenanteil von 30 % lässt sich bezogen auf die Liquidustemperatur ein verringertes Erstarrungsintervall der Legierung AlSi7MnMg von 20,6 °C, der AlSi4MnMg von 11,0 °C und der AlSi1MnMg von 18,8 °C ermitteln. In diesem Kontext ist die große Abweichung des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses zum Gulliver-Scheil Modell anzuführen.

Tabelle 4-1:	Ergebnisse der	Thermo-Calc Kurven in	Hinblick auf Ten	nperaturen und
Festphasena	nteile:			

Legierungen	T <sub>Liq</sub> [°C]	T <sub>Sol</sub> [°C]	∆T [°C]	T <sub>30 wt%</sub>	$\Delta T_{30 \text{ wt-\%}}$ [°C]
AlSi7MnMg	610,4	549,8	52,9	589,8	20,6
AlSi4MnMg	631,8	551,6	80,3	620,8	11,0
AlSi1MnMg	661,2	557,5	111,4	642,4	18,8

Die Erstarrungsabfolge einer AlSi7MnMg Legierung startet mit der Ausscheidung von  $\alpha$ -Aluminium Kristallen. Danach bildet sich die intermetallische Phase Al<sub>15</sub>Si<sub>2</sub>M4 gefolgt von einer Diamond\_A4 Phase. Der verwendeten Datenbank zufolge kann die Al<sub>15</sub>Si<sub>2</sub>M4 Phase auch als Al<sub>15</sub>Mn<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>, Al<sub>16</sub>Mn<sub>4</sub>Si<sub>3</sub> oder Al<sub>15</sub>Mn<sub>4</sub>Si<sub>2</sub> beschrieben werden. Das Mangan ist mit Eisen substituierbar. Unter zweiterem ist Silizium und in weiterer Folge das Eutektikum zu verstehen. Anschließend formt sich eine eisenhaltige Phase Al<sub>9</sub>Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> (auch Al<sub>5</sub>FeSi oder β-Phase) und im weiteren Verlauf die Phase Al<sub>18</sub>Fe<sub>2</sub>Mg<sub>7</sub>Si<sub>10</sub> (π-Phase). Zum Schluss kommt es zur Entstehung der Mg<sub>2</sub>Si Phase. Dieser Verlauf ist bis auf die Starttemperaturen ident mit jenem einer AlSi4MnMg Legierung. [58] Die beschriebene Abfolge mit den genauen Temperaturen ist in **Tabelle 4-2** zu sehen.

Reihenfolge	Stabile Phasen	Starttemperatur AlSi4MnMg [°C]	Starttemperatur AlSi7MnMg [°C]
1	liquid + α-Al	631,9	609,8
2	liquid + α-Al + Al <sub>15</sub> Si <sub>2</sub> M4	617,7	598,6
3	liquid + α-Al + Al₁₅Si₂M4 + Diamond_A4	569,4	573,6
4	liquid + α-Al + Al₁₅Si₂M4 + Diamond_A4 + Al₅Fe₂Si₂	564,4	564,7
5	liquid + α-Al + Diamond_A4 + Al <sub>18</sub> Fe₂Mg <sub>7</sub> Si <sub>10</sub>	557,3	558,1
6	5 + Al <sub>15</sub> Si <sub>2</sub> M4 + Mg <sub>2</sub> Si	556,6	558,0

 Tabelle 4-2:
 Stabile Phasen bei der Erstarrung einer AlSi4MnMg und AlSi7MnMg:

In **Tabelle 4-3** ist die Erstarrungsabfolge der stabilen Phasen einer AlSi1MnMg Legierung beschrieben. Beim Abkühlen kommt es zunächst zur Bildung von α-Aluminium gefolgt von einer Al<sub>15</sub>Si<sub>2</sub>M4 Phase. Im Anschluss entsteht die Phase Al<sub>9</sub>Fe<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> und beim weiteren Sinken der Temperatur die Phase Mg<sub>2</sub>Si. Danach kommt es zum Einformen der eisenhaltigen Phase

zu Al<sub>18</sub>Fe<sub>2</sub>Mg<sub>7</sub>Si<sub>10</sub>. Die Erstarrung endet mit dem zusätzlichen Ausscheiden des Aluminium-Silizium-Eutektikums. Die beschriebene Abfolge mit den genauen Temperaturen ist zu sehen.

Reihenfolge	Stabile Phasen	Starttemperatur [°C]
1	liquid + α-Al	647,9
2	liquid + α-Al + Al <sub>15</sub> Si <sub>2</sub> M4	630,9
3	liquid + $\alpha$ -Al + Al <sub>9</sub> Fe <sub>2</sub> Si <sub>2</sub>	582,5
4	liquid + α-Al + Al₀Fe₂Si₂ + Mg₂Si	565,5
5	liquid + α-Al + Al <sub>18</sub> Fe₂Mg <sub>7</sub> Si <sub>10</sub> + Mg₂Si	558,8
6	5 + Al <sub>15</sub> Si <sub>2</sub> M4 + Diamond_A4	549,8

 Tabelle 4-3:
 Stabile Phasen bei der Erstarrung einer AlSi1MnMg:

## 4.1.2 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Die Darstellung der Ergebnisse der DSC Messungen erfolgt in diesem Unterkapitel. In **Tabelle 4-4** sind die ermittelten Peak Temperaturen aus den DSC Kurven der AC70 (AlSi7Mg) Legierung ersichtlich. Die Peak Temperaturen der Aufheizkurve des im Rheocasting-Verfahren abgegossenen Gussteils betragen 589,65 °C für Peak 1 sowie 621,18 °C für Peak 2. Im Fall des Vormaterials liegt ersterer bei 586,25 °C und zweiterer bei 621,17 °C. Bezogen auf die Abkühlkurven stellen sich Werte für das RheoMetal<sup>™</sup> Gussteil von 563,04 °C für Peak 1 und 611,73 °C für Peak 2 ein. Im Vergleich dazu befinden sich die Werte für das Vormaterial bei 572,44 °C sowie 616,18 °C.

Material	Programm	Peak 1 [°C]	Peak 2 [°C]
AC70 Rheo	Aufheizen	589,65	621,18
	Abkühlen	563,04	611,73
AC70 Vormaterial	Aufheizen	586,25	621,17
	Abkühlen	572,44	616,18

**Tabelle 4-4:** Vergleich der Peak Temperaturen einer AC70 Legierung beim Aufheizen und Abkühlen:

**Tabelle 4-5** beinhaltet die Ergebnisse der DSC Messungen der 6082er Legierung. Die Aufheizkurven ergeben für das Rheocasting Gussteil eine 581,08 °C für Peak 1, 647,46 °C für Peak 2 und 661,42 °C für Peak 3. Bezogen auf diese Peaks weist das Schmiedematerial Werte von 591,49 °C, 639,95 °C und 657,87 °C auf. Beim Abkühlzyklus haben für das im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess hergestellte Gussteil Werte von 562,97 °C beim ersten, 630,04 °C beim

zweiten sowie 645,65 °C beim dritten Peak resultiert. Im Gegensatz dazu betragen die Werte des Schmiedematerials 571,14 °C, 633,05 °C und 644,67 °C.

Material	Programm	Peak 1 [°C]	Peak 2 [°C]	Peak 3 [°C]
6082 Rheo -	Aufheizen	581,08	647,46	661,42
	Abkühlen	562,97	630,04	645,65
6082	Aufheizen	591,49	639,95	657,87
Schmiedematerial	Abkühlen	571,14	633,05	644,67

**Tabelle 4-5:** Vergleich der Peak Temperaturen einer Legierung 6082 beim Aufheizen und Abkühlen:

Die beschriebenen Peaks der Legierung AlSi7Mg und 6082 sind aus **Abbildung 4-2** und **Abbildung 4-3** zu entnehmen.



Abbildung 4-2: DSC Kurve: Aufheizvorgang des im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess hergestellten Gussteils einer AlSi7Mg Legierung.



Abbildung 4-3: DSC Kurve: Aufheizvorgang des im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess hergestellten Gussteils einer 6082er Legierung.

### 4.1.3 Vergleich Thermo-Calc und DSC Kurven

Beim Vergleich der Peaks aus der Abkühlkurven der DSC Messungen mit den Ausscheidungstemperaturen (siehe **Tabelle 4-6**), lässt sich Peak 1 der AlSi7MnMg auf die eutektische Temperatur und Peak 2 auf die Liquidustemperatur, die mit der Ausscheidung von  $\alpha$ -Aluminium Kristallen einhergeht, zurückführen.

Material	Peak 1* [°C]	Onset 1* [°C]	Eutektikum [°C]	Peak 2* [°C]	Onset 2* [°C]	α-Al [°C]
AlSi7Mg-Rheo	563,04	570,23		611,73	616,38	
AlSi7Mg- Vormaterial	572,44	576,49	573,6	616,18	619,15	609,8

**Tabelle 4-6:** AlSi7MnMg: Zuordnung der Peaks aus den DSC Messungen (\*) mit den Phasen aus Thermo-Calc:

Die DSC Kurve der 6082er Legierung des Abkühlvorgangs ergibt ebenfalls zwei Peaks, die mit Werten aus den Thermo-Calc Berechnungen übereinstimmen. Peak 2 lässt sich als Ausscheidung der manganhaltigen Phase Al<sub>15</sub>Si<sub>2</sub>Mn<sub>4</sub> identifizieren. Dieser Peak befindet sich innerhalb des Peaks 3, der mit der Bildung von α-Aluminium in Verbindung steht. Der Vergleich

der Temperaturen ist in **Tabelle 4-7** und **Tabelle 4-8** ersichtlich. Peak 1 findet keine eindeutige Zuordnung.

**Tabelle 4-7**:AlSi1MnMg: Zuordnung der Peaks aus den DSC Messungen (\*) mit den Phasen ausThermo-Calc (1):

Material	Peak 1* [°C]	Onset 1* [°C]	Mg₂Si [°C]	Al₃Fe₂Si₂ [°C]	Peak 2* [°C]	Onset 3* [°C]	Al₁₅(Fe,Mn)₃- Si₂ [°C]
AlSi1MnMg-Rheo	562,97	565,54			630,04	633,85	
AlSi1MnMg- Schmiedematerial	571,14	574,56	565,5	582,5	633,05	634,78	630,9

**Tabelle 4-8:** AlSi1MnMg: Zuordnung der Peaks aus den DSC Messungen (\*) mit den Phasen aus Thermo-Calc (2):

Material	Peak 3* [°C]	Onset 3* [°C]	α-Al [°C]
AlSi1MnMg-Rheo	645,65	654,76	
AlSi1MnMg- Schmiedematerial	644,67	650,35	647,9

## 4.2 Rheocasting-Versuchsreihe

Die Rheocastingversuche der Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg und AlSi1MnMg (6082) sind erfolgreich durchgeführt worden. Mit jeder Legierung ist es möglich gewesen Gussteile mittels des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses herzustellen. Die Legierung 6082 hat erst nach einer Erhöhung der Kolbengeschwindigkeit im Bereich der ersten und zweiten Phase eine vollständige Formfüllung aufgewiesen. Zusätzlich hat die Erhöhung der Formtemperatur und händisches Sprühen mit höherem Trennmittelgehalt unterstützt. Des Weiteren sind Druckgussteile der AlSi7MnMg und der 6082er Legierung abgegossen worden. In **Tabelle 4-9** sind die Zusammensetzungen der einzelnen Legierungen ersichtlich.

Legierung [wt%]	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Sr
AlSi7MnMg	91,14	7,697	0,139	0,007	0,548	0,320	-	0,004	0,084	0,010
AlSi4MnMg	94,33	4,129	0,190	0,049	0,577	0,495	0,100	0,013	0,062	0,004
AlSi1MnMg	96,58	1,390	0,279	0,070	0,569	0,802	0,195	0,022	0,034	0,001

**Tabelle 4-9:** Funkenspektrometeranalyse der abgegossenen Legierungen mit Fokus auf den enthaltenen Elementen mit den größten Anteilen [Gew.-%]:

## 4.2.1 Optische Auswertung vor Weck-Ätzung

In **Abbildung 4-4** ist das Gefüge des Gussteils AlSi7MnMg-Rheo im dünnwandigen Bereich des Bechers vor der Weck-Ätzung ersichtlich. Das Hauptaugenmerk ist bei diesen Aufnahmen auf den eutektischen Makroseigerungen gelegen.



Abbildung 4-4: Mikrostruktur der Probe AlSi7MnMg-Rheo an unterschiedlichen Probenpositionen.

**Abbildung 4-5** zeigt jeweils einen Auschnitt des Gefüges der im RheoMetal<sup>™</sup> Verfahren abgegossenen AlSi4MnMg (a) und AlSi1MnMg Legierung (b).



Abbildung 4-5: Mikrostruktur: a) AlSi4MnMg-Rheo; b) 6082-Rheo.

## 4.2.2 Optische Auswertung nach Weck-Ätzung

Im Folgenden sind die Ergebnisse des Lichtmikroskops mit der zuvor erfolgten Ätzmethode nach Weck präsentiert. In der Bilderserie befinden sich in jeder Abbildung zwei Proben. Es gehören jeweils a und b sowie c und d einer Probe an. Von links nach rechts kommt es zu einer Veränderung von einer 10-fachen zu einer 20-fachen Vergrößerung.

In Abbildung 4-6 sind die Gefügebilder der AlSi7MnMg Legierung dargestellt. Die Bilder im oberen Bereich (a und b) repräsentieren die Probe AlSi7MnMg-Rheo, welche mit dem RheoMetal<sup>™</sup> Prozess produziert worden ist. Im Vergleich dazu spiegeln c und d die im konventionellen Druckguss abgegossene Probe AlSi7MnMg-HPDC wider. Die Ätzzeiten haben in beiden Fällen 12 s betragen. Das mikrostrukturelle Gefüge der 50:50 Mischung aus einer AlSi7MnMg und der 6082er Legierung ist in Abbildung 4-7 zu sehen. Die oberen Bilder stellen Becher A (Schieber aus konventionellem Werkzeugstahl) und die unteren Becher B (Schieber aus wolframbasiertem Sinterwerkstoff) der Probe AlSi4MnMg-Rheo dar. Die Zeiten in der Ätzlösung variieren hierbei zwischen 14 s (Becher A) und 12 s (Becher B). Abbildung 4-8 zeigt den Vergleich einer im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess abgegossenen und einer im Druckgussverfahren hergestellten 6082er Legierung. Die Rheocasting Probe ist 14 s und die Druckguss Probe 12 s in die Ätzlösung getaucht worden. Tabelle 4-10 verschafft einen Überblick der abgebildeten Proben in Hinblick auf Legierung, Ätzversuchsreihe sowie Zeit in der Ätzlösung.

Legierung	Bezeichnung	Zeit in Ätzlösung [s]		
AlSi7MnMg -	AlSi7MnMg-Rheo	12		
	AlSi7MnMg-HPDC	12		
AlSi4MnMg	AlSiAMaMa Dhaa	14		
	AISI4MIINIG-RITEO	12		
AlSi1MnMg -	6082-Rheo	14		
	6082-HPDC	12		

 Tabelle 4-10:
 Überblick der untersuchten Gussteile mit Kontaktzeit der Ätzlösung:



Abbildung 4-6: a) und b) Gussteil AlSi7MnMg-Rheo; c) und d) Gussteil AlSi7MnMg-HPDC.



**Abbildung 4-7:** Gussteil AlSi4MnMg-Rheo a) und b) Becher A (Schieber aus konventionellem Werkzeugstahl); c) und d) Becher B (Schieber aus wolframbasiertem Sinterwerkstoff).



Abbildung 4-8: a) und b) Gussteil 6082-Rheo; c) und d) Gussteil 6082-HPDC.

Während den Ätzversuchsreihen haben sich starke Unterschiede der Ergebnisse in Anbetracht der Reproduzierbarkeit ergeben. **Abbildung 4-9** zeigt die Probe AlSi7MnMg-Rheo nach 12 s Weck-Ätzung. Auf der linken Seite (a) ist diese nach einmaligem und auf der rechten Seite (b) nach zweimaligem Ätzvorgang dargestellt.



**Abbildung 4-9:** Vergleich der Ätzzeiten der Probe AlSi7MnMg-Rheo: a) Ätzvorgang 1; b) Ätzvorgang 2.

#### 4.2.3 Auswertung des Festphasenanteils

Nach erfolgreicher Weck-Ätzung entsteht ein kontrastreicher Farbunterschied zwischen den Mikroseigerungen und dem restlichen  $\alpha$ -Aluminium Korn sowie dem gebildeten Eutektikum. Damit lässt sich die Analyse des Festphasenanteils mit der Software Olympus Stream Enterprise 2.5.3 durchführen. Von den geätzten Proben hat die Legierung AlSi7MnMg erfolgreich ausgewertet werden können. Die Auswertemethode der Probe AlSi7MnMg-Rheo ist anhand der **Abbildungen 4-10 a** und **b** ersichtlich. Hierbei ist ein repräsentativer Auswertebereich (siehe a) mit dazugehöriger roter Einfärbung des zum Abkühlzeitpunkts bestehenden Festphasenanteils (siehe b) dargestellt. Die Auswertung von vier verschiedenen Bereichen hat einen Festphasenanteil von 18,69 ± 4,59 % ergeben.



Abbildung 4-10: Probe AlSi7MnMg-Rheo: a) Auswertebereich; b) computerunterstützte Auswertung des Festphasenanteils.

In **Abbildung 4-11** ist die versuchte Auswertung der Probe AlSi4MnMg-Rheo illustriert. Die schwachen Kontrastunterschiede innerhalb der Probe verhindern eine aussagekräftige Bestimmung des Festphasenanteils.



Abbildung 4-11: Probe AlSi4MnMg-Rheo: a) Auswertebereich; b) computerunterstützte Auswertung des Festphasenanteils.

## 4.2.4 REM: EEM Tracing

Aus dem Abguss der tantalhaltigen Schmelze in die 3D gedruckte Sandform haben sich acht EEMs mit gleichem Gewicht sowie gleicher Größe ergeben, die für das *EEM Tracing* eingesetzt worden sind. Diese sind in **Abbildung 4-12** zu sehen.



Abbildung 4-12: Abgegossene Tantal haltige EEMs für das EEM Tracing.

Die Analyse im Rasterelektronenmikroskop mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie des Gussteils AlSi7MnMg-Tantal hat keine tantalhaltige Phasen im Bereich der untersuchten Stellen aufgewiesen.

## 4.2.5 REM: Intermetallische Phasen und Sponge Effekt

In **Abbildung 4-13** sind verschiedene intermetallische Phasen zu sehen, die mittels einer Punkt Analyse qualitativ und quantitativ bestimmt worden sind. In **Abbildung 4-13 a** ist eine nadelförmige AlMnMgSi-Phase erkennbar. Im rechten, oberen Bild (**Abbildung 4-13 b**) ist die Struktur einer AlMnSi-Phase zu sehen. Die Partikel innerhalb dieser werden als AlMnSiCu-Phase identifiziert. Die Phasen in **Abbildung 4-13 c** sind als AlMnFeSi ermittelt worden. **Abbildung 4-13 d** weist AlSrSi-Phasen in Spektrum 11, 13 und 14 auf. Spektrum 12 stellt eine AlMnSi Ausscheidung dar.



Abbildung 4-13: a) AlMnMgSi-Phase; b) AlMnSi-Partikel mit AlMnCuSi-Ausscheidung; c) Al<sub>15</sub>(Mn,Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>-Phasen; d) AlSrSi -und MnAlSi-Phase.

**Abbildung 4-14** zeigt ein EDX *Mapping* eines Bereichs des dickwandigen Mittelstücks des Bechers. Hierbei sind mehrere verschiedene intermetallische Phasen mit den Elementen Titan, Vanadium, Magnesium, Aluminium, Silizium, Mangan und Eisen ersichtlich.



Abbildung 4-14: EDX Mapping verschiedener intermetallischer Phasen.

In **Abbildung 4-15** ist das EDX *Mapping* an vier Probenstellen (a bis d) genutzt worden, um die vorhandenen Elemente zu bestimmen und auf die einzelnen Phasen zurückzuschließen. Im oberen Bereich (a und b) sind zwei Erscheinungsformen der Al(Mn,Fe)Si-Phase dargestellt.

In **Abbildung 4-15 c** sind nadelförmige Partikel zu erkennen, welche die Elemente Aluminium, Silizium, Eisen und Mangan enthalten. Das Gefügebild in **Abbildung 4-15 d** zeigt nadelförmige und dunkle, schriftartige Phasen, die hauptsächlich die Elemente Aluminium, Magnesium, Silizium und Eisen aufweisen. Der große, helle Partikel ist als Al(Mn,Fe)Si-Phase identifiziert worden.



**Abbildung 4-15:** a) Al(Mn,Fe)Si-Phase chinesenschriftartig; b) Al(Mn,Fe)Si-Phase polygon; c) β-Al5(Mn,Fe)Si; d) nadelförmige und schriftartige Phasen Aluminium, Magnesium, Silizium und Eisen sowie polygonale Al(Mn,Fe)Si-Phase.

Im Rahmen der EDX Analyse ist zudem versucht worden den *Sponge Effekt* nachzuweisen. Die Silizium Anteile der verschiedenen Proben, das heißt vom Pressrest über das Gussteil bis hin zu den Überläufen, stellen jedoch kein Indiz für eine Anreicherung gegen Ende der Formfüllung dar.

# **5** Diskussion

Dieses Kapitel soll dazu dienen die experimentellen Methoden und Ergebnisse kritisch zu hinterfragen, sowie auf diverse Verbesserungsmöglichkeiten einzugehen.

## 5.1 Thermodynamisches Erstarrungsverhalten

Der steigende Silizium Anteil von 1-7 Gew.-% resultiert in einem abnehmenden Temperaturintervall des Zweiphasengebiets. Das lässt sich auch sehr gut im Aluminium-Phasendiagramm beobachten [32]. Unterschied Silizium Dennoch ist der der Gleichgewichtserstarrung zum lokalen Gleichgewicht nach Gulliver-Scheil anzumerken. Bei der Gegenüberstellung des Erstarrungsintervalls in den Thermo-Calc Kurven gemäß des Festphasenanteils von 0 bis 30 % der einzelnen Legierungen, zeigt sich bei der AlSi7MnMg das größte Intervall von 20,6 °C. Die Steigung der Thermo-Calc Kurven nimmt somit von der AlSi7MnMg mit sinkendem Silizium Anteil ab (siehe Abbildung 4-1 d). Demzufolge müssten sich bei gleichen Prozessparametern (prozentuelle Masse des EEMs und Überhitzung der Schmelze) zwischen den Legierungen unterschiedliche Festphasenanteile einstellen. Es ist zu erwähnen, dass die große Abweichung des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses vom Scheil Modell eine klare Aussage zu dieser Hypothese erschwert.

Die Analyse der DSC Ergebnisse hat bestimmten Umwandlungspunkten gegolten, was eine qualitative Beurteilung ermöglicht. Beim Vergleich der Aufheizkurven der im Rheocasting-Verfahren hergestellten Gussteile zum Vormaterial/Schmiedematerial machen sich keine nennenswerten Unterschiede der Peak Temperaturen bemerkbar. Diese Ergebnisse decken sich mit den Erkenntnissen von Payandeh et al. (2016) und Gupta et al. (2017) [59],[60]. Rheocasting-Verfahren sind charakteristisch für die globulitische Erstarrung der α-Aluminium Körner. Die intermetallischen Phasen, die erst in späten Erstarrungssequenzen entstehen, sollten demnach nicht von dem eigentlichen Prozess beeinflusst werden. Ein Unterschied der α-Aluminium Peaks wäre demnach am wahrscheinlichsten. Die auftretenden Diskrepanzen können auf die Messungenauigkeit des DSC Geräts zurückgeführt werden. Der Einfluss der Probenpräparation bezogen auf Geometrie und Masse der Probe ist ebenfalls zu erwähnen. [42]

Der Vergleich der DSC Abkühlkurven mit den Thermo-Calc Kurven ermöglicht den Rückschluss der einzelnen Peaks auf die Ausscheidungen von intermetallischen Phasen. Für die Auswertung der einzelnen Peaks sind jene mit dem größten Ausschlag herangezogen worden. Der erste Peak der AlSi7Mg Legierung lässt sich auf die Bildung der eutektischen Phase und der zweite auf die Entstehung der  $\alpha$ -Aluminium Partikel zurückführen. Der zweite Peak stimmt mit den Temperaturen der Bildung der eutektischen Phase überein. Hierbei ist zu erwähnen, dass die Berechnung der Legierung AlSi7MnMg für den Vergleich mit der im Rheocasting abgegossenen AlSi7Mg herangezogen worden ist. Dies stellt jedoch für die Ausscheidung von  $\alpha$ -Aluminium und eutektischer Phase kein Problem dar, da die Temperaturen durch den Einfluss von Mangan nahezu unverändert bleiben.

Bei der Legierung 6082 lassen sich zwei der drei Peaks auf Ausscheidungen zurückführen. Peak 2 auf die Phase Al<sub>15</sub>(Fe,Mn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> und Peak 3 auf die Bildung des  $\alpha$ -Aluminiums. Im Gegensatz dazu ist die Abweichung von Peak 1 zwischen den Messungen der Rheocasting Probe und des Schmiedematerials zu groß gewesen, um eine eindeutige Phase zu bestimmen. Als mögliche intermetallische Phasen kommen  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi oder Mg<sub>2</sub>Si in Frage. Grund dafür könnte die Messungenauigkeit des DSC Geräts in Kombination mit dem schwachen Signal der jeweiligen intermetallischen Phase sein.

Es ist zu erwähnen, dass die Heiz- beziehungsweise Abkühlrate von 10 °C/s die besten Resultate aufgewiesen haben. Bei größeren Raten haben sich starke Abweichungen der Messergebnisse sehen lassen. Dies spiegelt auch die Studie von Osten et al. (2015) wider [43]. Zu den DSC Kurven ist anzumerken, dass sie trotz durchgeführter Nulllinien Korrektur eine gebogene Basislinie aufweisen. Das lässt auf Ungenauigkeiten des Messgeräts schließen [42].

## 5.2 Rheocasting-Versuchsreihe

Alle Legierungen haben sich erfolgreich mit dem RheoMetal<sup>™</sup> Prozess abgießen lassen, obwohl die Form eigentlich für Squeeze Casting ausgelegt worden ist. Im Gegensatz zu Rheocasting Prozessen fällt hierbei der Anschnitt etwas dünner aus. Verglichen mit dem Anschnitt im Druckguss ist er dennoch vergrößert. Der erfolgreiche Abguss der AlSi7MnMg und der AlSi4MnMg kann daher einerseits auf die einfache Gussteilgeometrie sowie die relativ günstige Angusssituation zurückgeführt werden. Im Falle der Legierung 6082 sind spezielle Parameteranpassungen vorgenommen worden. Nach anfänglicher Erhöhuna der Formtemperatur sowie Umstellung auf händischen Sprühbetrieb mit höherem Trennmittelgehalt, hat eine Erhöhung der Kolbengeschwindigkeit der ersten und zweiten Phase stattgefunden.

Die Analysen des Lichtmikroskops haben klare Unterschiede der Mikrostruktur in der Mitte des Gussteils im Vergleich zur Randzone gezeigt (siehe **Abbildung 4-4**). In der Mitte sind hauptsächlich rosettenförmige  $\alpha$ -Aluminium Partikel umgeben von eutektischer Phase zu sehen. Zudem treten einzelne, große eutektische Makroseigerungen auf. An der Randzone finden sich vermehrt kleinere  $\alpha$ -Aluminium Dendriten mit eutektischer Phase wieder. An den Randbereichen sind außerdem rein eutektische Gebiete zu erkennen. Santos, Zhu et al. (2022) erklären diese Effekte einerseits mit dem Weiterfließen der zunehmend, angereicherten Schmelze während des Erstarrungsprozesses sowie der Volumenschrumpfung der Randschale, die einen Ort für die noch flüssige Schmelze bildet (siehe Kapitel 2.1.1) [13]. Die AlSi4MnMg zeigt ein ähnliches Randzonen Verhalten wie die AlSi7MnMg Legierung, allerdings mit einem geringeren Anteil an eutektischer Phase.

Der Vergleich mit der 6082er Legierung zeigt einen deutlicheren Unterschied. Der geringe Silizium Anteil erschwert eine optische Auswertung ohne Ätzung. Dennoch ist es vor allem in der Mitte der Probe zu einer vermehrten Lunker- beziehungsweise Porositätsbildung gekommen (siehe **Abbildung 4-5 b**). Einerseits kann das auf die schlechtere Gießbarkeit aufgrund des niedrigeren Siliziumgehalts zurückgeführt werden. In diesem Fall kann der geringe Anteil an Silizium die Volumenschwindung des Aluminiums nicht mehr ausgleichen. Andererseits könnte es auch an den Gießparametern liegen. Legierungen haben je nach Zusammensetzung ein unterschiedliches Formfüllungsverhalten und verlangen bekanntlich eine spezifische Auslegung sowie Parametereinstellung. Cao, Wessen et al. (2010) haben Untersuchungen des Einflusses der Kolbengeschwindigkeit der zweiten Phase durchgeführt. Eine langsamere Formfüllung resultiert demnach in einer verringerten Anzahl an Porositäten sowie eine eingegrenzte Porenverteilung. [61]

# 5.3 Optische Auswertung nach Weck-Ätzung

In Bezug auf die Mikrostruktur der Proben, ist ein klarer Unterschied zwischen Rheocasting und Druckguss Verfahren zu erkennen. Speziell die Morphologie der AlSi7MnMg-Rheo (siehe **Abbildung 4-6**) zeigt eine klare Einformung der α-Aluminium Körner. Innerhalb dieser haben sich mit der Weck-Ätzung eindeutige Seigerungserscheinungen hervorgetan. Wie schon von Gao et al. (2013) beschrieben, betrifft das die Sichtbarmachung der ursprünglichen Dendriten und der Wachstumsschicht [51]. Das Gefüge im Druckguss besteht aus einigen großen Dendriten umgeben von einer feinen Gussstruktur. Dabei sind die Dendriten die einzigen Orte, die einen minimalen Seigerungseffekt zeigen.

In Hinblick auf die im Rheocastingbetrieb abgegossene AlSi4MnMg Legierung (**Abbildung 4-7**) ist ein sehr homogenes Gefüge aus sphärolithischen beziehungsweise rosettenförmigen α-Aluminium Körnern zu sehen. Dieses Gefüge ist für den RheoMetal<sup>™</sup> Prozess typisch. Die Seigerungserscheinungen sind teilweise in den Aluminium Körnern ersichtlich. Das auf Wolfram basierende Kernmaterial für Becher B bewirkt eine schnellere Abschreckung. Lichtmikroskopisch ist dieses Ergebnis nach der Weck-Ätzung nicht ersichtlich gewesen.

Der Vergleich zwischen der im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess und im klassischen Druckguss Verfahren abgegossenen 6082er Legierung (**Abbildung 4-8**) fällt noch deutlicher aus als jener der AlSi7MnMg Legierung. An der Rheocasting Probe lassen sich Seigerungserscheinungen der einzelnen Aluminium Körner erkennen. Im Gegensatz dazu sind in Probe 6082-HPDC Seigerungen vorhanden, jedoch scheint es hier keine eindeutige Wachstumsrichtung zu geben. Obwohl bei Probe 6082-Rheo mit 14 s eine größere Kontaktzeit mit der Ätzlösung besteht, wirkt Probe 6082-HPDC (12 s) stärker angeätzt.

Wie in **Abbildung 4-9** ersichtlich, hat die Probe AlSi7MnMg-Rheo bei einmaligem Ätzvorgang nahezu keine Seigerungserscheinungen aufgewiesen. Die zweite Ätzung zeigt ein deutlich anderes Ergebnis, obwohl Maßnahmen zur Gewährleistung der Reproduzierbarkeit wie gleiche Probenausgangsituation, Ätzlösungsherstellung, Zeit in Ätzlösung und durchführende Person getroffen worden sind. Weck und Leistner (1986) bestätigen das Verhalten, dass Aluminium-Silizium Legierungen meist nur sehr schwache Seigerungen aufweisen und deswegen die Farbunterschiede in manchen Fällen erst bei mehrmaligem Ätzen ersichtlich werden können [50].

### 5.4 Festphasenanteil

Der mit Computersoftware errechnete Festphasenanteil (siehe **Abbildung 4-10**) der Probe AlSi7MnMg-Rheo von 18,69 ± 4,59 % stellt für den RheoMetal<sup>™</sup> Prozess einen niedrigen Wert dar. Die durchschnittlichen Werte betragen laut Jarfors et al. (2020) zwischen 35 und 40 % [5].

Referenzwerte nach Abschreckversuchen in einer Kupferkokille haben am selben Slurrymaker mit gleichen Prozessparametern einen Festphasenanteil von 23 % für eine AlSi7Mg Legierung ergeben. Das Gewicht des EEMs mit 7 % des Gussteils sowie eine Schmelzetemperatur von 720 °C, was einer Überhitzung von etwa 100 °C entspricht, stellen den Best Fit für diese Anlage sowie Gussform dar. Der Abschreckzeitpunkt repräsentiert einen entscheidenden Faktor. In vielen Literaturquellen findet die Abschreckung direkt nach der zweiten Rühroperation in einer gekühlten Kupferkokille statt, womit das semi-solide Gefüge eingefroren wird. In dieser Arbeit ist die Abkühlung erst mit der Erstarrung in der Druckgussform erfolgt. Wenn ein Slurry mit einem gewissen Festphasenanteil in die kalte Füllbüchse kommt, müsste in der Form in Folge der Temperaturreduktion ein weitaus höherer Festphasenanteil resultieren. Der geringere Festphasenanteil könnte näherungsweise mit dem Sponge Effekt gemäß Easton et al. (2006) erklärt werden. Bereits erstarrte Bereiche in einer semi-soliden Schmelze bilden eine Art starres Netzwerk, welches den Flüssigkeitsanteil einschließt. Bei Druckeinwirkung beginnt sich dieses Netzwerk zu verformen und die eingeschlossene Flüssigkeit kann ausströmen. Der bereits feste Anteil findet sich folglich vermehrt im Bereich des Anschnitts wieder. [9] Demnach müsste der bei Formeintritt flüssige Anteil weiter in die Form fließen und somit einen geringeren Festphasenanteil aufweisen. Diese Hypothese müsste allerdings mit weiterführenden Experimenten bestätigt werden.

Ein erwähnenswerter Punkt des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses ist der Zustand des thermischen Ungleichgewichts. Im Vergleich zum Scheil Modell stellt sich in der semi-soliden Schmelze ein weitaus größerer Festphasenanteil ein. Die höheren Werte sind auf die Bildung des *Freeze on Layers* in Kombination mit den ausgeschiedenen α-Aluminium Partikel des EEMs zurückzuführen. [12] Ein Rückschluss der jeweiligen Temperatur im Zweiphasengebiet auf den Festphasenanteil ist demnach nicht möglich.

Des Weiteren ist die Messung des Festphasenanteils zu hinterfragen. Je nach Ätzqualität können die Farbunterschiede variieren. Demzufolge hat die Durchführung der Ätzung einen enormen Einfluss auf die Bestimmung des Festphasenanteils. Ein weiterer Punkt ist die Festlegung der Grenzwerte an der Computersoftware. Diese werden von den analysierenden Personen selbst festgelegt und bringen damit den Fehlerfaktor Mensch ins Spiel. In diesem Fall hat die Festlegung der Grenzwerte so stattgefunden, dass kein Eutektikum

miteingeschlossen wird. Obwohl die Seigerungseffekte auf den ersten Blick recht einheitlich ausgesehen haben, ist es während der Analyse zu Schwierigkeiten durch leichte Farbunterschiede gekommen. Der Ausschluss des Eutektikums hat folglich die Miteinbeziehung aller Körner verhindert (siehe **Abbildung 4-10 b**). Dieses Ergebnis kann daher nur in einem niedrigeren Festphasenanteil resultieren.

Für die Probe AlSi4MnMg-Rheo sind Seigerungserscheinungen ersichtlich gewesen. Der geringe Farbunterschied und die ungleichmäßige Ätzung der Probe stellen eine computerunterstützte Auswertung vor Schwierigkeiten (siehe **Abbildung 4-11**). Hierbei hat sich kein genauer Grenzwert finden lassen, um alle beziehungsweise die meisten Seigerungen der unterschiedlichen Aluminium Körner miteinzubeziehen. Die Farbunterschiede der einzelnen Körner könnten auf die Probenentnahme aus der Ätzlösung zurückgeführt werden. Während der Ätzung ist die gesamte Oberfläche eingetaucht. Beim Herausholen besteht ein kurzer Zeitraum, in dem die Oberfläche der Probe nicht mehr gleichmäßig benetzt ist. Das kann zu unterschiedlichen Kontaktzeiten innerhalb der Probe mit der Ätzlösung geführt haben. Ähnlich wie bei der AlSi4MnMg Legierung ist die Auswertung der 6082er Legierung nicht möglich gewesen. In diesem Fall verhindert der Farbunterschied der Körner (siehe **Abbildung 4-8 b**) die Festlegung eines passenden Grenzwerts.

Wie bereits erwähnt sind einige Maßnahmen getroffen worden, um die Reproduzierbarkeit der Weck-Ätzung zu gewährleisten. Dennoch stellt sich die laut Gao et al. (2015) beschriebene Kontaktzeit von 12 s als guter Richtwert heraus [48]. Zudem hat sich ergeben, dass nach vermehrter Probenanzahl sowie einem längeren Ätzzeitraum ein verringerter Farbkontrast ausfällt. Die von Weck und Leistner (1986) beschriebene Haltbarkeit der Ätzlösung von 3 h ist dabei nicht überschritten worden [50].

### 5.5 Rasterelektronenmikroskop

Bei der Untersuchung des AlSi7MnMg-Tantal Gussteils im Rasterelektronenmikroskop mit EDX ist kein Tantal nachgewiesen worden. Ein möglicher Grund dafür könnte im Herstellungsprozess liegen. Die mit Tantal versetzten EEMs sind schon im Vorhinein in einer Sandform abgegossen und anschließend in das Gießkarussell eingespannt worden. Folglich sind die EEMs während des Einrührens kalt gewesen, weshalb sie sich größtenteils nicht aufgelöst haben und am Stahlstab haften geblieben sind. Beim ausgewählten Gussteil hat sich das EEM vom Stahlstab getrennt, jedoch ist fraglich, ob es sich vollständig aufgelöst hat. Rückstände davon könnten im Sumpf des Löffels verblieben sein, was in einer verminderten Menge an Tantal im Gussteil resultiert. Die Entnahme der Proben hat vom Pressrest über das Gussteil bis hin zu den Überläufen stattgefunden. Wenn Tantal in dem untersuchten Gussteil vorhanden gewesen wäre und eine homogene Verteilung aufgewiesen hätte, müsste es detektiert worden sein. Ein weiterer erwähnenswerter Punkt ist die Überlagerung der Röntgenquantenenergie der K-Schale des Siliziums mit der M-Schale des Tantals (siehe **Tabelle 3-4**). Dies erschwert die Detektion von Tantal.

Die These des *Sponge Effekts* über den ansteigenden Silizium Gehalt vom Pressrest bis zu den Überläufen ist in diesem Fall nicht bestätigt worden. Der Anteil an Silizium hat kein spezifisches Muster aufgewiesen. Ein plausibler Grund könnte die Auslegung der Dauerform darstellen. Die großen Querschnitte ermöglichen eine gleichmäßige Formfüllung ohne entstehende Engpässe. Laut Easton et al. (2008) kann es zu einer Reduzierung des *Sponge Effektes* kommen, wenn Körner klein sind und eine sphärolithische Struktur aufweisen [9]. Beim RheoMetal<sup>TM</sup> Prozess entstehen aufgrund der kurzen Rührzeit rosettenförmige Partikel, was der zuvor genannten Begründung widerspricht. Eine weitere Erklärung könnte die gewählte Nachweismethode liefern. In Studien wie beispielsweise von Eslami et al. (2018) wird der *Sponge Effekt* mit der Anzahl an  $\alpha_1$ - zu  $\alpha_2$ -Aluminium Körner bemessen [10].

Während der Suche nach der Al<sub>3</sub>Ta-Phase haben sich einige intermetallische Phasen identifizieren lassen. Diese sind stets in den Zwischenräumen der α-Aluminium Körner sowie dem Eutektikum aufgetreten. **Abbildung 4-13** stellt die verschiedenen Gefügebilder der Punkt Analysen dar. Die Punkt Analysen ermitteln die genaue Zusammensetzung der einzelnen Phasen. Es ist anzumerken, dass innerhalb der intermetallischen Phasen leichte Unterschiede in der Summenformel aufgetreten sind, weshalb die Bezeichnung vieler nur qualitativ vorgenommen worden ist. Dabei haben sich verschiedenste Phasen wie eine nadelförmige AlMnMgSi, polygonale AlMnSi sowie punktförmige AlSrSi bestätigt. In **Abbildung 4-14** ist mittels des EDX *Mappings* eine Phase der Spurenelemente Titan und Vanadium festgestellt worden.

Verglichen mit den Thermo-Calc Berechnungen der AlSi7MnMg Legierungen haben sich die chinesenschriftartige und polygonale Al<sub>15</sub>(Mn,Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> gebildet (**Abbildung 4-14 a/b**). Reine ß-Al<sub>5</sub>FeSi Phasen sind nicht allein aufgetreten. Dennoch hat eine nadelförmige intermetallische Phase mit den Elementen Aluminium, Eisen, Mangan und Silizium (voraussichtlich ß-Al<sub>5</sub>(Fe,Mn)Si) in **Abbildung 4-14 c** detektiert werden können. Beim Vergleich des Anteils an Mangan (0,548 Gew-%) mit dem Anteil an Eisen (0,139 Gew.-%) ist dieses Ergebnis erklärbar. Des Weiteren ist der Überschuss an Mangan auch an einer AlMnSi Phase in **Abbildung 4-13 b/d** zu erkennen. Innerhalb dieser Partikel haben sich kupferhaltige Phasen ausgeschieden. **Abbildung 4-14 d** zeigt eine Vielzahl an intermetallischen Phasen.

Das Vorkommen von Magnesium, Eisen, Silizium neben dem Aluminium und die verschiedenen Strukturen lässt auf eine Kombination der Phasen Mg<sub>2</sub>Si,  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi und womöglich der  $\pi$ -Phase schließen.

# 6 Zusammenfassung und Ausblick

Diese Masterarbeit hat sich mit dem Abguss von den Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg und 6082 im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess befasst. Es galt zu beantworten, wie sich die verschiedenen Legierungen bei gleichen Prozesseinstellungen verhalten. Mit dem *EEM Tracing* wurde zudem die Frage aufgegriffen, nach welchem Muster sich das EEM auflöst und schlussendlich im Gussteil vorliegt.

Die thermodynamischen Berechnungen bieten einen Überblick des Erstarrungsverhaltens der unterschiedlichen Legierungen. Es ergab sich ein klarer Unterschied des Erstarrungsintervalls zwischen Liquidus- und Soliduslinie gemäß des Aluminium-Silizium Phasendiagramms. Ein kleinerer Siliziumgehalt resultierte folglich in einem größeren Zweiphasengebiet. Bei der Betrachtung eines Festphasenanteils von 30 % kam im Gegensatz dazu heraus, dass die AlSi7MnMg Legierung mit einem Temperaturintervall von 20,4 °C das größte Zweiphasengebiet aufgewiesen hatte. Für unterschiedliche Legierungen sind demnach andere Prozessparameter festzulegen, um den gleichen Festphasenanteil zu erreichen. Die konkrete Bestimmung über das Scheil Modell ist durch das thermische Ungleichgewicht nicht möglich.

Aus den Thermo-Calc Kurven konnten zudem die verschiedenen Ausscheidungsphasen herausgelesen werden. Alle Legierungen gehören dem System Al-Si-Mn-Mg an und weisen demzufolge ähnliche Phasen auf. Als Ausscheidungen errechneten sich mit dem Scheil Modell neben  $\alpha$ -Aluminium und Eutektikum die Phasen Al<sub>5</sub>FeSi, Al<sub>18</sub>Fe<sub>2</sub>Mg<sub>7</sub>Si<sub>10</sub>, Mg<sub>2</sub>Si, Al<sub>15</sub>(Mn,Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>. Der Nachweis dieser fand im Rasterelektronenmikroskop statt. Es bestätigten sich die Phasen  $\beta$ -Al<sub>5</sub>F<sub>e</sub>Si, Mg<sub>2</sub>Si,  $\alpha$ -Al<sub>15</sub>(Mn,Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>. Des Weiteren kam es zur Detektion von intermetallischen Phasen der Spurenelemente Titan, Vanadium und Strontium.

Die DSC Messungen dienten dem Vergleich des Aufheizverhaltens der im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess abgegossenen Gussteile sowie den Vormaterialien der Legierungen AlSi7Mg und AlSi1MnMg. Hierbei stellten sich bis auf kleine Messungenauigkeiten keine ausschlaggebenden Unterschiede heraus. Die Abkühlkurven der DSC Messungen wurden anschließend den Thermo-Calc Kurven gegenübergestellt, um die einzelnen Peaks den Ausscheidungsphasen zuzuordnen. Dies ermöglichte die Ermittlung der eutektischen Phase und des α-Aluminiums bei der AlSi7Mg Legierung sowie der Al<sub>15</sub>(Mn,Fe)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>-Phase und des α-Aluminiums in der 6082er Legierung.

Die Nutzung des RheoMetal<sup>™</sup> Prozesses brachte für jede Legierung (AlSi7MnMg, AlSi4MnMg, 6082) ein vollständiges Gussteil hervor. Bei der 6082er Legierung führten neben der zu Beginn getroffenen Maßnahmen (Formtemperaturerhöhung sowie händischem Sprühen mit höherem Trennmittelgehalt) erst eine Erhöhung der Kolbengeschwindigkeit der ersten und zweiten Phase zu einer vollständigen Formfüllung. Der geringe Siliziumgehalt führte in Kombination mit den nicht optimierten Gießparametern sowie dem nicht optimalen Angusssystem der Dauerform zu einer schlechten Gießbarkeit. Die Analyse des Gefüges mit dem Lichtmikroskop zeigte für die AlSi7MnMg-Rheo und die AlSi4MnMg-Rheo eine Einformung der α-Aluminium Dendriten zu rosettenförmigen Partikeln. Des Weiteren ist es zu ausgeprägten Makroseigerungen von der eutektischen Phase gekommen. Diese sind mit dem schwammartigen Verhalten semi-solider Legierungen und der damit in Verbindung stehenden Anreicherung der gelösten Legierungselemente in der Schmelze erklärbar.

Für die Auswertung des Festphasenanteils fand die Ätzmethode nach Weck Anwendung. Diese ermöglicht es Mikroseigerungen mit zugehöriger Wachstumsschicht in α-Aluminium Körnern sichtbar zu machen, was wiederum einen Rückschluss auf den Festphasenanteil bietet. Bei der Weck-Ätzung stellte sich eine Zeit von 12 s in der Ätzlösung als am geeignetsten heraus. Mit steigender Probenanzahl sowie längerer Kontaktzeit kam es zu einem Verbrauch der Ätzlösung. Zudem war teilweise das Ergebnis der Ätzung erst beim zweiten Mal ersichtlich. Die Probe AlSi7MnMg-Rheo sowie AlSi4MnMg-Rheo wiesen gut sichtbare Mikroseigerungen der Aluminium Körner auf. Die computerunterstützte Auswertung ergab für die AlSi7MnMg-Rheo einen Festphasenanteil von 18,69 ± 4,59 %. Dieser, für den RheoMetal<sup>™</sup> Prozess niedrige Wert, konnte einerseits auf die inhomogene Ätzung der Probe zurückgeführt werden. Die Farbunterschiede der Probe erschwerten die Erfassung aller Seigerungen mit dem Auswerteprogramm. Andererseits erfolgte keine Abschreckung nach der *Slurrybildung* sondern eine Abkühlung in der Dauerform. Dieselbe Thematik stellte die Ermittlung des Festphasenanteils der Probe AlSi4MnMg-Rheo vor Schwierigkeiten. Hierbei resultierte kein sinnvolles Ergebnis. Im Vergleich zu den genannten Legierungen zeigte die Probe 6082-Rheo

nur schwache Seigerungen sowie starke Farbkontraste. Das verhinderte eine Bestimmung des Festphasenanteils.

Die Weck-Ätzung wurde zusätzlich für den optischen Vergleich von den im Rheocasting und Druckguss Verfahren abgegossenen Proben der Legierungen AlSi7MnMg und 6082 eingesetzt. Das Resultat war ein eindeutiger Unterschied in der Ausbildung von Mikroseigerungen sowie rosettenförmigen α-Aluminium Partikeln im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess.

Für das *EEM Tracing* der Probe AlSi7MnMg-Rheo kam das Rasterelektronenmikroskop mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie zum Einsatz. Bei der Analyse der intermetallischen Phasen wurde kein Tantal detektiert. Dieses Ergebnis lässt sich mit großer Wahrscheinlichkeit auf das kalte EEM und der nachfolgenden unvollständigen Auflösung zurückführen. Der *Sponge Effekt* sollte mit demselben Gussteil anhand ansteigender Silizium Anteile ermittelt werden. Ein erhöhter Silizium Gehalt in den zuletzt erstarrenden Bereichen verifizierte sich allerdings nicht. Eine Erklärung dafür liefert die günstige Formauslegung, die eine gleichmäßige Formfüllung ohne Engpässe ermöglicht.

Abschließend lässt sich sagen, dass die Legierungen AlSi7MnMg, AlSi4MnMg sowie 6082 erfolgreich im RheoMetal<sup>™</sup> Prozess abgegossen wurden. Ein Indiz dafür stellte die rosettenförmige Morphologie, der Vergleich der Rheocasting mit den Druckguss Proben und die teilweise gelungene Bestimmung des Festphasenanteils nach der Weck-Ätzung dar. Das im EEM enthaltene Tantal konnte keinen Aufschluss über den Weg des EEMs im Gussteil geben. Ungeachtet dessen eröffnet dieses Resultat neue Wege für weitere Forschungsmöglichkeiten.

In zukünftigen Studien könnte der Effekt des kalten EEMs vermindert werden, indem die tantalhaltige Schmelze in einer Sequenz händisch direkt in die EEM-Kokille gegossen wird. Natürlich unter Berücksichtigung der Sicherheitsvorschriften. Ein anderer interessanter Forschungsaspekt wäre die Analyse des Festphasenanteils über bestimmte Abkühlraten. Damit könnte es zu einer Verbesserung der Vergleichbarkeit verschiedener Studien kommen. Zudem wäre es von Interesse, eine wissenschaftliche Arbeit speziell der Bestimmung des Festphasenanteils nach erfolgter Weck-Ätzung zu widmen. Dadurch könnte ein vereinheitlichter, optimierter Ätzplan erstellt werden, der eine leichtere computerunterstützte Auswertung ermöglicht. Im Angesicht des Abgusses der verschiedenen Legierungen könnte ein Vergleich einer AlSi7MnMg und einer 6082er Legierung mit einer Rheocasting optimierten Gussform sowie Design of Experiment (DoE) angepassten Gießparametern einen Aufschluss über das Gießverhalten der Knetlegierung bringen.
## Literaturverzeichnis

- [1] Uggowitzer, P.J. and H. Kaufmann, Metallurgy and Processing of High-Integrity Light Metal Pressure Castings, Fachverlag Schiele und Schoen, Berlin, Deutschland, 2007.
- [2] Rosso, M., Thixocasting and Rheocasting technologies, improvements going on, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering (2012), 54, pp. 110–119.
- [3] Nafisi, S. and Ghomashchi, R., Semi-Solid Metal Processing Routes: An Overview, Canadian Metallurgical Quarterly 44 (2005), 3, pp. 289–304.
- [4] Wessen, M. and Cao, H., The RSF Technology, Metallurgical Science and Technology (2007), 25, pp. 22–28.
- [5] Jarfors, A.E.W., A Comparison Between Semisolid Casting Methods for Aluminium Alloys, Metals 10 (2020), pp. 1–14.
- [6] Jarfors, A.E.W., Jafari, M., Aqeel, M., Liljeqvist, P. and Jansson, P., In-Production Rheometry of Semi-Solid Metal Slurries, Metals 12 (2022), 7, pp. 1221.
- [7] Payandeh, M., Sabzevar, M.H., Jarfors, A.E.W. and Wessén, M., Solidification and Remelting Phenomena During Slurry Preparation Using the RheoMetal<sup>™</sup> Process, Metallurgical and Materials Transactions B 48 (2017), 6, pp. 2836–2848.
- [8] Jafari, M., Influence of Rheocasting process conditions on microstructural properties of A356 alloy, master thesis, Jönköping, 2021.
- [9] Easton, M.A., Kaufmann, H. and Fragner, W., The effect of chemical grain refinement and low superheat pouring on the structure of NRC castings of aluminium alloy Al–7Si– 0.4Mg, Materials Science and Engineering: A 420 (2006), 1-2, pp. 135–143.

- [10] Eslami, M., Payandeh, M., Deflorian, F., Jarfors, A. and Zanella, C., Effect of Segregation and Surface Condition on Corrosion of Rheo-HPDC Al–Si Alloys, Metals 8 (2018), 4, pp. 209.
- [11] Payandeh, M., Belov, I., Jarfors, A.E.W. and Wessén, M., Effect of Material Inhomogeneity on Thermal Performance of a Rheocast Aluminum Heatsink for Electronics Cooling, Journal of Materials Engineering and Performance 25 (2016), 6, pp. 2116–2127.
- [12] Payandeh, M., Jarfors, A.E.W. and Wessén, M., Solidification Sequence and Evolution of Microstructure During Rheocasting of Four Al-Si-Mg-Fe Alloys with Low Si Content, Metallurgical and Materials Transactions A 47 (2016), 3, pp. 1215–1228.
- [13] Santos, J., Zhu, B., Zanella, C. and Jarfors, A.E.W., Fatigue Crack Initiation on Semi-Solid Al–7Si–Mg Castings, Metals 12 (2022), 7, pp. 1061.
- [14] Payandeh, M., Rheocasting of Aluminum Alloys: Process and Components Characteristic, Dissertation, School of Engineering, Jönköping University, Jönköping, 2016.
- [15] Kapranos, P., Current State of Semi-Solid Net-Shape Die Casting, Metals 9 (2019), 12, pp. 1301.
- [16] Salleh, M.S., Omar, M.Z., Syarif, J.N. and Mohammed, M.N., An Overview of Semisolid Processing of Aluminium Alloys, ISRN Materials Science 2013 (2013), pp. 1–9.
- [17] Canyook, R., Wannasin, J., Wisuthmethangkul, S. and Flemings, M.C., Characterization of the microstructure evolution of a semi-solid metal slurry during the early stages, Acta Materialia 60 (2012), 8, pp. 3501–3510.
- [18] Pola, A., Tocci, M. and Kapranos, P., Microstructure and Properties of Semi-Solid Aluminum Alloys: A Literature Review, Metals 8 (2018), 3, pp. 181.
- [19] Lashkari, O. and Ghomashchi, R., The implication of rheology in semi-solid metal processes: An overview, Journal of Materials Processing Technology 182 (2007), 1-3, pp. 229–240.
- [20] Nafisi, S. and R. Ghomashchi, Semi-solid processing of aluminum alloys, Springer, Cham, 2016.
- [21] Jenning, R., Rheologisches Verhalten teilerstarrter Metalllegierungen, Dissertation, Erlangen, 2009.

- [22] Granath, O., Wessén, M. and Cao, H., Determining effect of slurry process parameters on semisolid A356 alloy microstructures produced by RheoMetal process, International Journal of Cast Metals Research 21 (2008), 5, pp. 349–356.
- [23] Payandeh, M., Jarfors, A.E. and Wessen, M., Effect of Superheat on Melting Rate of EEM of Al Alloys during Stirring Using the RheoMetal Process, SSP 192-193 (2013), pp. 392–397.
- [24] Jarfors, A.E.W., On the Generation of Excess Solid Fraction in the RheoMetal Process, Metals 13 (2023), 10, pp. 1644.
- [25] Nafisi, S., Emadi, D. and Ghomashchi, R., Semi solid metal processing: The fraction solid dilemma, Materials Science and Engineering: A (2009), 507, pp. 87–92.
- [26] Chen, J.Y. and Fan, Z., Modelling of rheological behaviour of semisolid metal slurries Part 1 – Theory, Materials Science and Technology 18 (2002), 3, pp. 237–242.
- [27] Barman, N. and Dutta, P., Rheology of A356 Alloy During Solidification Under Stirring, Transactions of the Indian Institute of Metals 67 (2014), 1, pp. 101–104.
- [28] Freudenberger, J. and M. Heilmaier, Materialkunde der Nichteisenmetalle und legierungen, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2020.
- [29] Otarawanna, S. and Dahle, A.K., Casting of aluminium alloys, in: Fundamentals of aluminium metallurgy, pp. 141–154.
- [30] Ostermann, F., Anwendungstechnologie Aluminium, 3., neu bearbeitete Auflage, Springer Vieweg, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [31] Wang, L., Makhlouf, M. and Apelian, D., Aluminium die casting alloys: alloy composition, microstructure, and properties-performance relationships, International Materials Reviews 40 (1995), 6, pp. 221–238.
- [32] Baumgartner, G., Das mikromechanische Verhalten von binären Aluminium-Silizium-Legierungen unter Last, Dissertation, 1. Auflage, München, 2019.
- [33] Nogowizin, B., Theorie und Praxis des Druckgusses, Schiele & Schön, Berlin, 2011.
- [34] Michelfeit, S., Werkstoffgesetze einer AlSi-Gusslegierung unter Hochtemperaturbeanspruchung in Abhängigkeit des Werkstoffzustandes, Dissertation, Darmstadt, 2012.
- [35] Stürzel, T.K., Maßnahmen zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Recycling Al-Druckgusslegierungen für Powertrain-Anwendungen, Dissertation, Ilmenau, 2018.

- [36] Trautmann, A., Untersuchung von Aluminium 6xxx Blechen f
  ür Au
  ßenhautanwendungen im Automobil auf die Empfindlichkeit gegen
  über Wurmkorrosion infolge des Schleifens der Oberfl
  äche, Diplomarbeit, Leoben, 2017.
- [37] Klobes, B., Untersuchungen zu Frühstadien der Ausscheidungsbildung in AlMgSi-Legierungen, Diplomarbeit, Bonn, 2007.
- [38] Sundman, B. and Ansara, I., The Gulliver–Scheil method for the calculation of solidification paths, in: The SGTE Casebook, Elsevier, 2008, pp. 343–346.
- [39] Schaffnit, P., Stallybrass, C., Konrad, J., Stein, F. and Weinberg, M., A Scheil–Gulliver model dedicated to the solidification of steel, Calphad 48 (2015), pp. 184–188.
- [40] Menczel, J.D. and R.B. Prime, Thermal Analysis of Polymers, Wiley, 2009.
- [41] Höhne, G.W.H., W.F. Hemminger and H.-J. Flammersheim, Differential Scanning Calorimetry, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2003.
- [42] Arnoldt, A.R., Grohmann, L., Strommer, S. and Österreicher, J.A., Differential scanning calorimetry of age-hardenable aluminium alloys: effects of sample preparation, experimental conditions, and baseline correction, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 149 (2024), 10, pp. 4425–4439.
- [43] Osten, J., Milkereit, B., Schick, C. and Kessler, O., Dissolution and Precipitation Behaviour during Continuous Heating of Al–Mg–Si Alloys in a Wide Range of Heating Rates, Materials 8 (2015), 5, pp. 2830–2848.
- [44] Fasching, A., Thermodynamische Berechnung der Einflüsse von Spurenelementen auf der Bildung intermetallischer Phasen bei Al-Gusslegierungen, Masterarbeit, Leoben, 2015.
- [45] Thermo-Calc Software, CALPHAD Methodology, https://thermocalc.com/aboutus/methodology/the-calphad-methodology/, Abgerufen am: 02.10.2024.
- [46] Pammer, M. and Zengerer, C., Rheocasting von Aluminium am ÖGI neue Horizonte im Druckguss, Giesserei Rundschau 70 (2023), 03/2023, pp. 16–17.
- [47] Pammer, M.E., Siliziumvergiftung und der Einfluss von Tantal auf die Kornfeinung von AlSiLegierungen, Leoben, 2022.
- [48] Gao, L., Harada, Y. and Kumai, S., Microstructural characterization of aluminum alloys using Weck's reagent, part I: Applications, Materials Characterization 107 (2015), pp. 426–433.

- [49] Prapasajchavet, K., Harada, Y. and Kumai, S., Microstructure Analysis of Al–5.5at%Mg Alloy Semi-solid Slurry by Weck's Reagent, Inter Metalcast 11 (2017), 1, pp. 123–130.
- [50] Weck, E. and E. Leistner, Nichteisenmetalle, Hartmetalle und Eisenwerkstoffe, Nickel-Basis- und Kobalt-Basis-Legierungen: = Non-ferrous metals, cemented carbides and ferrous metals, nickel-base and cobalt-base alloys, Dt. Verl. für Schweißtechnik, Düsseldorf, 1986.
- [51] Gao, L., Harada, Y. and Kumai, S., Visualization of solute distributions in dendritic and spheroidized AI grains characterized by both color etching method and electron probe microanalysis, J Mater Sci 49 (2013), 3, pp. 1286–1296.
- [52] Jank, A., Raster-Elektronenmikroskopie: Elektronenmikroskopie und deren spektroskopischen Anwendungen, Diplomarbeit, Graz, 2019.
- [53] Inkson, B.J., Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization, in: Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods, Elsevier, 2016, pp. 17–43.
- [54] Jeol, Energy table for EDS analysis.
- [55] Günzler, H., Bahadir, A.M., Danzer, K., Engewald, W. et al., Analytiker-Taschenbuch, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2000.
- [56] Steinfeld, A.K., An update on arsenic and thallium mineralogy from the waste dumps of Crven Dol locality, Allchar deposit, North Macedonia, Diplomarbeit, Wien, 2022.
- [57] Goldstein, J.I., D.E. Newbury, P. Echlin, D.C. Joy, C.E. Lyman and E. Lifshin et al., Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Springer US, Boston, MA, 2003.
- [58] Thermo-Calc Software, TCS Al-based Alloy Database (TCAL8) Technical Information: Available Starting with Thermo-Calc Version 2022a, https://www.engineeringeye.com/THERMOCALC/details/db/pdf/thermo-calc/02/TCAL8\_technical\_info.pdf, Abgerufen am: 15.10.2024.
- [59] Payandeh, M., Sjölander, E., Jarfors, A.E.W. and Wessén, M., Influence of microstructure and heat treatment on thermal conductivity of rheocast and liquid die cast Al-6Si-2Cu-Zn alloy, International Journal of Cast Metals Research 29 (2016), 4, pp. 202–213.
- [60] Gupta, R., Sharma, A., Pandel, U. and Ratke, L., Effect of stirring speed on microstructure of A356 alloy cast through rheometal process, International Journal of Materials Research 108 (2017), 8, pp. 648–655.

[61] Cao, H., Wessén, M. and Granath, O., Effect of injection velocity on porosity formation in rheocast Al component using RheoMetal process, International Journal of Cast Metals Research 23 (2010), 3, pp. 158–163.

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1:	Unterschied Thixocasting und Rheocasting [3]4
Abbildung 2-2:	Schematischer Ablauf des RheoMetal <sup>™</sup> Prozesses (Firma CompTech) [6]. 
Abbildung 2-3:	Al-Si Phasendiagramm: AlSi7Mg0.3 mit Mikrostruktur [8]7
Abbildung 2-4:	Vergleich von $\alpha_1$ -, $\alpha_2$ - und $\alpha_3$ -Aluminium Körner einer AlSi4 Legierung [12].
Abbildung 2-5:	Vorgeschlagener Ausscheidungsmechanismus der rein eutektischen Bereiche an der Gussoberfläche [13]9
Abbildung 2-6:	a) Veränderung der Morphologie mit fortlaufender Erstarrung und Scherrate [14]; b) Mechanismen der globulitischen Erstarrung [3]11
Abbildung 2-7:	Phasendiagramm zur Bestimmung des Festphasenanteils über das Hebelgesetz [21]12
Abbildung 2-8:	<ul> <li>a) Schematische Darstellung des Zusammenhangs der Viskosität und des Festphasenanteils bei unterschiedlicher Gefügeausbildung [19]; b)</li> <li>Zusammenhang von Viskosität und Festphasenanteil einer Al4.5Cu1.5Mg Legierung bei Variation der Scherrate in Anlehnung an Nafisi,</li> <li>Ghomashchi et al. [20]</li></ul>
Abbildung 2-9:	Zusammenhang der Viskosität und des Festphasenanteils bei unterschiedlicher Abkühlrate [27]16
Abbildung 2-10:	Hauptlegierungselemente des Aluminiums [28]17
Abbildung 2-11:	Aluminium-Silizium Phasendiagramm [32]
Abbildung 2-12:	Ausscheidungssequenz einer AlSiMg-Legierung [37]21
Abbildung 2-13:	a) Schematische Darstellung des Gulliver-Scheil Modells [39]; b) Konzentrationsverlauf bei Erstarrung [38]22

Abbildung 2-14:	Schematischer Aufbau einer Wärmestrom DSC Zelle [40]24
Abbildung 2-15:	Aufbau einer leistungskompensierten DSC Zelle [40]24
Abbildung 2-16:	a) DSC Kurve mit Änderung der Basislinie und endothermen Peak; b) Definition Basislinie und Nulllinie einer DSC Kurve [41]25
Abbildung 3-1:	Aufbau des Slurrymakers mit Ansicht des Karussells am ÖGI [46]28
Abbildung 3-2:	Ausschnitt des Aluminium-Tantal Phasendiagramms mit Peritektikum [47]. 
Abbildung 3-3:	Vorbereitung EEM Tracing – 3D gedruckte Sandform mit Stahlstäben30
Abbildung 3-4:	Gussteil mit Probenpositionen für die Untersuchung des Lichtmikroskops (a) und Rasterelektronenmikroskops (b)
Abbildung 3-5:	Gefüge einer AlSi7Mg Legierung nach Weck-Ätzung mit Fokus auf α- Aluminium Korn in Anlehnung an Jafari [8]34
Abbildung 3-6:	<ul> <li>a) Mechanismus der Erzeugung der charakteristischen Röntgenstrahlung;</li> <li>b) Streubirne mit Wechselwirkungsprodukte und deren Eindringtiefe [54].</li> <li></li></ul>
Abbildung 3-7:	EDX Spektrum einer Nickelsuperlegierung [57]37
Abbildung 4-1:	Thermo-Calc Kurven: a) AlSi7MnMg; b) AlSi4MnMg; c) AlSi1MnMg, d) Überblick der Legierungen
Abbildung 4-2:	DSC Kurve: Aufheizvorgang des im RheoMetal <sup>™</sup> Prozess hergestellten Gussteils einer AlSi7Mg Legierung42
Abbildung 4-3:	DSC Kurve: Aufheizvorgang des im RheoMetal <sup>™</sup> Prozess hergestellten Gussteils einer 6082er Legierung43
Abbildung 4-4:	Mikrostruktur der Probe AlSi7MnMg-Rheo an unterschiedlichen Probenpositionen45
Abbildung 4-5:	Mikrostruktur: a) AlSi4MnMg-Rheo; b) 6082-Rheo46
Abbildung 4-6:	a) und b) Gussteil AlSi7MnMg-Rheo; c) und d) Gussteil AlSi7MnMg- HPDC47
Abbildung 4-7:	Gussteil AlSi4MnMg-Rheo a) und b) Becher A (Schieber aus konventionellem Werkzeugstahl); c) und d) Becher B (Schieber aus wolframbasiertem Sinterwerkstoff)
Abbildung 4-8:	a) und b) Gussteil 6082-Rheo; c) und d) Gussteil 6082-HPDC48
Abbildung 4-9:	Vergleich der Ätzzeiten der Probe AlSi7MnMg-Rheo: a) Ätzvorgang 1; b) Ätzvorgang 249
Abbildung 4-10:	Probe AlSi7MnMg-Rheo: a) Auswertebereich; b) computerunterstützte Auswertung des Festphasenanteils50
Abbildung 4-11:	Probe AlSi4MnMg-Rheo: a) Auswertebereich; b) computerunterstützte Auswertung des Festphasenanteils50

Abbildung 4-12:	Abgegossene Tantal haltige EEMs für das EEM Tracing51
Abbildung 4-13:	a) AlMnMgSi-Phase; b) AlMnSi-Partikel mit AlMnCuSi-Ausscheidung; c) Al <sub>15</sub> (Mn,Fe) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> -Phasen; d) AlSrSi -und MnAlSi-Phase52
Abbildung 4-14:	EDX Mapping verschiedener intermetallischer Phasen
Abbildung 4-15:	<ul> <li>a) Al(Mn,Fe)Si-Phase chinesenschriftartig; b) Al(Mn,Fe)Si-Phase polygon;</li> <li>c) β-Al5(Mn,Fe)Si; d) nadelförmige und schriftartige Phasen Aluminium,</li> <li>Magnesium, Silizium und Eisen sowie polygonale Al(Mn,Fe)Si-Phase53</li> </ul>

# Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1:	Hauptlegierungselemente der Al-Gusslegierungen nach DIN EN 1780:2002 [30]:17
Tabelle 2-2:	Bezeichnung der verschiedenen Aluminium-Knetlegierungssystemen [30]: 
Tabelle 3-1:	Rührprogramm für das Auflösen des EEMs sowie das Homogenisierungsrühren:
Tabelle 3-2:	Heiz-/Kühlprogramm der DSC Messungen:31
Tabelle 3-3:	Überblick der zu untersuchenden Proben:
Tabelle 3-4:	Röntgenquantenenergie von den enthaltenen Elementen der untersuchten AlSi7MnMg Legierung [54]:
Tabelle 4-1:	Ergebnisse der Thermo-Calc Kurven in Hinblick auf Temperaturen und Festphasenanteile:
Tabelle 4-2:	Stabile Phasen bei der Erstarrung einer AlSi4MnMg und AlSi7MnMg:40
Tabelle 4-3:	Stabile Phasen bei der Erstarrung einer AlSi1MnMg:41
Tabelle 4-4:	Vergleich der Peak Temperaturen einer AC70 Legierung beim Aufheizen und Abkühlen:41
Tabelle 4-5:	Vergleich der Peak Temperaturen einer Legierung 6082 beim Aufheizen und Abkühlen:
Tabelle 4-6:	AlSi7MnMg: Zuordnung der Peaks aus den DSC Messungen (*) mit den Phasen aus Thermo-Calc:43
Tabelle 4-7:	AlSi1MnMg: Zuordnung der Peaks aus den DSC Messungen (*) mit den Phasen aus Thermo-Calc (1):44
Tabelle 4-8:	AlSi1MnMg: Zuordnung der Peaks aus den DSC Messungen (*) mit den Phasen aus Thermo-Calc (2):44

- **Tabelle 4-9:**Funkenspektrometeranalyse der abgegossenen Legierungen mit Fokus<br/>auf den enthaltenen Elementen mit den größten Anteilen [Gew.-%]:......45
- **Tabelle 4-10:**Überblick der untersuchten Gussteile mit Kontaktzeit der Ätzlösung: ......47

## **Anhang A: Experimentelle Methoden**

#### A.1 Prozessparameter Rheocasting-Versuchsreihe

Probenbezeichnung	Nummer	TEEM [°C]	TSchmelze [°C]	Kolbengeschw. CF [m/s]	Kommentar
AlSi7MnMg-HPDC	37	-	715,3	1,48	Druckguss
AlSi7MnMg-Rheo	63	94	723,9	0,4	RheoMetal™
AlSi7MnMg-Tantal	57	38	715,3	0,4	EEM- Tracing
AlSi4MnMg-Rheo	93	106	754,4	0,4	RheoMetal™
6082-Rheo	119	11	770,9	2,32	RheoMetal™
6082-HPDC	130	-	767,2	2,46	Druckguss

**Tabelle 0-1:** Aufzeichnung der relevanten Prozessparameter der Rheocasting-Versuchsreihe:

# Anhang B: Ergebnisse

#### **B.1 Thermo-Calc**

**Tabelle 0-2:** Anteile der Elemente in [Gew.-%] für die thermodynamischen Berechnungen:

Legierung	AI	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Cu
AlSi7MnMg	91,296	7,697	0,139	0,548	0,320	-	-
AlSi4MnMg	94,559	4,129	0,190	0,577	0,495	-	0,05
AlSi1MnMg	96,695	1,39	0,279	0,569	0,802	0,195	0,07

### B.2 DSC Messung – AC70 Rheo



Abbildung 0-1: DSC Aufheizkurve des Gussteils AC70-Rheo.



Abbildung 0-2: DSC Abkühlkurve des Gussteils AC70-Rheo.



B.3 DSC Messung – AC70 Vormaterial

Abbildung 0-3: DSC Aufheizkurve der Probe AC70-Vormaterial.



Abbildung 0-4: DSC Abkühlkurve der Probe AC70-Vormaterial.

### B.4 DSC Messung – 6082-Rheo



Abbildung 0-5: DSC Aufheizkurve des Gussteils 6082-Rheo.



Abbildung 0-6: DSC Abkühlkurve des Gussteils 6082-Rheo.



#### B.5 DSC Messung 6082 – Schmiedematerial

Abbildung 0-7: DSC Aufheizkurve der Probe 6082-Schmiedematerial.



Abbildung 0-8: DSC Abkühlkurve der Probe 6082-Schmiedematerial.

Mittelwer	Vittelwert berechnet aus:1, 2, 3, 4											
	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ag	As
± ⊼ Ŧ	91,14	7,697	0,1392	0,0073	0,5481	0,320	< 0,0010	0,0051	0,0040	0,0844	< 0,0005	< 0,0010
	В	Ba	Be	Bi	Ca	Cd	Ce	Co	Ga	Hg	In	La
± ⊼ Ŧ	0,0039	0,0026	< 0,0001	< 0,0010	0,0012	< 0,0010	0,0017	< 0,0012	, 0,0053	< 0,0010	< 0,0001	< 0,0005
	Li	Мо	Na	Р	Pb	Sc	Sn	Sr	V	Zr	I-Al2	I-Al1
± ⊼	< 0,0001	0,0015	0,0005	0,0024	< 0,0010	< 0,0005	< 0,0010	0,0096	0,0131	< 0,0010	16672	19108
	I-AI3/A	I-AI5/A	I-AI_7A									
± ⊼	10775	39595	87757									

#### B.6 Funkenspektrometeranalyse AlSi7MnMg

Abbildung 0-9: Funkenspektrometeranalyse AlSi7MnMg.

#### B.7 Funkenspektrometeranalyse AlSi4MnMg

Mittelwer	/littelwert berechnet aus:1, 2											
	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ag	As
± ⊼ Ť	94,33	4,129	0,1902	0,0493	0,5766	0,495	0,0998	0,0053	0,0128	0,0624	< 0,0005	< 0,0010
	В	Ba	Be	Bi	Ca	Cd	Ce	Co	Ga	Hg	In	La
± ⊼ Ť	0,0031	0,0022	0,0008	< 0,0010	0,0022	< 0,0010	< 0,0005	0,0015	0,0079	< 0,0010	< 0,0001	< 0,0005
	Li	Мо	Na	Ρ	Pb	Sc	Sn	Sr	۷	Zr	1-AI2	I-Al1
± ⊼ Ť	< 0,0001	< 0,0010	0,0004	0,0024	< 0,0010	< 0,0005	< 0,0010	0,0036	0,0119	0,0026	19164	216 <b>95</b>
	I-AI3/A	1-AI5/A	I-AI_7A									
± ⊼ ₹	12362	47586	90448									

Abbildung 0-10: Funkenspektrometeranalyse AlSi4MnMg.

Mittelwert berechnet aus:1, 2												
	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ag	As	В
± ⊼ Ť	96,58	1,390	0,279	0,0704	0,569	0,802	0,1948	0,0062	0,0217	< 0,0005	< 0,001	0,0017
	Ва	Be	Bi	Ca	Cd	Ce	Co	Ga	Hg	In	La	Li
± ⊼	< 0,0001	0,0016	< 0,001	0,0039	< 0,001	< 0,001	0,0015	0,012	< 0,001	< 0,0001	< 0,001	< 0,0001
	Мо	Na	Ρ	Pb	Pr	Sb	Sc	Sn	Sr	TI	۷	Zr
± ⊼ Ť	< 0,001	< 0,0001	0,0013	< 0,001	< 0,001	< 0,003	< 0,0005	< 0,001	0,0006	< 0,0001	0,011	0,0036
	Ti	I-AI2	I-AI1	I-AI3A	I-AI5A	I-AI_7A						
± × ∓	0,0336	23217	20978	13456	53223	94386						

## B.8 Funkenspektrometeranalyse 6082

Abbildung 0-11: Funkenspektrometeranalyse 6082.