

Laborprotokoll  
der LVA  
Chemische Technologie Anorganischer Stoffe (161.006)  
zum Thema:

*Thermische Analyse*  
*&*  
*Formgebung, Kaltverformung,*  
*Rekristallisation*

Datum: 27.10.2009

Verfasser: SVATUNEK Dennis, 0725292

Gruppenpartner: Felix BIEGGER

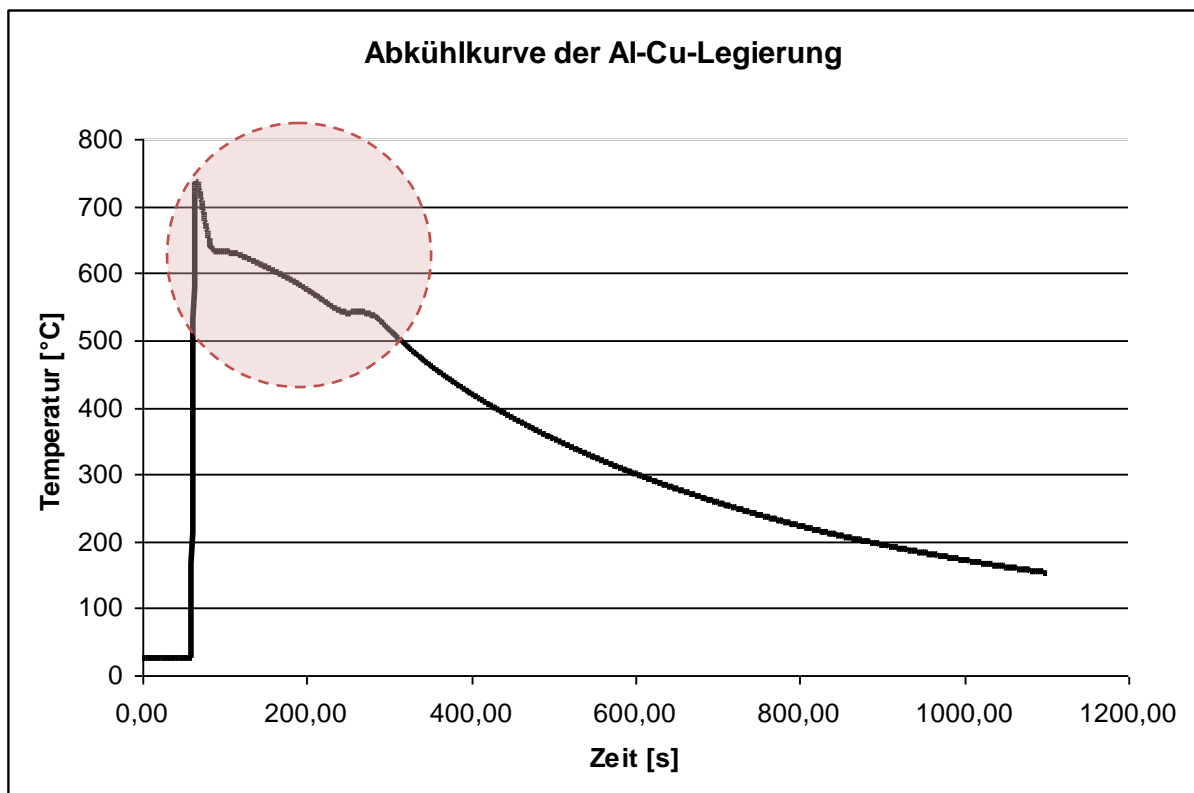
Hermine SCHMIDTBAUER

Christian WEISSENSTEINER

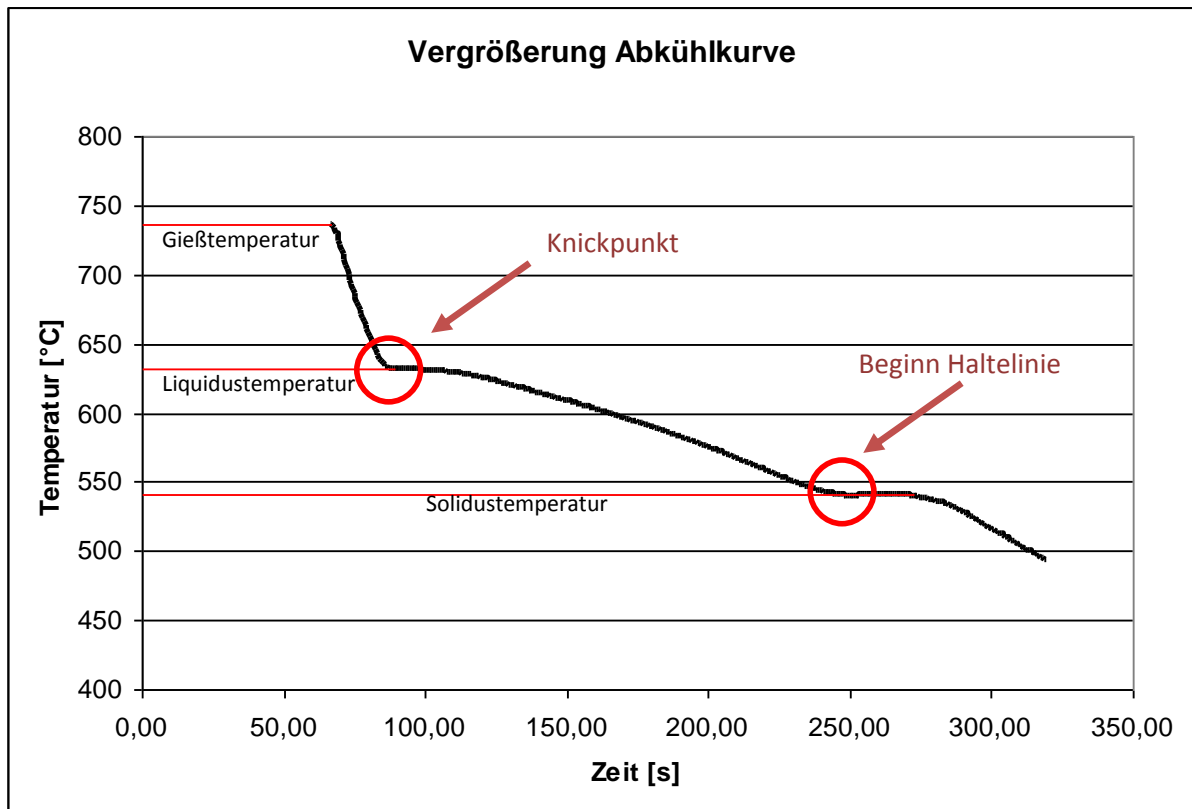
# THERMISCHE ANALYSE

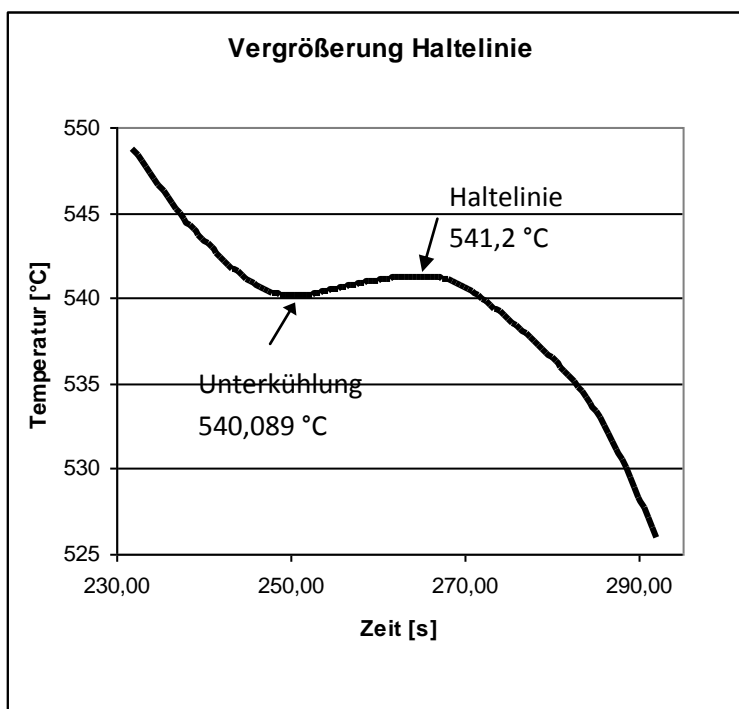
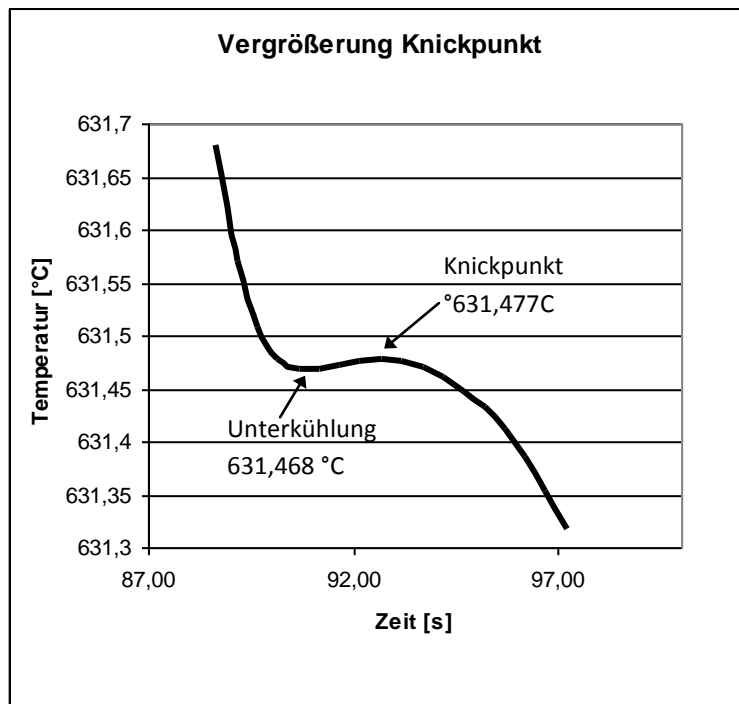
Eine Aluminium-Kupfer-Legierung unbekannter Zusammensetzung wurde im Geschmolzenen Zustand in eine Form gegossen und die Abkühlkurve aufgenommen um die Zusammensetzung zu ermitteln.

## Ermitteln der Zusammensetzung, Diskussion der Abkühlkurve:



Die gemessene Gießtemperatur beträgt 736 °C wobei die tatsächliche Gießtemperatur etwas höher lag, jedoch brauchte das Thermoelement mit welchem die Temperatur gemessen wurde einige Sekunden um sich aufzuheizen. Als markante Punkte in der Abkühlkurve erkennbar sind ein Knickpunkt bei etwa 630 °C sowie eine Haltelinie bei etwa 540 °C. Beim weiteren Abkühlen kommt es offensichtlich zu keiner Phasenänderung mehr. Um die wichtigen Punkte der Kurve genauer betrachten zu können, wurden die entsprechenden Ausschnitte vergrößert.





Aus den Diagrammen lassen sich folgende Temperaturen auslesen:

Liquidustemperatur 631,5 °C

Solidustemperatur 541,2 °C

Mit der Liquidustemperatur kann man nun im Phasendiagramm des Al-Cu-Systems die ungefähre Zusammensetzung bestimmen. Dabei gibt es in unserem Fall zwei mögliche Zusammensetzung, da die Liquiduslinie zweimal geschnitten wird. Um eine der beiden Möglichkeiten auszuschließen wurde eine Dichtebestimmung nach

der Auftriebsmethode durchgeführt um aus der Dichte der Legierung die Zusammensetzung der Legierung zu schätzen.

Erhaltene Messwerte der Dichtebestimmung :

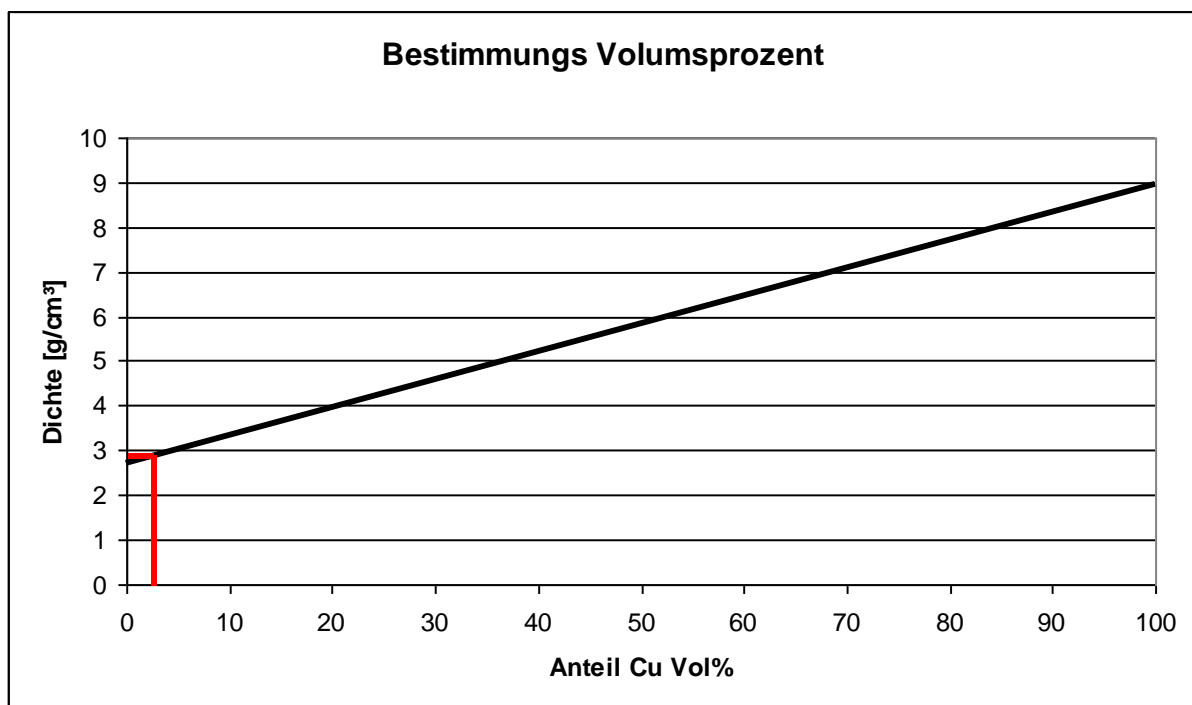
$$m_{\text{trocken}} = 11,3000 \text{ g}$$

$$m_{\text{Wasserbad}} = 7,3344 \text{ g}$$

$$\rho(\text{Wasser}) = 1,0 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho(\text{Feststoff}) = \rho(\text{Wasser}) \cdot \frac{m(\text{trocken})}{m(\text{trocken}) - m(\text{Wasserbad})} = 2,8495 \text{ g/cm}^3$$

Zum Bestimmen der Massenprozent der Zusammensetzung der Legierung wird zuerst mit Hilfe der gemessenen Dichte die volumsprozentige Zusammensetzung ermittelt, da hierbei die Dichte einem linearen Zusammenhang folgt.



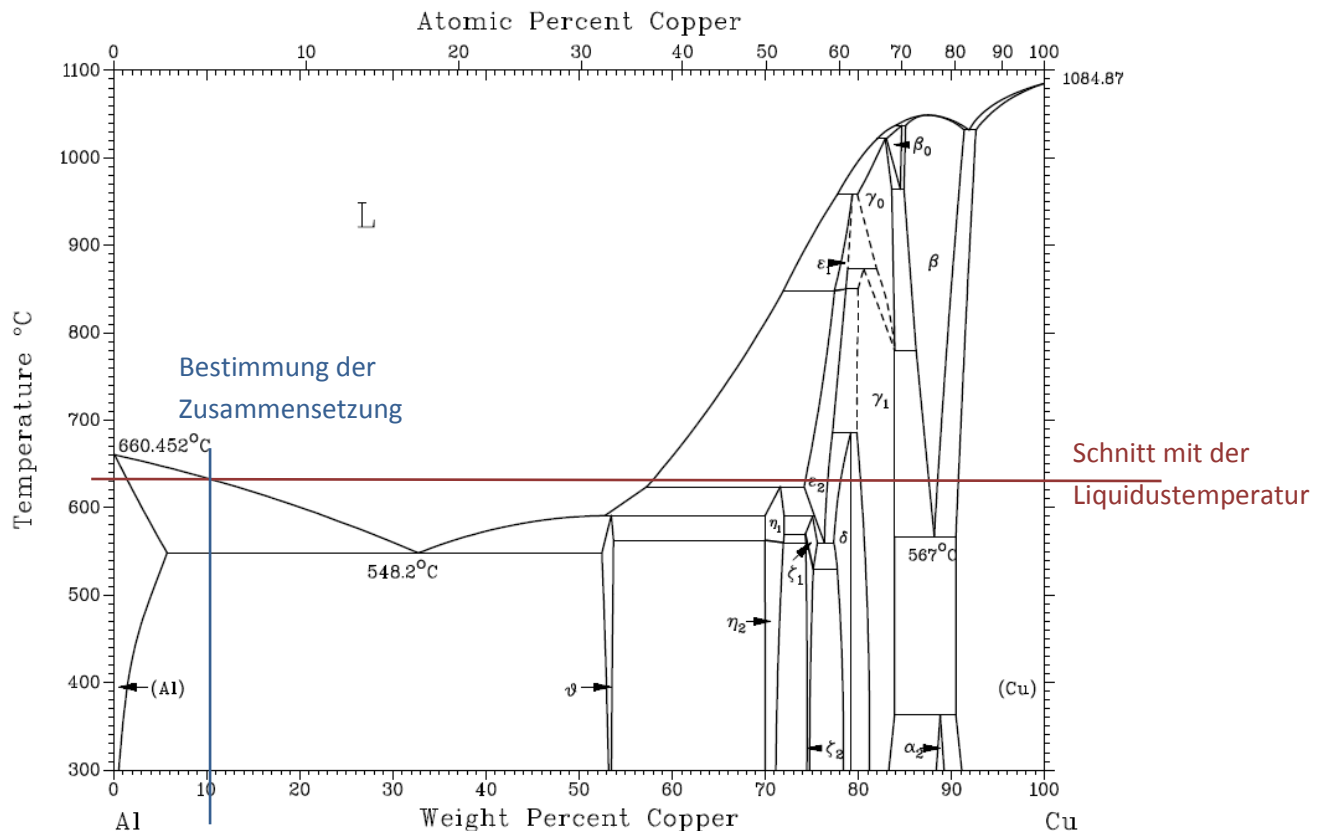
Daraus folgt das etwa 3,4 Vol% der Legierung Cu sind.

Die Umrechnung von Vol% in Massenprozent erfolgt nach folgender Formel:

$$m\%_{Cu} = \frac{V\%_{Cu} * \rho_{Cu}}{(V\%_{Cu} * \rho_{Cu} + V\%_{Al} * \rho_{Al})}$$

$$m\%_{Cu} = 7,5$$

Die Berechnung der Zusammensetzung über die Dichte ergibt, dass 7,5% der Legierung aus Kupfer besteht.



Aus dem Diagramm lässt sich grafisch eine ungefähre Zusammensetzung von 10,5 Cu und 89,5% Aluminium ablesen.

### Zum Verlauf der Abkühlkurve:

Nach dem Gießen erreicht die Al-Cu-Schmelze bei 631,5 °C einen Knickpunkt. Kurz vor dem Knickpunkt kommt es zu einer geringen aber eindeutigen Unterkühlung von etwa 0,01 °C. Nach dem Knickpunkt ist der Temperaturabfall wesentlich langsamer als zuvor, was auf die freiwerdende Erstarrungswärme der nun erstarrenden Al-Mischkristalle zurückzuführen ist.

Zu diesem Zeitpunkt befindet sich in der Legierung ein Zwei-Phasen-System in welchem flüssige Schmelze sowie Al-Mischkristalle vorhanden sind. Im Laufe des Abkühlens nimmt der Anteil der Schmelze immer weiter ab, wohingegen die Al-Mischkristalle weiter wachsen. Hat die Schmelze eutektische Zusammensetzung erreicht kristallisiert sie komplett aus, es kommt zum sogenannten Zerfall des Eutektikums in Al-Mischkristalle sowie fester Thetaphase. In der Abkühlkurve erscheint diese Phase als Haltelinie bei etwa 541°C welcher eine Unterkühlung von etwa 1°C vorangeht.

Wir befinden uns nun in einem 2 Phasensystem in dem flüssige Schmelze und auskristallisierter Al-Mischkristall nebeneinander existieren. In weiterer Folge nimmt der Anteil an Schmelze immer weiter ab, während der Anteil an Al-Mischkristall

immer weiter zunimmt. Kurz vorm Erreichen der eutektischen Temperatur ist somit nur noch wenig Schmelze und viel Al-Mischkristall vorhanden. Bei etwa 541 °C ist eine Haltelinie erkennbar, die aber eine relativ grosse Unterkühlung von etwa 1 °C vorangeht. Die Temperaturkonstanz kommt durch die freiwerdende Erstarrungswärme zustande, die theoretisch der Abkühlung genau kompensiert. In unserem Fall lassen sich jedoch Temperaturschwankungen beobachten, die auf einen Ungleichgewichtszustand hinweisen könnten. Weiters lässt sich beobachten, dass die gemessene Solidustemperatur etwa 7°C unterhalb der erwarteten liegt. Auslöser dieser Erscheinung ist die sogenannte Veredelung, bei der Verunreinigungen eine Herabsetzung der Solidustemperatur verursachen. Nach dem vollständigen Erstarren der Schmelze sinkt die Temperatur gleichmäßig, es kann kein weiterer Phasenübergang beobachtet werden.

### Interpretation der Schliffbilder:

Die gegossene Legierung wurde aufgeschnitten, geschliffen, poliert und dann im Auflichtmikroskop betrachtet. Im Folgenden sollen diese Bilder interpretiert werden.

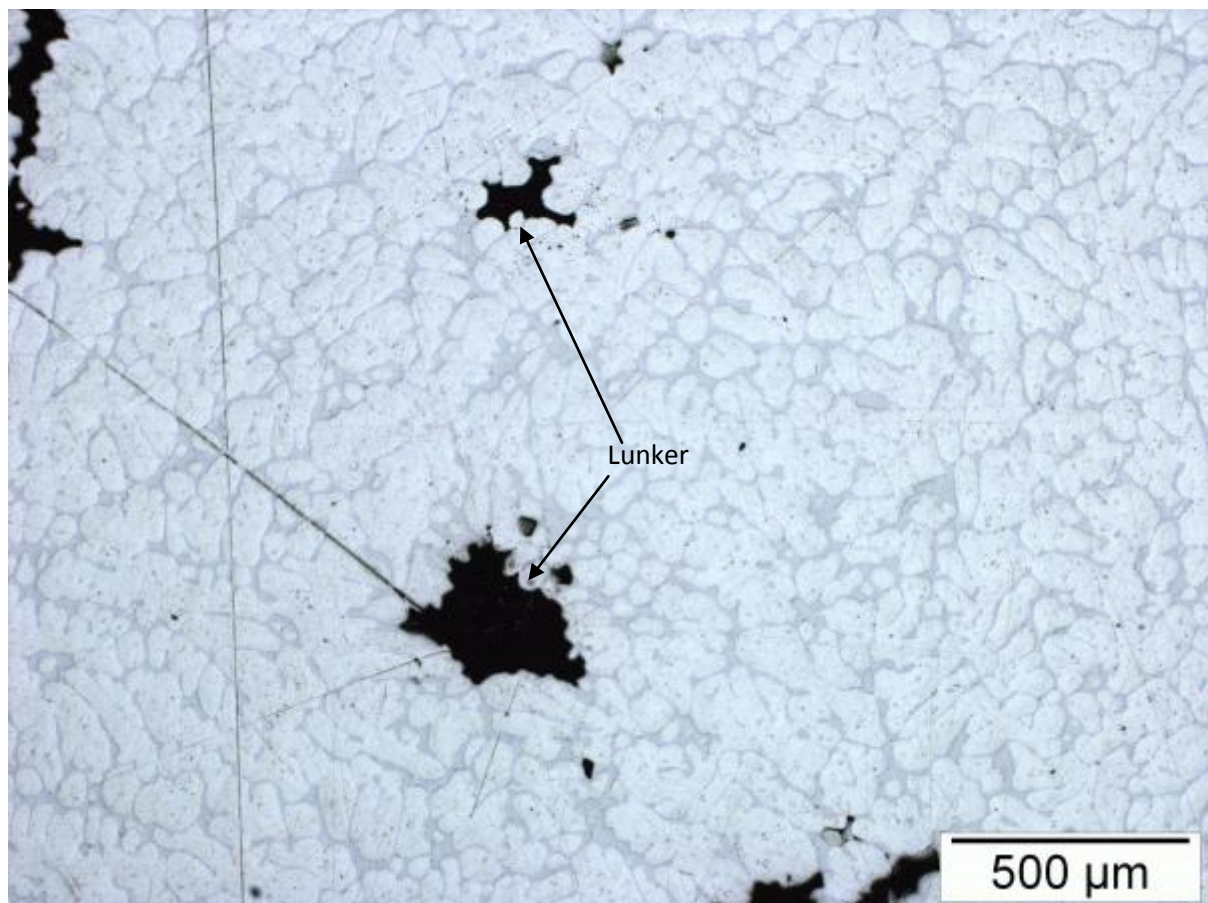


Abbildung 1 50fache Vergrößerung

In Abbildung 1 sind sehr gut einige Lunker zu sehen. Weiters sieht man auch sehr schön das Gefüge. Die helleren Flächen sind primär entstandene Al-Kristalle, die

dunkleren Flächen sind Kristalle aus dem zerfallenen Eutektikum. Dies ist in Abbildung 2 genauer zu sehen.

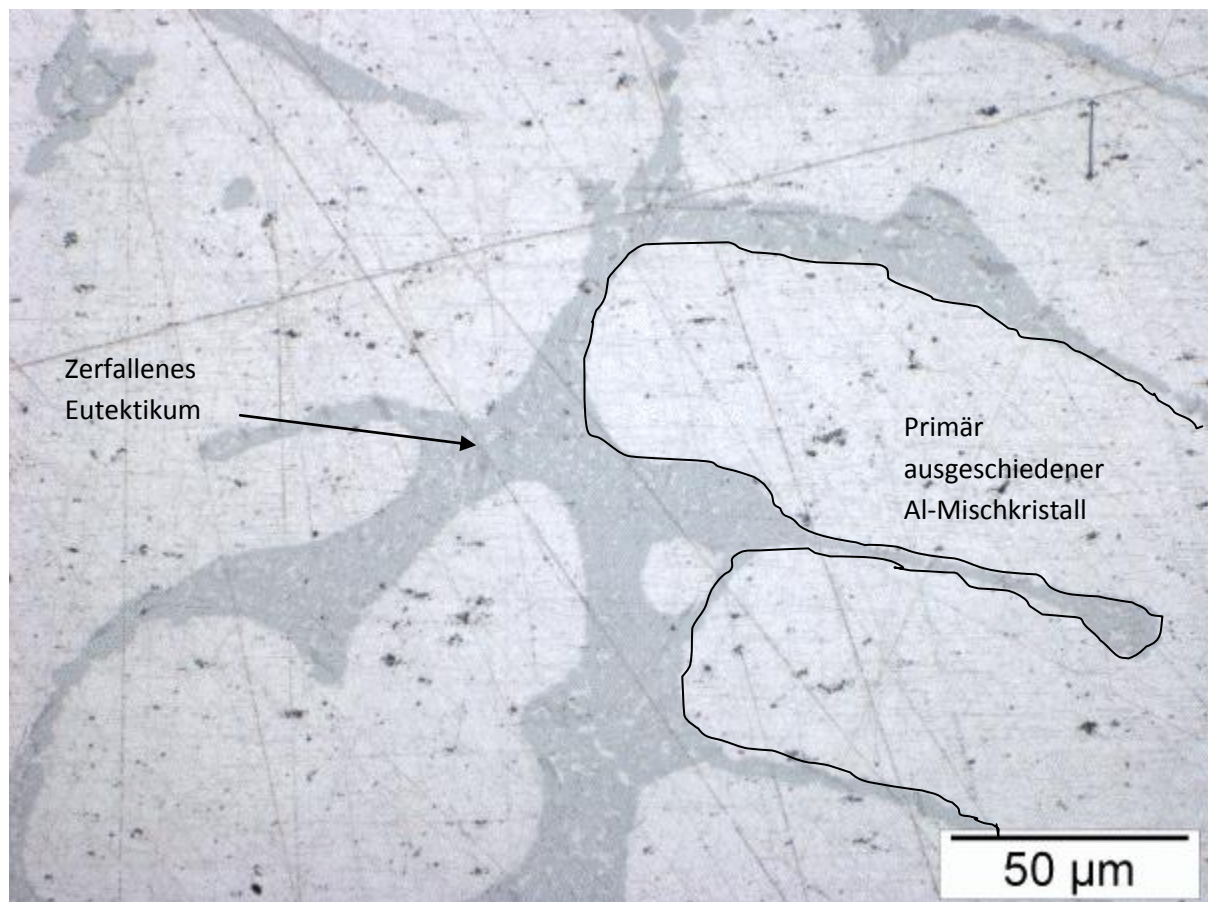
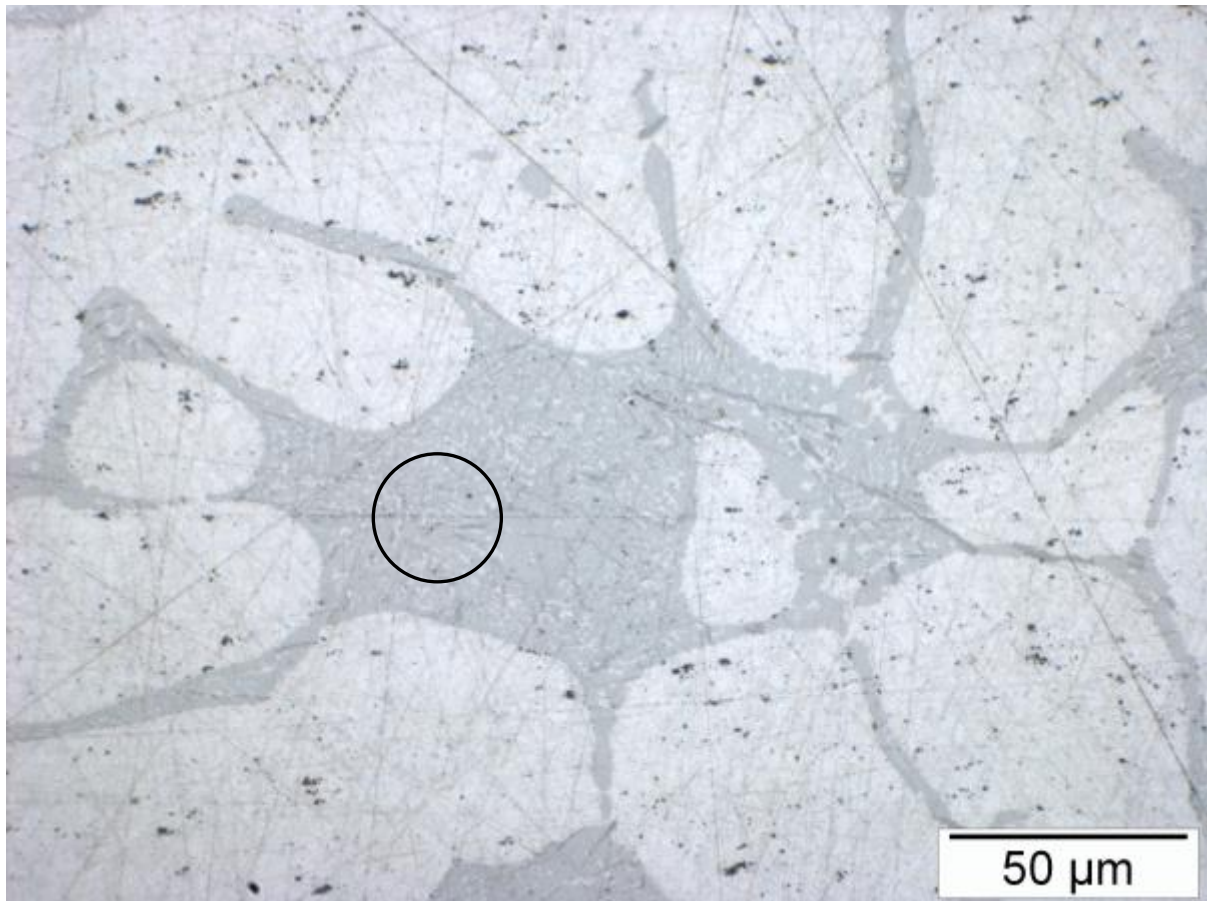


Abbildung 2 500fache Vergrößerung





**Abbildung 3 500fache Vergrößerung**

In Abbildung 3 kann man sehr gut sehen das im zerfallenen Eutektikum (Markierung) sowohl dunklere Thetaphasen sowie hellere Al-Mischkristalle vorhanden sind.

# FORMGEBUNG, KALTVERFORMUNG, REKRISTALLISATION

Eine Cu-Probe wurde durch Walzen auf die Verformungsgrade von etwa  $V=30\%$ ,  $60\%$  und  $85\%$  gebracht und anschließend bei einer Temperatur von  $350\text{ °C}$  im Ofen einer Wärmebehandlung unterzogen. Es wurde mittels Mikrohärteprüfgerät die Vickershärten  $H$  der ungewalzten, der nicht wärmebehandelten und der wärmebehandelten Proben bestimmt.

Aufgrund des apparativen Aufbaus beim Walzen der Probe war es nicht möglich genaue Verformungsgrade zu erreichen. Die erreichten Verformungsgrade waren  $34,3\%$ ,  $60,0\%$  sowie  $85,5\%$ .

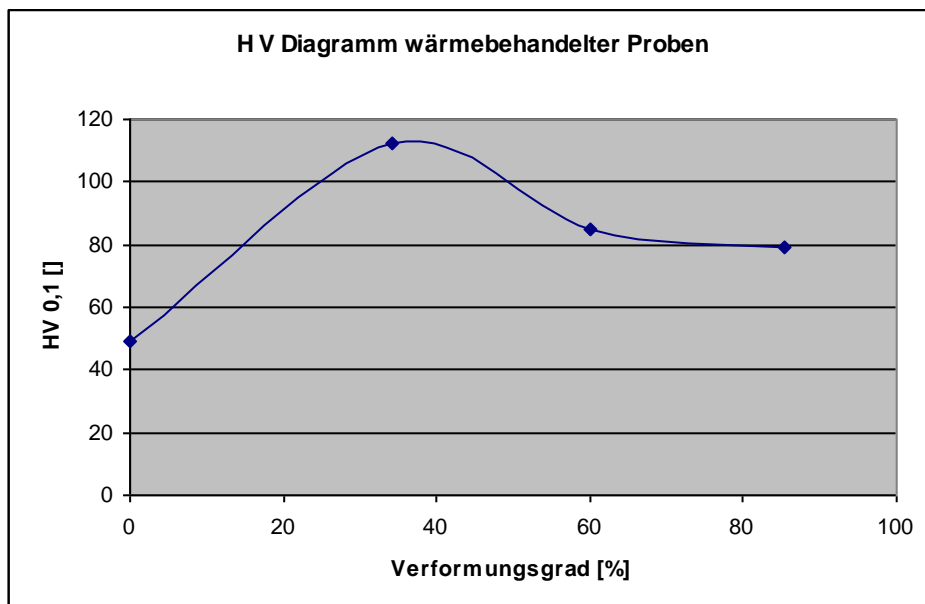
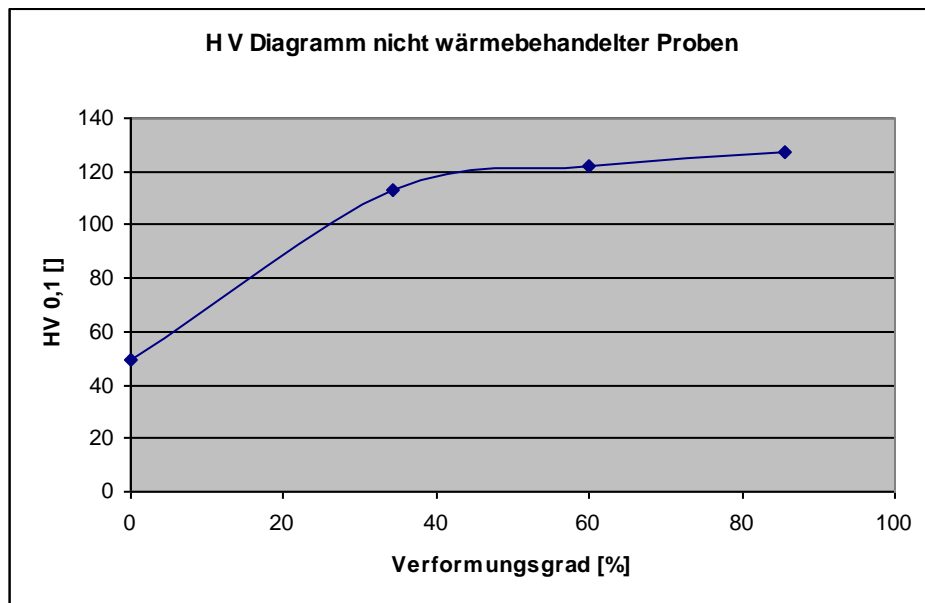
Zur einfacheren Kennzeichnungen wurden den Proben Kürzel verliehen:

Probe	Kürzel
Unbehandelte Probe	P0
Probe mit Verformungsgrad= $34,4\%$	P1
Wärmebehandelte Probe P1	P1W
Probe mit Verformungsgrad= $60,0\%$	P2
Wärmebehandelte Probe P2	P2W
Probe mit Verformungsgrad= $85,5\%$	P3
Wärmebehandelte Probe P3	P3W

## H-V-Diagramme:

Ergebnisse der Härtebestimmungen:

Messung	HV 0,1 P0	HV 0,1 P1	HV 0,1 P1W	HV 0,1 P2	HV 0,1 P2W	HV 0,1 P3	HV 0,1 P3W
1	52	110	111	124	84	122	70
2	50	113	119	125	80	129	81
3	50	112	107	124	83	126	83
4	50	117	116	122	85	130	89
5	46	113	112	125	92	130	69
6	48	113	109	112	84	127	83
Mittelwert	49	113	112	122	85	127	79



Durch das mechanische Verformen entstehen Fehler im Material welche die Härte des Materials steigern. Dies ist im H V-Diagramm der nicht wärmebehandelten Proben deutlich zu erkennen. Allerdings scheint die sich die Kurve an einen Granzwert anzunähern. Dies ist wahrscheinlich darauf zurückzuführen, dass es zu Beginn sehr leicht ist Fehler zu erzeugen jedoch immer schwieriger wird weitere zu erzeugen.

Wird nun der Feststoff Wärmebehandelt, so kommt es ab einem bestimmten Verformungsgrad, der sogenannten kritischen Verformung, zur Bildung neuer Körner, die durch das ursprüngliche Gefüge wachsen. Während dieser sogenannten Rekristallisation wachsen also neue Kristallite, diese können, je nach Bedingungen bei der Rekristallisation, ein feineres oder gröberes Gefüge als die ursprüngliche Probe ergeben. Im Allgemeinen bedeutet ein größerer Verformungsgrad ein feineres Gefüge beim Rekristallisieren, da die Defekte als Kristallisationskeime dienen. Dies

bedeutet aber, dass durch die Verformung entstandene Fehler, und die dadurch gewonnene Härte, wieder abnimmt. Bei einem Verformungsgrad von 34,3% ist die Versetzungsdichte offensichtlich noch nicht groß genug, da die Härte im Verhältnis zur unbehandelten Probe fast konstant geblieben ist. Anders bei einem Verformungsgrad von 60,0%: Hier ist bereits ein deutlicher Härteverlust von 122 auf 85 zu beobachten. Am meisten wirkt sich dieser Effekt bei der probe mit 85,5% verformungsgrad aus. Hier fand ein Härteabfall von 127 auf 79 statt. Dies ist ein Härteverlust von etwa 38%.

Trotzdem bleiben die wärmebehandelten Proben noch härter als die unbehandelten Probe. Dies ist auf die sogenannte Feinkornhärtung zurückzuführen: Feines Korn hat viele Korngrenzen, die Versetzungen behindern und somit die Härte steigern.

### Schliffbilder:

Da bei reinem Kupfer keine Korngrenzen sichtbar sind wurden die Proben mit Eisen(III)chlorid geätzt um diese sichtbar zu machen.

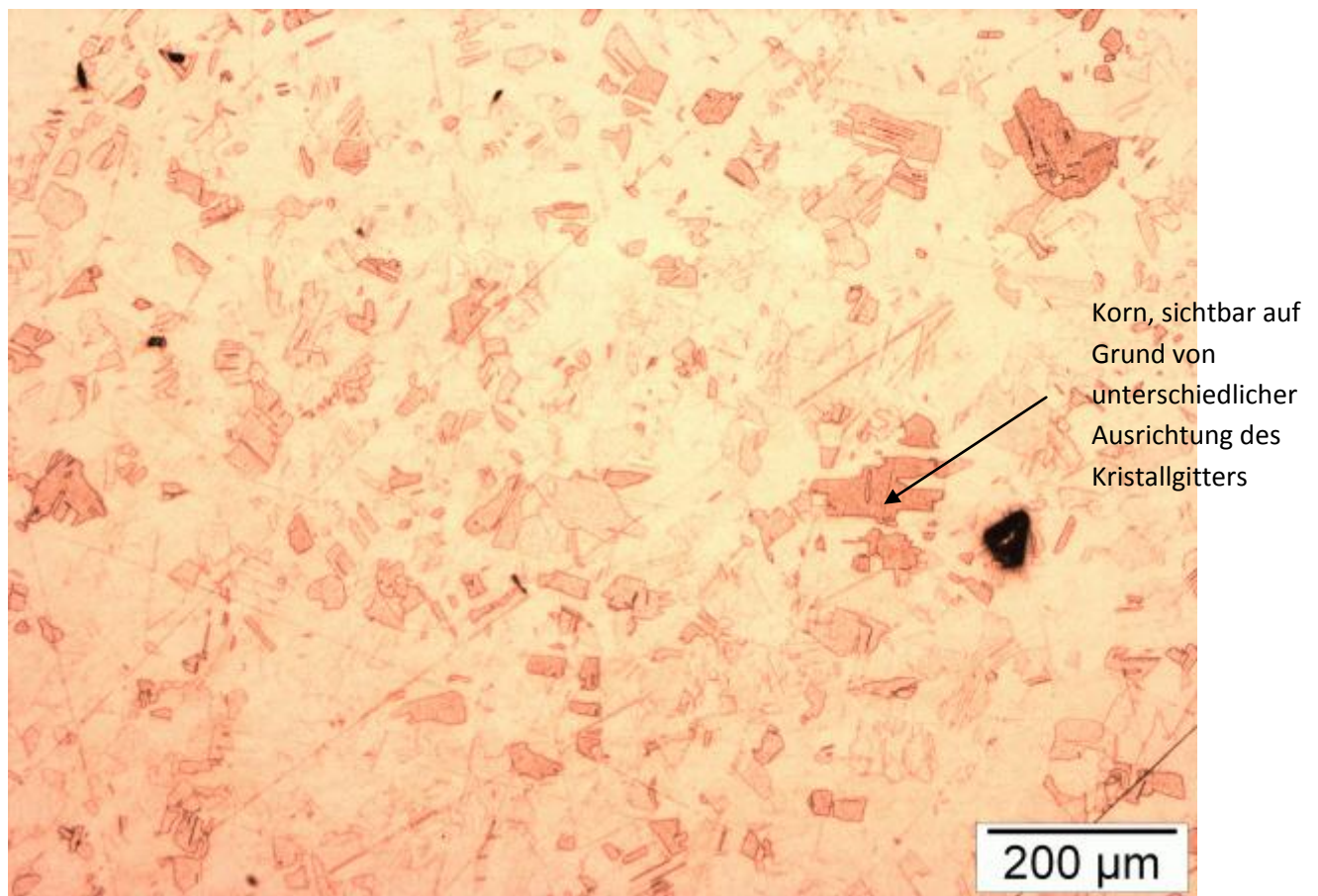
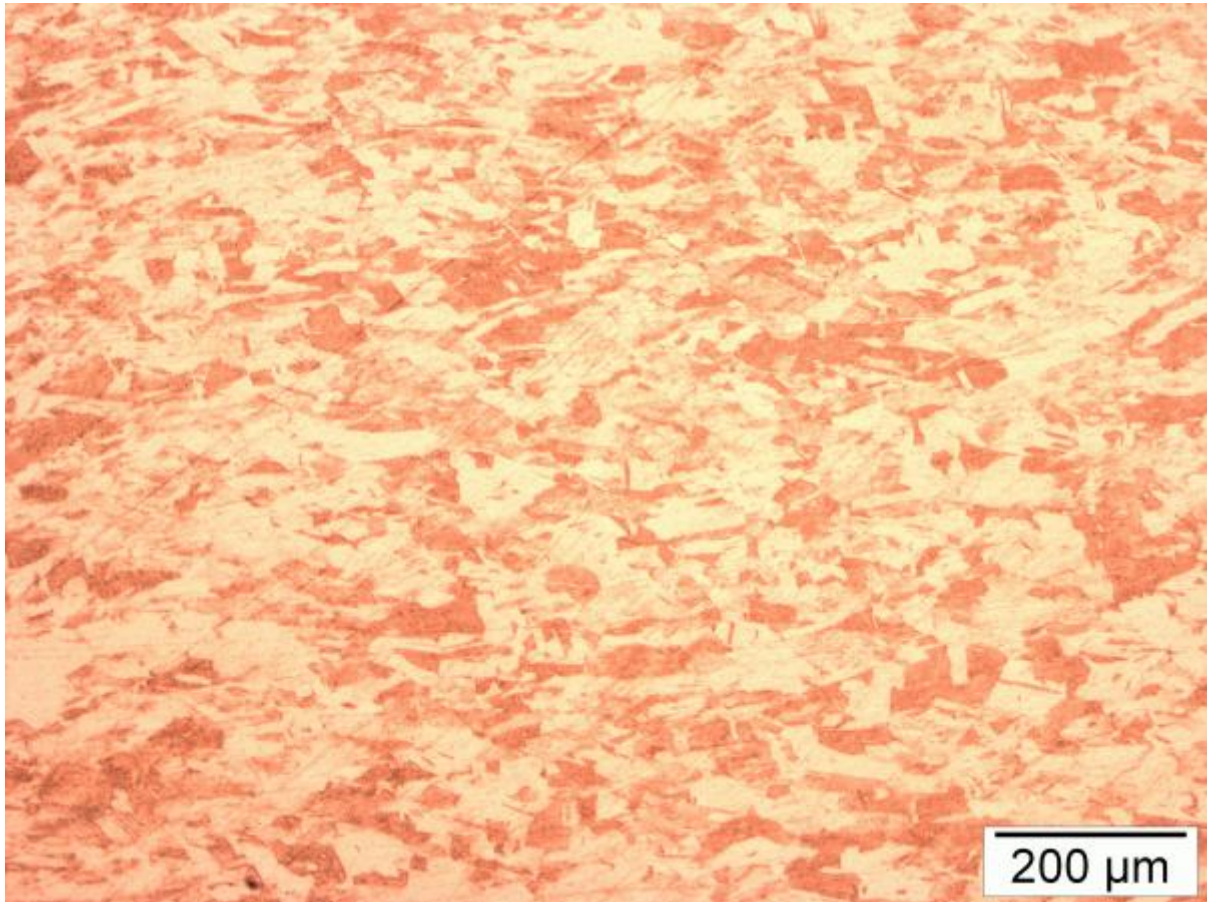
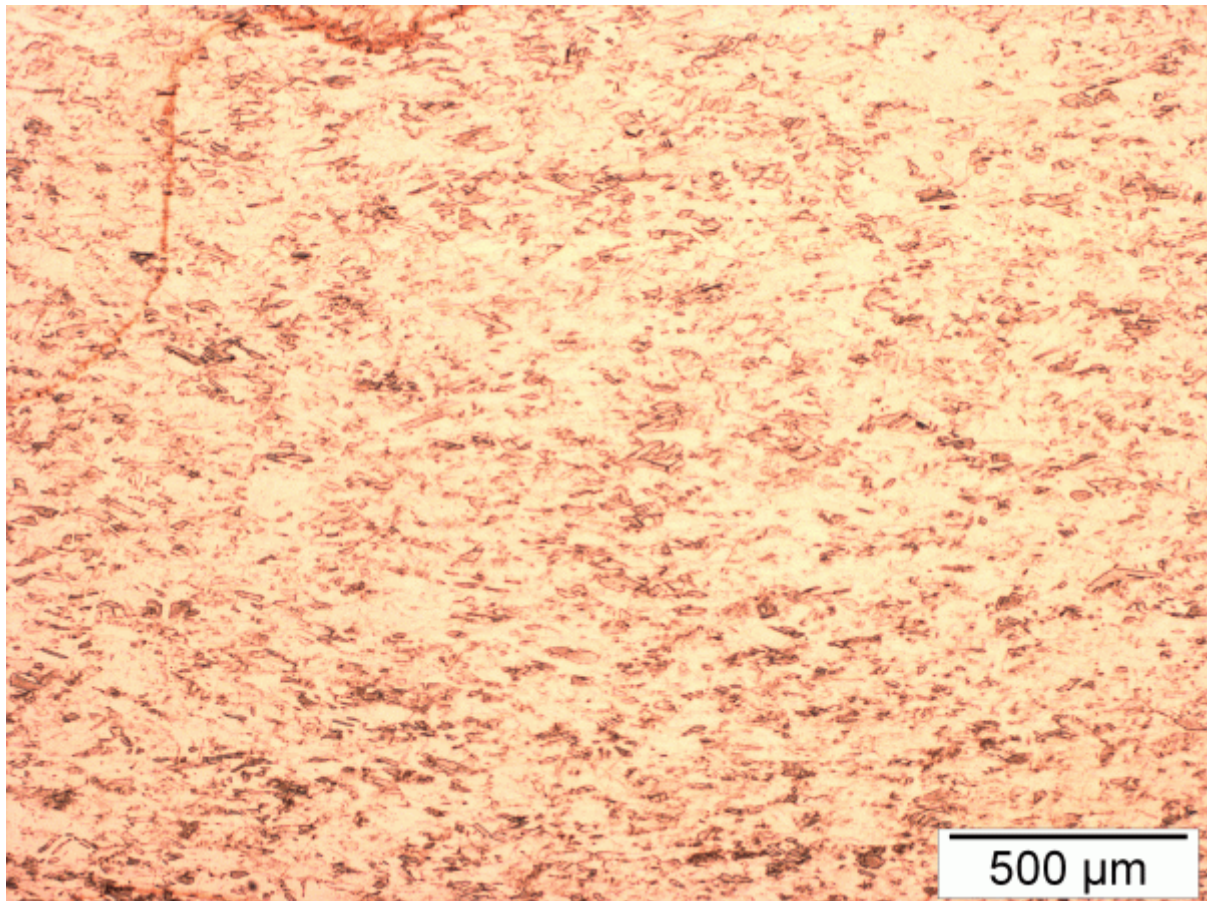


Abbildung 4 P0 100fache Vergrößerung





**Abbildung 5 P1 50fache Vergrößerung**



**Abbildung 6 P1W 50fache Vergrößerung**

Zwischen der unbehandelten Probe (Abb. 4) und den beiden Proben mit 34,3% Verformungsgrad ist nur ein leichter Unterschied zu sehen. Die einzelnen Körner sind etwas in die Länge gezogen. Allerdings ist kein Unterschied zwischen der unbehandelten und der wärmebehandelten Probe zu erkennen.



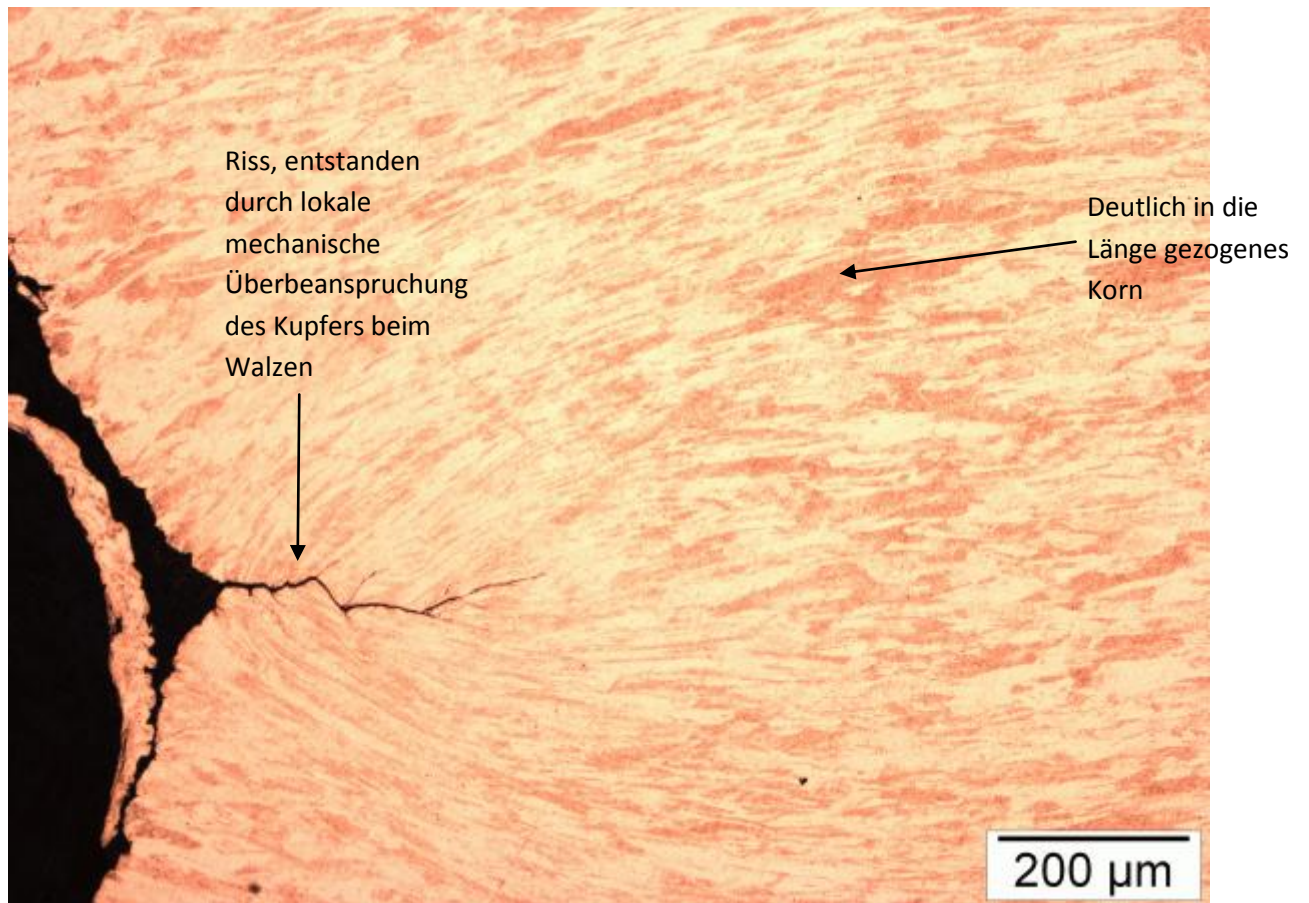


Abbildung 7 P2 100fache Vergrößerung

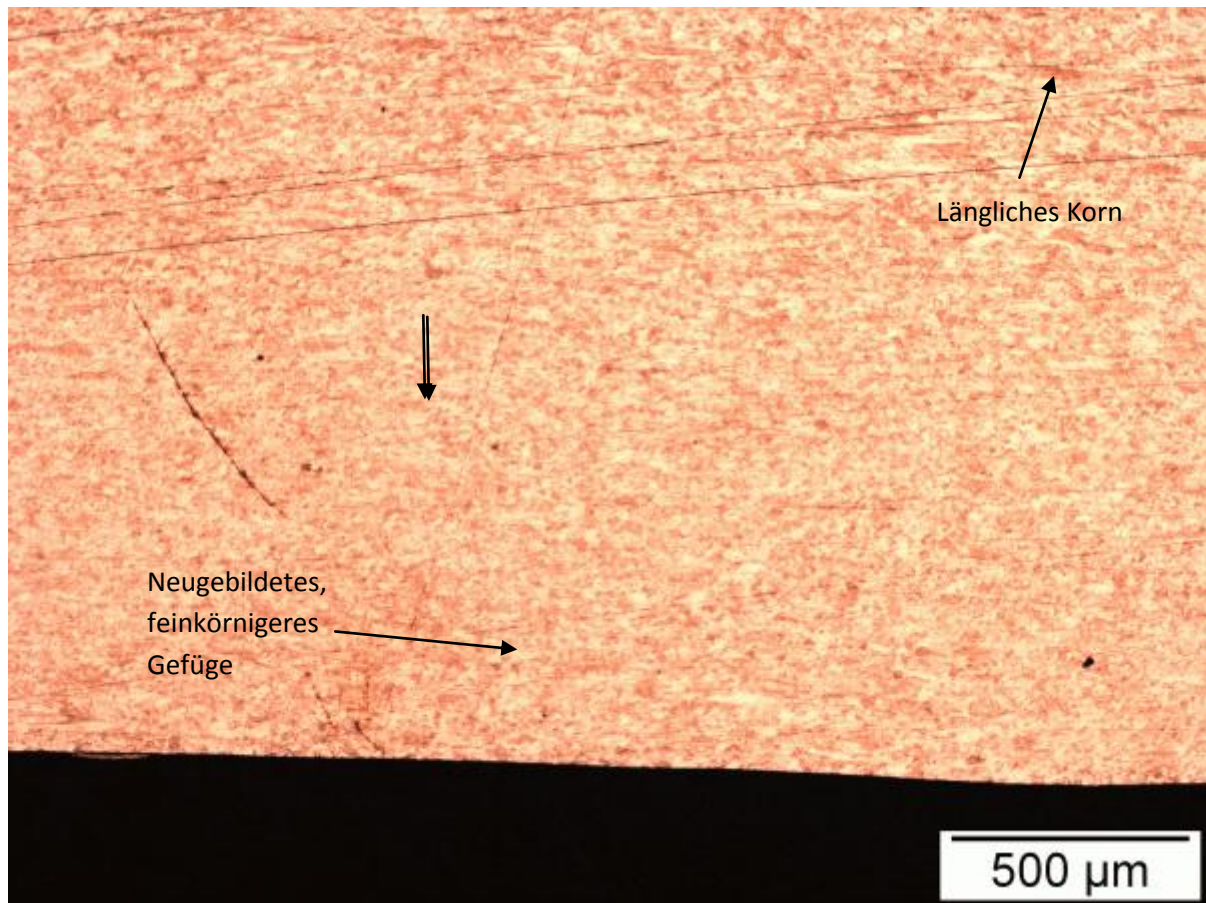


Abbildung 8 P2W 50fache Vergrößerung

Bei einem Verformungsgrad von 60,0% hat sich die Probe deutlich verändert und weist längliche Körner auf. Auch Risse durch lokale Überanspruchungen des Materials treten auf. Die Körner des Gefüges wurden durch das Walzen stark in die Länge gezogen. Die wärmebehandelte Probe weist nun auch schon ein wesentliches feinkörnigeres Gefüge auf, es kam also zur Rekristallisation. Allerdings ist dieses Phänomen stärker am Rand der probe zu beachten, da beim Walzvorgang dieser Bereich stärker verformt wird. Im Inneren der probe können noch längliche Körner erkannt werden.



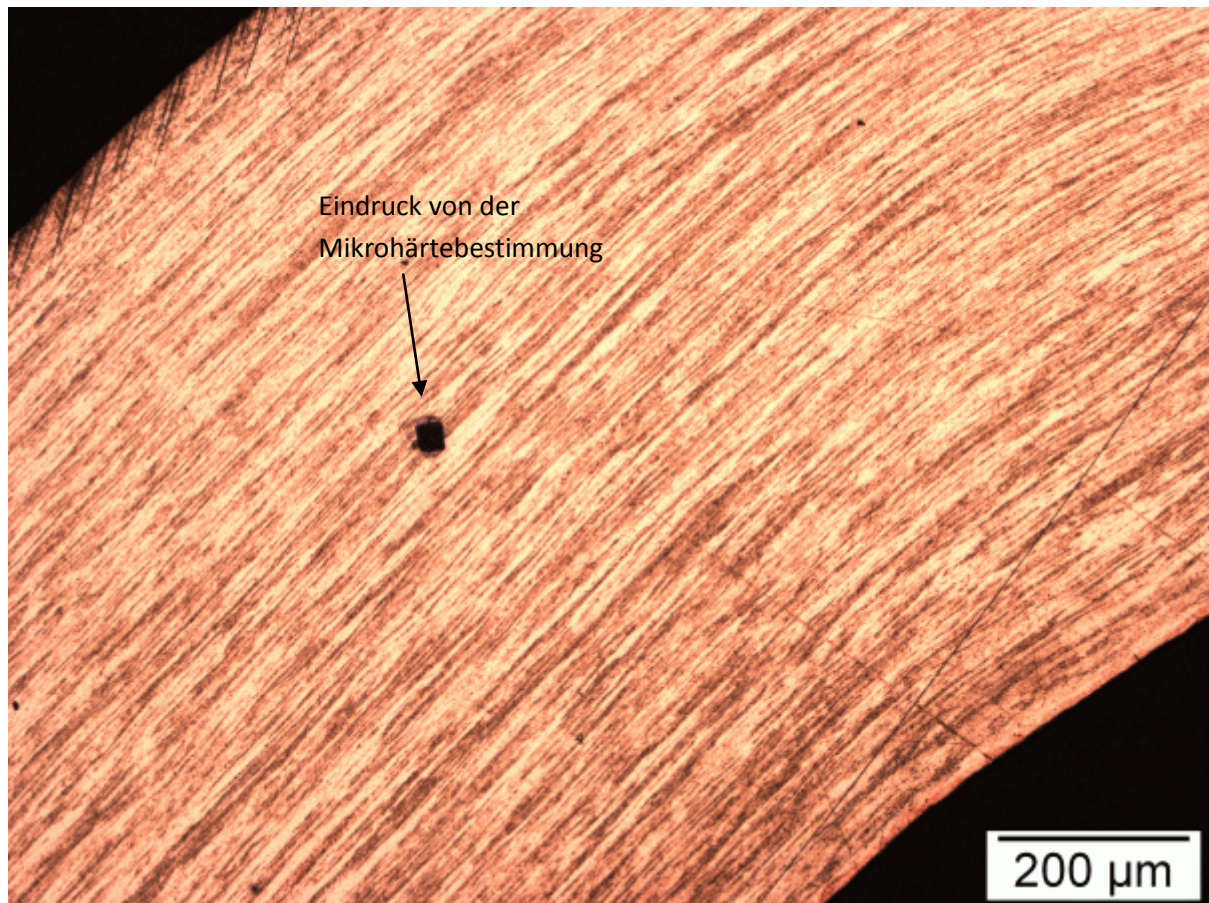
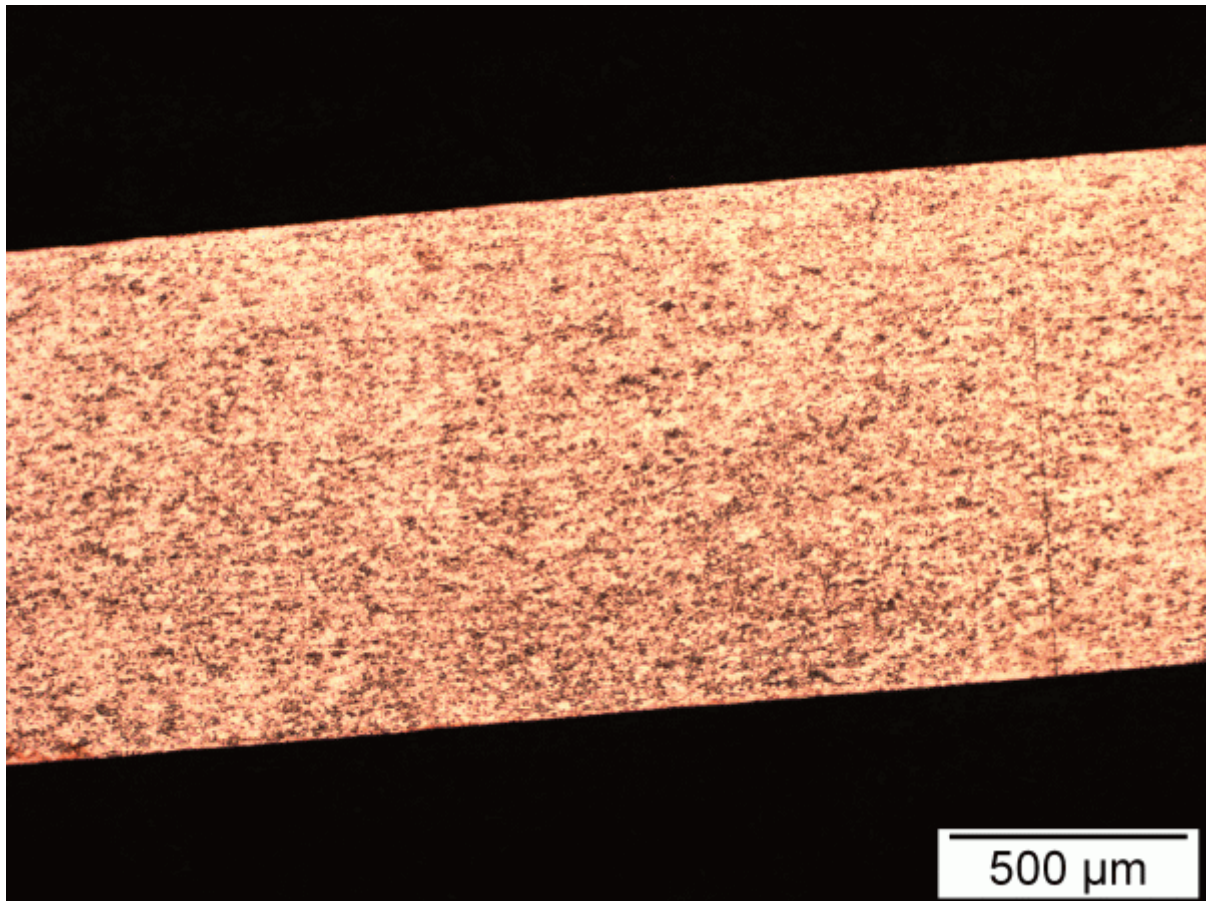


Abbildung 9 P3 100fache Vergrößerung



**Abbildung 10 P3W 100fache Vergrößerung**

In Abbildung 9 sieht man, neben einem Eindruck von der Härtebestimmung, sehr schön, dass die Körner bei einem Verformungsgrad von 85,5% extrem in die Länge gezogen wurden und fast schon faserartig ausschauen. Sehr schön ist zu erkennen, dass bei diesem Verformungsgrad eine Wärmebehandlung ein sehr feines Gefüge erzeugt, nun auch in der Mitte der Probe.