

FREIBERGER FORSCHUNGSSHEFTE
Herausgegeben vom Rektor der TU Bergakademie Freiberg

B 382 Werkstoffwissenschaft

**Untersuchung von mittels Spark-Plasma-
Sintertechnologie und unter Ausschluss von
Strömungseffekten erzeugten Grenzflächen
zwischen Metallschmelzen und Filterkeramik**

Anton Salomon

INHALTSVERZEICHNIS

ABKÜRZUNGEN UND SYMBOLE	6
1 EINLEITUNG	8
1.1 GRUNDLEGENDE ZIELE DER GRENZFLÄCHENERZEUGUNG	8
1.2 AUFGABENSTELLUNG UND UNTERSUCHUNGSZIELE	9
2 GRUNDLAGEN	11
2.1 METALLSCHMELZEFILTER	11
2.1.1 <i>Keramische Schaumfilter für die Metallschmelzefiltration – Wirkungsweise</i>	12
2.1.2 <i>Der Basisfilter für AlSi7Mg: α-Al₂O₃</i>	15
2.1.3 <i>Der Basisfilter für 42CrMo4: Al₂O₃-C</i>	17
2.2 DYNAMISCHE GRENZSCHICHTERZEUGUNG IN EINER SPARK-PLASMA-SINTERANLAGE	20
2.2.1 <i>Spark-Plasma-Sintern – Vor- und Nachteile für die Metallschmelzzerzeugung</i>	21
2.2.2 <i>Metallschmelzen beim Spark-Plasma-Sintern</i>	26
3 EXPERIMENTELLE ARBEIT	28
3.1 ZUSAMMENSETZUNG DER GENUTZTEN METALLE UND KERAMIKEN	28
3.1.1 <i>Die Metalllegierungen 42CrMo4 und AlSi7Mg</i>	28
3.1.2 <i>Herstellung der Al₂O₃-Filter mit funktionaler Beschichtung für die Filtration von AlSi7Mg</i>	30
3.1.3 <i>Herstellung der Al₂O₃-C-Filter mit funktionaler Beschichtung für die Filtration von 42CrMo4</i>	34
3.2 SPS ZUR ERZEUGUNG VON GRENZFLÄCHEN ZWISCHEN METALLSCHMELZEN UND FILTERKERAMIK	36
3.2.1 <i>Verwendung der SPS-Anlage im Rahmen der Arbeit</i>	36
3.2.3 <i>Probenaufbau und Probenvorbereitung</i>	37
3.3 UNTERSUCHUNGSMETHODEN	39
3.3.1 <i>Probenpräparation</i>	39
3.3.2 <i>Elektronenstrahlmikroanalyse – wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung</i>	40
3.3.3 <i>Rasterelektronenmikroskopie</i>	41
3.3.4 <i>Elektronenrückstreubeugung</i>	42
3.3.5 <i>Phasenanalyse mittels Röntgenbeugung, Rietveld-Methode</i>	43
3.3.6 <i>Transmissionselektronenmikroskopie</i>	46
3.3.7 <i>Bestimmung des Sauerstoffgehaltes über Heißgasextraktion</i>	47
3.4 VERIFIZIERUNG DURCH THERMODYNAMISCHE BERECHNUNGEN.....	48
4 UNTERSUCHUNGSERGEBNISSE UND DISKUSSION ZU REAKTIONEN DER ALUMINIUMSCHMELZEN MIT AL₂O₃-SUBSTRAT-FILTERKERAMIK	50
4.1 PHASENBEZIEHUNGEN IN DER LEGIERUNG ALSI7MG0,6	50
4.2 UNBESCHICHTETES AL ₂ O ₃ – KORUND ALS AKTIVE OBERFLÄCHE	51
4.2.1 <i>Benetzung und Oberflächenoxidfilme von Aluminiumlegierungen, Einfluss der SPS-Behandlung</i>	54
4.2.2 <i>Phasenbildung an der AlSi7Mg0,6-Al₂O₃-Grenzfläche</i>	55
4.2.3 <i>Vergleich mit Gießversuchen</i>	57
4.3 AMORPHES SiO ₂ UND MULLIT 3AL ₂ O ₃ ·2SiO ₂ ALS AKTIVE BESCHICHTUNGEN AUF KORUND	58

4.3.1	Röntgenografische Phasenanalyse an wärmebehandelten $\text{SiO}_2\text{-AlSi7Mg0,6}$ -Pulvermischungen	59
4.3.2	Röntgenografische Phasenanalyse an wärmebehandelten Mullit- AlSi7Mg0,6 -Pulvermischungen	62
4.3.3	Grenzflächenuntersuchung an den SPS-behandelten, SiO_2 -beschichteten Keramikringen.....	65
4.3.4	Grenzflächenuntersuchung an den SPS-behandelten, mullitbeschichteten Keramikringen.....	67
4.3.5	Ergebnisse der thermodynamische Berechnungen für SiO_2 und Mullit.....	69
4.3.6	Einordnung der experimentellen Ergebnisse	72
4.3.7	Vergleich mit Ergebnissen von Gießversuchen.....	75
4.4	RUTIL TiO_2 ALS AKTIVE BESCHICHTUNG AUF Al_2O_3	77
4.4.1	Phasenbildungsreaktionen zwischen Rutil und reinem Aluminium	77
4.4.2	Phasenbildungsreaktionen zwischen Rutil und der Legierung AlSi7Mg0,6	80
4.4.3	Vergleich thermodynamischer Berechnungen im System Al-Ti-O mit experimentellen Ergebnissen.....	86
4.4.4	Ausbildung definierter Orientierungsbeziehungen zwischen Rutil und neugebildetem $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ bzw. MgTiO_3	87
4.4.5	Kinetik der Phasenwachstumsprozesse.....	97
4.4.6	Mithilfe der Dichtefunktionaltheorie errechnete Grenzflächenenergien	98
4.4.7	Diskussion der Ergebnisse	100
4.4.8	Vergleich mit Ergebnissen von Gießversuchen.....	104
5	UNTERSUCHUNGSERGEBNISSE UND DISKUSSION ZU REAKTIONEN DER STAHLSCHELZE MIT $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$-SUBSTRAT-FILTERKERAMIKEN.....	106
5.1	DER UNBESCHICHTETE FILTER – $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ ALS AKTIVE UND REAKTIVE OBERFLÄCHE	106
5.1.1	Ermittlung der maximalen Aufheizrate für kohlenstoffgebundene Proben mit Stahl.....	106
5.1.2	MnS -Ausscheidungen	107
5.1.3	Grundlegende Wechselwirkungen zwischen $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ und der Stahlschmelze, aktive Wirkung.....	108
5.1.4	Exogene Al_2O_3 -Einschlüsse und Wechselwirkung mit Mangansulfid.....	109
5.1.5	Reaktive Wirkung des $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ -Basisfilters.....	113
5.2	KORUND MIT ODER OHNE KOHLENSTOFFZUGABE ALS AKTIVE BESCHICHTUNG AUF $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$	115
5.2.1	AC1-0 : Korund als aktive Beschichtung auf $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$	115
5.2.2	AC95-5 : Korund mit geringem C-Anteil als aktive Beschichtung auf $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$	117
5.2.3	Gasphasenentstehung als indirekter Nachweis für den Löse- und Wiederausscheidemechanismus von Al_2O_3	121
5.2.4	Grundlegende Wechselwirkungen zwischen Stahl und kohlenstoffhaltigen Al_2O_3 -Schichten	125
5.2.5	Exogene Al_2O_3 -Einschlüsse.....	126
5.2.6	Reaktive Wirkung des $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ -Filters.....	127
5.2.7	Der Einfluss des Kohlenstoffgehaltes auf die Sekundärkorundbildung bei C-haltigen Filterkeramiken in Kontakt mit 42CrMo4 -Stahlschmelze	130
5.2.8	Vergleich mit anderen Teilprojekten und Einordnung der Ergebnisse.....	132
5.3	MgO-C ALS REAKTIVE BESCHICHTUNG AUF $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$	135
5.3.1	Grundlagen zu MgO-C als reaktive Beschichtung zur Stahlschmelzefiltration.....	135
5.3.2	Die $\text{MgO-C}/\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ -Grenzfläche.....	136
5.3.3	Die Grenzfläche $\text{MgO-C}/\text{Stahl } 42\text{CrMo4}$	138

5.3.4	<i>Einfluss der Grenzflächenreaktionen auf die Agglomeration exogener Einschlüsse und den Sauerstoffgehalt des Stahls</i>	139
5.3.5	<i>Gasentstehung während des SPS-Aufschmelzens</i>	140
5.3.6	<i>Ähnliche Reaktionen</i>	141
5.3.7	<i>Whiskerbildung an der Grenzfläche MgO-C/Al₂O₃-C</i>	142
5.3.8	<i>MgAl₂O₄-Entstehung an der Grenzfläche Stahl/MgO-C</i>	143
5.3.9	<i>Spinellentstehung an Al₂O₃-Einschlüssen und Wechselwirkung des Stahls mit der Filterkeramik</i>	144
5.3.10	<i>Vergleich mit anderen Teilprojekten des SFB 920</i>	146
6	ZUSAMMENFASSUNG UND VERGLEICH DES VERHALTENS BEIDER UNTERSUCHTER SCHMELZEN	148
7	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	152
8	TABELLENVERZEICHNIS	158
9	LITERATURVERZEICHNIS	159
	ANHANG	172
A.1	DIE TEMPERATURVERTEILUNGSMESSUNGEN	172
A.1.1	<i>Bestimmung der Temperaturverteilung während des SPS-Prozesses als Grundvoraussetzung für die Aufschmelzversuche</i>	172
A.1.2	<i>Einfluss der Aufheizrate, der Haltetemperatur und des Materials</i>	175
A.1.3	<i>Radiale Temperaturverteilung</i>	177
A.1.4	<i>Einfluss der vertikalen Verschiebung</i>	179
A.1.5	<i>Vergleich mit Literatur und Auswirkungen auf die Aufschmelzversuche</i>	182
A.1.6	<i>Zusammenfassung der Ergebnisse der Temperaturverteilungsmessungen</i>	188
	DANKSAGUNG	192