

BHM (2011) Vol. 156(5): 161 – 167
 DOI 10.1007/ s00501-011-0645-4
 Printed in Austria
 © Springer-Verlag 2011

BHM Berg- und
 Hüttenmännische
 Monatshefte

Erste Ergebnisse des neuen Hochtemperatur-Konfokalmikroskops am Lehrstuhl für Metallurgie

Christian Bernhard*, Siegfried Schider**, Axel Sormann***, Guangmin Xia und Sergiu Ilie****

*Lehrstuhl für Metallurgie, Montanuniversität Leoben, Leoben / Österreich

** Materials Center Leoben Forschung GmbH, Leoben / Österreich

*** Voestalpine Stahl Donawitz GmbH & Co KG, Leoben / Österreich

**** Voestalpine Stahl GmbH, Linz / Österreich

Eingegangen am 5. April 2011; angenommen am 18. April 2011

Zusammenfassung: Die Betrachtung metallurgischer Vorgänge bei Temperaturen von bis zu 1700 °C in einer infrarot-beheizten Hochtemperaturkammer durch ein Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskop wird zunehmend zum Standardwerkzeug zeitgemäßer Stahlforschung. Im Rahmen eines Projekts am Leobener COMET K2-Zentrum wurde nunmehr durch das Materials Center Leoben ein Mikroskop angeschafft und – als erst drittes Gerät in Europa – am Lehrstuhl für Metallurgie der Montanuniversität installiert. Der vorliegende Artikel stellt die Methode und ihr Potenzial für die Stahlforschung vor und zeigt ausgewählte Beispiele für Untersuchungsmöglichkeiten aus der Literatur sowie erste eigene Ergebnisse. Im Besonderen wird auf die Beobachtung nichtmetallischer Einschlüsse in Stählen und Schlacken, auf die Vorgänge während der Erstarrung sowie auf Festkörperphasenumwandlungen eingegangen. Weitere Anwendungsmöglichkeiten werden kurz angesprochen.

First Results of the High-Temperature Laser Scanning Confocal Microscope at the Montanuniversität Leoben

Abstract: The in-situ observation of metallurgical processes at temperatures up to 1700 °C inside a mirror furnace with a laser scanning confocal microscope becomes more and more a standard tool for efficient steel research. Within the framework of a COMET K2-project the Materials Center Leoben acquired a microscope system. The system is installed at the Chair of Metallurgy and one of only three systems in Europe today. The article describes the principles and potential of method for steel research and presents selected examples for possible investigations from literature and some first own results. The focus lays on the behavior of nonme-

tallic inclusions in liquid steels and slags, processes related to solidification and phase transformations in the solid state. Other applications will be briefly mentioned.

1. Einleitung

Erste Veröffentlichungen über die Anwendung der Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie mit infrarotbeheizter Hochtemperaturkammer (HT-LSCM) für metallurgische Fragestellungen erschienen in der zweiten Hälfte der 1990er-Jahre¹⁻⁴. Ausgehend von Japan, verbreitete sich die Methode vor allem in Asien (Japan, Korea und später China). In den USA, in Australien und in Europa sind die Geräte nur in beschränkter Zahl im Einsatz.

Vom Programmkomitee des COMET K2-Zentrums für „Materials, Processing and Product Engineering“ wurde im Jahr 2010 ein Projekt mit dem Titel „In-situ observation of metallurgical processes by means of High-Temperature Laser Scanning Confocal Microscopy“ genehmigt. Projektpartner sind Voestalpine Stahl, Voestalpine Stahl Donawitz, Siemens-VAI Metals Technologies und die Ingenieursfakultät der Universität in Wollongong (Australien). Das Projekt wurde vom Lehrstuhl für Metallurgie der Montanuniversität Leoben beantragt und ist auch dort angesiedelt. Die Materials Center Leoben Forschung GmbH ist ebenfalls Projektpartner und Eigentümer des neuen Systems.

Das Gesamtsystem, bestehend aus Laserkonfokalmikroskop vom Typ VL2000DX von Lasertec, der Hochtemperaturkammer SVF17-SP und der zugehörigen Hard- und Software von Yonekura, wurde im Dezember 2010 geliefert, in die vorbereitete Infrastruktur am Lehrstuhl für Metallurgie integriert, von den japanischen Lieferanten innerhalb weniger Tage in Betrieb genommen und schließlich von Betreiber- und Eigentümerseite abgenommen. Noch im Dezember 2010 wurde in Zusammenarbeit mit den australischen Partnern der Universität von Wollongong ein erstes Versuchsprogramm abgefahren.

Korrespondenzautor:

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Christian Bernhard, Montanuniversität Leoben, CD-Labor für Metallurgische Grundlagen von Stranggießprozessen, Franz-Josef-Straße 18
 8700 Leoben, Österreich
 E-Mail: christian.bernhard@unileoben.ac.at

Der vorliegende Artikel beschreibt die Methode und zeigt Anwendungsbeispiele aus der Literatur sowie Ergebnisse aus ersten, eigenen Arbeiten.

2. Funktionsweise von infrarotbeheizter Hochtemperaturkammer und Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskop

Die mikroskopische Beobachtung von Metallen und Nichtmetallen bei hohen Temperaturen bis in den schmelzflüssigen Zustand reicht zurück bis zum Beginn des 20. Jahrhunderts. Bis heute wurden zahlreiche Untersuchungen zu metallurgischen und mineralogisch/gesteinshüttenkundlichen Themen durchgeführt⁵⁻⁷. Die herkömmliche Hochtemperatur-Mikroskopie verbindet ein aufrechtes Lichtmikroskop mit einer Hochtemperaturkammer. Die Limitierung der erreichbaren Maximaltemperatur bei herkömmlichen Heitzischen beschränkt die Beobachtungsmöglichkeiten auf Temperaturen unter der Liquidustemperatur von Stahl. Auch Heiz- und Kühlrate sind nach oben hin beschränkt, weshalb auch die Beobachtung von Ungleichgewichtszuständen erschwert wird.

Eine weitere Limitierung ist die Kontrasterstellung auf selbstleuchtenden Proben, da sich das charakteristische Spektrum glühender Körper mit zunehmender Temperatur dem der Standardbeleuchtungen von Mikroskopen annähert.

Die Kombination eines Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskops mit einer infrarotbeheizten Hochtemperaturkammer eröffnete neue Möglichkeiten:

- Die maximale Beobachtungstemperatur ist nur durch das verwendete Thermoelement limitiert und liegt in der Standardkonfiguration bei 1700 °C. Der Infrarotofen wird gekühlt, die thermische Belastung für die Ofenkammer durch die Strahlungsquelle ist zudem gering.
- Das Problem der Sichtbarmachung der Oberfläche der metallischen Proben und der hohen Temperaturen wird durch die Verwendung eines Lasers als Strahlungsquelle umgangen: Die Wellenlänge des Lasers liegt bei 408 nm und damit weit unterhalb des charakteristischen Spektrums eines bei 1600–1700 °C glühenden Körpers.
- Der maximale Probendurchmesser beträgt 7 mm bei einer Höhe von 2 mm. Die geringen Massen von Probenhalter und Tiegel in Verbindung mit der Maximalleistung der verwendeten Halogenlampe von 1500 Watt ermöglicht Heizraten von 1200 °C/min. Die Kühlrate beträgt in der Standardbetriebsweise maximal 1000 °C/min, wobei die Möglichkeit besteht, die Kühlrate durch Aufblasen von Helium weiter zu erhöhen.

Der Betriebsbereich der Hochtemperaturkammer erlaubt es somit, fast alle für die Untersuchung von Stahlherstellungs- und -verarbeitungsprozessen relevanten Temperaturzyklen zu durchfahren; ein anschaulicher Überblick über veröffentlichte Arbeiten findet sich in¹⁶.

Die Innenbeschichtung der Hochtemperaturkammer mit Gold, der inerte Probenhalter und das Quarzrohr als Schutz der Lampe vor äußeren Einflüssen erlauben die Verwendung einer weiten Palette von Ofenatmosphären: Es ist sowohl möglich, unter Vakuum und Inertgas zu arbeiten als auch unter reduzierenden und oxidierenden Atmosphären.

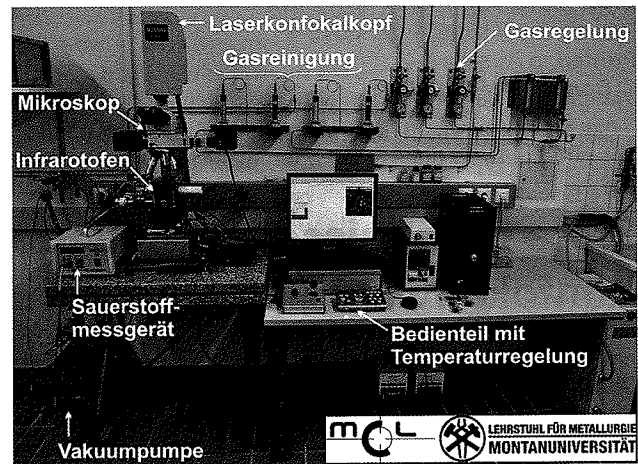


Abb. 1: Laser-Scanning-Konfokalmikroskop mit infrarotbeheizter Hochtemperaturkammer, Kontrolleinheit und Datenerfassung.

Abbildung 1 zeigt das am Lehrstuhl für Metallurgie an der Montanuniversität Leoben installierte System. Im linken Bildteil ist das Mikroskop mit Laser-Konfokal-Kopf angeordnet. In vertikaler Achse darunter ist der Infrarotofen positioniert. Im Hintergrund sind die Gasversorgung und Gasreinigung zu erkennen, der Restgehalt an Sauerstoff kann am Austritt aus der Hochtemperaturkammer gemessen werden. Im rechten Bildteil ist die Kontrolleinheit für die Hochtemperaturkammer und das Mikroskop sowie die Datenerfassung erkennbar. Die Verwendung eines akustooptischen Bauelements erlaubt sehr hohe Scanraten. Die Scanrate in X-Richtung ist dabei vorgegeben, die Scanrate in Y-Richtung ist veränderbar und bestimmt die maximale Scanrate für eine vorgegebene Auflösung. Bei voller Auflösung von 1024 × 1024 Bildern beträgt die maximale Scanrate 15 Bilder/Sekunde, bei einer Auflösung von 1024 × 256 Bildern beträgt die Scanrate 60 Bilder/Sekunde.

Abbildung 2 zeigt einen Schnitt durch die Hochtemperaturkammer. Die Innenkontur ist elliptisch und mit einer Goldbeschichtung überzogen. Im unteren Brennpunkt der Ellipse befindet sich die Halogenlampe, die vom Ofeninnenraum getrennt, durch einen Gasstrom gekühlt wird. Im oberen Brennpunkt liegt die Probe auf einem Probenhalter in einem Tiegel. Als Tiegelmateriale werden vorerst Al_2O_3

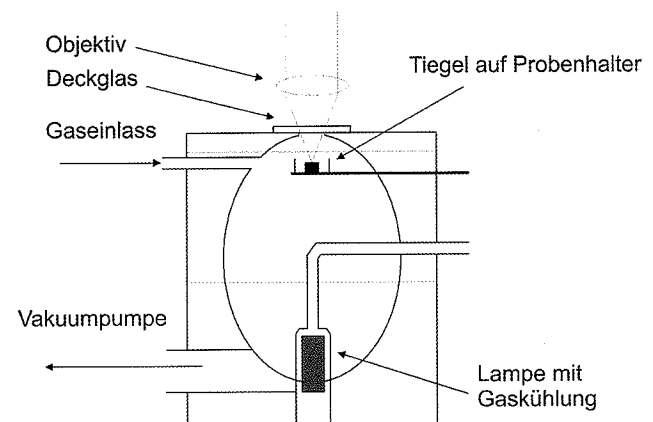


Abb. 2: Schnitt durch die Hochtemperaturkammer

und Platin verwendet, prinzipiell sind jedoch alle keramischen und metallischen Tiegelmaterialien verwendbar. Die Temperatur wird in der Standardkonfiguration mit einem Thermoelement gemessen, das an der Unterseite des Probenhalters befestigt ist. Diese Anordnung führt auch zu einem Temperaturunterschied zwischen Probenoberfläche und Thermoelement, was eine sorgfältige Referenzierung der Temperaturmessung erfordert.

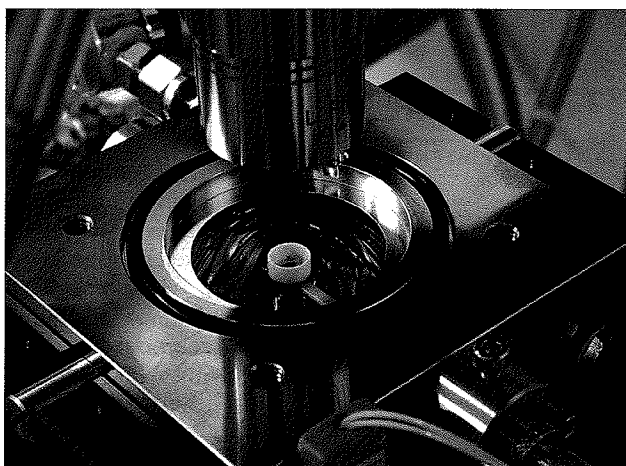


Abb. 3: Geöffnete Probenkammer von oben

In Abb. 3 ist die geöffnete Probenkammer von oben dargestellt. Am oberen Bildrand ist das Objektiv des Mikroskopteils erkennbar, die oben gelegene Öffnung der Hochtemperaturkammer ist während des Betriebs mit einem Quarzglas verschlossen. Auch die Goldbeschichtung an der Innenseite des Ofens ist erkennbar. Abbildung 4 zeigt schließlich eine Detailaufnahme des Probenhalters mit darauf ruhendem Al_2O_3 -Tiegel und einer Stahlprobe.

Teil des Gesamtsystems ist eine Software, welche die Vorgabe der Versuchsparameter (z. B. Aufheizzyklus) und gleichzeitig die Ausgabe der aufgezeichneten Filme und Bilder erlaubt. Der Versuchsablauf ist weitgehend automatisiert, aber auch die händische Temperaturführung ist möglich. Dies ist eine wichtige Voraussetzung für die sogenannte „Concentric Solidification“-Methode, bei der die Erstarrungsfront durch genaue händische Temperaturführung in einer festen Position gehalten wird.

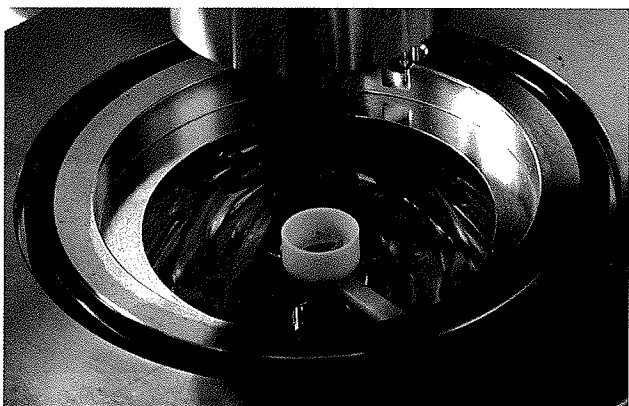


Abb. 4: Probenhalter mit Tiegel und Probe

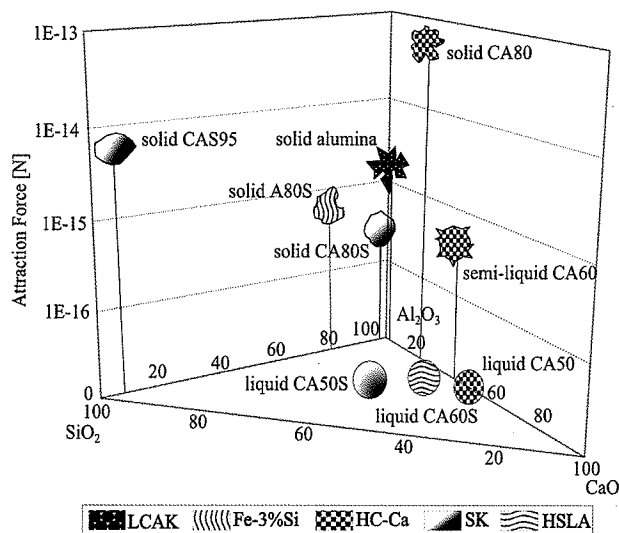


Abb. 5: Anziehungskraft zwischen bestimmten nichtmetallischen Einschlüssen ($\text{C}=\text{CaO}$, $\text{A}=\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{S}=\text{SiO}_2$, LCAK=aluminiumberuhigter niedrigkohligter Stahl, SK=siliziumberuhigter Stahl, HC-Ca=calciumbehandelter, hochkohligter Stahl, HSLA=hochfester, niedriglegierter Stahl)

3. Untersuchungen im System flüssiger Stahl/nichtmetallischer Einschluss/Schlacke

Erste Anwendungen in der Stahlforschung fand die Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie mit infrarotbeheizter Hochtemperaturkammer an der Tohoku Universität in Sendai in der Mitte der 1990er-Jahre für die Untersuchung des Verhaltens nichtmetallischer Einschlüsse an der Oberfläche von Stahlschmelzen^{1,2}. Abbildung 5 zeigt die Anziehungskraft zwischen einzelnen Partikeln in Abhängigkeit der Zusammensetzung und Morphologie². Die Untersuchungen wurden an verschiedenen Stählen durchgeführt, um bestimmte Einschlusstypen verfügbar zu haben. Silikathaltige Einschlüsse sind in siliziumlegierten Stählen ($\text{Fe}-3\%\text{Si}$), siliziumberuhigten Stählen (SK) sowie „High-strength, low-alloy“- (HSLA)-Stählen zu finden. In niedrigkohligen, aluminiumberuhigten Stählen (LCAK) finden sich überwiegend Aluminiumoxide und in calciumbehandelten, hochkohligen Stählen (HC-Ca) verschiedene Calciumaluminat.

Die Autoren beobachteten, dass sich feste Aluminate, Calcium-Aluminate und Alumina-Silikate über Entfernungen von bis zu $100\ \mu\text{m}$ aufgrund von Kapillarkräften wechselseitig anziehen und Cluster bilden, während die Anziehungskraft zwischen flüssigen Einschlüssen im System $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, unabhängig von der Zusammensetzung der Stahlschmelze, gering ist. Dieses Verhalten ist bestimmend für die Neigung zur Vergrößerung nichtmetallischer Einschlüsse durch Kollision und nachfolgende Agglomeration und lässt Schlüsse auf das Abscheidungsverhalten, die Bildung makroskopischer Einschlüsse und die Cloggingneigung von Stählen zu. Bestätigt wurden diese Ergebnisse auch durch spätere Untersuchungen an Mangan-Silikaten⁸.

Wie in Kapitel 4 diese Beitrags gezeigt werden wird, eignet sich die Methode auch zur Beobachtung der Erstarrung

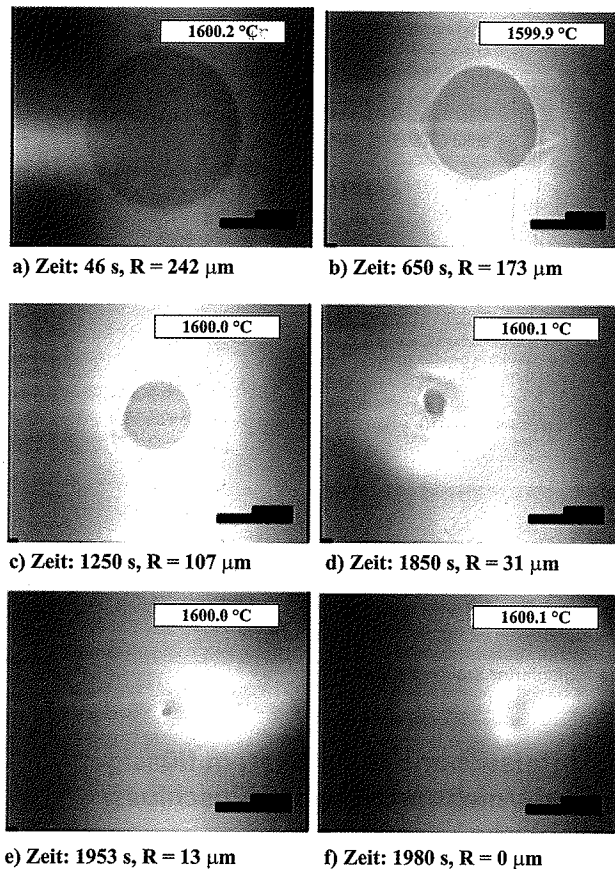


Abb. 6: Auflösung eines Al_2O_3 -Partikels an der Oberfläche einer $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ -Schlacke¹⁴

von Stahl, des Verhaltens nichtmetallischer Einschlüsse an der Phasengrenze Fest/Flüssig und zum Studium der Veränderung der Einschlüsse während bzw. nach der Erstarrung^{3,10-12}.

Shibata et al.³ zeigten beispielsweise, dass für das Einschließen („Engulfment“) von nichtmetallischen Partikeln durch eine sich bewegende Erstarrungsfront die Größe der Einschlüsse und die Wachstumsgeschwindigkeit ausschlaggebend sind. Je größer die Wachstumsgeschwindigkeit und je größer die Einschlüsse, desto leichter werden sie von der Erstarrungsfront eingeschlossen.

Wang et al.¹¹ beobachteten das Aufwachsen von CaS auf Oxide im System $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$. Sie konnten zeigen, dass flüssige Calziumaluminat kaum eine Anziehungskraft aufeinander ausüben, jedoch im Zuge der Erstarrung mit dem im Stahl gelösten und sich im Zuge der Erstarrung anreichern Schwefel und Aluminium im Stahl reagieren und sich in Größe und Zusammensetzung verändern. Das Ergebnis sind mehrphasige, oxidisch-sulfidische Einschlüsse, welche auch für großindustriell hergestellte Stähle typisch sind.

Ein wichtiger Teilschritt der Abscheidung nichtmetallischer Einschlüsse aus Stahlschmelzen ist die Aufnahme in die Schlacke bzw. die Auflösung in der Schlacke. Mehrere Untersuchungen beschäftigen sich mit dem Auflösungsverhalten nichtmetallischer Partikel in flüssigen Schlacken^{2,8,13,14}. Abbildung 6 zeigt die Auflösung eines Al_2O_3 -Partikels in einer $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ -Schmelze¹⁴. Das ursprünglich

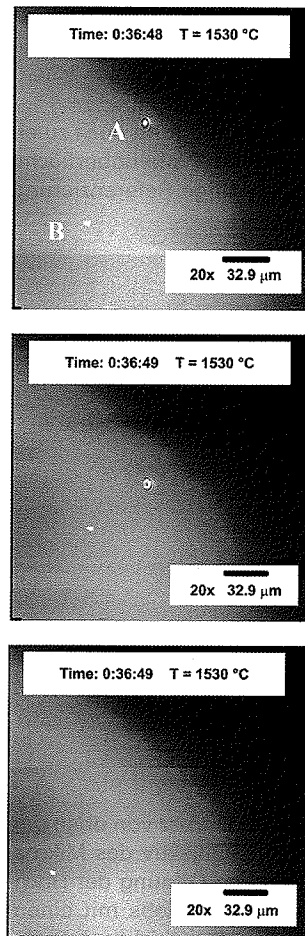


Abb. 7: Auflösung eines flüssigen $\text{MnO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Einschlusses (A) an der Phasengrenze zwischen Stahl und einer 50%-CaO-50% Al_2O_3 -Schlacke. Das feste Al_2O_3 -Partikel (B) wird im Beobachtungszeitraum nicht von der Schlacke aufgenommen¹⁶.

242 μm große Partikel löst sich in rund 1980 s auf. Aus der beobachteten Veränderung der Partikelgröße über die Zeit können Parameter für kinetische Modelle abgeleitet werden.

Ein weiterer interessanter Anwendungsfall für die Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie ist das Verhalten von nichtmetallischen Einschlüssen an der Phasengrenze Stahl/Schlacke. Die Grenzfläche zwischen Stahl und Schlacke kann durch eine ausreichend dünne, glasige Schlackenschicht beobachtet werden. Abbildung 7 zeigt das Verhalten zweier Einschlüsse an der Grenzfläche zwischen flüssigem Stahl und einer 50% $\text{CaO-50% Al}_2\text{O}_3$ -Schlacke^{15,16}. Einschluss A, ein flüssiger Einschluss im System $\text{MnO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$, löst sich innerhalb von Sekunden nach dem Erreichen der Grenzfläche auf, während Einschluss B, ein fester Al_2O_3 -Einschluss, im Beobachtungszeitraum nicht von der Schlacke aufgenommen wird. Auch aus diesen Ergebnissen wurden Parameter für kinetische Modelle abgeleitet.

In Abb. 8 ist ein erstes Ergebnis eigener Untersuchungen dargestellt¹⁷: Einige Al_2O_3 -Partikel werden in einer 50% $\text{CaO-50% Al}_2\text{O}_3$ -Schlacke aufgelöst. Die Partikel werden bei Raumtemperatur auf eine vorgeschmolzene Schla-

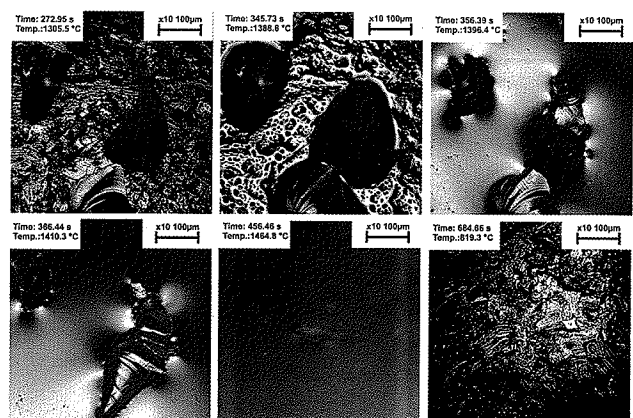


Abb. 8: Auflösung von Al_2O_3 -Partikeln in einer 50%-CaO-50% Al_2O_3 -Schlacke, Temperatur und Zeitpunkt sind den jeweiligen Fotos zu entnehmen¹⁷

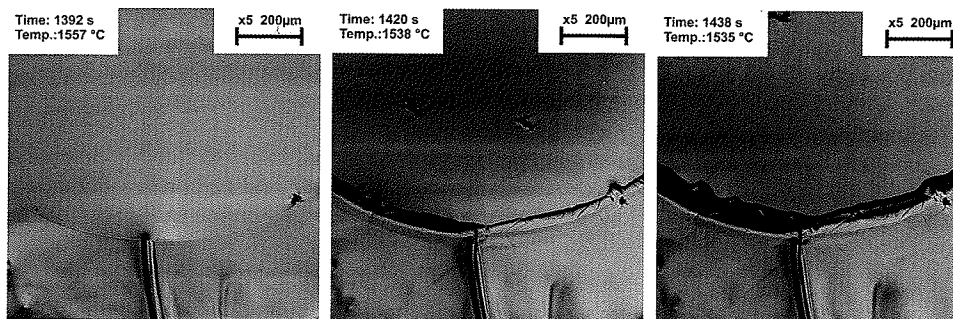


Abb. 9: Erstarrung eines Stahls mit 0,18 % C, Aufwachsen von Austenit auf den bereits erstarrten δ -Ferrit

ckenprobe aufgegeben und bis 1200 °C mit einer Aufheizrate von 400 °C/min, anschließend mit 100 °C/min bis 1400 °C erwärmt. Danach wurde die Temperatur der Hochtemperaturkammer händisch geregelt, um im Bereich besonders interessanter Temperaturen zu bleiben. Das langsame Aufschmelzen der Schlacke ist in der Bildabfolge ebenso zu erkennen wie die schlechte Benetzung der Al_2O_3 -Partikel durch die Schlacke. Erst nach einiger Zeit beginnen sich die Partikel langsam zu lösen und es dauert mehr als 100 Sekunden, bis die Partikel schließlich aufgelöst sind. In zukünftigen Arbeiten werden solche Versuche nach schneller Erwärmung isotherm durchgeführt werden, um Kennwerte für kinetische Modelle zu gewinnen.

Aus den hier angeführten, ausgewählten Untersuchungsbeispielen ist das hohe Potenzial der Methode im Hinblick auf Untersuchungen des Verhaltens nichtmetallischer Einschlüsse in flüssigem Stahl, an der Phasengrenze Stahl/Schlacke sowie in Schlacken zu erkennen.

4. Untersuchungen zur Phasenumwandlung Flüssig/Fest

Die Geometrie von Probe, Tiegel und Probenhalter und die Erwärmung durch Strahlung von oben und unten führen während der Erwärmung zu einem Temperaturmaximum in der Mitte der Probenoberfläche. Der moderate, radiale Temperaturgradient ermöglicht während des Aufschmelzens und der Erstarrung die Beobachtung der Erstarrungsfront. Wird die Erwärmung während des Aufschmelzens gestoppt, bildet sich ein stationärer Temperaturgradient und die Phasengrenze Fest/Flüssig bleibt stehen. Die Schmelze befindet sich jetzt in einem arteigenen Tiegel, was verschiedene Vorteile in der Versuchsführung bringt, auf welche an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden kann. Wird die Temperatur nun wieder abgesenkt, kann das Wachstum der Erstarrungsfront beobachtet werden. Erste Untersuchungen wurden, wie schon in Kapitel 3 ausgeführt, zur Beobachtung des Einschließens nichtmetallischer Einschlüsse durch eine Erstarrungsfront durchgeführt³.

Die hier beschriebene Technik wird auch als „Concentric Solidification“ bezeichnet und wurde maßgeblich an der Universität von Wollongong entwickelt^{18,20}. Aus den in Australien durchgeführten Untersuchungen konnte beispielsweise ein neues Verständnis der peritektischen Reaktion bei der Erstarrung von Kohlenstoffstählen abgeleitet werden¹⁹.

Abbildung 9 zeigt eine Sequenz von Bildern, die wäh-

rend der Erstarrung eines Stahls mit 0,18 % C entstanden sind: Der erstarrte Bereich im unteren Teil der Bilder mit gut erkennbarer Korngrenze besteht aus δ -Ferrit, auf den im Lauf der Erstarrung Austenit aufwächst. Auch nichtmetallische Einschlüsse sind erkennbar, wobei im rechten Bildteil ein Einschluss von der Erstarrungsfront überwachsen wurde. Zwei Al_2O_3 -Einschlüsse, die von oben ins Bild kommen, werden jedoch nicht von der Erstarrungsfront angezogen.

Die Untersuchung des Erstarrungsverhaltens von Stählen, im Besonderen der peritektischen Phasenumwandlung, bildet den Schwerpunkt der Kooperation zwischen der Universität von Wollongong und dem Lehrstuhl für Metallurgie an der Montanuniversität Leoben.

5. Untersuchung von Phasenumwandlungen im festen Zustand

Das Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskop macht Höhenunterschiede auf der Probenoberfläche sichtbar. Korngrenzen können deshalb sehr gut aufgelöst werden. Schon in den ersten Arbeiten hat man sich deshalb mit der δ -Ferrit/Austenit-Umwandlung niedrigkohligler Stähle beschäftigt⁴.

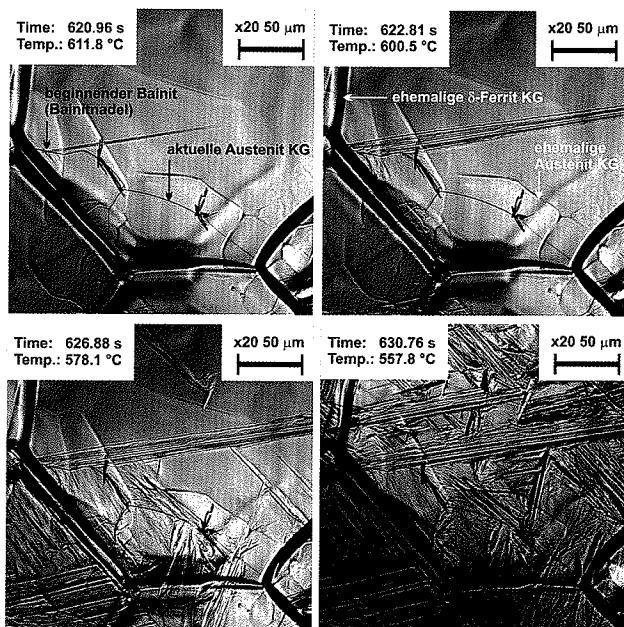


Abb. 10: Beginnende Bainitumwandlung eines Stahls mit 0,06 % C

Aber auch spätere Arbeiten widmen sich der Austenit/Ferrit-Umwandlung^{21,22} bzw. der Entstehung von Ungleichgewichtsgefügen wie dem Widmannstättenferrit²³.

Abbildung 10 zeigt als Beispiel erster eigener Untersuchungen das Umwandlungsverhalten eines Stahls mit 0,06% C unmittelbar vor und während der Bainitumwandlung. Die Kühlrate ist moderat und liegt bei rund 5°C/s. Im linken Teilbild sind die ehemaligen δ -Ferrit-Korngrenzen als besonders ausgeprägt zu erkennen, da sie bei hohen Temperaturen während der Erstarrung entstanden sind. Danach wandelt der δ -Ferrit in Austenit um und die entstehenden Austenitkörner wachsen während der Abkühlung weiter. Die ursprünglichen Austenitkörner sind noch immer als Vertiefungen zu erkennen. Aktuelle γ -Korngrenzen sind jedoch nur die scharfen, dunklen Linien, an denen die Bainitnadeln zu wachsen beginnen. Die aktuellen Austenitkorngrenzen verlaufen auch teilweise über die ehemaligen δ -Ferrit-Korngrenzen. Die Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie bietet deshalb auch ein hohes Potenzial für die Untersuchung von Phasenumwandlungen und Kornwachstum. Die Bainitumwandlung läuft innerhalb weniger Sekunden vollständig ab.

6. Weitere Untersuchungsmöglichkeiten

Bereits einleitend wurde als einer der Vorteile des goldbeschichteten Infrarotofens die Möglichkeit genannt, nicht nur unter inerter, sondern auch unter oxidierender und reduzierender Atmosphäre zu arbeiten. An dieser Stelle seien nur zwei Beispiele für mögliche Untersuchungen genannt:

- An der Universität von Wollongong wurde die Verzunderung von niedrigkohligem Stahl und von siliziumlegiertem Stahl unter Bedingungen des Warmwalzens untersucht²⁴. Dazu wird die Probe unter Inertgas nach kurzzeitigem Halten von 1200 oder 1300°C auf die Untersuchungstemperatur (880–1000°C) abgekühlt und anschließend die Probenkammer mit Luft geflutet. Das Aufwachsen der Zunderschicht kann beobachtet und Rückschlüsse über die Kinetik der Verzunderungsreaktion können gezogen werden. Die Haltezeit und die Bedingungen der nachfolgenden Abkühlung orientieren sich am Walzprozess.
- An der Tohoku-Universität in Sendai wurden unter CO-Atmosphäre Aufkohlungs- und Schmelzversuche im System Eisen/Schlacke/Kohlenstoff durchgeführt und in ein kinetisches Modell für das Verhalten der Eisenträger in Schmelzreduktionsverfahren eingearbeitet²⁵.

Das eingangs angesprochene, laufende K2-Projekt sieht Arbeitspakete für die Untersuchung von Reduktionsvorgängen unter den Bedingungen von Schmelzreduktionsverfahren vor. Aber auch Entkohlungs- und Verzunderungsprozesse können unter den Bedingungen der HT-LSCM beobachtet werden.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen des COMET K2-Projekts „In-situ observation of metallurgical processes by means of High-Temperature Laser Scanning Confocal Microscopy“ wurde vom Materials

Center Leoben ein Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskop mit infrarotbeheizter Hochtemperaturkammer angeschafft und am Lehrstuhl für Metallurgie installiert.

Im Rahmen des Projekts sollen Untersuchungen zum Verhalten nichtmetallischer Einschlüsse in Stahl, Schlacken und an der Phasengrenze zwischen Stahl und Schlacke durchgeführt werden. Die Beobachtung der Veränderung der Einschlüsse über die Zeit erlaubt die qualitative Überprüfung thermodynamischer Berechnungen und die quantitative Anpassung kinetischer Modelle.

Die Beobachtung der Erstarrung von Stahl, im Besonderen der peritektischen Phasenumwandlung, ist Schwerpunkt der Kooperation zwischen dem Lehrstuhl für Metallurgie und der Universität von Wollongong. Daneben soll auch das Verhalten nichtmetallischer Einschlüsse während der Erstarrung untersucht werden. Das Aufkeimen von Sulfiden auf oxidischen Einschlüssen sei hier als Beispiel genannt. Auch die Beeinflussung von Phasenumwandlungen im festen Zustand (Kornfeinung) durch geeignete nichtmetallische Einschlüsse ist ein interessantes Thema für Prozesse, in denen direkt aus der Erstarrung bestimmte Werkstoffeigenschaften eingestellt werden müssen, beispielsweise für das Schweißen.

Die δ/γ - und γ/α -Phasenumwandlungen und auch die Bildung von Ungleichgewichtsgefügen sollen ebenso beobachtet werden wie das Wachstum von Körnern.

Die Möglichkeit der Einstellung oxidierender und reduzierender Atmosphären erlaubt auch die Untersuchung von Hochtemperaturkorrosionsvorgängen und der Reduktion von Einsatzstoffen in Direkt- und Schmelzreduktionsprozessen.

Das vorgestellte HT-LSCM-System ist eines von derzeit nur drei Systemen in Europa. Es wird als wertvolles Werkzeug für die Bewältigung der vielfältigen Aufgabenstellungen in der Eisen- und Stahlmetallurgie dienen. Über die Fortschritte wird laufend berichtet werden.

Literaturverzeichnis

- 1 Yin, H., et al.: "In-situ" observation of collision, agglomeration and cluster formation of alumina inclusion particles on steel melts. *ISIJ International* 37 (1997), 936–945.
- 2 Yin, H., et al.: Characteristics of agglomeration of various inclusion particles on molten steel surface. *ISIJ International* 37 (1997), 946–955.
- 3 Shibata, H., et al.: In-situ observation of engulfment and pushing of nonmetallic inclusions in steel melt by advancing melt/solid interface. *ISIJ International* 38 (1998), 149–156.
- 4 Yin, H., et al.: Determination of free energy of δ -Ferrite/ γ -Austenite interphase boundary of low carbon steels by in-situ observation. *ISIJ International* 38 (1998), 794–801.
- 5 Jeglitsch, F.: Die Anwendung der Hochtemperaturmikroskopie in der Metallkunde unter besonderer Berücksichtigung von Oberflächenvorgängen. Dissertation, MU Leoben, 1963.
- 6 Kolouch, M.: Untersuchungen zur Hochtemperaturmikroskopie. Diplomarbeit, MU Leoben, 1965.
- 7 Hutterer, K.: Die Anwendung der Hochtemperaturmikroskopie bei der Untersuchung von basischen Feuerfestmaterialien. Diplomarbeit, MU Leoben 1968.
- 8 Vantilt, S., et al.: Observation of inclusions in Manganese-Silicon killed steels at steel-gas and steel-slag interfaces. *ISIJ International* 44 (2004), 1–10.
- 9 Coletti, B., et al.: Observation of Calcium Aluminate inclusions at interfaces between Ca-treated, Al-killed steels and slags. *Met. Mat. Trans.* 34B (2003), 533–538.

- 10 Kimura, S., et al.: Behavior of nonmetallic inclusions in front of the solid-liquid interface in low-carbon steels. *Met. Mat Trans.* 31B (2000), 1013–1021.
- 11 Kikuchi, N., et al.: Effect of Ti deoxidation on solidification and post-solidification microstructure in low carbon high manganese steel. *ISIJ International* 47 (2007), 1255–1264.
- 12 Wang, Y., et al.: Formation of CaS on Al_2O_3 -CaO inclusions during solidification of steels. *Met. Mat. Trans* 33B (2002), 625–632.
- 13 Valdez, M., et al.: Dissolution of alumina particles in CaO- Al_2O_3 - SiO_2 -MgO slags. *Ironmaking and Steelmaking* 29 (2002), 47–52.
- 14 Liu, J., et al.: In situ observation of the dissolution of spherical alumina particles in CaO- Al_2O_3 - SiO_2 Melts. *J. Am. Ceram. Soc.* 90 (2007), 3818–3824.
- 15 Misra, P., et al.: In situ observation of inclusions at the (Mn,Si)-killed steel/CaO- Al_2O_3 interface. *Met. Mat. Trans.* 31B (2000), 1135–1139.
- 16 Sridhar, S.: Application of confocal scanning laser microscopy to steel research. *Proceedings of the 3rd International Conference on the Science and Technology of Steelmaking*, Charlotte (NC), USA, 8.-11. Mai 2005, 797–810.
- 17 Michelic, S., et al.: Thermodynamic and experimental study on the modification of non-metallic inclusions through the contact with CaO- Al_2O_3 -MgO slags. *Inclusion Symposium der AISTech 2011*, Indianapolis (Ind.), USA, 2.-5. Mai 2011.
- 18 Reid, M., et al.: Concentric solidification for high temperature laser scanning confocal microscopy. *ISIJ International* 44 (2004), 565–572.
- 19 Phelan, D., et al.: Kinetics of the peritectic reaction. *Materials Science and Engineering* 477A (2008), 226–232.
- 20 Phelan, D., et al.: Experimental and modelling studies into high temperature phase transformations. *Computational Materials Science* 34 (2005), 282–289.
- 21 Liu, Z., et al.: "In-situ" observation of the δ/γ phase transformation on the surface of low carbon steel containing phosphorus at various cooling rates. *ISIJ International* 46 (2006), 847–853.
- 22 Phelan, D., und R. Dippenaar: Instability of the Delta-ferrite/austenite interface in low carbon steels: the influence of delta-ferrite recovery sub-structures. *ISIJ International* 44 (2004), 414–421.
- 23 Phelan, D., et al.: In situ observation of Widmannstätten ferrite formation in a low-carbon steel. *Mat. Science Eng. A* 407 (2005), 127–134.
- 24 Melfo, W.M., und R. Dippenaar: In situ observation of early oxide formation in steel under hot-rolling conditions. *Journal of Microscopy* 225 (2007), 147–155.
- 26 Ohno, K., et al.: Kinetic analysis of iron carburization during smelting reduction. *ISIJ International* 44 (2004), 2033–2039.