

FREIBERGER  
FORSCHUNGSHEFTE

**B 41**

METALLKUNDE

GÜNTER JEHLICH

**Mikroradiographische und röntgenblitzkinemato-  
graphische Untersuchungen der „umgekehrten“  
Blockseigerung an Aluminium-Kupfer-  
und Aluminium-Zink-Legierungen**



AKADEMIE-VERLAG BERLIN

1960

FFH  
B 41f

Deutsches  
Brennstoffinstitut  
Zentrale Forschung

U	304
---	-----



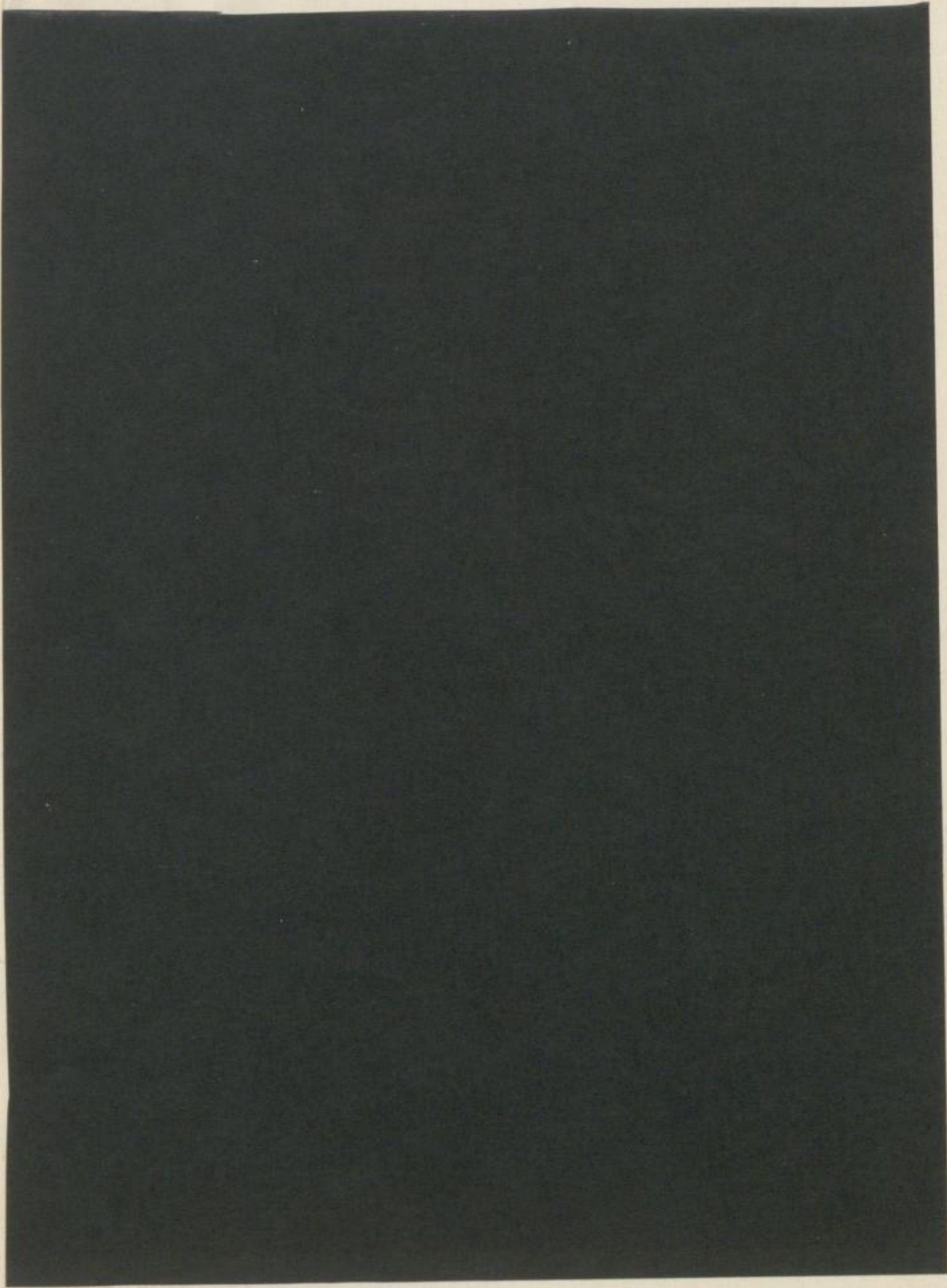
TU BERGAKADEMIE FREIBERG



XU XVI1142.B41F

FREIBERGER FORSCHUNGSHEFTE

B 41





# FREIBERGER FORSCHUNGSHEFTE

Herausgegeben vom Rektor der Bergakademie Freiberg

**B 41**

## METALLKUNDE

**Mikroradiographische und röntgenblitzkinematographische  
Untersuchungen der „umgekehrten“ Blockseigerung  
an Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Zink-Legierungen**

Von

**GÜNTER JEHLICH**



Akademie-Verlag · Berlin

Freib. Forsch.-H.	B 41	S. 1—60	62 Bilder	Berlin, Juni 1960
-------------------	------	---------	-----------	-------------------

Von der Fakultät für Naturwissenschaften und Ergänzungsfächer  
der Bergakademie Freiberg  
zur Erlangung der Würde eines Dr. rer. nat.  
am 26. Oktober 1959 genehmigte Dissertation

Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. F. ERDMANN-JESNITZER

Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. habil. F. GÜNTHER



XII 7742

B 41 f

Das Manuskript wurde im Dezember 1959 der Redaktion der Bergakademie zur Veröffentlichung übergeben.

„Freiberger Forschungshefte“, Schriftenreihe für alle Gebiete der Montanwissenschaften. Herausgeber: Der Rektor der Bergakademie Freiberg, Prof. Dr.-Ing. habil. O. Oelsner. — Chefredakteur: Dipl.-Ing. R. Wendler, Freiberg, Klubhaus der Bergakademie, Aug.-Bebel-Str. 5 (Fernruf 2497). — Verlag: Akademie-Verlag GmbH, Berlin W 1, Leipziger Str. 3-4 (Fernruf 220441), Postscheckkonto 350 21. — Die Freiberger Forschungshefte erscheinen in zwangloser Folge in den Reihen A, B, C und D. Ausführliches Verzeichnis aller lieferbaren Hefte von der Redaktion der Bergakademie oder dem Akademie-Verlag. — Preis dieses Heftes: 7,— DM. Bestell-Nr. 2062/B 41. Vertrieb: Für das Gebiet der Deutschen Demokratischen Republik durch den Buchhandel; für das Gebiet der Deutschen Bundesrepublik durch den Buchhandel (Auslieferung KUNST UND WISSEN, Erich Bieber, Stuttgart 8, Wilhelmstr. 4-6); für das gesamte Ausland durch eine Importbuchhandlung, den Deutschen Buch-Export und -Import, GmbH, Leipzig C 1, Postschließfach 276, oder den Verlag. — Gesamtherstellung: Druckhaus „Maxim Gorki“, Altenburg. — Veröffentlicht unter der Lizenz-Nr. 202 · 100/633/60 des Ministeriums für Kultur, HV Verlagswesen der Deutschen Demokratischen Republik. — Printed in Germany. — Alle Rechte vorbehalten. ES 20 F 9.

## INHALT

1	Einleitung . . . . .	7
2	Literaturüberblick . . . . .	9
2.1	Allgemeines . . . . .	9
2.11	Kristallseigerung . . . . .	9
2.12	Block- oder Stückseigerung . . . . .	9
2.13	Schwerkraftseigerung . . . . .	9
2.14	Schleuderkraftseigerung . . . . .	10
2.15	„Normale“ und „umgekehrte“ Blockseigerung . . . . .	10
2.2	Die verschiedenen Hypothesen über die Ursache der „umgekehrten“ Blockseigerung	10
2.21	Unterkühlungseffekt . . . . .	10
2.22	Das Ludwig-Soret-Phänomen . . . . .	10
2.23	Kristallisationsdruck . . . . .	11
2.24	Schrumpfdruck . . . . .	11
2.25	Dampfdruck . . . . .	11
2.26	Gasdruck . . . . .	11
2.27	Kristallvolumenkontraktion . . . . .	12
2.28	Porosität und Mikrolunkerung . . . . .	13
2.29	Kristallisationseffekt . . . . .	13
2.3	Das Auftreten seigernder Bestandteile auf der Blockoberfläche (Ausschwitzungen)	14
2.4	Die Gesetzmäßigkeiten der „umgekehrten“ Blockseigerung . . . . .	15
3	Bericht über eigene Untersuchungen . . . . .	16
3.1	Allgemeines . . . . .	16
3.2	Versuchsdurchführung . . . . .	18
3.21	Mikroradiographische Untersuchungen der umgekehrten Blockseigerung . . . . .	18
3.22	Kinematographische Untersuchungen der umgekehrten Blockseigerung mit Röntgenblitzaufnahmen . . . . .	18
3.3	Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen . . . . .	20
3.31	Allgemeines . . . . .	20
3.32	Einfluß der Gießtemperatur auf die umgekehrte Blockseigerung . . . . .	21
3.33	Ermittlung der in den Mikroradiogrammen auftretenden Konzentrationsunterschiede	22
3.331	Chemische Analysen . . . . .	22
3.332	Makrohärtemessungen . . . . .	23
3.333	Schwärzungsmessungen . . . . .	24
3.334	Mikrohärtemessungen . . . . .	28
3.335	Gitterkonstantenmessungen . . . . .	31
3.336	Metallographischer Befund . . . . .	34
3.34	Mikroradiographische Untersuchungen zum Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung . . . . .	35
3.341	Unterbrechung des Erstarrungsvorganges in der Kokille . . . . .	35
3.35	Kinematographische Untersuchungen zum Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung mit Röntgenblitzaufnahmen . . . . .	36
3.4	Zusammenfassung der Versuchsergebnisse . . . . .	38

Deutsches  
Brennstoffinstitut  
Freiberg/Sa.

4	Deutung der Versuchsergebnisse . . . . .	42
4.1	Umgekehrte Blockseigerung — Zustandsdiagramm . . . . .	42
4.2	Der Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung . . . . .	43
4.21	Struktur flüssiger Metalle und Legierungen . . . . .	43
4.211	Flüssige „reine“ Metalle . . . . .	43
4.212	Flüssige Metallegierungen . . . . .	43
4.22	Entstehung von Entmischungen in flüssigen Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Zink-Legierungen. . . . .	44
4.23	Transkristallisation — „Entmischungsgrenze“ . . . . .	45
4.24	Entstehung der Gußstruktur . . . . .	48
4.3	Die umgekehrte Blockseigerung als Funktion der Abkühlungsgeschwindigkeit. . .	51
4.4	Darstellung der drei Ursachen für das Auftreten der umgekehrten Blockseigerung .	52
5	Kritische Stellungnahme zu den bisherigen Hypothesen über die Ursache der umgekehrten Blockseigerung . . . . .	54
5.1	Unterkühlung — Ludwig-Soret-Phänomen . . . . .	54
5.2	Restschmelzenverschiebung . . . . .	54
5.3	Kristallisationseffekt . . . . .	56
6	Zusammenfassung . . . . .	57
	Literatur . . . . .	60
	Makroschliffbilder, Mikroradiogramme, Schliffbilder, Röntgenblitzaufnahmen . .	61

Deutscher  
 Brennstoffinstitut  
 Freiberg 1924



## 1 EINLEITUNG

Nach dem Vergießen von Metallegierungen in technische Gußformen werden im allgemeinen in den makroskopischen Teilen des erstarrten Gußstückes größere oder auch kleinere Konzentrationsunterschiede festgestellt, die man als Blockseigerung bezeichnet.

Diese Entmischungen können sich sowohl auf die weiteren Bearbeitungsvorgänge des Gußblockes als auch auf seine Festigkeitseigenschaften und auf das Korrosionsverhalten sehr ungünstig auswirken.

Die Blockseigerung kann in verschiedenen Erscheinungsformen auftreten (Schwerkraft-, „normale“ und „umgekehrte“ Blockseigerung). Besonders die sogenannte „umgekehrte“ Blockseigerung ist in den letzten Jahrzehnten Gegenstand zahlreicher Untersuchungen gewesen.

Man versteht darunter das unerwartete Auftreten von Anreicherungen zuletzt erstarrender Bestandteile metallischer Schmelzen in den Zonen primärer Erstarrung von Gußkörpern. Die Bezeichnung „umgekehrt“ spiegelt dabei das zur „normalen“ Blockseigerung Gegensätzliche der Erscheinung wider.

Über die Ursache der „umgekehrten“ Blockseigerung sind zahlreiche Hypothesen aufgestellt worden (s. Abschn. 2). Im allgemeinen nimmt man an, daß eine Verschiebung der höher legierten Restschmelze in die äußeren, bereits erstarrten Bezirke des Gußblockes erfolgt, jedoch gibt es auch heute noch über die Ursache dieser Restschmelzenverschiebung große Meinungsverschiedenheiten.

Abweichend von den bisherigen Untersuchungsmethoden wurde die Mikroradiographie und die Röntgenkinematographie für die Klärung dieses Problems verwendet.

Die Mikroradiographie basiert auf der unterschiedlichen Absorption von Röntgenstrahlen, falls die Bestandteile einer inhomogenen Substanz verschiedene Dichten besitzen. Der Kontrast in den Mikroradiogrammen hängt von den Absorptionskoeffizienten der einzelnen Gefügebestandteile ab.

Für die Strahlenschwächung gilt das allgemeine Schwächungsgesetz

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot D},$$

wobei  $\mu$  der Schwächungskoeffizient ist und sich additiv aus den Absorptionskoeffizienten  $\tau$  und dem Streukoeffizienten  $\sigma$  zusammensetzt.

Alle Untersuchungen, die mit kontinuierlich arbeitenden Röntgenröhren durchgeführt werden können, lassen sich auch mit Röntgenblitzröhren ausführen. Die Röntgenblitzkinematographie gibt uns darüber hinaus die Möglichkeit, mit einer Serie von Röntgenblitzen einzelne zeitliche Phasen aus einem bestimmten Vorgang

herauszugreifen. Die besondere Stärke der Röntgenblitzröhre liegt in der Erfassung kurzzeitiger Vorgänge.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist, durch eine Untersuchung der bereits erstarrten Legierung auf mikroradiographischer Basis sowie des Erstarrungsvorganges mit Hilfe von Röntgenblitzaufnahmen entweder eine der bestehenden Hypothesen zu bestätigen, oder zu einer neuen, den Realvorgang der „umgekehrten“ Blockseigerung beschreibenden Deutung zu gelangen.

## 2 LITERATURÜBERBLICK

### 2.1 Allgemeines

Besteht eine homogene Phase aus zwei Stoffen, so ist ihr Zustand außer von Druck und Temperatur noch von der Zusammensetzung abhängig, d. h. vom Mengenverhältnis der beiden Bestandteile. Das Verhalten zweier Metalle zueinander in binären Mischungen kann sehr verschieden sein. Die Metalle können miteinander Mischkristalle bilden oder sich aus den Schmelzen rein ausscheiden, es können aber auch intermetallische Verbindungen usw. gebildet werden. Je nach diesem Verhalten ändern sich die Gleichgewichtsverhältnisse bei der Erstarrung und damit das Zustandsdiagramm.

#### 2.11 Kristallseigerung

Wenn eine Schmelze eines Zweistoffsystems, z. B. des Typs AlCu oder AlZn, zu Mischkristallen erstarrt, ändert sich deren Zusammensetzung dem Zustandsdiagramm entsprechend laufend, was in diesem Falle nur durch Diffusion geschieht. Die Diffusion in Mischkristallen ist aber ein langsamer Vorgang, der bei den im Laboratorium und in den Gießereien üblichen Abkühlungsgeschwindigkeiten nicht der Erstarrung zu folgen vermag, wodurch Zonenkristalle mit nur teilweise ausgeglichener Konzentration entstehen können. Diese Entmischungen über den Querschnitt einzelner Kristalle sind als Kristall- oder Kornseigerung bekannt.

#### 2.12 Block- oder Stückseigerung

Die Block- oder Stückseigerung umfaßt Entmischungen, die sich über das ganze Gußstück oder dessen Teile in einer oder mehreren Richtungen erstrecken. Es werden Kristalle bzw. Restschmelzen über größere Entfernungen verlagert. Bei der Block- oder Stückseigerung ist es nach J. CZIKEL und J. HIRSCH [1] zweckmäßig, entsprechend der Ursache folgende Untergliederungen vorzunehmen:

Kraftseigerung		Blockseigerung	
		Wärmeflußseigerung	
Schwerkraftseigerung	Schleuderkraftseigerung	normale Blockseigerung	umgekehrte Blockseigerung

#### 2.13 Schwerkraftseigerung

In Richtung einer Kraft trennen sich Zweiphasengemische fest-flüssig, sobald nennenswerte Unterschiede im spezifischen Gewicht vorliegen und den beiden Kompo-

nenten Zeit genug zur Entmischung gegeben ist. Wirkt die Schwerkraft, dann erfolgt die Trennung in der Vertikalen, der leichtere Bestandteil steigt nach oben, wogegen der spezifisch schwerere sinkt.

#### 2.14 Schleuderkraftseigerung

Steht ein Zweiphasengemisch unter dem Einfluß einer die Schwerkraft weit über-treffenden und anders gerichteten Kraft, z. B. der Zentrifugalkraft beim Schleuder-guß, dann wird die Entmischung bevorzugt in Richtung dieser Kraft eintreten. In diesem Falle verläuft die Entmischung radial.

#### 2.15 „Normale“ und „umgekehrte“ Blockseigerung

Parallel zum Wärmefluß, gleich oder entgegengerichtet zu ihm, erfolgt die Trennung eines Zweiphasengemisches unter der Wirkung eines Soges bzw. Druckes, der von der erstarrenden Kruste auf die noch flüssige Restschmelze ausgeübt wird. Folgt eine An-reicherung der niedriger schmelzenden Bestandteile in Richtung auf die Mitte des Blockes, also entgegen dem Wärmefluß, so bezeichnet man diese Form als normale Blockseigerung; wenn eine Anreicherung gleichsinnig mit dem Wärmefluß in den Rand-zonen festgestellt wird, spricht man von der umgekehrten Blockseigerung. Im ersten Fall wirkt ein Druck, im zweiten ein Sog, der die Verlagerung der Restschmelzen hervor-ruft, in beiden Fällen jedoch parallel zum Wärmefluß, so daß er als erste Ursache an-gesprochen werden kann.

### 2.2 Die verschiedenen Hypothesen über die Ursache der „umgekehrten“ Blockseigerung

#### 2.21 Unterkühlungseffekt

G. MASING [2] versuchte das Auftreten der umgekehrten Blockseigerung durch Unter-kühlung zu erklären. Er nahm an, daß durch die Unterkühlung in den Randzonen des Gußblockes Kristalle abgeschieden werden, die einen höheren Gehalt an *B* aufweisen als der mittleren Zusammensetzung der Legierung entspricht, die Restschmelze muß sich infolgedessen an *A* anreichern.

#### 2.22 Das Ludwig-Soret-Phänomen [3]

C. BENEDICKS [3] ist der Auffassung, daß die Entmischung bei der umgekehrten Blockseigerung bereits im flüssigen Zustand eintritt.

Unter Bezugnahme auf das Ludwig-Soret-Phänomen, welches besagt, daß bei Gasen bzw. Lösungen, die sich in einer Kammer bzw. in einem Rohr befinden, eine Ent-mischung auftritt, wenn die Kammer bzw. das Rohr unterschiedliche Temperaturen besitzen, nimmt C. BENEDICKS an, daß ein Temperaturgefälle in der flüssigen Schmelze auch ein Konzentrationsgefälle zur Folge hat.

J. RUF [4], R. GENDERS [5], G. MASING und C. HAASE [6] lehnen diese Auffassung auf Grund der bei technischen Gußstücken auftretenden relativ kurzen Erstarrungs-zeiten ab.

### 2.23 Kristallisationsdruck

O. BAUER und H. ARNDT [7] sahen die Ursache der umgekehrten Blockseigerung darin, daß die Primärkristalle „über den ihnen zustehenden Raum“ hinauswachsen und dabei die Restschmelze nach außen verschieben, unterstützt durch die Saugwirkung infolge Volumenkonzentration der Primärkristalle.

G. MASING und C. HAASE [8] geben für diese Ursache die sog. Kristallisationskraft an, deren Existenz heute als erwiesen gelten kann. Von E. SCHEIL und H. WURST [9] ist eine derartige Kristallisationskraft bei der Reaktion von flüssigem Zink mit einem massiven Eisenstück unmittelbar nachgewiesen worden. Die sich bildenden Kristalle waren dabei in der Lage, ein erhebliches Gewicht, das auf ihnen ruhte, zu heben. Das Auftreten der Kristallisationskraft ist auch von anderen Forschern [10, 11] nachgewiesen worden.

W. CLAUS [12] ist dagegen der Ansicht, daß infolge des Aufbaues der in die Schmelze hineinwachsenden Kristallspitzen jederzeit in der Zone der Kristallisation ein Unterdruck, keineswegs aber ein Überdruck, infolge der fortlaufenden Volumenverminderung der unmittelbaren Erstarrungszone und der bereits erstarrten Masse vorliegt; das würde also bedeuten, daß eine Restschmelzenverschiebung nach den Vorstellungen von O. BAUER und H. ARNDT sowie G. MASING und C. HAASE nicht möglich ist.

### 2.24 Schrumpfdruck

R. KÜHNEL [13] nahm den Schrumpfdruck als wesentliche Ursache für die Verschiebung der Restschmelze und damit für das Auftreten der umgekehrten Blockseigerung an.

Nach Ansicht von G. MASING [14] ist der Schrumpfdruck als Erklärung für die Ursache der umgekehrten Blockseigerung in der ganz allgemeinen Form nicht haltbar, denn Wismut und seine Legierungen dehnen sich bei der Erstarrung aus, und diese Legierungen zeigen ebenfalls umgekehrte Blockseigerung.

### 2.25 Dampfdruck

In einer Untersuchung über den Einfluß von Phosphorzusätzen zu Zinnbronzen stellten G. MASING und C. HAASE [6] fest, daß bei Phosphorzusätzen der Größenwert (Unterschied der Konzentration zwischen Blockrand und Blockmitte) der umgekehrten Blockseigerung höher lag. Sie nahmen an, daß während des Erstarrungsvorganges eine Dampfdrucksteigerung des niedrigsiedenden Phosphors in der Restschmelze auftrat, die sie als Verschiebungsursache ansahen.

Diese Ansicht hat sich allgemein jedoch nicht halten können, da Legierungen ohne niedrigsiedende Bestandteile beträchtliche umgekehrte Blockseigerungen zeigen.

### 2.26 Gasdruck

Nach A. SIEVERTS [15] nimmt die Löslichkeit von Gasen in Metallen mit steigender Temperatur zu, bei Abkühlung muß dann eine entsprechende Menge an Gas wieder frei werden.

G. MASING [16], W. CLAUS [17], G. MASING und O. DAHL [18], R. GENDERS [5], W. CLAUS und H. GOECKE [19] und später W. CLAUS und F. W. BAUER [20] nahmen an,

daß durch den Druck der bei der Erstarrung von Legierungen im Innern freiwerdenden Gase Verschiebungen von Restschmelzen in die Randzone stattfinden.

Falls Gasdruck als einzige Verschiebungsursache bei der umgekehrten Blockseigerung angesehen wird, müßte bei Abwesenheit von Gas der Größenwert der umgekehrten Blockseigerung auf den Wert Null fallen oder gegebenenfalls normale Blockseigerung auftreten.

Versuche von H. BOHNER [21] sowie W. FRAENKEL und W. GÖDECKE [22] haben aber ergeben, daß auch bei gasfreien Schmelzen, im Vakuum vergossen, eine umgekehrte Blockseigerung auftrat.

Nach J. VERÖ [23], P. BRENNER und W. ROTH [24] sowie H. RÖHBIG [25] kann die Gasdrucktheorie nur dann zutreffend sein, wenn der Gußkörper bereits äußerlich allseitig erstarrt ist und die entstehenden Gase bzw. die verdrängte Schmelze keinen freien Ausweg mehr nach außen haben. Diese Voraussetzung ist jedoch nicht erfüllt, solange der Kopf des Blockes noch flüssig ist und die Gase entweichen können.

## 2.27 Kristallvolumenkontraktion

G. MASING und C. HAASE [26], G. MASING [14], W. FRAENKEL und W. GÖDECKE [27], K. JOKIBE [28], P. BRENNER und W. ROTH [24], J. VERÖ [23], H. VOSSKÜHLER [29], E. SCHEIL [30], H. KÄSTNER [31], SHIGEO MUROMACHI [32], J. CZIKEL und J. HIRSCH [1], O. W. ELLIS [33] und D. ALTENPOHL [34] nehmen mit mehr oder weniger Einschränkungen an, daß ganz allgemein durch Kristallvolumenkontraktion der Stengelkristalle Kapillaren ausgebildet werden, in denen kapillare Kräfte zur Auswirkung kommen, die eine Restschmelzenverschiebung vom Innern nach den Randzonen herbeiführen.

G. MASING [14] gelangt zu der Auffassung, daß bei der umgekehrten Blockseigerung mindestens zwei Ursachen wirksam sind, nämlich die kapillare Rückwanderung der Restschmelze und das Verschieben der primären Kristalle durch die Kristallisationskraft.

Für vollständiges Nachfließen der Schmelze bei Erstarrungskontraktion berechnete E. SCHEIL [30] die Größenwerte der umgekehrten Blockseigerung. Auf Grund seiner Ergebnisse kommt E. SCHEIL zu der Auffassung, daß die Volumenkontraktion nicht die alleinige Ursache sein kann, sondern daß noch weitere Ursachen, z. B. Kristallisationskraft oder Gasentwicklung, hinzutreten müssen.

Nach Ansicht von H. KÄSTNER [31] kommt es im Verlaufe der Erstarrung zu einer Verschiebung von Restschmelze in Richtung des Wärmeflusses. Als treibende Kraft wird die Sogwirkung der sich infolge von Erstarrungsschrumpfung der Primärkristalle zwischen diesen ausbildenden Hohlräume angenommen.

Aus Untersuchungen von J. VERÖ [23] geht hervor, daß die umgekehrte Blockseigerung sowohl bei dendritisch erstarrenden als auch bei polyedrisch kristallisierenden Legierungen auftritt. Voraussetzung für die umgekehrte Blockseigerung ist nach [23], daß die Legierungen unter Volumenkontraktion erstarren.

Die Verschiebung der Restschmelze infolge Erstarrungskontraktion kann aber nach der gültigen Anschauung über Kapillarkräfte nur Verschiebungen geringer Mengen auf kleinen Wegstrecken hervorrufen. Materialverschiebungen, wie sie aber sehr

häufig bei der umgekehrten Blockseigerung auftreten, sind nach Auffassung von W. CLAUS [12] mit der Auswirkung von Kapillarkräften allein nicht zu erklären.

## 2.28 Porosität und Mikrolunkerung

C. E. RANSLEY und D. E. J. TALBOT [35] untersuchten die Gasporositäten bei Aluminiumstrangguß und fanden einen Zusammenhang zwischen der Kupferseigerung und dem Wasserstoffgehalt. Sie erklärten die Erscheinung mit der hohen Gaskonzentration im niedrigschmelzenden Flüssigkeitsrest.

Nach Untersuchungen von G. SIEBEL, D. ALTENPOHL und H. M. COHEN [36] erstarrt die Restschmelze in der Zone unterhalb der obersten festen Schicht. Die geseigerte und poröse Oberflächenschicht zeigt eine Breite bis zu 20 mm.

N. P. ALLEN und S. M. PUDDEPHAT [37] stellten einen Zusammenhang zwischen der Seigerung und der Porosität fest. Nach ihrer Auffassung ist die Proportionalität zwischen der Mikroporosität und der chemischen Zusammensetzung eine Folge des Nachfließens von Restschmelze in die Außenbezirke.

Auf Grund umfangreicher Messungen der Dichte- und Konzentrationsverteilung über den Blockquerschnitt konnte G. NICKELL [38] den Zusammenhang zwischen der Seigerung und der Dichte bestätigen und nachweisen, daß durch die „Verarmung an niedrigschmelzender Komponente“ im Mikrolunkergebiet Konzentrationsunterschiede gegenüber den dichten Teilen des Gußstückes auftreten.

F. SAUERWALD<sup>1</sup> untersuchte die Frage, inwieweit sich umgekehrte Blockseigerung und Mikrolunkerung aus der Volumenschwindung errechnen lassen. Bei der Mehrzahl der untersuchten Legierungen ergab sich, daß die Seigerung unter Berücksichtigung der Schrumpfung im festen Zustand und der Porosität aus der Volumenschwindung bei der Kristallisation zufriedenstellend errechenbar erscheint.

## 2.29 Kristallisationseffekt

W. ROSENKRANZ [39] fand bei der Untersuchung der umgekehrten Blockseigerung an Al-Cu-Legierungen einen Zusammenhang zwischen der „Kristallisation“ (Makrogefüge) und der chemischen Zusammensetzung auf Grund von Konzentrations-Weg-Kurven. W. ROSENKRANZ erklärt die Erscheinung wie folgt: Erfolgt die Erstarrung unter einem in einer Richtung ausgeprägten Temperaturgefälle, so entstehen Stengelkristalle, und die Legierungsbestandteile wandern entsprechend dem Zustandsdiagramm innerhalb der flüssigen Schmelze zu den Bereichen niedrigerer Temperatur, um dort mit den auf Grund der hohen Erstarrungsgeschwindigkeit sehr „reichen Außenschichten“ der bereits erstarrten Zonenkristalle ins Gleichgewicht zu kommen. Es handelt sich also um das Bestreben der Legierungsbestandteile, das den unterschiedlichen Temperaturen entsprechende Gleichgewicht zwischen der „reichen Außenschicht“ des Zonenkristalls und der diesen umgebenden Schmelze herzustellen. Die Folge dieses Bestrebens, das durch die hohe Diffusionsgeschwindigkeit in der flüssigen Schmelze erleichtert wird, ist eine von der jeweiligen Höhe des Temperaturgefälles abhängige Anreicherung der Legierungsbestandteile in den Bereichen, in denen die niedrigere Temperatur herrscht.

<sup>1</sup> Gießerei 29 (1942) S. 25.

### 2.3 Das Auftreten seigernder Bestandteile auf der Blockoberfläche (Ausschwitzungen)

Die im Zusammenhang mit der umgekehrten Blockseigerung auftretende Seigerungsborke auf der Blockoberfläche ist von vielen Forschern untersucht worden, jedoch gehen die Ansichten über die Ursache dieser sogenannten Ausschwitzungen ebenfalls stark auseinander. Voraussetzung für die Ausbildung von Seigerungsborke ist nach allgemeiner Auffassung das Vorhandensein eines Schrumpfspaltes.

Nach Ansicht von R. KÜHNEL [13] übt das entstehende Primärskelett bei weiterer Abkühlung infolge der Schrumpfung einen solchen Druck auf die Restschmelze aus, daß diese aus dem Block herausgepreßt wird.

O. W. ELLIS [33], G. MASING und E. SCHEUER [40] sowie R. GENDERS [5] sehen die Entstehung von Ausschwitzungen in dem Freiwerden von Gasen bei der Erstarrung; der dadurch entstehende Druck auf die Restschmelze preßt diese dann aus dem Block heraus. Dabei soll im Inneren des Blockes eine Mikrolunkerung entstehen.

P. BRENNER und W. ROTH [24] haben als Ursache für das Auftreten von Seigerungsborke den hydrostatischen Druck angesehen. Dabei ist es notwendig, daß die Oberflächentemperatur des Blockes zwischen Liquidus und Solidus liegt und außerdem ein Schrumpfspalt vorhanden ist.

H. RÖHRIG [25], H. KÄSTNER [31] und H. VOSSKÜHLER [29] sind der Meinung, daß ein Wiederaufheizen der Randzone durch die Ausbildung eines Schrumpfspaltes als Ursache für das Auftreten von Ausschwitzungen anzusehen ist. Dieser Schrumpfspalt verursacht innerhalb des Blockes einen Wärmestau, der zum Auftauen bereits erstarrter, niedrigst schmelzender Bestandteile führt. Da dieses Wiederaufschmelzen unter Volumenzunahme erfolgt, wird ein Teil dieser Schmelze durch die Blockoberfläche hindurchgepreßt.

G. NICKELL [38] ist der Ansicht, daß bei Vorhandensein eines Schrumpfspaltes in allen Fällen die Schwerkraft als treibende Kraft für die Ausbildung von Ausschwitzungen anzusehen ist. Bei Legierungen, die unter Volumenvergrößerung oder unter geeigneten thermischen Bedingungen und geringer Volumenkontraktion erstarren, ist nach Auffassung von G. NICKELL ein Herauspresse von Restschmelze durch Schrumpfdruck möglich.

D. ALTENPOHL [41] untersuchte den Erstarrungsvorgang unter dem Heizmikroskop und fand, daß eine Korngrenzsubstanz im flüssigen Zustand bei 632°C selbst bei 99,5%igem Aluminium bestehen kann. Dieses Ergebnis zeigt, mit welcher Leichtigkeit sich Ausschwitzungen auf der Blockoberfläche bilden können.

Nach Ansicht von W. ROSENKRANZ [39] ist die Bildung von Seigerungsborke ebenfalls auf eine Wanderung der Legierungsbestandteile in Richtung des Temperaturgefälles zurückzuführen, die eine Verarmung der Restschmelze zur Folge hat. Vorbedingung ist eine schnelle Beendigung der Erstarrung der Primärkristalle, die dann gegenüber der Restschmelze volumenmäßig klein bleiben, aber eine sehr „reiche Außenschicht“ aufweisen, und daß bis zur Erstarrung der Restschmelze noch genügend Zeit zur Verfügung steht, während derer die Wanderung der Legierungsbestandteile in Richtung auf die reichen Außenschichten der schnell erstarrten Primärkristalle stattfinden kann. Das „Überlaufen“ der flüssigen Restschmelze wird dann durch die gleichzeitig erfolgende Volumenkontraktion verursacht.



#### 2.4 Die Gesetzmäßigkeiten der „umgekehrten“ Blockseigerung

O. BAUER und H. ARNDT [42], G. MASING [43], G. MASING und C. HAASE [44], W. CLAUS und H. GOECKE [19], S. M. WORONOFF [45], K. JOKIBE [28], H. BOHNER [21], W. CLAUS und F. W. BAUER [20] untersuchten die Abhängigkeit des Größenwertes (Unterschied der Konzentration zwischen Blockrand und Blockmitte) der umgekehrten Blockseigerung von der Erstarrungsgeschwindigkeit. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Bild 1 dargestellt.

Diese Kurve zeigt, daß im Bereich geringer Erstarrungsgeschwindigkeiten keine umgekehrte Blockseigerung auftritt, sondern daß nur Kristallseigerung oder aber normale Blockseigerung zu erwarten ist. Nach Überschreitung eines ganz bestimmten Grenzwertes der Erstarrungsgeschwindigkeit tritt dann in steigendem Maße bis zu

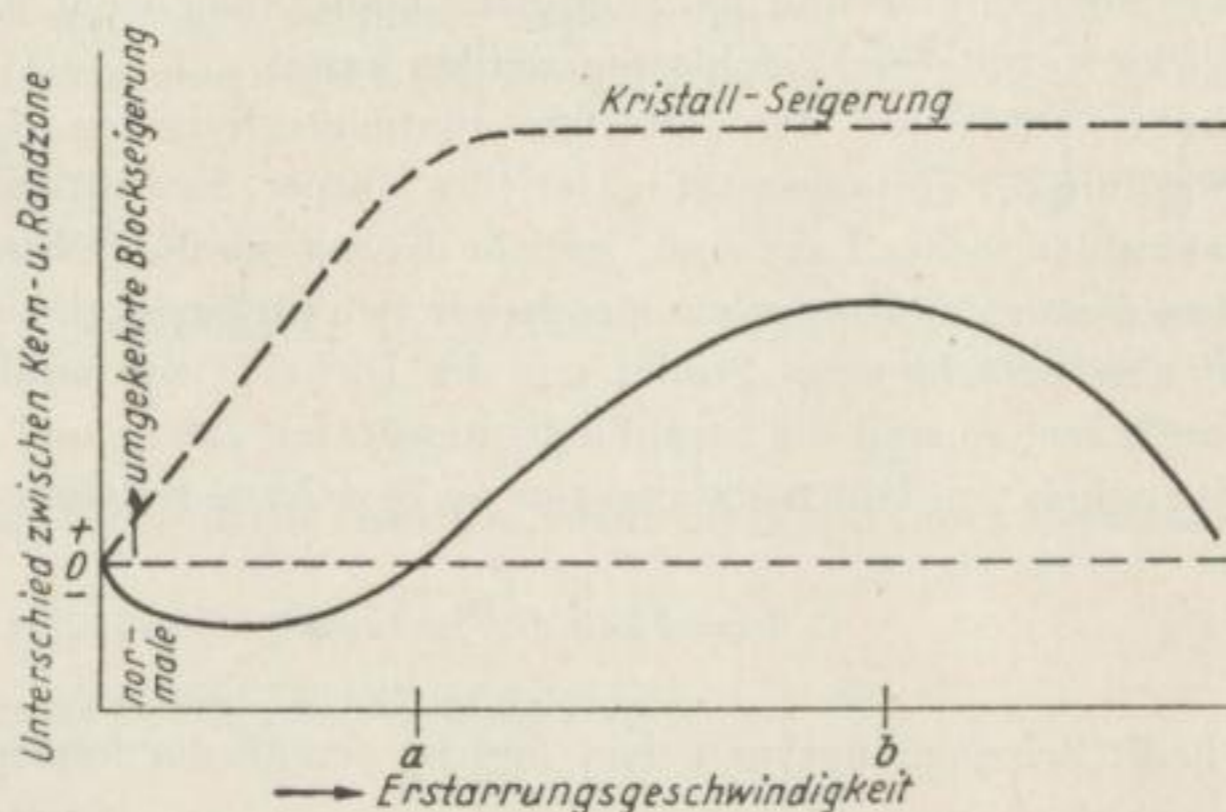


Bild 1. Größenwert der umgekehrten Blockseigerung (Konzentrationsunterschied zwischen Kern- und Randzone) als Funktion der Erstarrungsgeschwindigkeit bei zu Mischkristallen erstarrenden Legierungen

einem maximalen Größenwert umgekehrte Blockseigerung auf. Dieser Wert fällt dann bei weiterer Steigerung der Erstarrungsgeschwindigkeit wieder auf den Wert Null.

Diese Gesetzmäßigkeit hat nur für einfach zu Mischkristallen erstarrende Systeme und für Legierungen, die mit peritektischer Umwandlung zu homogenen oder heterogenen Gefügen erstarren, Gültigkeit.

Manche Gußkörper lassen in den Randzonen keine umgekehrte Blockseigerung erkennen, sondern erst die Mittel- und Kernzonen zeigen die für die umgekehrte Blockseigerung typischen Konzentrationsunterschiede in ausgeprägter Weise.

W. CLAUS und B. DANGO [46] deuteten diese Erscheinungen wie folgt: Durch starke Abschreckwirkung der Gießformen werden diese Randzonen zunächst mit außergewöhnlich großer Abkühlungsgeschwindigkeit zum Erstarren gebracht. Umgekehrte Blockseigerung kann dafür nicht auftreten. Erst die inneren Teile der Gußkörper unterliegen dann Erstarrungsgeschwindigkeiten, für die umgekehrte Blockseigerung in Erscheinung treten kann.

### 3      BERICHT ÜBER EIGENE UNTERSUCHUNGEN

#### 3.1    Allgemeines

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit soll untersucht werden, inwieweit aus dem Habitus der Mikroradiogramme und der Röntgenblitzaufnahmen auf die Ursache der umgekehrten Blockseigerung rückgeschlossen werden kann.

Die Radiographie zählt zu den ältesten röntgentechnischen Untersuchungsverfahren zum Studium der Homogenität materieller Körper. Sie fußt auf der Tatsache, daß die Röntgenstrahlen in der Lage sind, jegliche Körper zu durchdringen und dabei eine der stofflichen Natur der Körper entsprechende Schwächung erleiden.

Läßt man auf eine Schicht eines Stoffes mit der Dicke  $D$  ein paralleles Röntgenstrahlenbündel auffallen, so sind die Strahlungsintensitäten  $I_0$  vor und  $I$  hinter dieser Schicht durch eine schon von RÖNTGEN angegebene Beziehung miteinander verknüpft:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot D}.$$

Die Größe  $\mu$  heißt Schwächungskoeffizient und ist gemäß der folgenden Gleichung

$$\mu = \tau + \sigma_{KL} + \sigma_C$$

aus mehreren Komponenten zusammengesetzt.

$\tau$  stellt den Absorptionskoeffizienten dar. Er ist eine Funktion der Wellenlänge der Strahlung und der Dichte des absorbierenden Stoffes.

$\sigma_{KL}$  ist der Streukoeffizient. Die Zerstreuung ist eine Richtungsänderung der Strahlung infolge des Mitschwingens der Elektronen im Feld der einfallenden Röntgenwelle.

Der Compton-Streukoeffizient  $\sigma_C$  tritt bei sehr harten Röntgenstrahlen auf, dabei wird ein Teil der eingestrahlten Energie dazu verwandt, den Elektronen einen zusätzlichen Impuls zu verleihen.

Diese Gesetzmäßigkeiten führten zur Anwendung der Röntgentechnik in der Werkstoffprüfung unter dem Begriff der Grobstrukturuntersuchung.

Die Mikroradiographie beruht auf dem gleichen Prinzip, arbeitet aber im Gegensatz zum Grobstrukturverfahren mit sehr dünnen Werkstoffschichten und sehr feinkörnigen Filmen, die eine spätere optische Nachvergrößerung der Mikroradiogramme gestatten.

Aus den Schwärzungsverläufen der Mikroradiogramme kann unmittelbar auf die Konzentrationsverhältnisse der einzelnen Bestandteile der durchstrahlten Proben

geschlossen werden. Über die quantitativen Zusammenhänge zwischen Schwärzung und Konzentration ist in [47] berichtet worden.

Auf Grund ihrer Vorteile für das mikroradiographische und das röntgenkinematographische Untersuchungsverfahren wurden die Systeme Aluminium-Kupfer und Aluminium-Zink gewählt. Bild 2 und 3 zeigen die beiden Zustandsdiagramme ihrer Legierungen.

Für diese Systeme sprechen einmal der hohe Dichteunterschied beider Partner (Al:  $\rho = 2,7 \text{ g/cm}^3$ ; Cu:  $\rho = 8,96 \text{ g/cm}^3$ ; Zn:  $\rho = 7,14 \text{ g/cm}^3$ ), zum anderen das ausgeprägte Auftreten der umgekehrten Blockseigerung.

Das für die Versuche verwendete Reinstaluminium wurde im elektrochemischen Kombinat Bitterfeld hergestellt.

Analyse: (Schmelz-Nr. 1/105)

Cu: 0,0004%; Si: 0,0003%; Fe: 0,0002%; Al: 99,9991%.

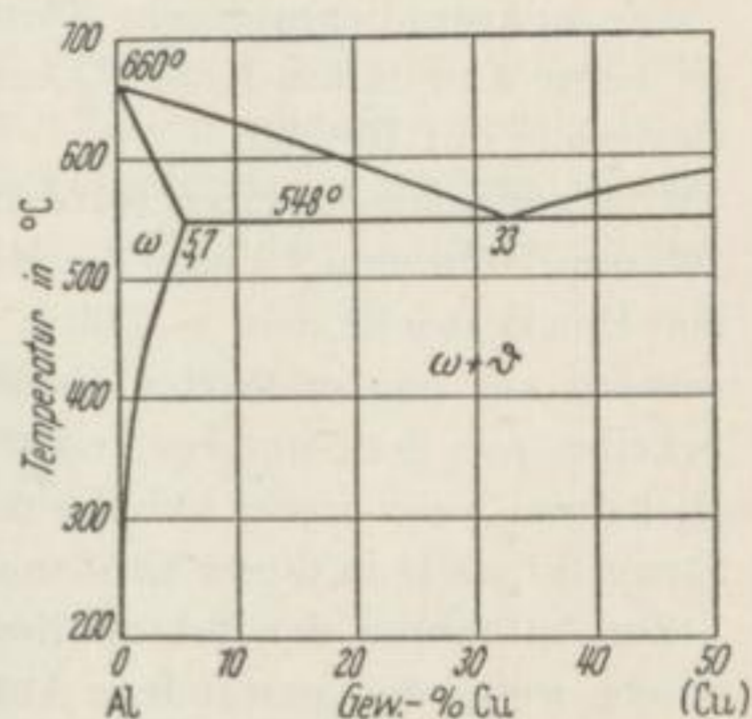


Bild 2. Zustandsschaubild Aluminium-Kupfer (Aluminiumseite)

Als Legierungsbestandteile wurden Elektrolytkupfer und Reinstzink verwendet.

Analyse: Elektrolytkupfer (Spektral-Vollanalyse)

Fe, Mg, Ca unter 0,01%; Si, Ag in Spuren.

Analyse: Reinstzink

Cu: 0,0013%; Cd: 0,0009%; Fe: 0,0021%; Pb: 0,0054%.

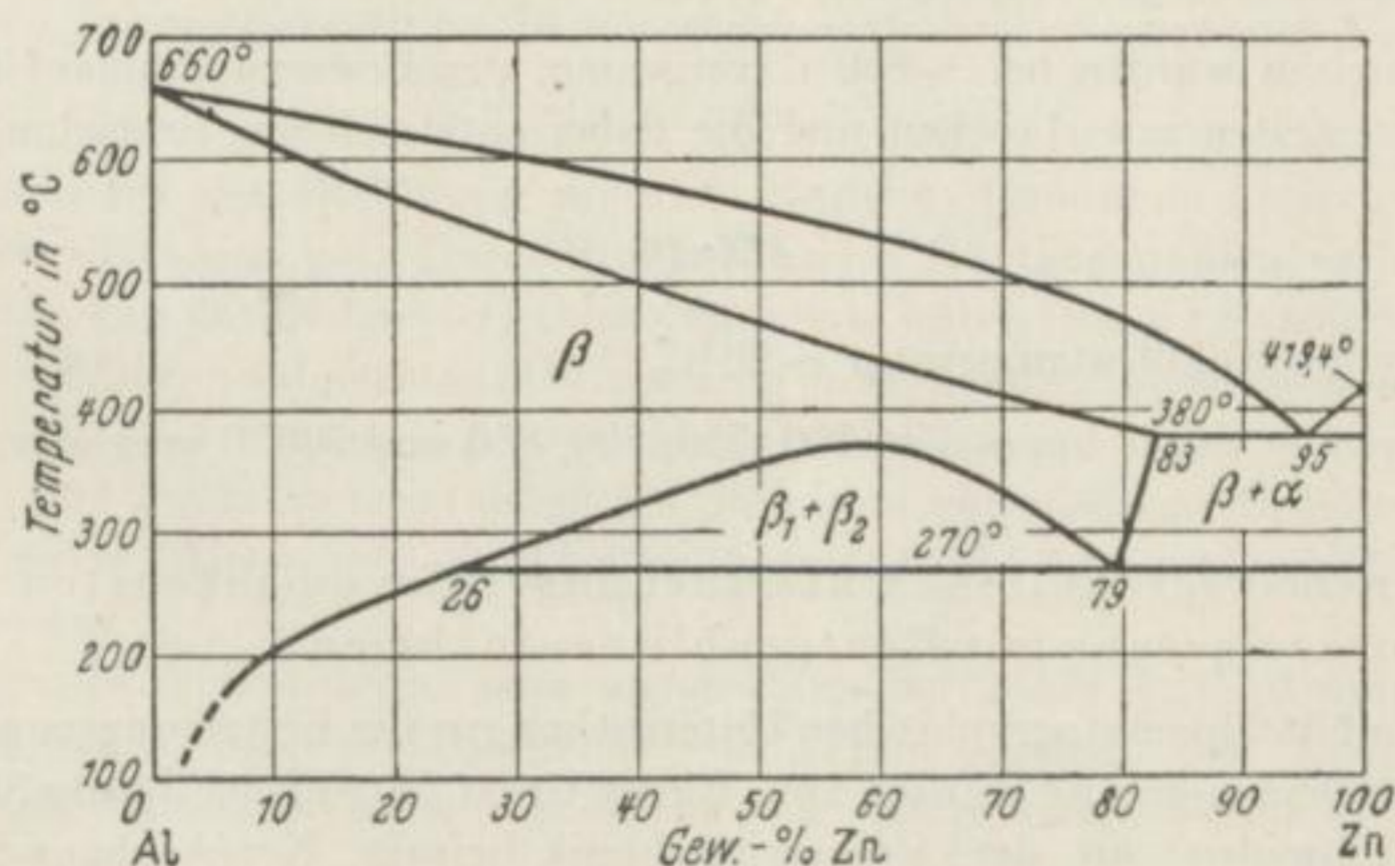


Bild 3. Zustandsschaubild Aluminium-Zink

### 3.2 Versuchsdurchführung

#### 3.21 Mikroradiographische Untersuchungen der umgekehrten Blockseigerung

Die mikroradiographische Untersuchung der umgekehrten Blockseigerung erfolgte an einer Aluminium-Kupfer-Legierung mit 10% Cu und an einer Aluminium-Zink-Legierung mit 10% Zn.

Die Versuchsschmelzen wurden in eine Stahlkokille von 50 mm Innendurchmesser, 100 mm Höhe und 10 mm Wanddicke vergossen. Aus diesen Abmessungen ergab sich ein Blockgewicht von  $\sim 500$  g. Für die Untersuchungen des Erstarrungsverlaufes wurden aus den erstarrten Gußblöcken je eine Probe, in Form einer 2 mm dicken Scheibe, aus dem unteren, mittleren und oberen Teil des Blockes entnommen. Die Dicke von 2 mm erwies sich deshalb als günstig, weil die Durchmesser der entstandenen Stengelkristalle in dieser Größenordnung lagen.

Zur Aufnahme der Mikroradiogramme diente das Bremsspektrum einer Wolfram-anode, wobei die entstandene Aufnahme später optisch nachvergrößert wurde.

Belichtungsdaten: 35 KV, 3 mA, 4 min.

Fokus-Filmabstand: 70 cm.

Als Filmmaterial wurde der Agfa-Röntgen-Texo-S-Film der VEB Filmfabrik Agfa-Wolfen verwendet.

Aus der großen Zahl der durchgeführten Versuche sollen hier nur diejenigen Versuchsreihen Erwähnung finden, die für eine spätere Deutung der Versuchsergebnisse von Wichtigkeit sind.

#### *AlCu10*

##### 1. Versuchsreihe: Kokillentemperatur $\sim 20^\circ\text{C}$ .<sup>1</sup>

Die Legierung wurde bei  $\sim 650, 700, 750, 800, 850, 900$  und  $1200^\circ\text{C}$  vergossen.

##### 2. Versuchsreihe: Kokillentemperatur $\sim 20^\circ\text{C}$ .

Zwei Schmelzen wurden bei  $\sim 850^\circ\text{C}$  vergossen, der Erstarrungsablauf nach zwei verschiedenen Zeiten unterbrochen und die dabei entstandenen Restschmelzen ausgegossen.

#### *AlZn10*

##### 1. Versuchsreihe: Kokillentemperatur $\sim 20^\circ\text{C}$ .

Diese Legierung wurde bei  $\sim 650, 700, 750, 800, 850$  und  $900^\circ\text{C}$  vergossen.

#### 3.22 Kinematographische Untersuchungen der umgekehrten Blockseigerung mit Röntgenblitzaufnahmen

Die röntgenblitzkinematographischen Untersuchungen des Erstarrungsvorganges der umgekehrten Blockseigerung wurden am „Elema-Gerät“ der Firma Järnhs Stockholm-Hagelund (Schweden) an der Universitätsklinik Leipzig, Krankenhaus St. Jacob,

<sup>1</sup> Ausgangstemperatur der sich während des Gießvorganges erwärmenden Kokille.

durchgeführt<sup>1</sup>. Die dazu gehörigen Blitzröhren sind von der Firma Siemens, Erlangen, hergestellt worden. Diese Röhren sind bis zu 150 KV bei 350 mA belastbar. Die Aufnahmefrequenz ist in drei Stufen regelbar: 12, 6 und 2 Bilder/s. Das Bildformat beträgt  $300 \times 350$  mm. Als Filmmaterial wurde der Supervidoxfilm des VEB Fotochemische Werke, Berlin, in Rollen zu je 25 m verwendet.

Die Durchführung der Versuche stieß zunächst auf erhebliche Schwierigkeiten hinsichtlich des Boden- und Deckelmaterials der zu diesen Untersuchungen verwendeten Kokille. Das Boden- und Deckelmaterial mußte zwei Anforderungen genügen, einmal durfte es keine nennenswerten Verbiegungen durch das plötzliche Auftreten hoher

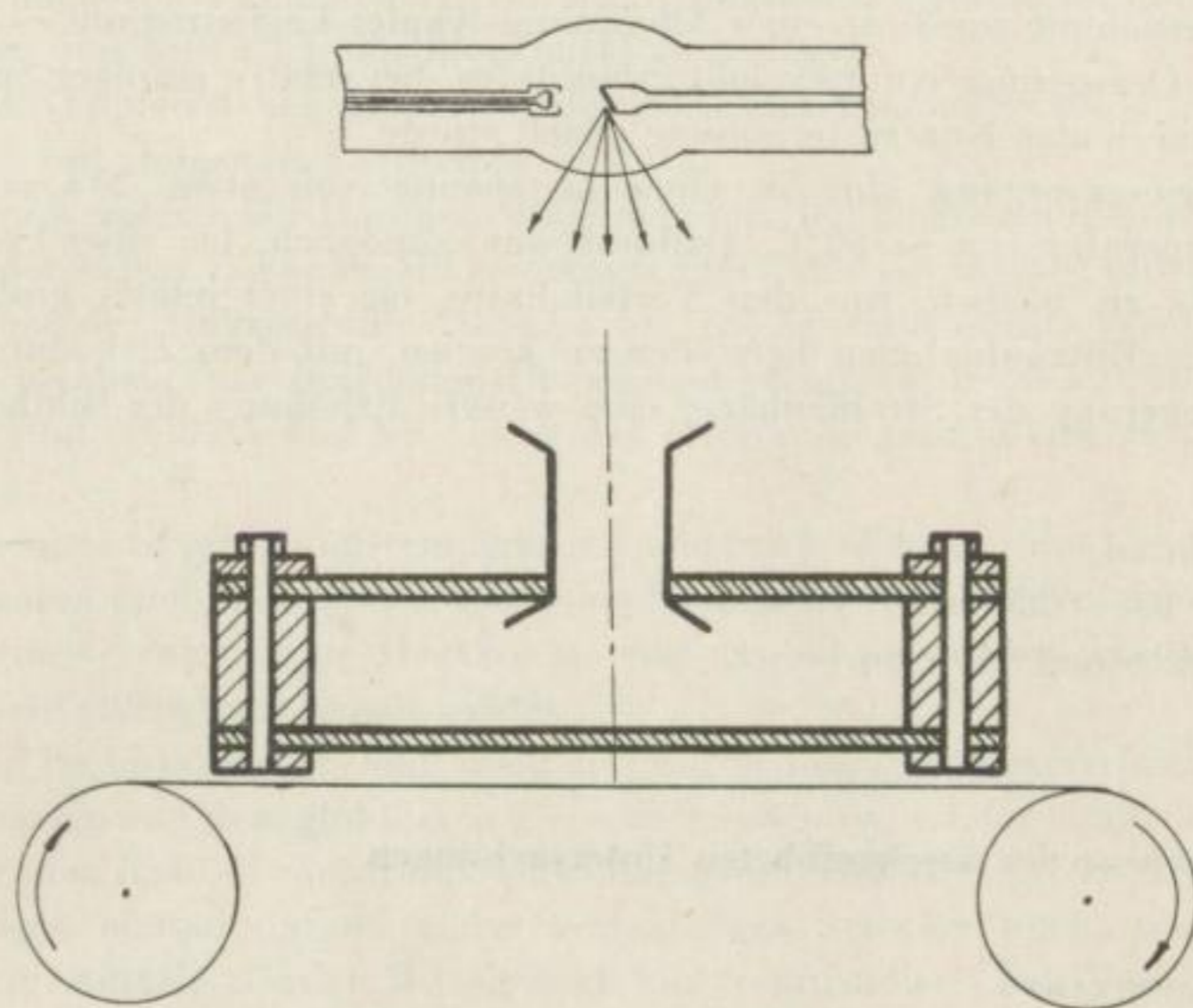


Bild 4. Prinzipskizze der für die Röntgenblitzaufnahmen verwendeten Kokille

Temperaturen bei der Berührung mit der flüssigen Aluminium-Legierung erleiden, zum zweiten sollte eine gute Durchdringbarkeit für Röntgenstrahlen vorhanden sein. Durch Verbiegung des Boden- und Deckelmaterials wären Querschnittsänderungen des erstarrenden Blockes aufgetreten. Die dadurch entstehenden Schwärzungsunterschiede hätten zu einer Verfälschung der Versuchsergebnisse führen können. Weiterhin mußte das Boden- und Deckelmaterial möglichst dünn und von niedriger Ordnungszahl sein, um durch geringe Absorption die Schwärzungsverhältnisse der erstarrenden Schmelze nicht zu stören.

Die optimalen Versuchsergebnisse waren dann bei 2 mm Duraluminiumblech für Deckel und Boden bei einer Blockhöhe von 20 mm gegeben. Der Durchmesser der Kokille betrug 90 mm bei einer Wanddicke von 10 mm Eisen. Dünneres Aluminium-

<sup>1</sup> An dieser Stelle möchte ich Herrn Oberarzt Dr. med. Becker sowie Herrn Dr. med. Hartleb dafür danken, daß es mir ermöglicht wurde, diese Untersuchungen durchführen zu können.

blech konnte nicht verwendet werden, weil es den Beanspruchungen nicht standhielt, auch die Verwendung anderer Materialien (dünnes Eisenblech, Keramik, Graphit usw.) führten zu keinen brauchbaren Ergebnissen.

Ein Schema der verwendeten Kokille zeigt Bild 4. Am Deckel der Kokille wurde ein Einguß von 50 mm Höhe und 20 mm Durchmesser angebracht. Der Einguß war aus 0,1 mm dickem Eisenblech gefertigt worden, damit im Einguß selbst möglichst wenig Wärme abgeführt wurde und somit ein Nachfließen der Schmelze bei der Erstarrung gewährleistet war. Das führte während des gesamten Erstarrungsvorganges zu einem fast gleichmäßigen Querschnitt, der für die Beurteilung der Aufnahme von außerordentlicher Wichtigkeit war.

Diese Untersuchung wurde an einer Aluminium-Kupfer-Legierung mit  $\sim 3\%$  Kupfer durchgeführt. Der geringe Kupfergehalt erlaubte es, bei relativ geringer Spannung zu arbeiten, wodurch eine Kontrasterhöhung erzielt wurde.

Der Erstarrungsvorgang ging in einer Zeitspanne von etwa 20 s vor sich, bei einer Gießtemperatur von  $\sim 780^\circ\text{C}$ . Dadurch war es möglich, bei einer Frequenz von zwei Bildern/s zu bleiben, was den Vorteil hatte, bei einer relativ großen Belichtungsdauer die Blitzaufnahmen herstellen zu können, mit dem Ziel, durch entsprechende Verringerung der Strahlenhärte eine weitere Erhöhung der Bildkontraste zu erreichen.<sup>1</sup>

Aufnahmedaten:

AlCu 3 90 KV; 250 mA; 0,04 s

Fokus-Filmabstand: 100 cm.

### 3.3 Ergebnisse der durchgeführten Untersuchungen

#### 3.31 Allgemeines

Bei der Darstellung der eigenen Versuchsergebnisse soll zunächst nur auf die sich aus der „visuellen“ Betrachtung der Mikroradiogramme ergebenden Tatsachen eingegangen werden.

Die Schwärzungsverhältnisse der Papierabzüge der Mikroradiogramme gleichen qualitativ gesehen denen der Originale, da sie über Umkopien hergestellt worden sind. Es sei an dieser Stelle jedoch darauf hingewiesen, daß die Kontraste der Mikroradiogramme durch hartes Umkopieren verstärkt wurden, um dadurch die Erscheinungen der umgekehrten Blockseigerung deutlicher hervortreten zu lassen.

Die Veränderungen der Erscheinung der umgekehrten Blockseigerung durch die jeweiligen Versuchsbedingungen werden nur an den aus den mittleren Bereichen der Gußblöcke entnommenen Proben diskutiert, da die umgekehrte Blockseigerung im oberen Teil des Blockes durch die Lunkerbildung und im unteren Teil durch den Kokillenboden beeinflusst wird.

<sup>1</sup> Die Belichtungszeit ist in diesem Falle kurz genug, um eine Bildverschleierung durch die Bewegung der Kristallisationsfront zu verhindern.

## 3.32 Einfluß der Gießtemperatur auf die umgekehrte Blockseigerung

Die Bilder 5a bis 8a und 5b bis 8b (**alle Makroschliffbilder, Mikroradiogramme, Schliffbilder und Röntgenblitzaufnahmen sind am Schluß der Arbeit zusammengestellt**) zeigen die Makroschliffe (Ätzmittel: Gemisch aus 30 cm<sup>3</sup> Salzsäure, 30 cm<sup>3</sup> Salpetersäure, 50 cm<sup>3</sup> Wasser und etwas Flußsäure) und die dazugehörigen Mikroradiogramme einer Al-Cu-10-Legierung, die bei ~650, 800, 900 und 1200°C vergossen wurde.

Die beiden Abbildungsreihen lassen folgendes erkennen: Die Mikroradiogramme 5b bis 7b zeigen eine von außen nach innen zunehmende Schwärzung. Die Schwärzung ist (bei konstanter Dicke) eine Funktion der Dichte<sup>1</sup>. Dementsprechend muß die Dichte von außen nach innen abnehmen, d. h., die Kupferkonzentration ist in Blockrandnähe am höchsten und wird nach der Blockmitte zu geringer.

Die helle (kupferreiche) Randzone der Mikroradiogramme (Bild 5b bis 7b) verbreitert sich mit steigender Gießtemperatur.

Aus einem Vergleich der Röntgenaufnahmen mit den Makroschliffen ergibt sich, daß die Breite der hellen Zone der Mikroradiogramme (Bild 5b bis 7b) mit der Länge der Stengelkörner der Makroschliffe (Bild 5a bis 7a) übereinstimmt. Wenn die Stengelkörner entsprechend der steigenden Überhitzungstemperatur bis zur Blockmitte vorgedrungen sind (Bild 8a und 8b), zeigt das Mikroradiogramm eine fast gleichmäßige Schwärzung.

Mit steigender Überhitzungstemperatur ändert sich nicht nur die Länge der Stengelkörner, sondern auch ihre Breite. Die globular kristallisierende Kernzone des Blockes geht von einer feinkörnigen Struktur in eine grobkörnige über, bis diese globulare Kernzone schließlich ganz verschwindet.

Weiterhin ist festzustellen, daß nicht nur ein Schwärzungsunterschied zwischen der Stengelkornzone und dem globularen Kern vorhanden ist, sondern daß auch im Bereich nichtgerichteten Kristallwachstums Schwärzungsunterschiede auftreten. Die globularen Körner zeigen einmal untereinander verschiedene Schwärzungen, zum anderen ist mitunter ein Ansteigen zum Mittelpunkt hin festzustellen. Der Unterschied in der Konzentration zwischen Stengelkorn und globularem Korn tritt durch einen ganz ausgeprägten Schwärzungssprung, besonders in Bild 7b, hervor.

Alle Mikroradiogramme zeigen in der hellen Randzone mehr oder weniger deutlich das Auftreten von Schwärzungswellen, die konzentrisch zur Mittelachse der Kokille liegen.

In den Bildern 9a bis 11a (Makroschliffe) und 9b bis 11b (Mikroradiogramme) ist der Einfluß der Gießtemperatur auf die umgekehrte Blockseigerung für eine AlZn10-Legierung dargestellt.

Aus diesen Abbildungen geht hervor, daß die gewählte Aluminium-Zink-Legierung die gleichen Erscheinungen der umgekehrten Blockseigerung zeigt, wie die ebenfalls untersuchte Aluminium-Kupfer-Legierung, nur daß hier bereits bei einer Gießtemperatur von ~900°C (Bild 11a und 11b) die Stengelkornzone bis zur Mitte des Blockes vorgedrungen und damit die umgekehrte Blockseigerung verschwunden ist. Weiterhin ist festzustellen, daß in der globularen Zone teilweise dendritische Struktur vorhanden ist (Bild 9b und 10b).

<sup>1</sup> Siehe Abschnitt 3.333.

### 3.33 Ermittlung der in den Mikroradiogrammen auftretenden Konzentrationsunterschiede

#### 3.331 Chemische Analysen<sup>1</sup>

Im Bild 12 sind die Verläufe der Kupferkonzentrationen vom Blockrand zur Blockmitte dargestellt. Diese Kurven wurden von Blöcken gewonnen, die bei  $\sim 650$ ,  $800$  und  $1200^\circ\text{C}$  vergossen worden waren. (Die Analysensubstanz wurde von den  $2\text{ mm}$  dicken

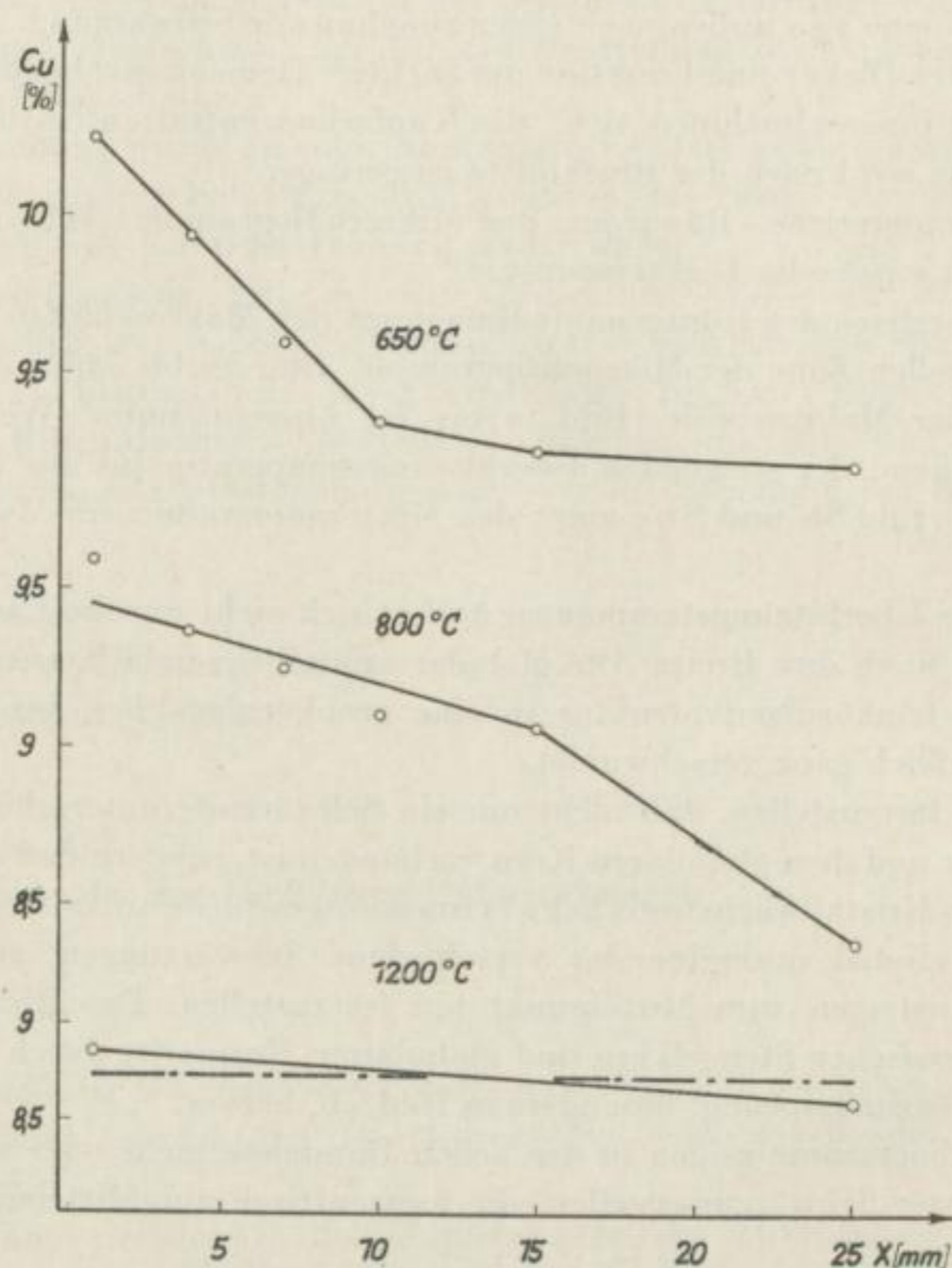


Bild 12. Verlauf der Kupferkonzentration vom Blockrand zur Blockmitte von Proben, die bei  $\sim 650$ ,  $800$  und  $1200^\circ\text{C}$  vergossen worden waren

Proben durch Abdrehen bestimmter Blockquerschnitte erhalten, die aus dem Diagramm Bild 12 zu entnehmen sind.)

Die Konzentrationsverläufe zeigen in Übereinstimmung mit den Mikroradiogrammen (Bild 5b und 6b), daß bei den Proben, die einen deutlichen Schwärzungsunterschied zwischen Blockrand und Blockmitte aufweisen, auch ein relativ starker Unterschied in

<sup>1</sup> Die chemischen Analysen wurden am Forschungsinstitut für NE-Metalle Freiberg angefertigt. Herrn Dr. Bastius sowie Herrn Dipl.-Chem. Becker danke ich für das freundliche Entgegenkommen.



der Kupferkonzentration vorhanden ist. Bei einer Gießtemperatur von  $1200^{\circ}\text{C}$  (Bild 8b) ist im Mikroradiogramm über den Blockquerschnitt eine gleichmäßige Schwärzung zu erkennen, dementsprechend ist auch der Verlauf der Kupferkonzentration nahezu konstant.

Die Mikroradiogramme der AlZn10-Legierungen zeigen geringere Schwärzungsunterschiede zwischen Blockrand und Blockmitte als die Mikroradiogramme der Al-Cu-10-Legierungen.

Mit diesem Befund übereinstimmend ergeben sich für einen Block, der bei  $\sim 750^{\circ}\text{C}$  vergossen wurde, folgende Analysenwerte:

Blockrand:	10,08;	10,06;	10,06% Zn
Blockmitte:	9,72;	9,75;	9,74% Zn

Daraus resultiert in diesem Falle eine Differenz von  $\sim 0,35\%$  Zn, während der bei  $\sim 800^{\circ}\text{C}$  vergossene Al-Cu-10-Block einen Konzentrationsunterschied von  $\sim 1,2\%$  Cu zwischen Blockrand und Blockmitte zeigt.

### 3.332 Makrohärtemessungen

Bild 13 gibt den Zusammenhang zwischen den Schwärzungsverläufen der Mikroradiogramme und der Makrohärte wieder.

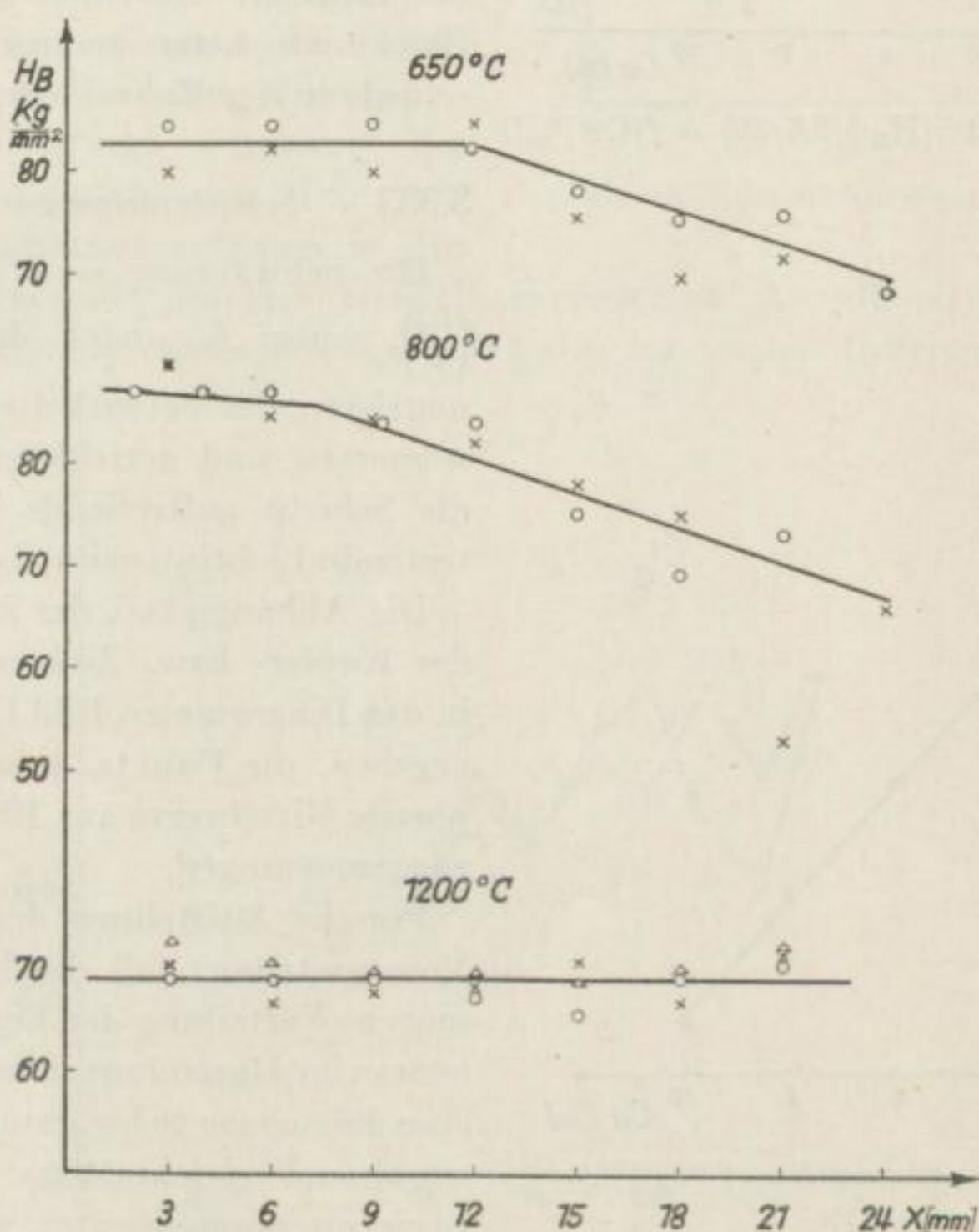


Bild 13. Makrohärteverlauf ( $H_B 5/2,5/30$ ) vom Blockrand zur Blockmitte von Proben, die bei  $\sim 650, 800$  und  $1200^{\circ}\text{C}$  vergossen worden waren

Während die Makrohärte bei den Proben von Bild 5b und 6b entsprechend den Schwärzungsunterschieden und damit Konzentrationsunterschieden vom Blockrand zur Blockmitte abnimmt, zeigt die Makrohärte des Bildes 8b innerhalb eines gewissen Streubereiches einen konstanten Härteverlauf, da bei dieser Probe, wie aus der gleichmäßigen Schwärzung des Mikroradiogrammes hervorgeht, keine umgekehrte Blockseigerung mehr vorhanden ist.

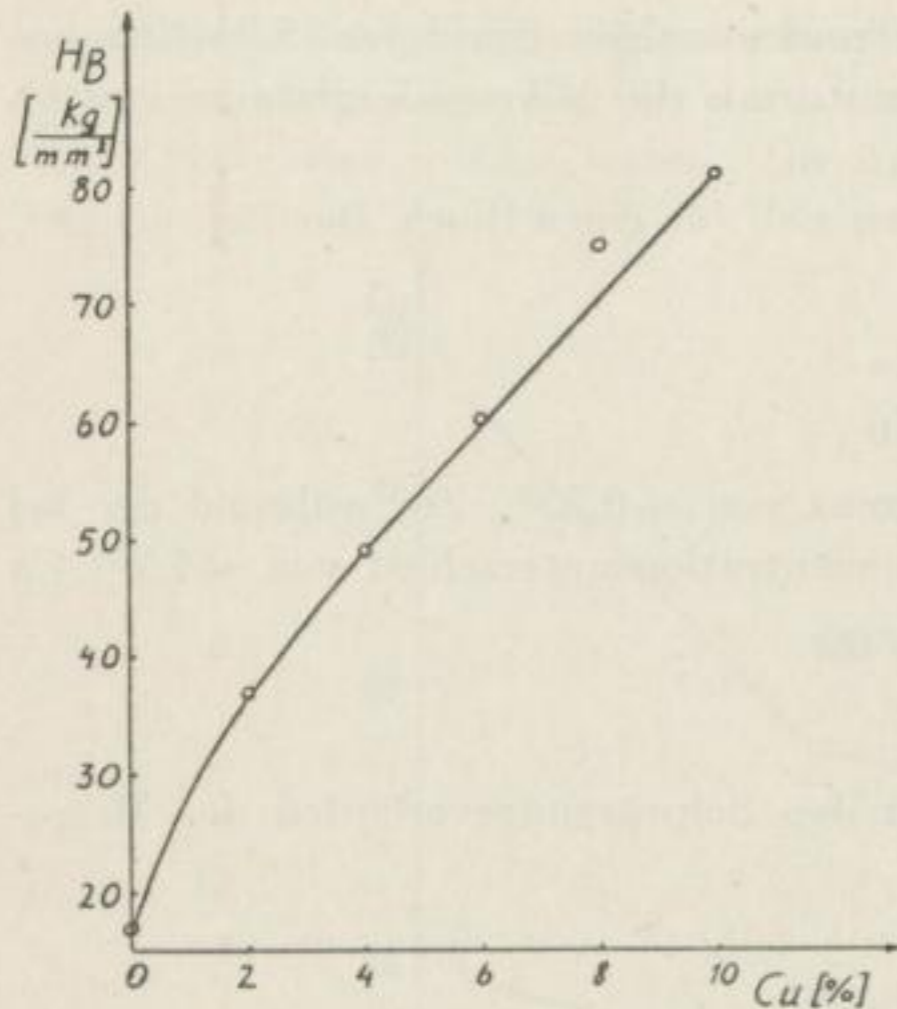


Bild 14. Makrohärte ( $H_B 5/2,5/30$ ) =  $f(\text{Cu} [\%])$

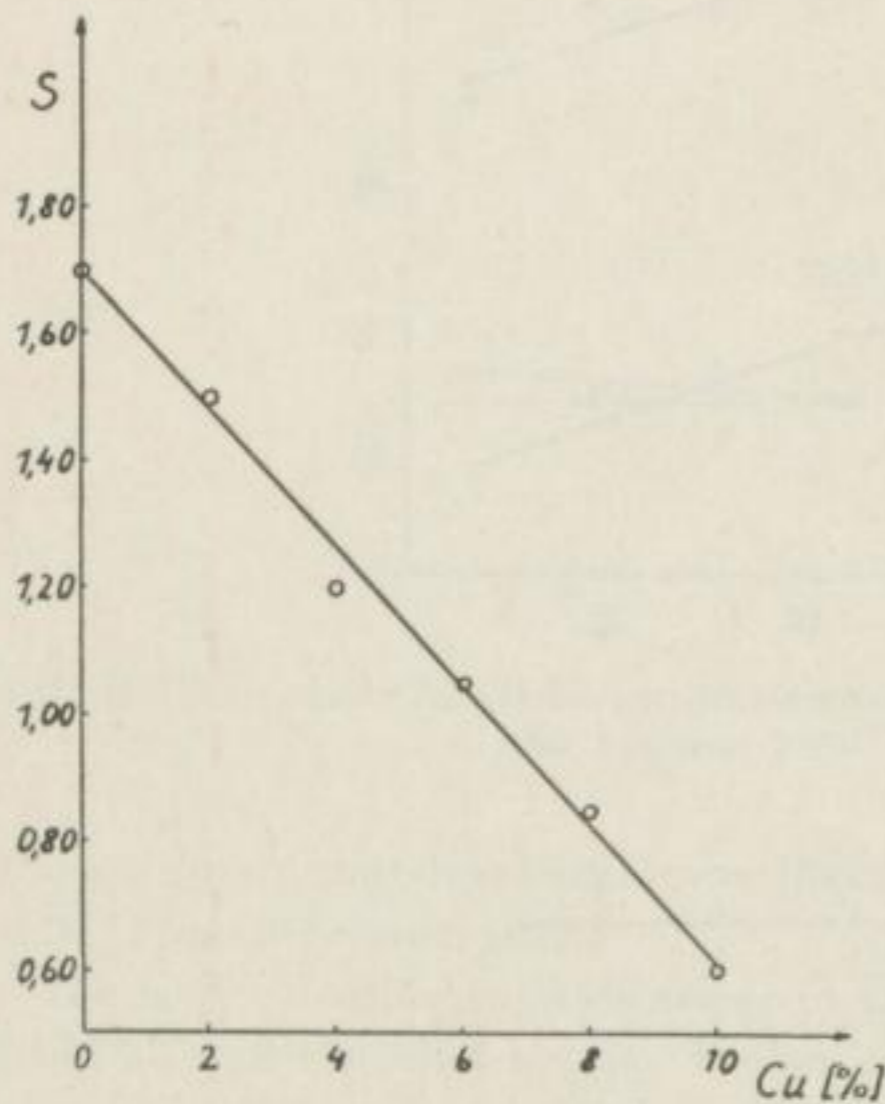


Bild 15. Filmschwärzung  $S = f(\text{Cu} [\%])$

In Bild 14 ist in einer Testreihe die Abhängigkeit der Makrohärte von der Kupferkonzentration dargestellt. Aus dieser Testreihe läßt sich für einen bestimmten Unterschied der Makrohärte zwischen Blockrand und Blockmitte ein ganz bestimmter Konzentrationsunterschied ablesen (vgl. Bild 41).

Bei den AlZn10-Legierungen ergaben sich infolge des geringen Konzentrationsunterschiedes zwischen Blockrand und Blockmitte keine nennenswerten Unterschiede in der Makrohärte.

Bei den AlZn10-Legierungen ergaben sich infolge des geringen Konzentrationsunterschiedes zwischen Blockrand und Blockmitte keine nennenswerten Unterschiede in der Makrohärte.

### 3.333 Schwärzungsmessungen

Die Schwärzung eines Filmes  $S = \log \left( \frac{L_0}{L} \right)$ , wobei  $L_0$  und  $L$  die beim Photometrieren des entwickelten, fixierten, gewässerten und getrockneten Filmes auf die Schicht auftreffende bzw. hindurchtretende Lichtintensität bedeuten.

Die Abhängigkeit der Schwärzung von der Kupfer- bzw. Zinkkonzentration ist in den Diagrammen Bild 15 und 16 wiedergegeben, die Punkte dieser Kurven sind jeweils Mittelwerte aus 10 bis 15 Schwärzungsmessungen.

Für die Aufstellung der Testreihen ist Voraussetzung, daß die Proben eine homogene Verteilung der Legierungskomponenten im Aluminium aufweisen und damit eine homogene Schwärzung zeigen. Eine annähernd gleichmäßige Verteilung der Legierungskomponenten wurde nur dann erreicht, wenn das Stengelkorn bis zur Mitte des Blockes vorgedrungen ist, d. h. also, bei relativ hohen Gießtemperaturen, wobei die entsprechenden kritischen Temperaturen

erreicht, wenn das Stengelkorn bis zur Mitte des Blockes vorgedrungen ist, d. h. also, bei relativ hohen Gießtemperaturen, wobei die entsprechenden kritischen Temperaturen

für die einzelnen Konzentrationsstufen verschieden hoch liegen. Vergossen wurde in die in Kapitel 3.21 beschriebene Kokille. Die Dicke der Proben, die aus der Mitte des Gußblockes entnommen wurden, beträgt auch hier 2 mm. Verwendet wurde das Bremsspektrum einer Wolframanode. Die Schwärzungsmessungen selbst sind mit einem Schnellfotometer von Zeiss Jena durchgeführt worden.

Mit Hilfe dieser Testreihen ist es nun möglich, quantitativ die sich aus den Schwärzungsunterschieden bei umgekehrter Blockseigerung ergebenden Konzentrationsunterschiede zu ermitteln.

Die folgenden Diagramme Bild 17, 18, 20 und 21 zeigen die Schwärzungsverläufe der Mikroradiogramme von Bild 6b, 37, 19b und 10b. Die Schwärzungskurven lassen im allgemeinen im Stengelkorngbiet einen konstanten Verlauf mit einem zum Teil sprunghaftigen Anstieg zum globularen Gebiet hin erkennen. In diesem Gebiet ist entsprechend den Mikroradiogrammen eine starke Streuung der Schwärzungswerte vorhanden. Die senkrechten strichpunktierten Linien in den Diagrammen geben die jeweilige Stengelkorngrenze an. Aus diesen Diagrammen ergibt sich für die AlCu10-Legierungen, daß die maximalen Differenzen der Schwär-

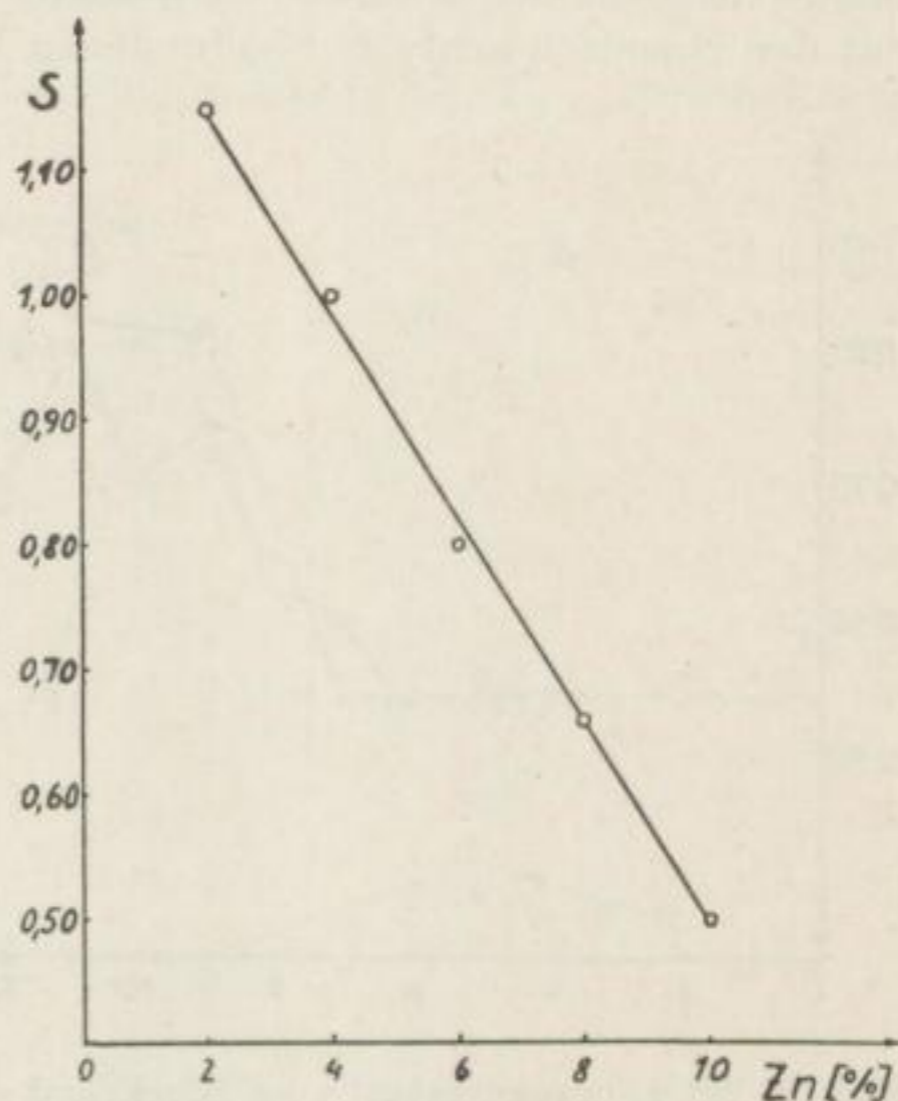


Bild 16. Filmschwärzung  $S = f(\text{Zn} [\%])$

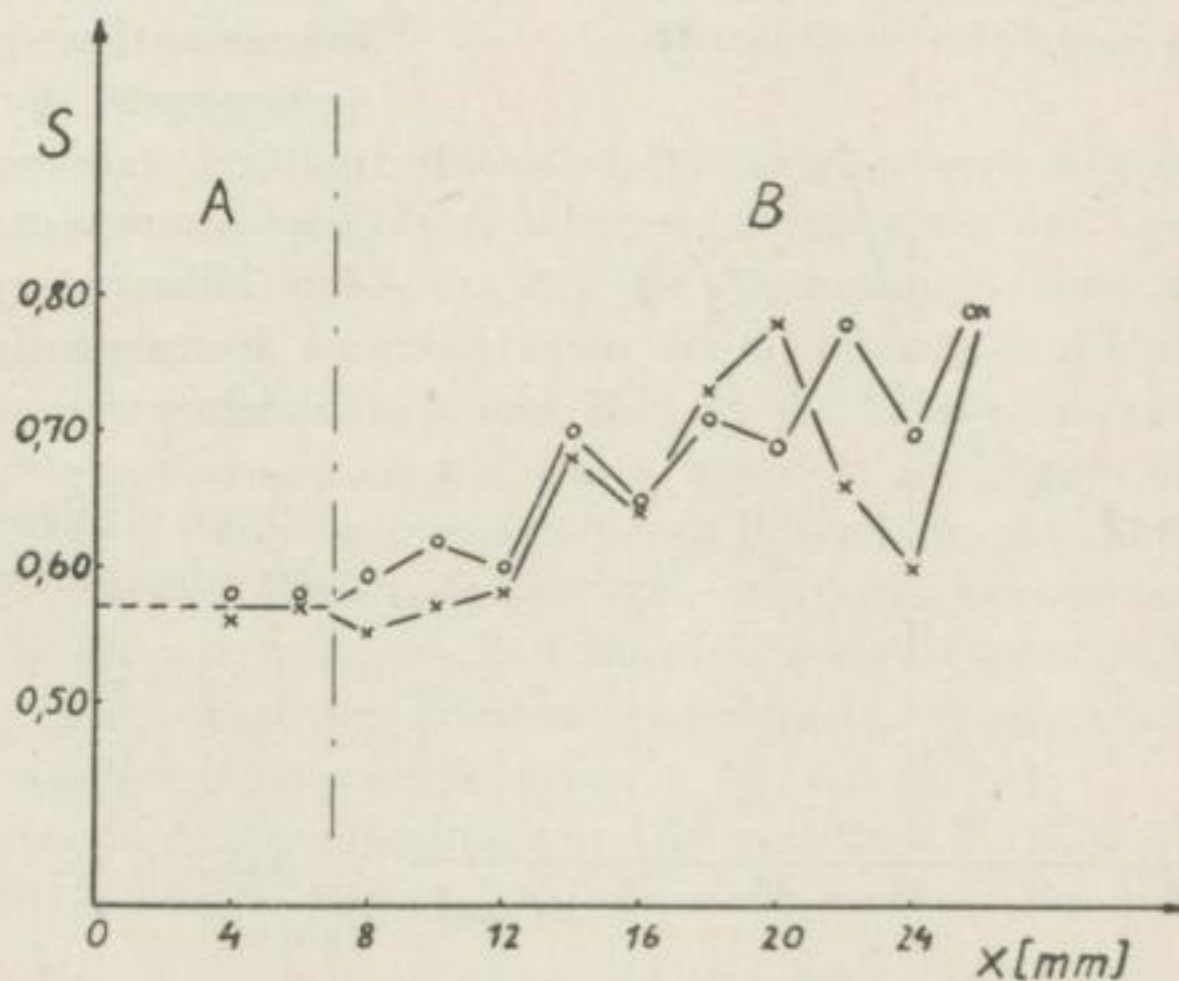


Bild 17. Schwärzungsverlauf vom Blockrand zur Blockmitte bei Mikroradiogramm Bild 6b  
A Stengelkorn B globuläres Korn

zungswerte zwischen Stengelkorn und globularem Korn ungefähr einem Konzentrationsunterschied von 2% Cu entsprechen, während die Schwärzungsminima des globularen Gebietes ungefähr mit der Konzentration der Stengelkörner übereinstimmen, so daß sich bei einer Summierung ein Mittelwert ergibt, der in guter Übereinstimmung mit den chemisch-analytisch gefundenen Werten steht (vgl. Bild 41).

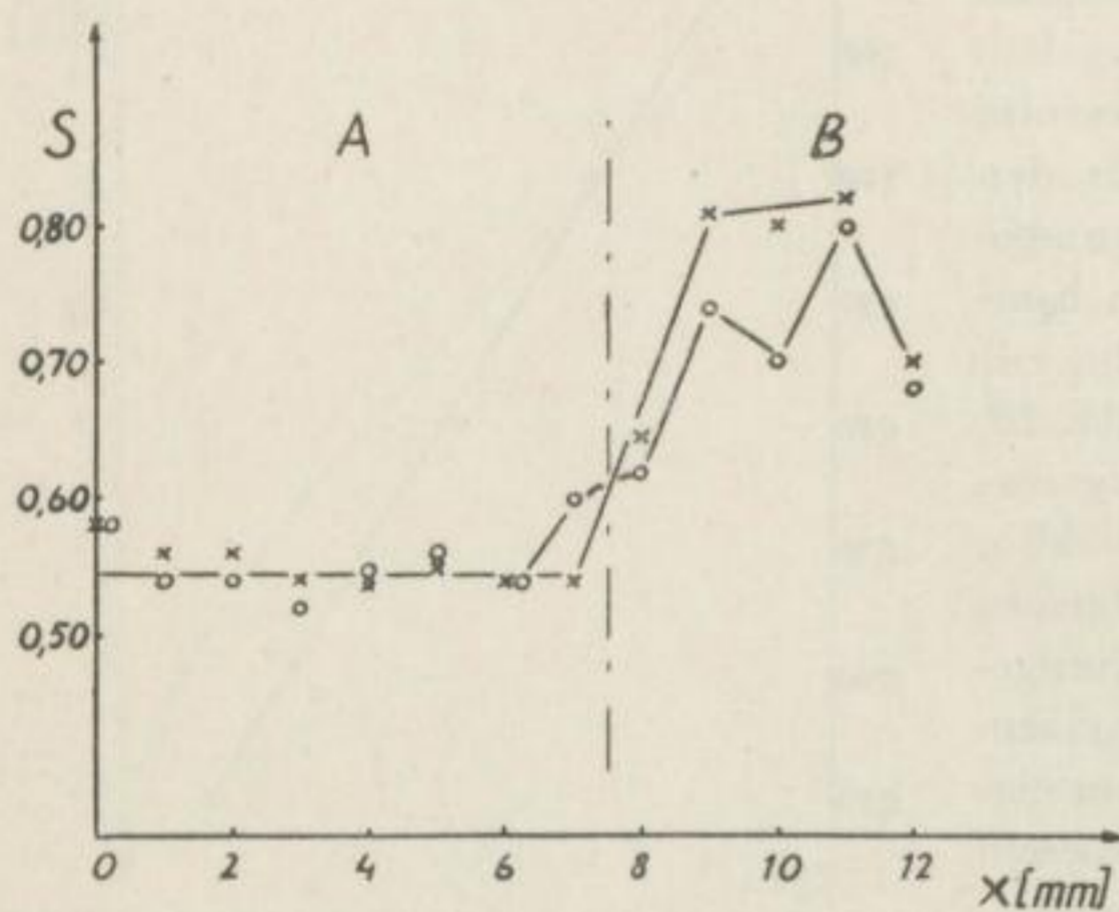


Bild 18. Schwärzungsverlauf vom Blockrand ausgehend bei Mikroradiogramm Bild 37  
A Stengelkorn B globulares Korn

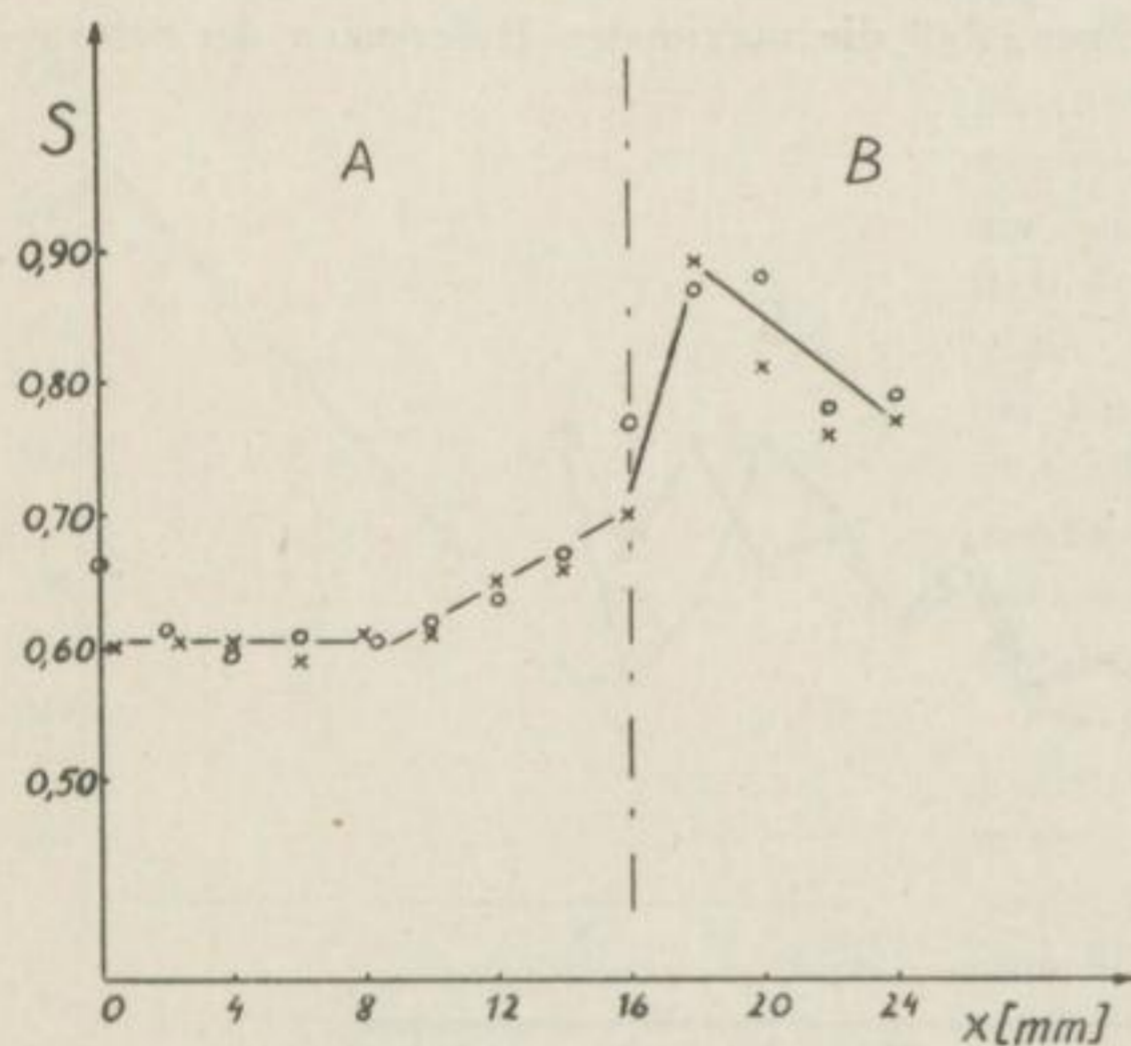


Bild 20. Schwärzungsverlauf vom Blockrand zur Blockmitte bei Mikroradiogramm Bild 19b  
A Stengelkorn B globulares Korn

Bei AlZn10 ist zwischen den chemischen Analysen und den aus den Schwärzungen (Bild 21) ermittelten Konzentrationen (Bild 42) eine größere Differenz zu erkennen, die offensichtlich darauf zurückzuführen ist, daß bei den hier vorhandenen geringeren Schwärzungsunterschieden die Meßfehler stärker in Erscheinung treten.

Schwärzungsunterschiede in den Mikroradiogrammen können nach dem Schwächungsgesetz einmal durch Änderungen des Absorptionskoeffizienten  $\mu$ , d. h. also durch Konzentrationsänderungen, zum anderen durch Änderungen der Dicke  $D$  der Probe, d. h. also durch Lunker, Poren usw., hervorgerufen werden.

Es erscheint deshalb die Frage interessant, wie groß die Dickenänderungen der Proben sein müßten, falls es sich bei den Schwärzungsunterschieden in den Mikroradiogrammen nicht um Konzentrationsunterschiede handeln würde.

Durch Differentiationen des Schwächungsgesetzes

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu \cdot D}$$

ergibt sich für die Dickenänderung:

$$\Delta D = \frac{1}{\mu} \cdot \frac{\Delta I}{I}; \quad \frac{\Delta I}{I} = \frac{I_2 - I_1}{I_1}$$

Der Massenschwächungskoeffizient  $\mu_\rho = \frac{\mu}{\rho}$  einer Legierung ( $\rho = \text{Dichte}$ ) setzt sich aus den Massenschwächungskoeffizienten der einzelnen Komponenten der Legierung additiv zusammen. Der Koeffizient einer Legierung  $\frac{\mu}{\rho_L}$  kann daher aus den Koeffizienten  $\frac{\mu_1}{\rho_1}, \frac{\mu_2}{\rho_2} \dots$  der in ihr mit den Gewichtsprozenten  $C_1, C_2 \dots$  enthaltenen

Elemente nach folgender Formel berechnet werden:

$$\frac{\mu}{\rho_L} = \frac{C \cdot \frac{\mu_{Cu}}{\rho_{Cu}} + (100 - C) \cdot \frac{\mu_{Al}}{\rho_{Al}}}{100}$$

Die Dichte der AlCu10-Legierung wurde mit dem Pyknometer zu  $2,9 \text{ g/cm}^3$  bestimmt, somit läßt sich der Schwächungskoeffizient  $\mu$  aus  $\mu = \mu_\rho \cdot \rho_L$  berechnen zu  $\sim 6,6 \text{ cm}^{-1}$ .

Im linearen Teil der Gradationskurve eines Filmes gilt  $I = S - S_0$ , wobei  $S_0$  die Schleierschwärzung ist.

Für die Schwärzungsmessungen wurden die Belichtungszeiten der Proben so gehalten, daß sich sowohl der für diese Untersuchungen in Frage kommende Teil der Testkurve als auch die Schwärzungen der Mikroradiogramme in dem linearen Teil der Gradationskurve des hier verwendeten Agfa-Röntgen-*Texo-S*-Films befinden.

Es lassen sich daher unmittelbar aus den oben beschriebenen Schwärzungskurven (Bild 17, 18, 20, 21) der Mikroradiogramme die betreffenden Schwärzungen an Stelle der Intensitäten in die Gleichung für  $\Delta D$  einsetzen.

Als Beispiel sei die Schwärzungskurve Bild 18 des Mikroradiogramms Bild 37 gewählt. Für das Stengelkornggebiet ergibt sich aus dem Diagramm ein Schwärzungswert  $S_1 = 0,54$ , für die vor den Stengelkörnern liegende dunkle Zone ein maximaler Wert  $S_2 = 0,81$ . Der aus diesen Werten berechnete Dickenunterschied  $\Delta D$  beträgt  $\sim 0,07 \text{ cm}$ . Das würde also bedeuten, daß etwas mehr als 30% des Probenquerschnittes aus Lunkern oder Poren bestehen müßten. Eine derartige Querschnittsänderung wäre aber schon makroskopisch gut zu erkennen.

Das Bild 22 zeigt die Makroaufnahme von Querschnitten durch diese dunklen Zonen an den Proben der Bilder 36 und 37, es sind jedoch weder Poren noch Lunker zu erkennen.

Es kann mit einiger Sicherheit angenommen werden, daß auch Mikroporen und Mikrolunker mit an den Schwärzungsunterschieden der Mikroradiogramme vor allem

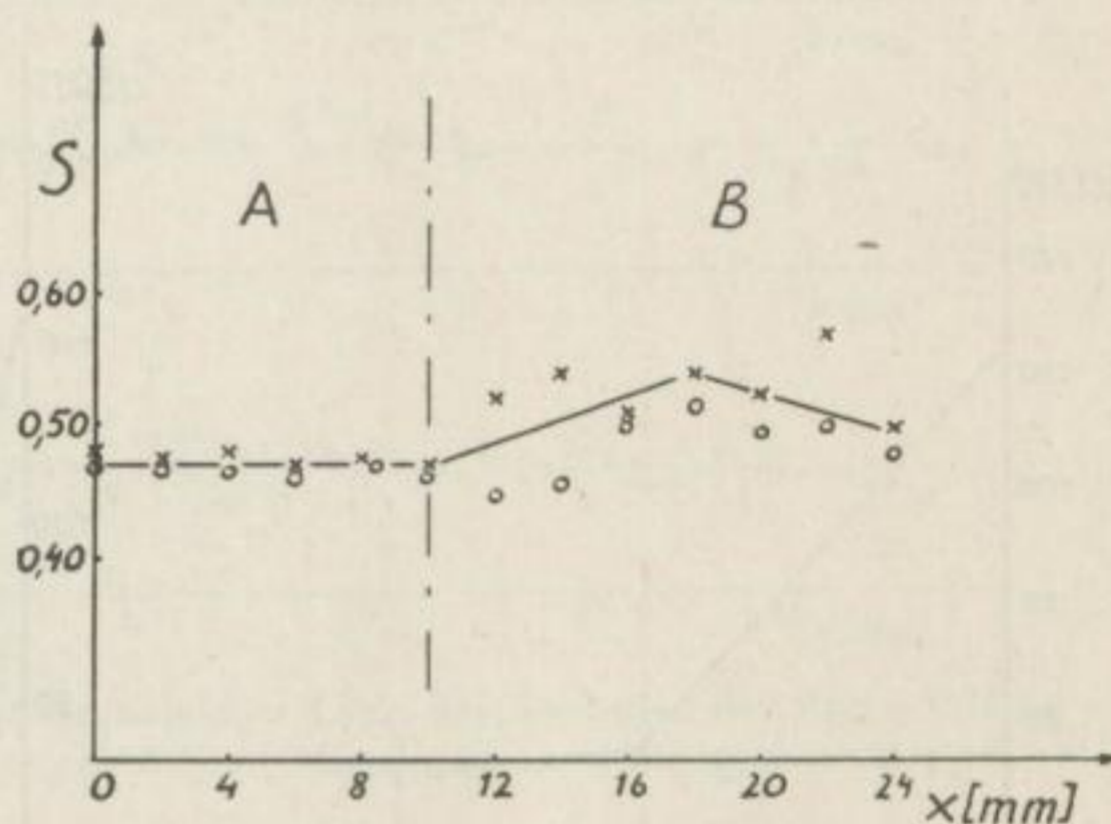


Bild 21. Schwärzungsverlauf vom Blockrand zur Blockmitte bei Mikroradiogramm Bild 10b  
A Stengelkorn B globuläres Korn

im globularen Gebiet beteiligt sind, sie konnten jedoch bei den hier untersuchten Proben nicht festgestellt werden. Auf Grund der guten Übereinstimmung der aus den Schwärzungsmessungen ermittelten Konzentrationen mit den chemisch-analytisch gefundenen Konzentrationen darf hier der Einfluß von Mikroporen und Mikrolunkern als unwesentlich bezeichnet werden.

### 3.334 Mikrohärtmessungen

Die im folgenden beschriebenen Mikrohärtprüfungen sind mit dem Mikrohärtprüfer nach H. Hanemann (Zeiss Jena) durchgeführt worden. Da die Länge der Diagonale der Mikrohärtteeindrücke ein Maß für die Mikrohärt selbst ist, wurde auf die Umrechnung in Härtewerte verzichtet.

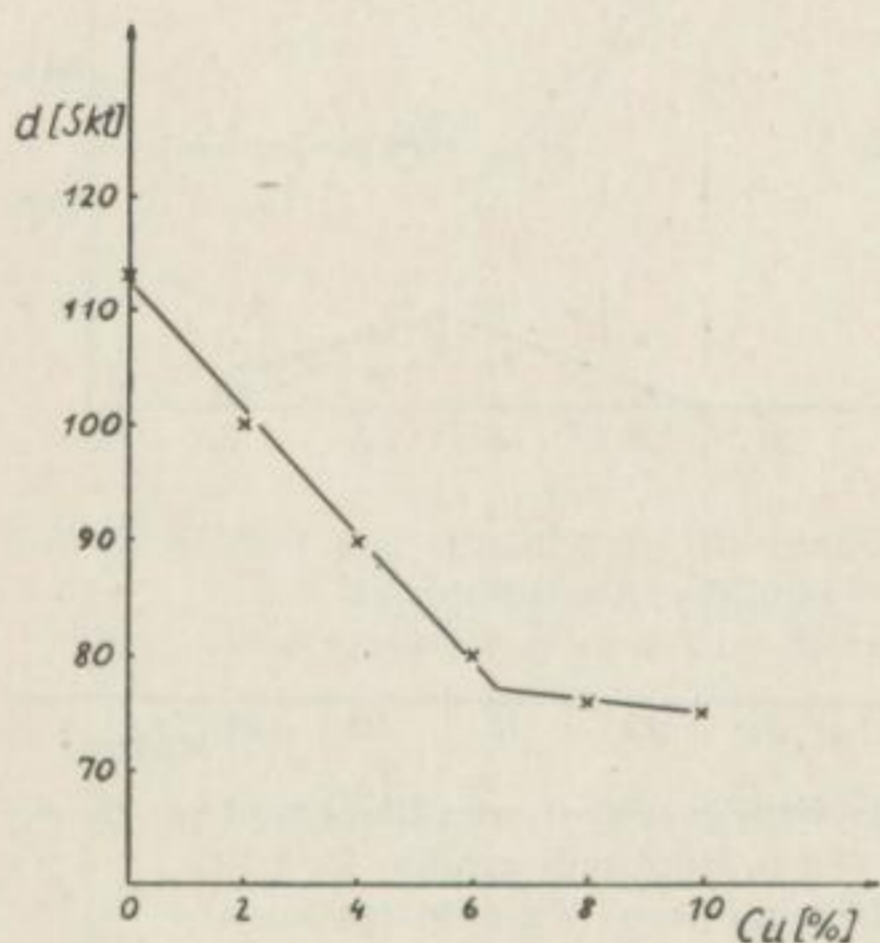


Bild 23. Mikrohärtverlauf, Eindruckdiagonale  $d = f(\text{Cu} [\%])$

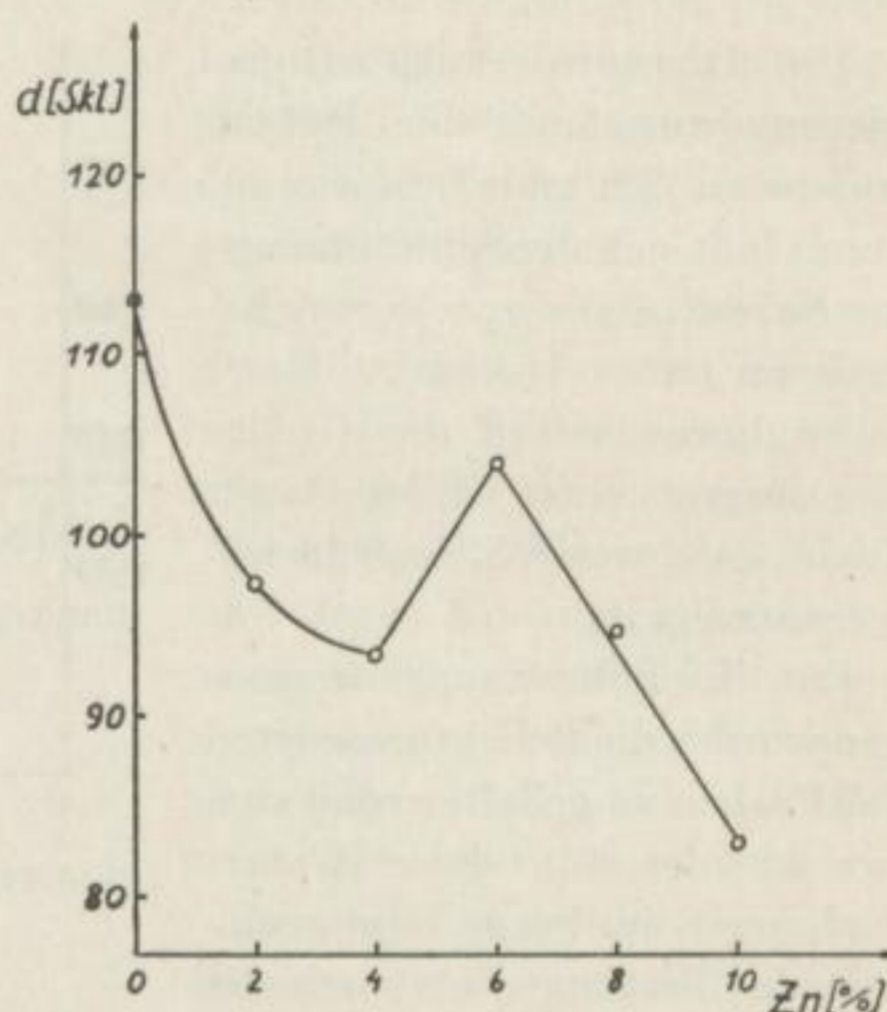


Bild 24. Mikrohärtverlauf, Eindruckdiagonale  $d = f(\text{Zn} [\%])$

In den Diagrammen Bild 23 und 24 ist die Abhängigkeit der Mikrohärt von der Kupfer- bzw. Zinkkonzentration dargestellt. Die Punkte der Kurven sind jeweils Mittelwerte aus 15 Mikrohärtmessungen. Diese Testreihen bieten die Möglichkeit, aus den Mikrohärtunterschieden bei Proben mit umgekehrter Blockseigerung die sich daraus ergebenden Konzentrationsunterschiede zu ermitteln.

Die Untersuchungen der umgekehrten Blockseigerung mit Hilfe der Mikrohärt wurden an den Proben der Bilder 6, 7 und 10 durchgeführt. Sowohl die Stengelkristalle als auch die globularen Kristalle wurden jeweils längs und quer geprüft. Die Bilder 25, 26, 27 und 28 geben die Ergebnisse der Mikrohärtprüfungen wieder. Aus diesen Diagrammen ist zu erkennen, daß die Mikrohärt sowohl bei AlCu10, als auch bei AlZn10 längs und quer zur Wachstumsrichtung des Stengelkorns, innerhalb eines geringen Streubereiches, konstant ist.

F. SCHULZ und H. HANEMANN [48] untersuchten an mehreren Aluminiumeinkristallen die Orientierungsabhängigkeit der Mikrohärt. Die Härteunterschiede der verschiedenen

orientierten Schnittflächen in bezug auf die Kristallachsen betragen bei einer Eindruckgröße von  $55 \mu$  im Maximum 2,9%. Die Verfasser geben jedoch zu bedenken, daß darin auch noch Unregelmäßigkeiten innerhalb des Kristalls, Streuungen der Last und subjektive Fehler beim Ausmessen des Mikrohärteeindrucks enthalten sind.

Die Streuungen der Mikrohärtewerte im Stengelkorn in den Bildern 25, 26, 27 und 28 liegen teilweise über der von F. SCHULZ und H. HANEMANN angegebenen Fehler-

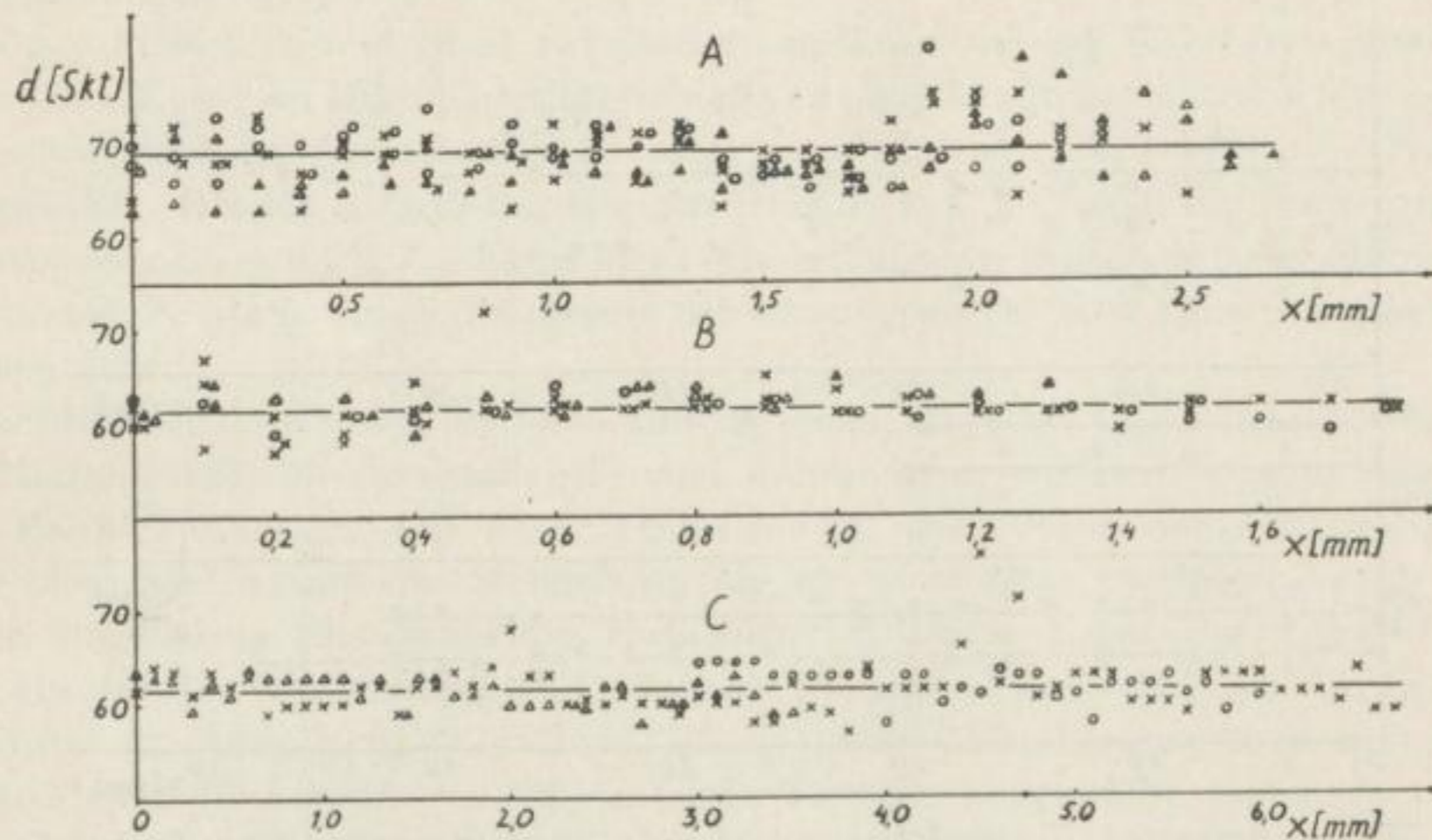


Bild 25. Mikrohärteverlauf, Eindruckdiagonale  $d = f(X)$  bei Kristallen der Probe Bild 6  
A globulares Korn (quer und längs) B Stengelkorn (quer) C Stengelkorn (längs)

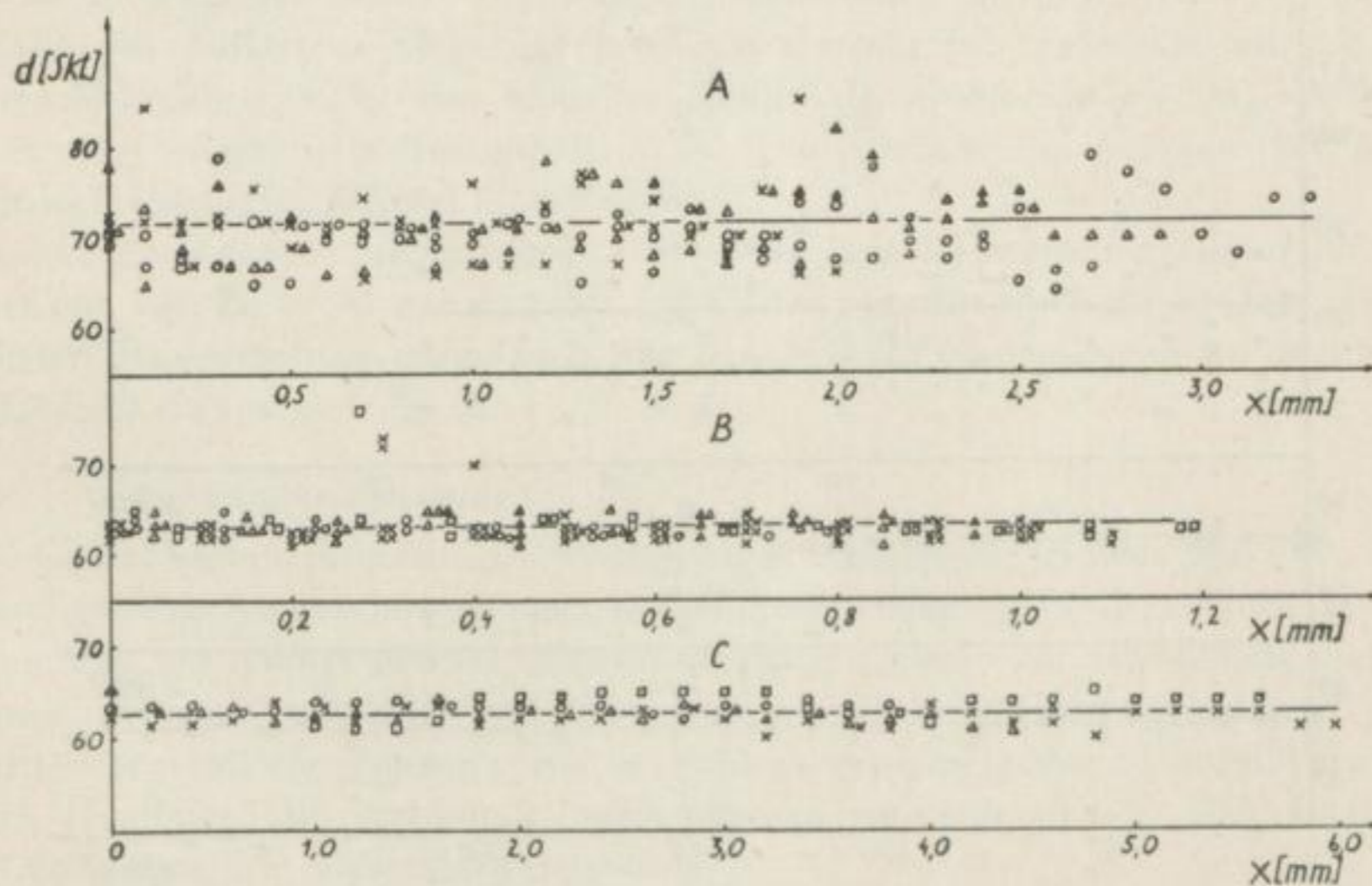


Bild 26. Mikrohärteverlauf, Eindruckdiagonale  $d = f(X)$  bei Kristallen der Probe Bild 7  
A globulares Korn (längs und quer) B Stengelkorn (quer) C Stengelkorn (längs)

grenze. Das ist darauf zurückzuführen, daß hier neben den Einflüssen der Orientierung und den subjektiven Fehlern auch noch die kleineren Konzentrationsunterschiede innerhalb des Stengelkristalls (s. 3.336 und W. ROSENKRANZ [39]) sowie die Konzentrationsunterschiede der einzelnen Stengelkörner untereinander eine Rolle spielen.

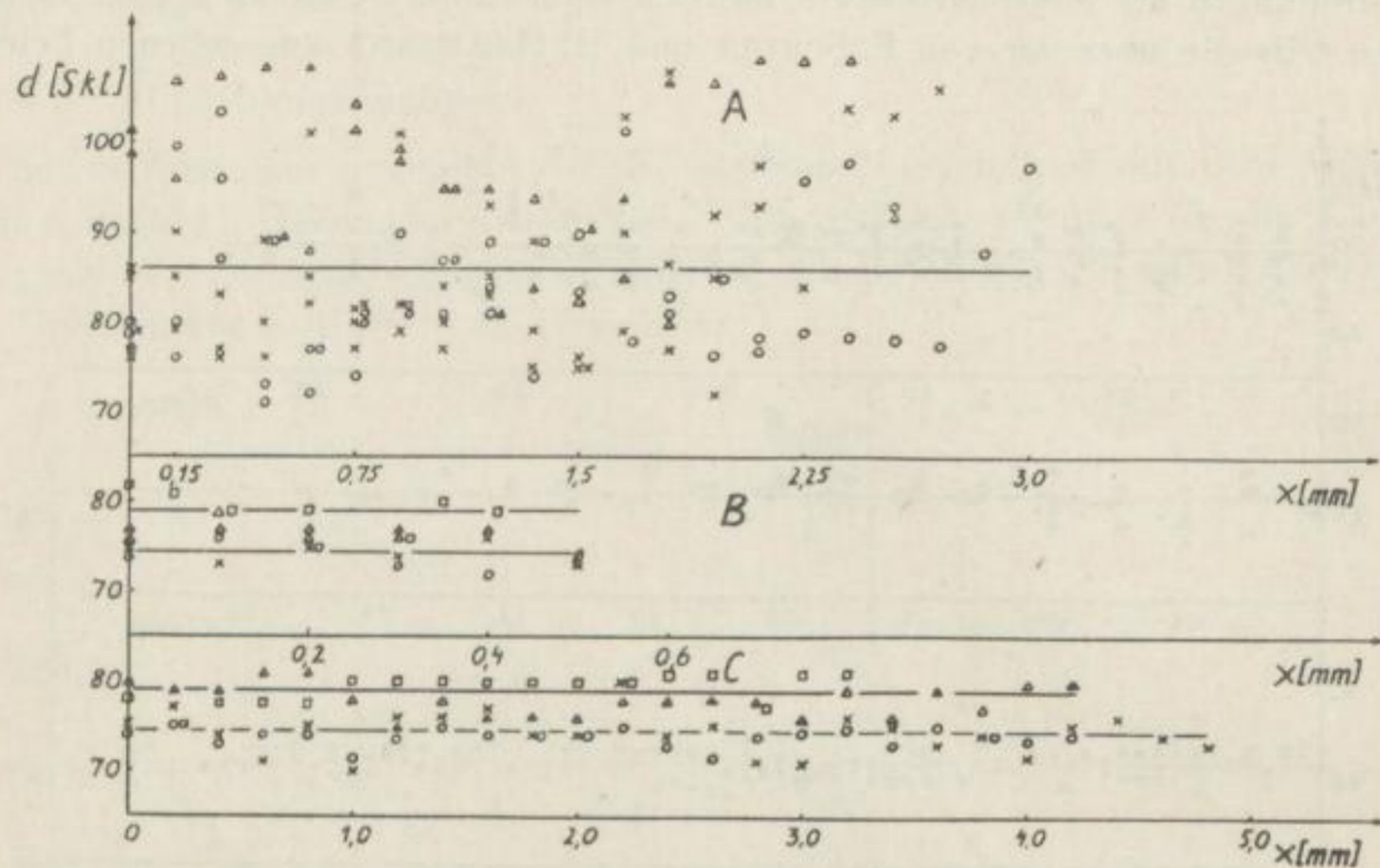


Bild 27. Mikrohärteverlauf, Eindruckdiagonale  $d = f(x)$  bei Kristallen einer Probe, die bei  $700^{\circ}\text{C}$  vergossen worden war

A globulares Korn (längs und quer) B Stengelkorn (quer) C Stengelkorn (längs)

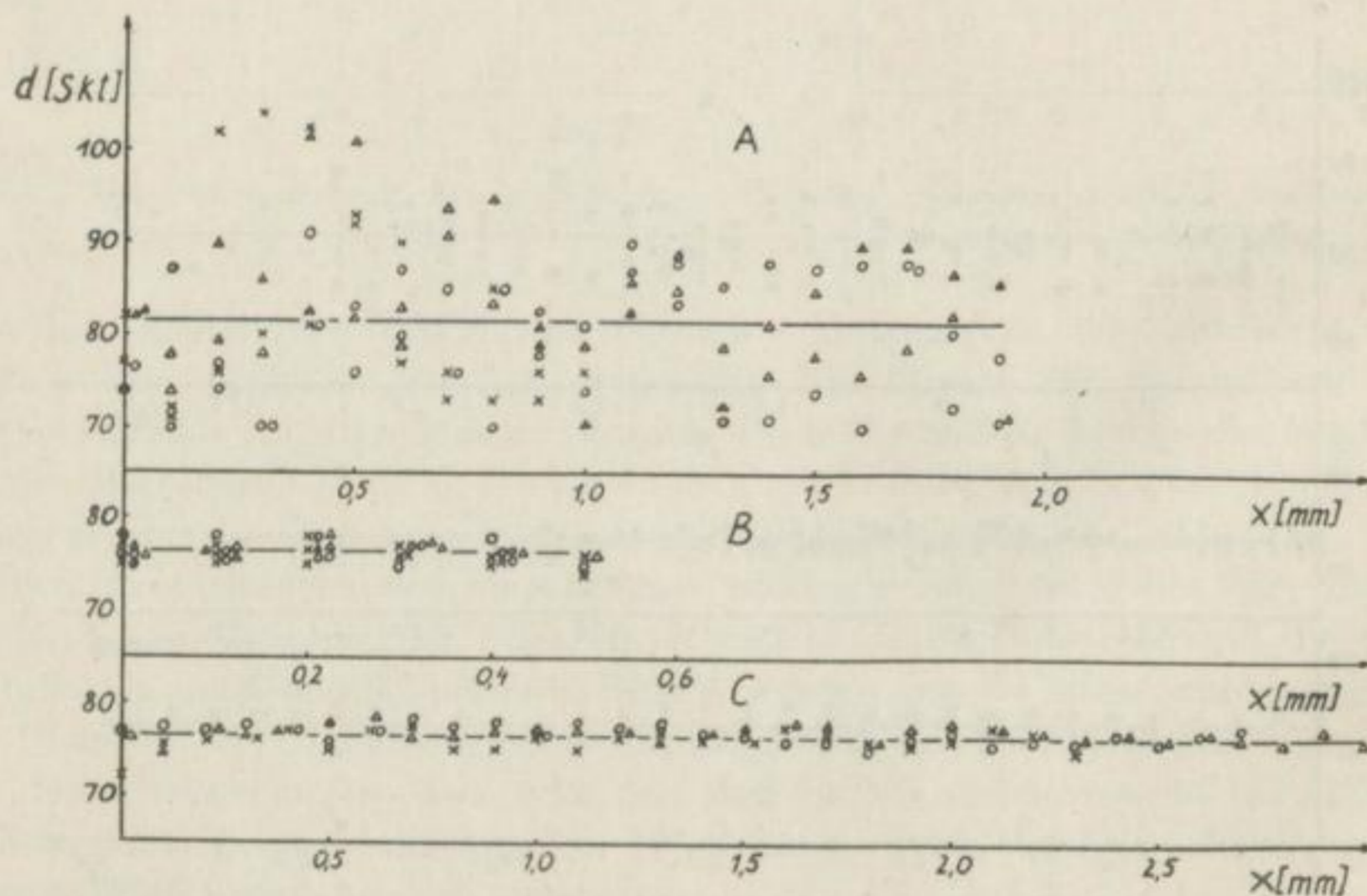


Bild 28. Mikrohärteverlauf, Eindruckdiagonale  $d = f(x)$  bei Kristallen der Probe Bild 10

A globulares Korn (längs und quer) B Stengelkorn (quer) C Stengelkorn (längs)



Die Mikrohärtigkeit im globularen Korn weist sowohl bei den AlCu10-Legierungen, aber ganz besonders bei den AlZn10-Legierungen außerordentlich starke Streuungen auf, die auf sehr starke Konzentrationsunterschiede im globularen Korn zurückzuführen sind.

Im Hinblick auf die infolge umgekehrter Blockseigerung vorhandenen Konzentrationsunterschiede zwischen Stengel- und globularem Korn ergibt sich aus den Mikrohärtetests folgendes:

In den Bildern 25 und 26 ist zwischen Stengelkorn und der Mittelwertgeraden des globularen Kornes ein Mikrohärtunterschied von ungefähr 10 Skalenteilen festzustellen. Das würde nach der Testreihe Bild 23 einem Konzentrationsunterschied von  $\sim 1,7\%$  Cu entsprechen. Bei den AlZn10-Legierungen (Bild 27 und 28) liegen die Konzentrationsunterschiede bei  $\sim 0,7\%$  Zn. Es sei hier noch darauf hingewiesen, daß die untersuchten globularen Kristalle einen deutlichen Schwärzungsunterschied zum Stengelkorn erkennen ließen.

Die Mikrohärtewerte der Testreihe (Bild 23) lassen bis  $\sim 6\%$  Cu einen linearen Anstieg der Mikrohärtigkeit des Mischkristalls erkennen, während von  $\sim 6$  bis  $10\%$  Cu die Mikrohärtigkeit des Mischkristalls sich nur noch wenig ändert. Die Proben der Testreihe sind so vergossen worden, daß das Stengelkorn bis zur Blockmitte vorgedrungen, d. h. also keine umgekehrte Blockseigerung vorhanden ist. Unter diesen Bedingungen ergibt sich also für den Mischkristall eine maximale Löslichkeit von  $\sim 6\%$  Cu. Im Falle umgekehrter Blockseigerung (Bild 25 und 26) liegen die Mikrohärtewerte im Stengelkorn höher als der Löslichkeit von  $6\%$  Cu (siehe Testreihe) entspricht. Das bedeutet, daß sich hier unter den Bedingungen des Auftretens umgekehrter Blockseigerung ein Mischkristall mit höherer Zusammensetzung ( $\sim 7,5$  bis  $7,7\%$  Cu) gebildet hat, als nach dem Zustandsdiagramm Bild 2 überhaupt möglich ist.

Es ist auch bei den AlZn10-Legierungen festzustellen (s. Bild 27 und 28), daß sich im Falle des Auftretens umgekehrter Blockseigerung ein Stengelkristall mit etwas höherer Mikrohärtigkeit, d. h. also höherem Zinkgehalt, ausgeschieden hat, als bei den Proben ohne Seigerung (s. Testreihe Bild 24). Die Konzentrationsunterschiede können hier jedoch nur einige Zehntel % betragen.

Es muß noch darauf hingewiesen werden, daß laut Zustandsdiagramm (Bild 3) die Löslichkeit von Zn in Al nur  $\sim 1$  bis  $2\%$  Zn bei Raumtemperatur beträgt. Bei umgekehrter Blockseigerung ergibt sich aus den Mikrohärtetests im Stengelkorn eine Löslichkeit von  $\sim 10\%$  Zn.

### 3.335 Gitterkonstantenmessungen

Die Gitterkonstantenmessungen wurden an Kristallen der Proben Bild 6, 7, 37 und 19 durchgeführt. An den betreffenden Meßpunkten wurde die für die Gitterkonstantenbestimmung notwendige geringe Substanzmenge mit einem Zahnarztbohrer vorsichtig herausgebohrt und mit Hilfe von Zaponlack auf einem Objektträger präpariert. Für die Gitterkonstantenmessungen stand ein Zählrohrgoniometer nach Berthold der Firma Seifert, Hamburg, zur Verfügung. Aufgenommen wurde jeweils die (333)-Interferenz des Aluminiums. Die Aufnahmedaten sind:

40 KV, 15 mA; Zählrohr: Tr. 3; Sp. 1940 V, Imp/s 300; Goniometer:  $1^\circ/3$  min; Schreiber: 300 mm/h; Blenden: I 0,3; II 0,3; III 0,5.

Bei der hier angewendeten Probenahme ließ es sich nicht vermeiden, daß die Interferenzlinien durch die Gitterverspannungen infolge des Bohrprozesses verbreitert wurden. Die Auswertung der Interferenzen erfolgte deshalb nach einer von A. THUM,

K. H. SAUL und C. PETERSEN [49] vorgeschlagenen Methode, mit deren Hilfe es möglich war, trotz der vorhandenen Linienverbreiterung eine genaue Vermessung des Glanzwinkels vorzunehmen.<sup>1</sup>

Das Bild 29 zeigt den funktionellen Zusammenhang zwischen der Gitterkonstanten  $a_0$  und der Kupferkonzentration des Mischkristalls. Entsprechend der Vegardschen Regel ergibt sich eine lineare Abhängigkeit. Die Gitterkonstante nimmt dabei mit steigendem Kupfergehalt im Mischkristall ab, da die Gitterkonstante des reinen Kupfers ( $a_0 = 3,610 \text{ \AA}$ ) kleiner ist als die des Aluminiums ( $a_0 = 4,040 \text{ \AA}$ ). Aus diesem Diagramm ist weiterhin zu erkennen, in Übereinstimmung mit der Mikrohärtetestreihe, daß ab  $\sim 6\%$  Cu die Gitterkonstante nicht mehr abfällt, sondern nahezu konstant bleibt, d. h., daß unter den Herstellungsbedingungen für

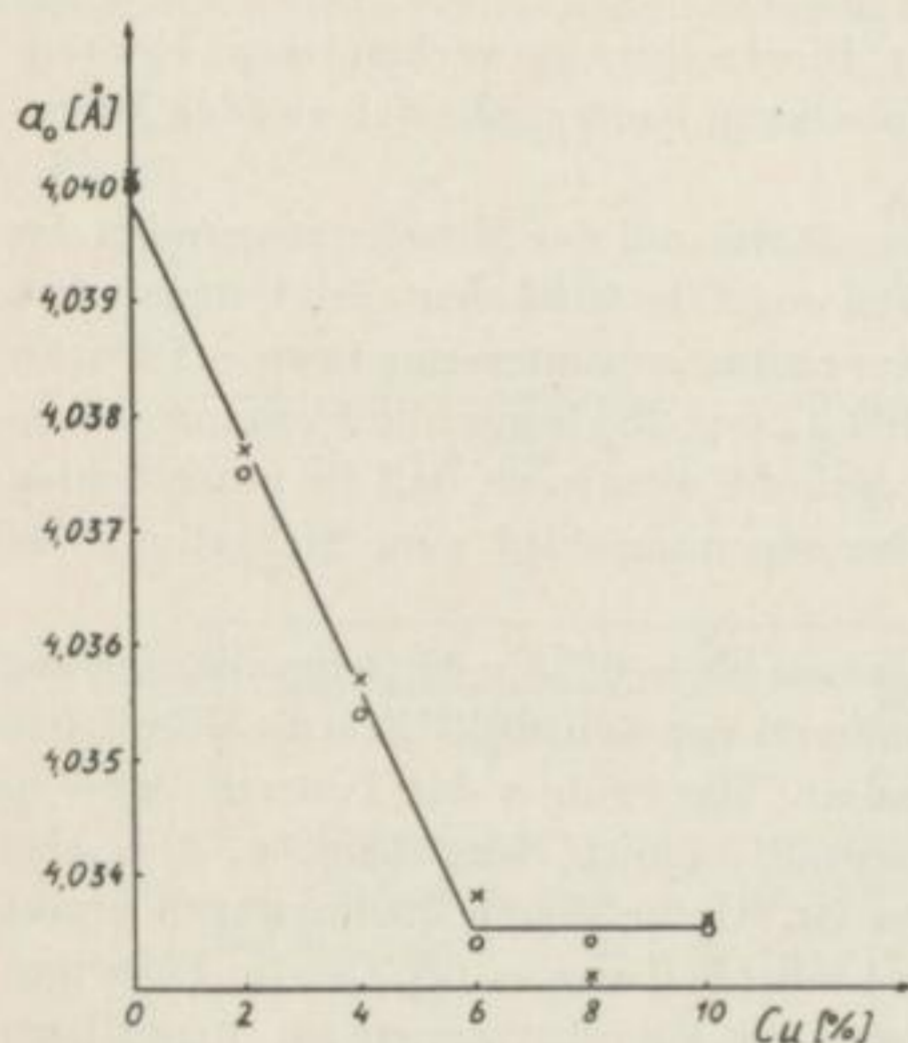


Bild 29. Gitterkonstantenverlauf  $a_0 = f$  (Cu [%])

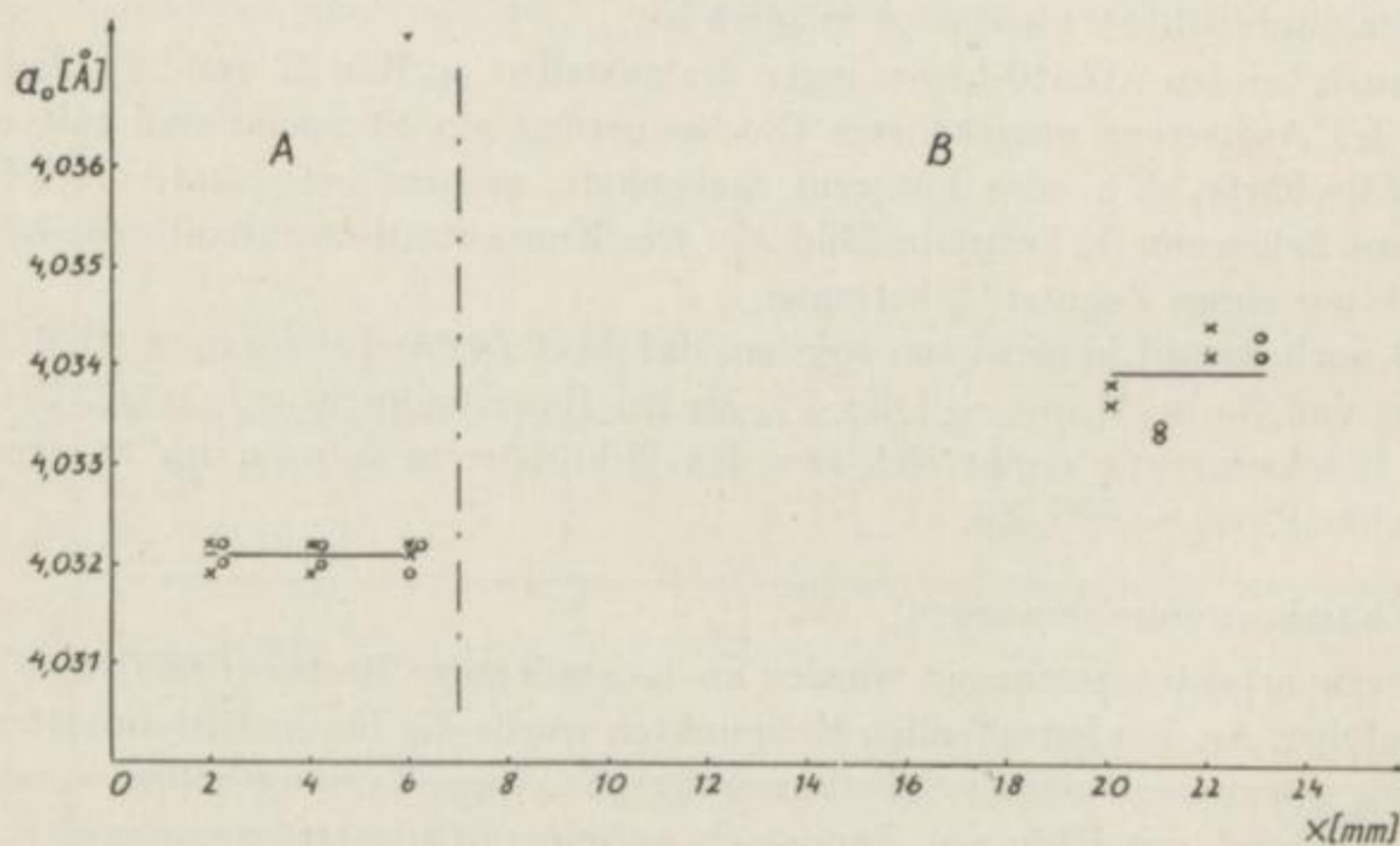


Bild 30. Gitterkonstantenverlauf  $a_0 = f(x)$  bei Kristallen der Probe Bild 6  
A Stengelkorn      B globulares Korn

<sup>1</sup> Der Einfluß der Verformung auf die Gitterkonstantenmessungen kann hier vernachlässigt werden, da alle Proben unter annähernd gleichen Bedingungen entnommen worden sind und es sich hier nur um Vergleichsmessungen und nicht um Absolutmessungen handelt.

die Testreihe der Aluminium-Kupfer-Mischkristall nicht mehr als  $\sim 6\%$  Cu zu lösen vermag.

In den Diagrammen Bild 30, 31, 32 und 33 sind die Ergebnisse der Gitterkonstantenmessungen an Proben der Bilder 6, 7, 37 und 19 mit umgekehrter Blockseigerung dargestellt. Die senkrechte strichpunktierte Linie gibt die jeweilige Stengelkorngrenze an. Die Bilder 30, 31, 32 und 33 zeigen für das Stengelkorngebiet einen innerhalb eines ge-

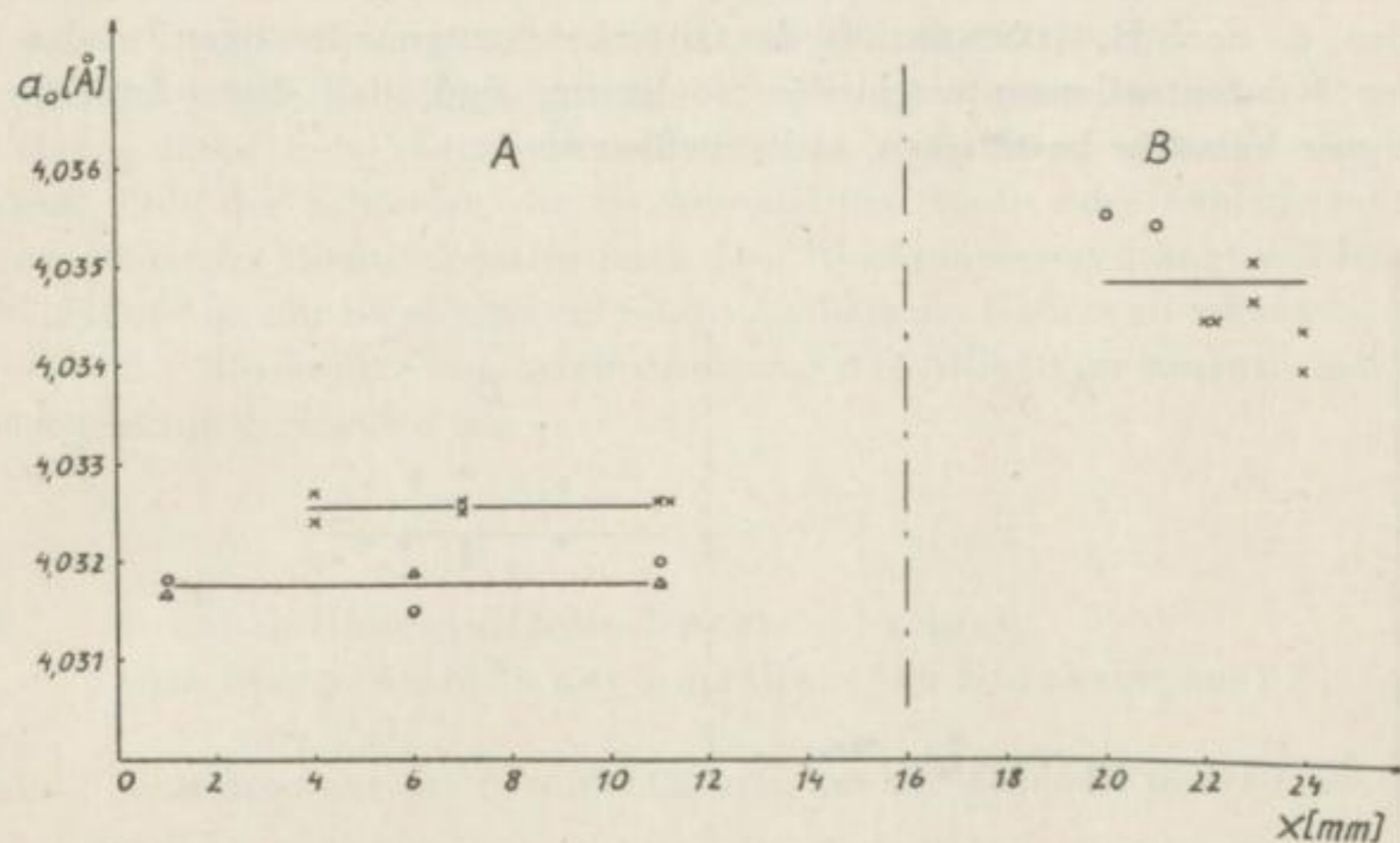


Bild 31. Gitterkonstantenverlauf  $a_0 = f(x)$  bei Kristallen der Probe Bild 7  
A Stengelkorn B globulares Korn

ringen Streubereiches konstanten Verlauf und im globularen Gebiet eine starke Streuung der Gitterkonstantenwerte. Bild 31 läßt im Stengelkorngebiet zwei Gerade mit unterschiedlichem Niveau erkennen. Dieser Unterschied ergibt sich daraus, daß die Werte der oberen Geraden aus Zählrohrmessungen und die Werte der unteren Geraden aus Filmaufnahmen (Aufnahmedaten: 32 KV, 10 mA, 9 h) ermittelt wurden. Der größere Wert ist dabei jedoch den Zählrohrmessungen beizumessen, da infolge der Interferenzlinienverbreiterung die Filmaufnahmen nicht so genau vermessen werden können. Der Konzentrationsunterschied zwischen den Stengelkristallen und der

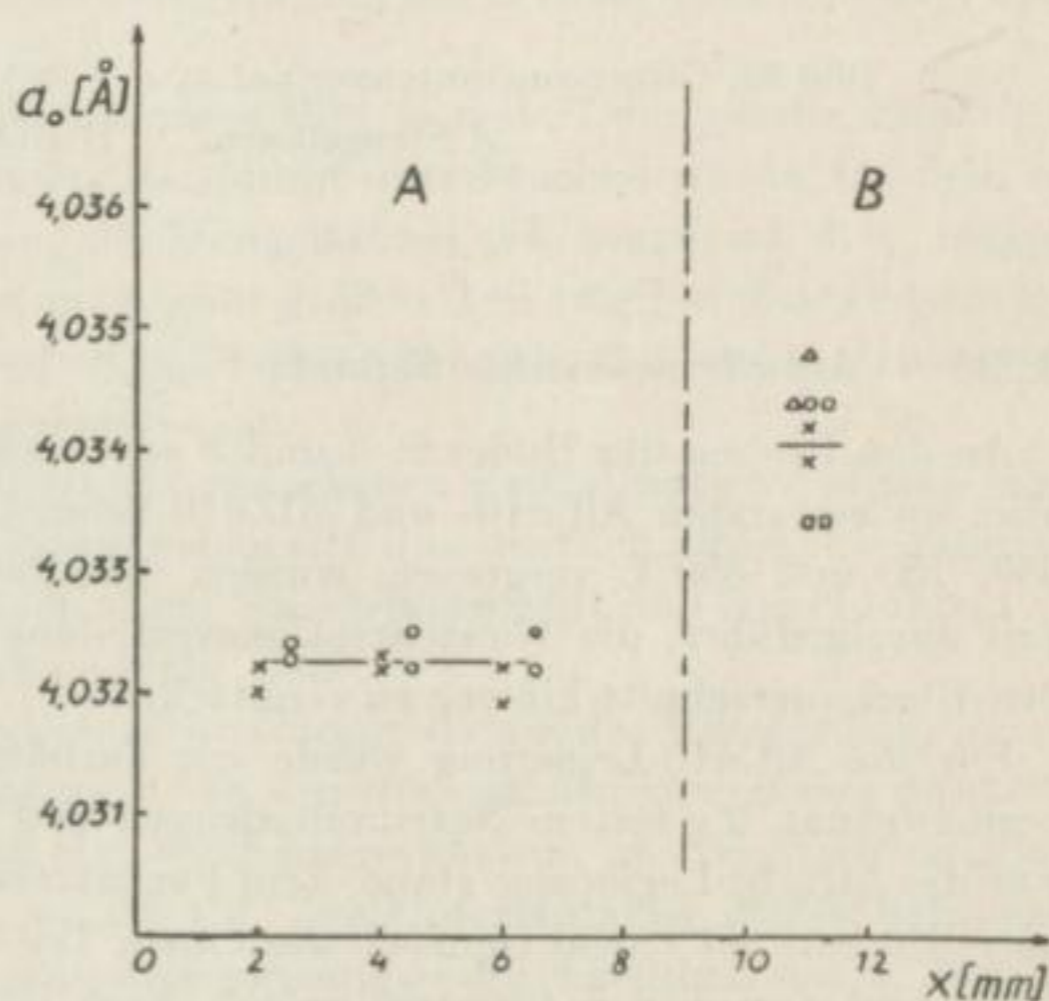


Bild 32. Gitterkonstantenverlauf  $a_0 = f(x)$  bei Kristallen der Probe Bild 37  
A Stengelkorn B globulares Korn

Mittelwertsgeraden der globularen Kristalle beträgt laut Testreihe  $\sim 1,7\%$  Cu. In Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Mikrohärteuntersuchungen an Proben mit umgekehrter Blockseigerung lassen auch die Gitterkonstantenmessungen erkennen, daß sich in diesem Falle ein Mischkristall mit höherem Kupfergehalt, als nach dem Zustandsdiagramm möglich, im Stengelkorngebiet gebildet hat, der, wenn man die Vegardsche Gerade (Bild 29) verlängern würde, bei  $\sim 7,5$  bis  $7,7\%$  Cu liegt.

Die AlZn10-Legierungen konnten mit diesem Meßverfahren leider nicht untersucht werden, da nach R. GLOCKER [50] die Gitterkonstantenänderungen bei den hier vorliegenden Konzentrationsunterschieden so gering sind, daß diese Änderungen, wie auch eigene Versuche bestätigten, nicht meßbar sind.

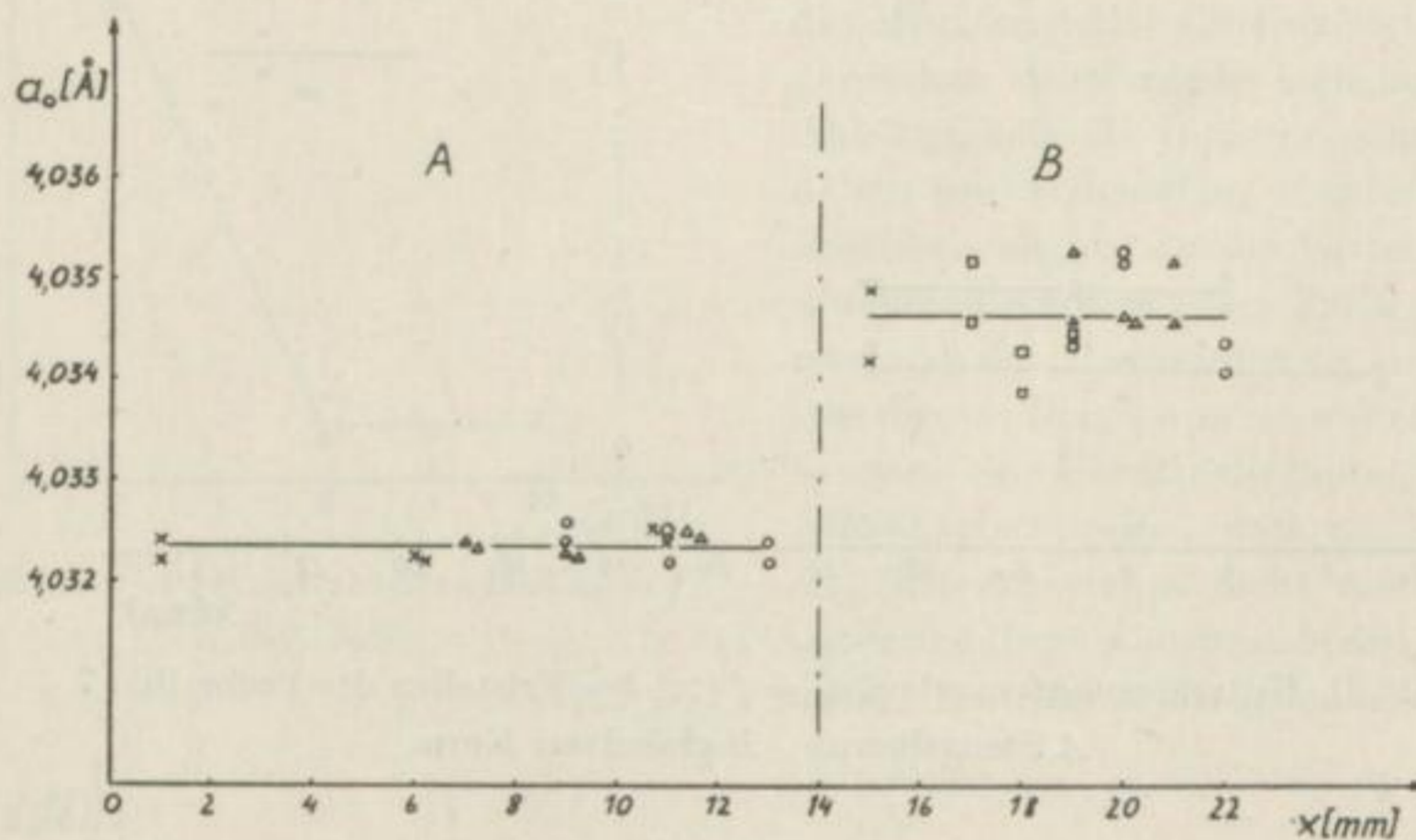


Bild 33. Gitterkonstantenverlauf  $a_0 = f(x)$  bei Kristallen der Probe Bild 19  
A Stengelkorn B globulares Korn

### 3.336 Metallographischer Befund

An den Proben der Bilder 5, 6 und 8 sowie an denen der Bilder 9, 10 und 11, d. h. also, an erstarrten AlCu10- und AlZn10-Schmelzen, bei  $\sim 650$ ,  $800$  und  $1200^\circ\text{C}$  bzw.  $650$ ,  $750$  und  $850^\circ\text{C}$  vergossen, wurden metallographische Untersuchungen mit dem Ziel durchgeführt, die Konzentrationsverteilungen der einzelnen Komponenten über den Blockquerschnitt hinweg zu ermitteln.<sup>1</sup>

Für die AlCu10-Legierung wurde ein Farbätzmittel, bestehend aus  $4\text{ g}$  Kaliumpermanganat,  $2\text{ g}$  festem Natriumhydroxyd und  $100\text{ cm}^3$  dest. Wasser verwendet [48]. Für die AlZn10-Legierung stand kein Farbätzreagens zur Verfügung, deshalb wurden diese Proben mit einem Gemisch aus einem Teil konz. Salpetersäure, einem Teil Flußsäure und drei Teilen Glyzerin geätzt. Vom letzteren Ätzmittel wird besonders das

<sup>1</sup> Aus technischen Gründen können aus dem umfangreichen Schlibbildmaterial hier nur einige wenige Schlibbilder Berücksichtigung finden.

Aluminium angegriffen, so daß man einen sehr guten Überblick über die Verteilung von Zink in den Aluminium-Zink-Mischkristallen erhält.

Die Bilder 34a und 34b zeigen die Konzentrationsverhältnisse am Blockrand und in der Nähe der Blockmitte bei AlCu10 (Probe von Bild 6), die Bilder 35a und 35b zeigen Blockrand und Nähe Blockmitte bei AlZn10 (Probe Bild 10).

Bei der Farbätzung an der AlCu10-Legierung sind die Farben so zu verstehen, daß die hellen und braunen Bezirke hohen Kupferkonzentrationen und die blauen, roten und gelben Bezirke niedrigen Kupferkonzentrationen entsprechen.

Im Hinblick auf die umgekehrte Blockseigerung ist ganz deutlich festzustellen, daß die Randgebiete hohe Kupferkonzentrationen aufweisen, während die legierungsärmeren Teile der Schmelze, die im wesentlichen Insel- oder Säulenstruktur zeigen, mit zunehmender Gießtemperatur nach dem Blockinneren gedrängt werden.

Bei AlZn10 ist am Blockrand ein relativ homogenes Gefüge zu erkennen, während in der Nähe der Blockmitte in Übereinstimmung mit AlCu10 im wesentlichen Insel- oder Säulenstruktur vorhanden ist.

### 3.34 Mikroradiographische Untersuchungen zum Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung

#### 3.341 *Unterbrechung des Erstarrungsvorganges der Schmelze in der Kokille*

Für ein Gebiet starker umgekehrter Blockseigerung, Gießtemperatur  $\sim 850^\circ\text{C}$ , wurden zwei AlCu10-Schmelzen vergossen und die Restschmelzen nach zwei verschiedenen Zeiten wieder ausgegossen. Der Erstarrungsvorgang wurde dadurch nach zwei verschiedenen Zeiten der Abkühldauer eingefroren, mit dem Ziel, ein Bild über den Erstarrungsvorgang zu erhalten.

Die Ergebnisse sind in den Mikroradiogrammen Bild 36 und 37 dargestellt. Zunächst zeigt sich, daß die Kristallisation zu einem Zeitpunkt unterbrochen wurde, bei dem es noch nicht zur vollständigen Ausbildung der Stengelkörner gekommen ist, d. h., indem die Schmelze wahrscheinlich in einem noch zum großen Teil teigigen Zustand eingefroren wurde. Aus dem Schwärzungsverlauf (Bild 36) ergibt sich, daß bereits eine starke Entmischung beider Komponenten eingetreten ist.

Den zu einem etwas späteren Zeitpunkt unterbrochenen Kristallisationsvorgang gibt Bild 37 wieder. In diesem Mikroradiogramm heben sich nun deutlich zwei Schwärzungsbereiche voneinander ab; die helle, kupferreiche Stengelkornfront und eine dunkle, vor diesen Stengelkörnern liegende aluminiumreiche Zone.

Das Bild 18 zeigt den ausphotometrierten Schwärzungsverlauf des Mikroradiogramms Bild 37. Der Konzentrationsunterschied zwischen den Stengelkörnern und den dunklen entmischten Bezirken beträgt, wie aus den Photometerkurven, im Vergleich mit der Testreihe Bild 15, zu entnehmen ist,  $\sim 2\%$  Cu. Zur Unterstützung dieses Befundes wurden an der Probe Bild 37 Gitterkonstantenmessungen durchgeführt, die in Bild 32 dargestellt sind. Aus den Gitterkonstantenunterschieden läßt sich in Übereinstimmung mit den Schwärzungsmessungen ein Konzentrationsunterschied von  $\sim 1,7\%$  Cu ableiten.

### 3.35 Kinematographische Untersuchungen zum Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung mit Röntgenblitzaufnahmen

Mit Hilfe der Röntgenblitzkinematographie wurde versucht, über die Untersuchungen des festen Zustandes hinaus die Erscheinung der umgekehrten Blockseigerung beim Übergang vom flüssigen in den festen Zustand der Schmelze in den einzelnen zeitlichen Phasen zu erfassen.

Diese Untersuchungen erfolgten zunächst an einer Aluminium-Kupfer-Legierung mit  $\sim 3\%$  Cu, die Gießtemperatur lag bei  $\sim 780^\circ\text{C}$ . Die Frequenz betrug 2 Bilder/s.

Bild 38a zeigt eine Röntgenblitzaufnahme 5 Sekunden nach Beginn des Gießens. Der große weiße Ring ist das Abbild der Kokille, der kleine weiße Fleck, rechts im Bild, stellt den Einguß dar.

Das Bild selbst ist von einem feinen Netzwerk überzogen, welches das Abbild der Bleirasterblende der Röntgenapparatur ist, die dazu dient, die bildverschleiernenden Streustrahlen zu absorbieren.

Weiterhin zeigt diese Röntgenblitzaufnahme die Ausbildung eines hellen Saumes an der Kokillenwand, mit einem sprungartigen Übergang zu einer zweiten, etwas dunkleren Zone und einem ganz dunklen Bereich in der Kokillenmitte. Letzterer kann entweder dadurch entstehen, daß die Form an dieser Stelle noch nicht vollkommen aufgefüllt ist, oder daß sich ein Gaspolster gebildet hat.

In den Bildern 38b bis 38e ist von Bild zu Bild ein ständiges Vorwachsen dieses hellen Saumes festzustellen. Weiterhin ist aus der Verkleinerung des ganz dunklen, mittleren Bereiches zu schließen, daß sich die Kokille vollständig gefüllt hat.

Im Hinblick auf die umgekehrte Blockseigerung läßt sich daraus folgendes ableiten: Der Vorgang der umgekehrten Blockseigerung beginnt mit der Bildung eines hellen Saumes an der Kokillenwand, d. h. mit einer Zone höherer Absorption gegenüber Röntgenstrahlen, der sich ständig verbreitert. Die chemische Analyse ergibt nach der Erstarrung am Blockrand  $3,02\%$  Cu und in der Blockmitte  $2,54\%$  Cu. Daraus kann man

schließen, daß es sich bei diesem hellen Saum um die Ausscheidung kupferreicher Stengelkristalle handelt. Für das Vorwachsen der hellen Zone ergibt sich eine lineare Zeitabhängigkeit der Kristallisationsgeschwindigkeit (Bild 39).

Neben der erhöhten Absorption durch die Kupferanreicherung ist auch der Übergang vom flüssigen in den festen Zustand mit einer Dichteerhöhung, d. h. Absorptionserhöhung, verbunden. Der abrupte Schwärzungssprung zwischen der hellen Zone und der anschließenden dunkleren Zone ergibt sich deshalb aus dem Absorptionsunterschied zwischen den kupferreichen festen Stengelkristallen und der kupferarmen flüssigen Restschmelze.

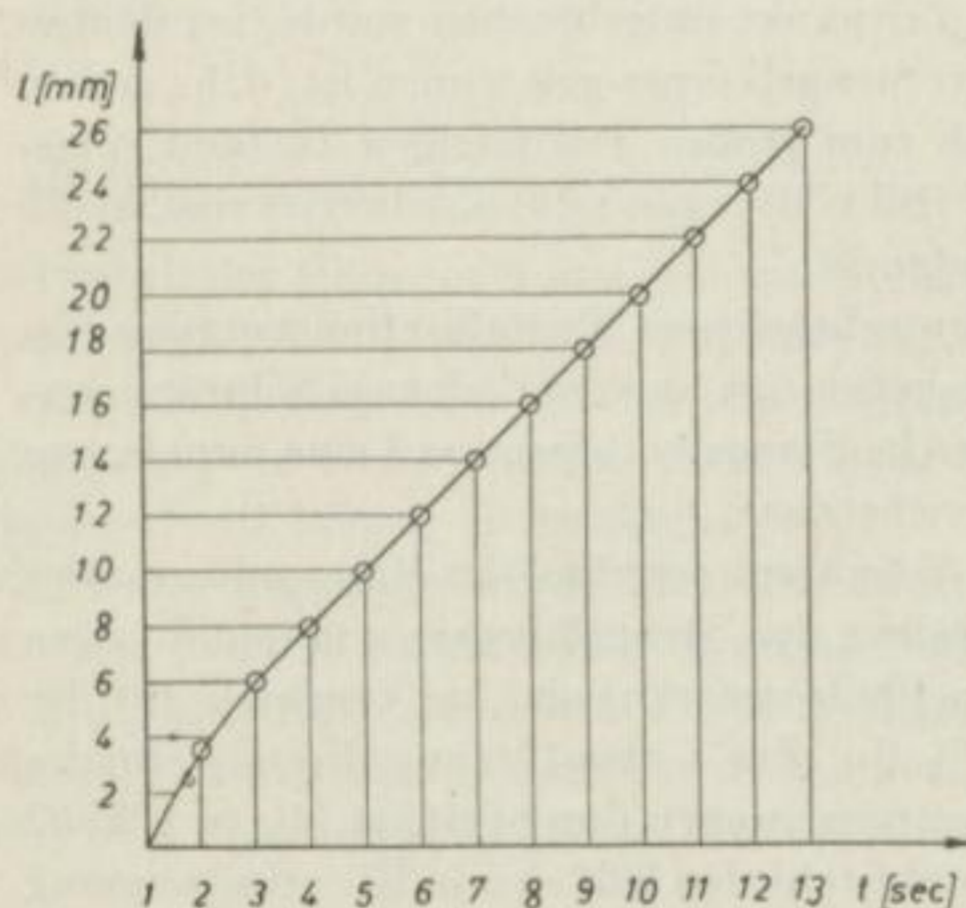


Bild 39. Breite der hellen Zone der Röntgenblitzaufnahmen als Funktion der Zeit

Für die Ermittlung der Ursachen der umgekehrten Blockseigerung ist die Frage von Interesse, ob es sich bei der in der Röntgenblitzaufnahme Bild 38a am Blockrand abzeichnenden hellen Zone noch um flüssige Schmelze oder bereits um feste Kristalle handelt.

Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in den Röntgenblitzaufnahmen Bild 40a bis 40e dargestellt. Der Entscheid, ob die sich am Blockrand ausbildende helle Zone noch flüssig oder schon fest ist, wurde dabei so geführt, daß ein durch eine Bohrung in der Kokillenwand in die Schmelze ragender und zu einem Haken umgebogener 1 mm starker Eisendraht so lange wie möglich gedreht wurde. Die Kokille wurde bei diesem Versuch gegenüber der im Abschnitt 3.22 beschriebenen wie folgt geändert: Um den Einfluß von Boden und Deckel der Kokille herabzusetzen, wurde die Kokillenhöhe auf 30 mm und die Wanddicke auf 17 mm erhöht. Der Innendurchmesser der Kokille beträgt dabei 76 mm. Der Einguß befindet sich hier in der Kokillenwand.

Um die Entstehung des hellen Saumes am Blockrand in den Einzelheiten erfassen zu können, mußte bei diesem Versuch die Bildfrequenz auf 6 Bilder/s erhöht werden. Mit dieser Bildfrequenzsteigerung ist leider auf Grund der damit verbundenen Verkürzung der Belichtungszeit und der Erhöhung der Spannung eine Herabsetzung der Kontraste verbunden. Die Aufnahmedaten sind: 120 KV, 300 mA, 0,023 s. Verwendet wurde bei diesem Versuch eine Aluminiumkupferlegierung mit  $\sim 10\%$  Cu.

Am Blockrand sind bei dieser Probe nach der Erstarrung 11,11% Cu und in der Blockmitte 9,43% Cu vorhanden, der Konzentrationsunterschied zwischen Blockrand und Blockmitte infolge umgekehrter Blockseigerung liegt also bei 1,7% Cu.

Bild 40a zeigt rechts im Bild den umgebogenen Eisendraht. Auch hinter der Kokillenwand ist der Draht umgebogen worden, um seine Bewegung genauer verfolgen zu können. Die jeweilige Stellung des Drahtes wurde hier der besseren Erkennbarkeit wegen nachgezeichnet.

In Abbildung 40a bis 40c ist von Bild zu Bild in zunehmendem Maße eine Aufhellung an der Kokillenwand festzustellen. Da sich aber der Draht bei allen drei Röntgenblitzaufnahmen noch gedreht hat, kann in diesem Zeitintervall von  $\sim 3/6$  s der helle Saum noch nicht dem festen Zustand der Schmelze entsprechen.

In den Röntgenblitzaufnahmen Bild 40d und 40e ist nun zu sehen, daß sich die Stellung des Drahtes gegenüber Bild 40c nicht mehr verändert hat, d. h., daß die Schmelze von diesem Zeitpunkt ab fest gewesen sein muß. Während in den Bildern 40a bis 40c noch ein mehr oder weniger diffuser Übergang zwischen der hellen Zone am Blockrand und der anschließenden dunkleren Zone vorhanden ist, hat sich bei Bild 40e (1 s später als Bild 40d) bereits wieder ein abrupter Schwärzungssprung, der auch in den Bildern 38a bis 38e beobachtet worden ist, herausgebildet.

Auf Grund des starken Konzentrationsunterschiedes (1,7% Cu) zwischen Blockrand und Blockmitte ist zu vermuten, daß es sich bei der hellen Zone in den Bildern 40a bis 40c um eine Absorptionserhöhung infolge Kupferanreicherung im flüssigen Zustand der Schmelze, im Zusammenwirken mit möglicherweise schon vorhandenen festen Partikeln, die das Drehen des Drahtes noch nicht beeinträchtigen, handelt. In den Bildern 40d und 40e ist eine stärkere Aufhellung der Randzone zu beobachten, die darauf zurückzuführen ist, daß hier neben der Kupferanreicherung noch die Absorptionserhöhung infolge des Überganges vom flüssigen in den festen Zustand hinzutritt.

Es sei an dieser Stelle auch auf die röntgenologischen Untersuchungen von W. ROSENKRANZ [39] an Tütengußblöcken, die bestimmten Abkühlungsbedingungen unterworfen worden waren, hingewiesen. Die Röntgenaufnahmen zeigten schlierenartige Entmischungszonen, die von W. ROSENKRANZ als Entmischungsvorgänge im flüssigen Zustand der Legierung gedeutet wurden.

### 3.4 Zusammenfassung der Versuchsergebnisse

Die dargestellten Versuchsergebnisse hatten das Ziel, umgekehrte Blockseigerung zu erzeugen und die Veränderungen dieser Erscheinung durch Variation der Versuchsbedingungen zu studieren, um eine Klärung der Ursachen der umgekehrten Blockseigerung herbeizuführen.

Aus den Mikroradiogrammen Bild 5a bis 11a ist zu erkennen, daß unter den hier gewählten Versuchsbedingungen die Gießtemperatur von großen Einfluß auf die umgekehrte Blockseigerung ist. Mit steigender Gießtemperatur ändern sich zwangsläufig die Erstarrungsbedingungen der Schmelze und damit auch, in Übereinstimmung mit der in Bild 1 gezeigten Seigerungskurve, die Konzentrationsverhältnisse, d. h. die Größewerte der umgekehrten Blockseigerung (Konzentrationsunterschied zwischen Blockrand und Blockmitte).

Die Mikroradiogramme Bild 5b bis 7b sowie 9b und 10b belegen weiterhin, daß die Konzentrationsverteilung über den Block hinweg gesehen sehr inhomogen sein kann. Es zeichnen sich nicht nur zwei verschiedene Schwärzungszonen ab, sondern auch in den Schwärzungszonen zum Teil eine sehr heterogene Verteilung der Legierungskomponenten.

Bemerkenswert ist also, daß kein kontinuierliches Konzentrationsgefälle vom Blockrand zur Blockmitte vorhanden ist, sondern daß im Falle des Auftretens der umgekehrten Blockseigerung immer ein Schwärzungssprung, d. h. Konzentrationsprung, der mehr oder weniger stark ausgebildet sein kann, vorhanden ist und sich mit steigender Gießtemperatur zur Mitte des Blockes hin verschiebt. Dabei fällt dieser Schwärzungssprung immer mit einer Änderung der Kristallform zusammen (Übergang vom Kupfer- bzw. zinkreichen Stengelkorn zum kupfer- bzw. zinkärmeren globularen Korn). W. ROSENKRANZ [39] fand einen etwas andersgearteten Zusammenhang zwischen der Kristallform und der Konzentration bei der Untersuchung der umgekehrten Blockseigerung an Aluminium-Kupfer-Legierungen mit Hilfe chemischer Analysen.

Während die Mikroradiogramme Bild 5a bis 11a (rein visuell), die Schwärzungsmessungen Bild 17 und 18 (mit Ausnahme von Bild 20), aber vor allem die Mikrohärteproofungen Bild 25 bis 28 und die Gitterkonstantenmessungen Bild 30 bis 33 für das Stengelkorngebiet einen konstanten Konzentrationsverlauf zeigen, ergibt sich aus den chemischen Analysen Bild 12 (vgl. hierzu auch W. ROSENKRANZ [39]) ein kontinuierliches Absinken der Kupferkonzentration im Stengelkorngebiet.

Dieser scheinbare Widerspruch läßt sich wie folgt erklären: Bei der allgemein üblichen Art der Probenahme für die chemische Untersuchung der umgekehrten Blockseigerung (die auch hier vorgenommen wurde) wird die für die chemische Analyse notwendige Substanzmenge durch Abdrehen bestimmter Blockquerschnitte, vom Blockrand aus-



gehend, erhalten. Diese Methode ist aber, nicht von der analytischen Seite, sondern infolge der Art der Probenahme, mit Fehlern behaftet und nur im Hinblick auf die hier mit anderen Meßverfahren gewonnenen Erkenntnisse als ein Summationsverfahren zu werten. Bei genauer Betrachtung der Mikroradiogramme Bilder 5a bis 7a sowie 9a und 10b erkennt man, daß im Stengelkornggebiet dunkle Punkte, d. h. also Einschlüsse aluminiumreicher Schmelze, vorhanden sind, deren Zahl und Größe mit der Entfernung vom Blockrand zunimmt. Nicht im Stengelkorn selbst liegt der mit Hilfe chemischer Analysen festgestellte Konzentrationsabfall, wie die Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen zeigen, sondern er wird durch die Summation über die Einschlüsse entmisch-

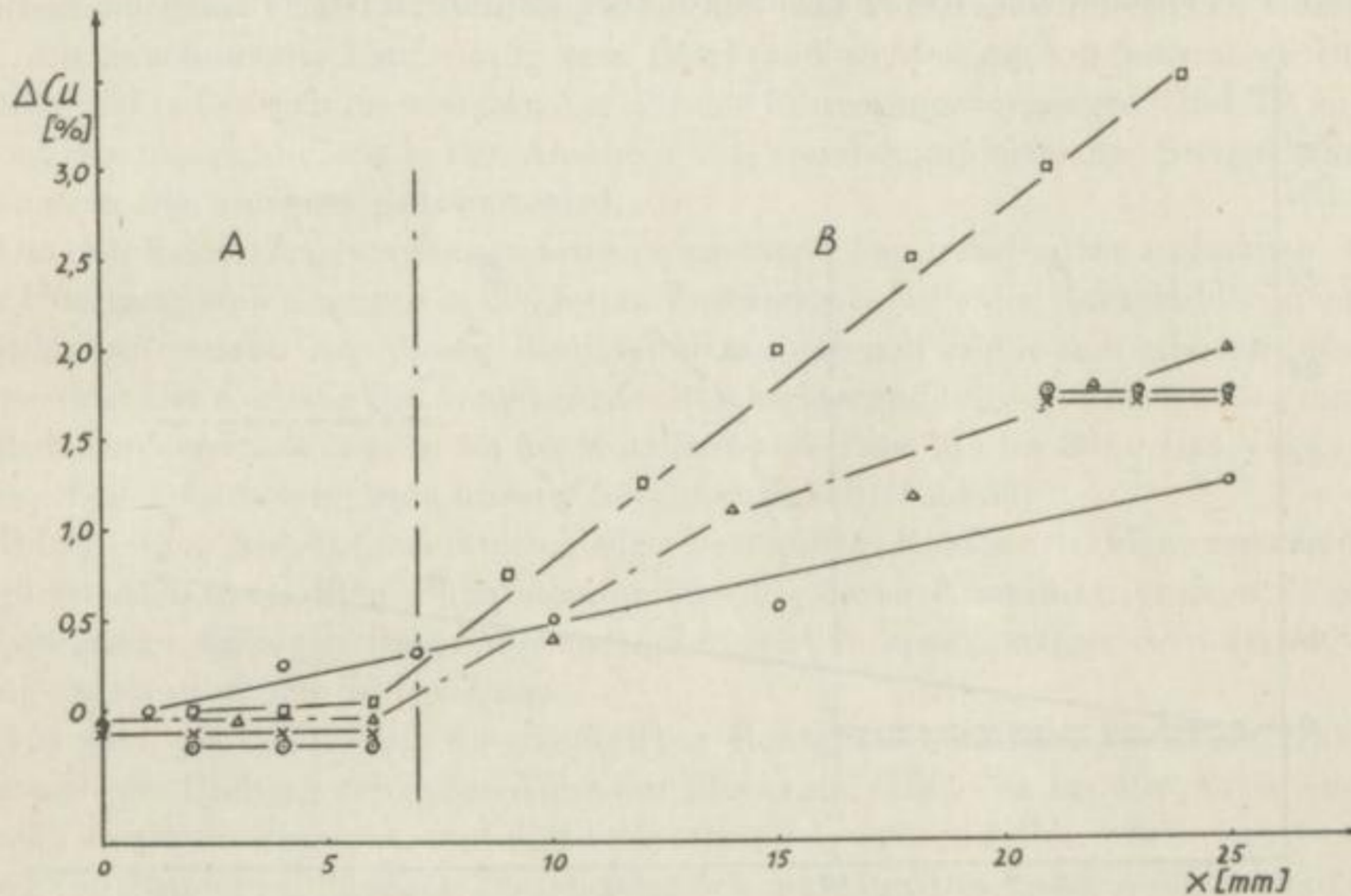


Bild 41. Konzentrationsunterschied  $\Delta Cu$  [%] =  $f(x)$  zwischen Stengelkorn — (A) und globularem Gebiet (B) einer bei  $800^\circ C$  vergossenen Probe (Bild 6) auf Grund von  
 ○ chemischen Analysen   □ Makrohärtemessungen   △ Schwärzungsmessungen  
 × Mikrohärtmessungen   ⊙ Gitterkonstantenmessungen

ter Restschmelze hervorgerufen. Ferner geht aus den Mikroradiogrammen hervor, daß die dunkle globulare Zone im Inneren des Blockes selten genau zentrisch gelagert ist, so daß beim Abdrehen der Probestäbe für die chemischen Analysen auf der einen Seite noch über das Stengelkorn, auf der anderen Seite aber schon über die entmischte globulare Zone summiert wird und dadurch unreaale Konzentrationsverläufe zustande kommen können. Die gleichen Fehler ergeben sich natürlich ebenso bei anderen Summationsverfahren, z. B. bei Dichtemessungen; auch beim Photometrieren und bei Makrohärtemessungen findet, wenn auch in wesentlich kleinerem Rahmen, eine gewisse Summierung statt.

Sowohl die Mikrohärt- als auch die Gitterkonstantenmessungen zeigen im globularen Korn (Bild 25 bis 28 und 30 bis 33) eine starke Streuung der Konzentration. Dieser Befund steht auch in Übereinstimmung mit den Konzentrationsätzungen (Bild 34b und

35b), in denen im globularen Gebiet eine starke Kristallseigerung mit einer ausgeprägten Insel- bis Säulenstruktur zu erkennen ist.

Im Hinblick auf die Ermittlung der Konzentrationsunterschiede zwischen Stengelkorn und globularem Korn ist zwischen Schwärzungs-, Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen sowie den chemischen Analysen bei den Aluminium-Kupfer-Legierungen eine gute Übereinstimmung vorhanden, während die Makrohärtemessungen etwas herausfallen, wie Bild 41 zeigt.

Bei den Aluminium-Zink-Legierungen (Bild 42) liegen die aus den einzelnen Verfahren ermittelten Konzentrationsunterschiede zwischen Stengelkorn und globularem Korn etwas weiter auseinander, was sicher darauf zurückzuführen ist, daß sich bei den hier

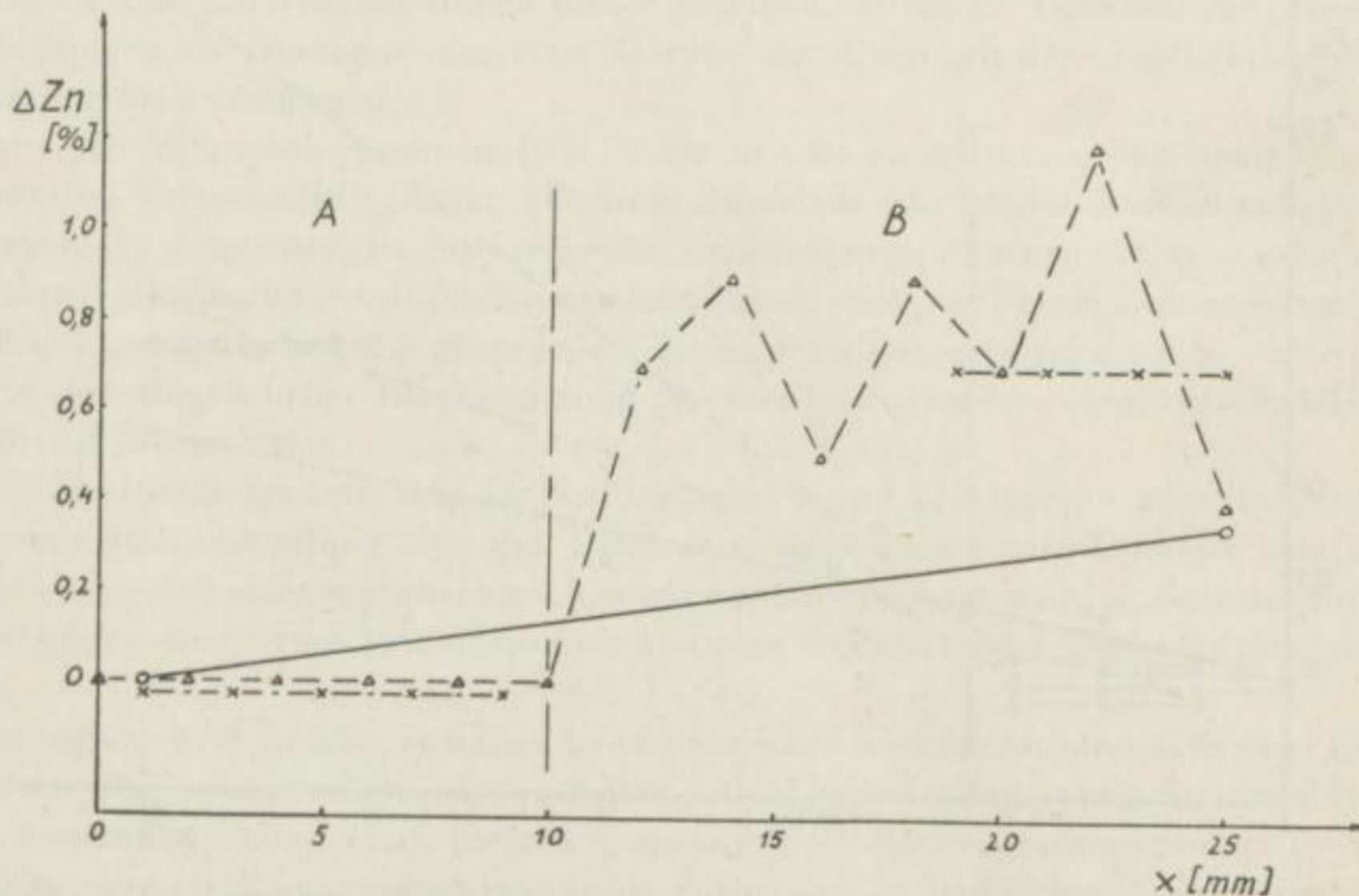


Bild 42. Konzentrationsunterschied  $\Delta\text{Zn} [\%] = f(x)$  zwischen Stengelkorn — (A) und globularem Gebiet (B) einer bei 750 °C vergossenen Probe (Bild 10) auf Grund von  
 ○ chemischen Analysen    △ Schwärzungsmessungen    × Mikrohärtmessungen

an sich geringen Konzentrationsunterschieden zwischen Blockrand und Blockmitte die Meßfehler der verschiedenen Verfahren stärker bemerkbar machen.

Weiterhin ist aus den Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen (Bild 25 bis 28 und 30 bis 33) zu entnehmen, daß die Stengelkörner im Falle des Vorhandenseins umgekehrter Blockseigerung unter den hier gewählten Bedingungen eine höhere Konzentration besitzen, als nach den Zustandsdiagrammen Bild 2 und 3 überhaupt möglich ist. Die Kupferkonzentrationen betragen im Stengelkorngebiet  $\sim 7,5$  bis  $7,7\%$  Cu, die maximale Löslichkeit laut Zustandsdiagramm liegt bei  $5,7\%$  Cu. Diese hier gefundene erhöhte Löslichkeit von Kupfer in Aluminium kann Schwankungen unterliegen. Sie ist wahrscheinlich von der Gießgeschwindigkeit und der Abkühlungsgeschwindigkeit der Schmelze sowie auch vom Verunreinigungsgrad der Legierungspartner abhängig. Die Zinkkonzentrationen betragen im Stengelkorngebiet sogar  $\sim 10\%$  Zn, während

die maximale Löslichkeit bei Raumtemperatur laut Zustandsdiagramm bei nur  $\sim 1$  bis 2% Zn liegt.

Die Frage nach dem Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung wurde zunächst einmal durch die Unterbrechung des Erstarrungsvorganges nach verschiedener Erstarrungsdauer, d. h. durch Einfrieren des jeweiligen Zustandes während der Abkühlung der Schmelzen, versuchstechnisch verfolgt.

Bereits in den ersten Phasen des Erstarrungsvorganges ergibt sich eine Anreicherung von Kupfer (helles Gebiet im Mikroradiogramm Bild 36) infolge Dichteerhöhung durch Kupferanreicherung in den äußersten Randgebieten, während weiter zum Blockinneren eine inhomogene Verteilung von kupferreichen und kupferarmen Bezirken vorhanden ist. Mit zunehmender Entfernung vom Blockrand werden die kupferärmeren Bezirke größer und ballen sich im weiteren Verlauf des Erstarrungsvorganges (Bild 37) zu einer Front zusammen, die, wie es den Anschein hat, von den kupferreichen Stengelkristallen nach dem Blockinneren gedrängt wird.

Um den Erstarrungsvorgang in seinen einzelnen Phasen festhalten zu können, wurde der Übergang vom flüssigen in den festen Zustand mit Hilfe der Röntgenblitzkinematographie untersucht. Aus diesen Röntgenblitzaufnahmen ergibt sich zusammenfassend folgendes: Der Vorgang der umgekehrten Blockseigerung beginnt mit der Bildung eines hellen, kupferreichen Saumes an der Kokillenwand (Bild 38a bis 38e). Das Vorwandern dieser hellen Zone zeigt eine lineare Zeitabhängigkeit (Bild 39).

Infolge des Absorptionsunterschiedes gegenüber Röntgenstrahlen zwischen den kupferreichen festen Stengelkristallen und der vor dieser Kristallisationsfront liegenden kupferarmen flüssigen Restschmelze ergibt sich ein sprungartiger Schwärzungsübergang zwischen diesen beiden Zonen.

Aus den mit 6 Bildern/s durchgeführten Röntgenblitzaufnahmen ist zu erkennen, daß sich die Bildung der hellen Zone am Blockrand (Bild 40a bis 40e) über einen gewissen Zeitraum erstreckt, und daß wahrscheinlich während dieser Zeit eine Anreicherung von Kupfer im flüssigen Zustand der Schmelze am Blockrand erfolgt, da in dieser sich allmählich aufhellenden Zone bis zu einem bestimmten Zeitpunkt die Bewegung eines Eisendrahtes noch möglich ist. Nach diesem Zeitpunkt ergibt sich eine noch stärkere Aufhellung dieser Randzone, deren Ursache auf die Absorptionserhöhung beim Übergang vom flüssigen in den festen Zustand zurückzuführen ist.

## 4 DEUTUNG DER VERSUCHSERGEBNISSE

### 4.1 Umgekehrte Blockseigerung — Zustandsdiagramm

Die Voraussetzungen für einen dem Zustandsdiagramm der Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Zink-Legierungen (Bild 2 u. 3) entsprechenden Erstarrungsverlauf sind einmal ideale Abkühlungsbedingungen, d. h. extrem geringe Abkühlungsgeschwindigkeiten, zum anderen das Vorhandensein einer homogenen Schmelze. Die erste Bedingung ist unter technischen Gießverhältnissen nicht gegeben, und auch die zweite Voraussetzung ist, wie wir heute wissen, nur teilweise erfüllt [52, 53, 54].

Es erhebt sich nun die Frage, inwieweit das Zustandsdiagramm in der uns heute vorliegenden Form für die vorstehend ermittelten Erscheinungen der umgekehrten Blockseigerung noch Gültigkeit besitzt.

Bei den hier vergossenen Schmelzen werden sich auf Grund der großen Temperaturunterschiede zwischen der flüssigen Schmelze mit einer bestimmten Überhitzungs-

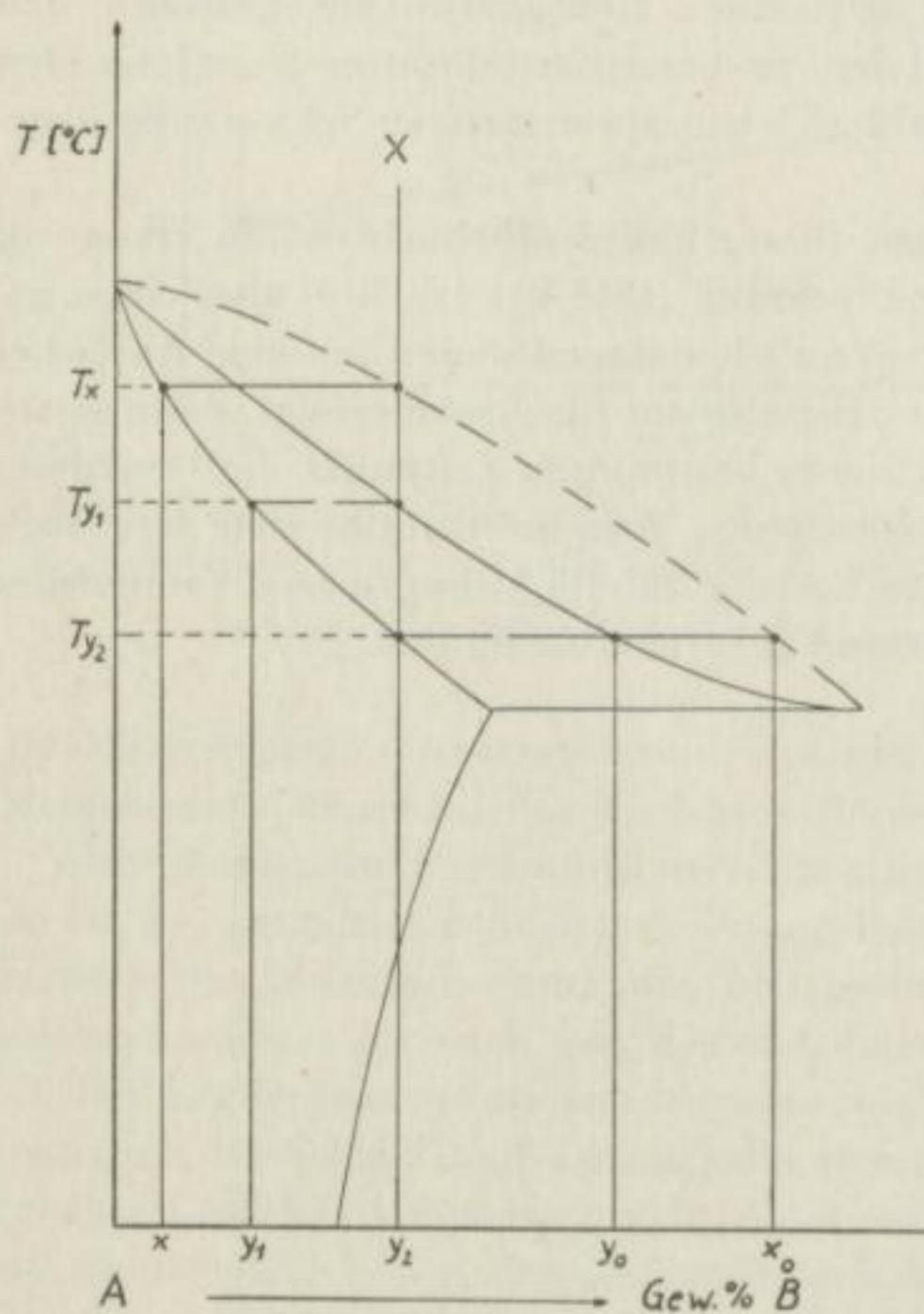


Bild 43. Schema eines Zweistoffsystems mit begrenzter Löslichkeit

temperatur und der kalten Kokille relativ hohe Abkühlungsgeschwindigkeiten einstellen. Bild 43 zeigt im Schema ein Zweistoffsystem mit begrenzter Mischbarkeit beider Komponenten im festen Zustand, entsprechend den Zustandsdiagrammen der Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Zink-Legierungen.

Nach diesem Zustandsdiagramm müßten sich im Verlauf der Abkühlung der mit  $X$  bezeichneten Schmelze beim Erreichen der Liquiduslinie bei der Temperatur  $T_x$   $B$ -arme Kristalle der Zusammensetzung  $x$  ausscheiden. Auf Grund der hier vorliegenden Versuchsergebnisse haben sich jedoch schon in der äußersten Blockrandzone  $B$ -reiche Kristalle abgeschieden. Das bedeutet, daß für den Erstarrungsvorgang unter den für das Auftreten der umgekehrten Blockseigerung maßgebenden Abkühlungsgeschwindigkeiten das Zustandsdiagramm in der heutigen Form keine Gültigkeit mehr haben kann.

Es ist vielmehr anzunehmen, daß bei diesen Abkühlungsgeschwindigkeiten die Liquiduslinie nach unten gedrückt wird, wie es das Schema Bild 43 zeigt, so daß sich bei der Temperatur  $T_{y1}$  ein  $B$ -reicherer Kristall mit der Zusammensetzung  $y_1$  ausscheiden kann. Beim Erreichen der Soliduslinie bei  $T_{y2}$  muß sich ein  $B$ -reicher Kristall ausgeschieden haben, da auf Grund des herabgedrückten Liquidus die Restschmelze die Zusammensetzung  $y_0$  hat, d. h. also  $B$ -ärmer ist, als der ursprünglichen Form des Zustandsdiagrammes bei  $x_0$  entsprechen würde. Die Voraussetzung für die Bildung  $B$ -reicher Kristalle an der Kokillenwand ist jedoch das Vorhandensein einer  $B$ -reichen Schmelze, die sich im flüssigen Zustand der Schmelze durch Unterkühlung gebildet haben muß.

Während sich also das Ausscheiden  $B$ -reicher Kristalle unmittelbar an der Kokillenwand bei bestimmten Annahmen noch bedingt mit dem Zustandsdiagramm erklären läßt, ist das Vorwachsen einer Stengelkornfront mit einer längs und quer zur Stengelkornachse konstanten Zusammensetzung<sup>1</sup> eines  $B$ -reichen Mischkristalls mit dem Zustandsdiagramm überhaupt nicht mehr erklärbar.

Auf Grund der vorliegenden Versuchsergebnisse müssen daher für die Erscheinungen der umgekehrten Blockseigerung und deren Veränderungen andere Prinzipien maßgebend sein.

## 4.2 Der Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung

### 4.21 Struktur flüssiger Metalle und Legierungen

#### 4.211 Flüssige „reine“ Metalle

Wie haben wir uns die Struktur zunächst flüssiger „reiner“ Metalle vorzustellen?

Die Ergebnisse der verschiedensten Untersuchungsmethoden über den Aufbau einatomiger Schmelzen haben ganz allgemein zu folgendem Bild<sup>2</sup> geführt: Die Atome bzw. Ionen in flüssigen Metallen sind relativ dicht, wenn auch nicht dichtest gepackt, wobei eine gewisse Nahordnung vorliegt. Zwischen den so angeordneten Atomen sind mehr oder weniger große Leerstellen vorhanden, die besonders von F. SAUERWALD und Mitarbeitern [52] diskutiert wurden.

Die thermische Bewegung der einzelnen Atome im flüssigen Zustand ist wesentlich größer als im festen. Die Atome schwingen nicht nur stärker um ihre Mittellage, sondern können auch wesentlich leichter ihren Ort innerhalb der Schmelze wechseln. Bei diesem Vorgang ist die Größe der Leerstellen und ihre Anzahl von Bedeutung.

#### 4.212 Flüssige Metallegierungen

Im Falle flüssiger Metallegierungen liegen gewisse Abweichungen vom Aufbau flüssiger „reiner“ Metalle vor.

Kurz oberhalb des Schmelzpunktes sind Atomaggregationen derart vorhanden, daß die A- und B-Atome einer flüssigen Zweistofflegierung innerhalb von Bereichen, die im

<sup>1</sup> Von den kleineren Konzentrationsunterschieden innerhalb des Kristalls abgesehen.

<sup>2</sup> Es sei hier besonders auf die zusammenfassenden Darstellungen der heutigen Kenntnisse über die Struktur der Schmelzen von F. SAUERWALD [52], B. R. T. FROST [53] und R. MITSCHKE [54] verwiesen.

Vergleich zu den atomaren Dimensionen groß sind, eine regelmäßige Anordnung zeigen. Man muß auch mit der gegenüber dem festen Zustand größeren Schwingungsweite der einzelnen Atome ebenso wie auch mit dem Vorhandensein von Leerstellen rechnen. Bei der Erhöhung der Temperatur werden diese quasi kristallinen Bereiche immer mehr abgebaut, sie dissoziieren zu einer statistischen Anordnung bei einer starken Überhitzung der Schmelze.

Diese Erkenntnisse gehen u. a. auf Messungen der Viskosität von T. P. YAO und V. J. KONDIC [55], der Oberflächenspannung von E. PELZEL [56] und auf röntgenographische Untersuchungen von F. SAUERWALD und Mitarbeitern [52] sowie V. J. DANILOW und J. V. RADTSCHENKO [57] zurück.

H. HENDUS [58] stellte bei der röntgenographischen Untersuchung des Systems AuSn fest, daß die Atomaggregationen in diesem Falle eine regelmäßige Anordnung beider Atomarten über solche Entfernungen zeigen, daß deutlich indizierbare Linien in den Röntgendiagrammen vorhanden waren. Er fand bei der Zusammensetzung AuSn (29,4 Atom-% Sn) eine deutliche Reflexion, die der (012)-Interferenz des AuSn im festen Zustand entspricht. (Im Bereich kongruent schmelzender Verbindungen ist also bei den Legierungsschmelzen eine Prädisposition des späteren festen Zustandes vorhanden, siehe auch [52]).

#### 4.22 Entstehung von Entmischungen in flüssigen Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Zink-Legierungen

Nach dem Vergießen einer Schmelze von einer bestimmten Überhitzungstemperatur wird die Schmelze bei der Berührung mit der kalten Kokillenwand unterkühlt. Auf Grund des relativ großen Temperaturunterschiedes zwischen der Schmelze und der Kokillenwand sowie der Abnahme der Wärmeleitfähigkeit [51] (gegenüber dem festen Zustand) im flüssigen Zustand der Schmelze wird sich ein sehr steiles Temperaturgefälle in der flüssigen Schmelze in Kokillenwandnähe einstellen.

Wenn in der Schmelze zwischen einer unterkühlten Schmelze an der Kokillenwand und einer Restschmelze ein starker Temperaturunterschied besteht, so muß sich dieser Temperaturunterschied in einem Konzentrationsunterschied auswirken.

Aus den Röntgenblitzaufnahmen Bild 40a bis 40c läßt sich mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit vermuten, daß es sich bei der allmählich steigenden Aufhellung der Randzone um eine Anreicherung von Kupfer in der flüssigen Schmelze am Blockrand handelt.

Die Atome bzw. Ionen werden sich zunächst einmal sehr schnell auf Grund der in der Schmelze vorhandenen hohen Diffusionsgeschwindigkeit zu Atomaggregationen, die bei der entsprechenden Unterkühlungstemperatur und Abkühlungsgeschwindigkeit existent sind, zusammenfinden.

Innerhalb dieser Unterkühlungszone werden sich im weiteren Verlauf der Abkühlung die kupfer- bzw. zinkreichen Aggregationen zu größeren Bezirken zusammenschließen, um endlich eine angereicherte Schmelze zu bilden. Die kupfer- bzw. zinkärmeren Aggregationen, die in diesem unterkühlten Bereich der Schmelze auf Grund ihres höheren Erstarrungspunktes nicht existent sein können, werden sich auch zu größeren Bezirken zusammenschließen und in die Restschmelze wandern, die eine wesentlich höhere Temperatur besitzt.

Die hohe Beweglichkeit der Atome im flüssigen Zustand erklärt sich daraus, daß einmal eine hohe Schwingungsamplitude, zum anderen eine große Anzahl von Leerstellen vorhanden ist. Darüber hinaus wird auf Grund des Absinkens der elektrischen Leitfähigkeit (K. E. SCHWARZ [59] und A. KLEMM und E. U. MONSE [60]) die Schmelze als zum Teil in Ionen und Elektronen dissoziiert angenommen.

Auf Grund der vorliegenden Versuchsergebnisse ist als sehr wahrscheinlich anzunehmen, daß es für die Atome bzw. Ionen bei den hier vorhandenen Abkühlungsgeschwindigkeiten leichter sein muß, zu diffundieren, als zu kristallisieren, d. h., daß die Aktivierungsenergien der Keimbildung wahrscheinlich wesentlich größer sind als die Aktivierungsenergien der Diffusion im flüssigen Zustand der Schmelze. Ohne diese Annahme wäre die Bildung einer reichen unterkühlten Schmelze nicht denkbar.

Über die Aktivierungsenergien der Keimbildung liegen bis heute leider noch keine numerischen Werte vor, weil diese Vorgänge nur sehr schwer zu erfassen sind. Wenn man aber bedenkt, daß nach E. SCHEIL [61] bei hochsymmetrischen reinen Metallen im Mittel eine Unterkühlung von  $0,18 \cdot T_S$  ( $T_S =$  Schmelzpunkt) auftreten kann, so müssen die Aktivierungsenergien der Keimbildung relativ hoch sein.

Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, daß es sich bei den hier auftretenden Entmischungen im flüssigen Zustand der Schmelze aus folgenden Gründen nicht um das Ludwig-Soret-Phänomen [3] handeln kann:

1. Die Diffusionskoeffizienten der Thermodiffusion infolge des Ludwig-Soret-Phänomens sind außerordentlich klein.
2. Dieses Phänomen hat nur Gültigkeit für den stationären, nicht aber für den dynamischen Zustand.
3. In jeder Metallschmelze ist während des Erstarrungsvorganges ein Temperaturgefälle vorhanden, aber nicht jede erstarrte Schmelze zeigt umgekehrte Blockseigerung, wie z. B. die Proben der Bilder 8b und 11b zeigen. In diesem Falle ist jedoch ein starkes Temperaturgefälle vorhanden gewesen, was sich darin ausdrückt, daß die Stengelkristalle bis zur Blockmitte gewachsen sind.

Für die Bildung der kupfer- bzw. zinkreichen Schmelze an der Kokillenwand ist nicht nur das Temperaturgefälle maßgebend, sondern vielmehr die Unterkühlung der Schmelze in einem ganz bestimmten Bereich der Abkühlungsgeschwindigkeiten (Bild 1).

#### 4.23 Transkristallisation — „Entmischungsgrenze“

Nachdem sich die unterkühlte kupfer- bzw. zinkreiche Schmelze gebildet hat, wird es im weiteren Verlauf der Abkühlung in dieser Zone zur spontanen Keimbildung und Kristallisation kommen.

Infolge der Spontankristallisation muß sich am Blockrand eine feinkristalline kupfer- bzw. zinkreiche Kristallschicht ausbilden. Diese Zone ist auch in den Makroätzungen Bild 5 bis 11 teilweise sehr deutlich zu sehen, sie kann aber auch so fein sein, daß sie in den Makroätzungen nicht zu erkennen ist.

Der Konzentration dieser Kristalle entspricht eine ganz bestimmte Struktur des Kristallgitters mit einer ganz bestimmten Gitterkonstanten.

Aus dieser feinkristallinen Schicht werden nun nach dem Auswahlprinzip diejenigen Kristalle transkristallin weiterwachsen können, deren Wachstumsflächen günstig zur Wärmeabflußrichtung liegen. Wie auch die Makroätzungen zeigen, schließt sich unmittelbar an die feinkristalline Randzone die Stengelkristallzone an, deren Breite von der jeweiligen Gießtemperatur abhängt. Aus den Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen (Bild 25 bis 28 und 30 bis 33) geht hervor, daß die Stengelkristalle der untersuchten Proben einen höheren Gehalt an Kupfer bzw. Zink gelöst enthalten, z. B. bei AlCu10 um 1,5 bis 1,7% Cu höher, als nach dem Zustandsdiagramm zu erwarten wäre. Das bedeutet, daß die aus der feinkristallinen kupfer- bzw. zinkreichen Kristallschicht am Blockrand hervorwachsenden Stengelkristalle wahrscheinlich in der einmal gebildeten Struktur und kupfer- bzw. zinkreichen Konzentration weiterwachsen, denn wie die Makrohärte- und Gitterkonstantenmessungen weiter zeigen, ergibt sich für das Stengelkorn ein konstanter Konzentrationsverlauf (Bild 25 bis 28 und 30 bis 33). Es erhebt sich nun die Frage nach den Prinzipien, welche dafür maßgebend sind, daß die reichen Stengelkristalle in die ständig mehr verarmende Restschmelze hineinwachsen können, ohne ihre Konzentration und Struktur ändern zu müssen.

Offensichtlich ist die Energie, die dazu notwendig ist, die Konzentration und damit die Struktur der Stengelkörner zu ändern, was eine Keimneubildung bedeuten würde, größer als der Zwang, der durch den Konzentrationsunterschied zwischen Stengelkorn und Restschmelze auf das vorwachsende Stengelkorn ausgeübt wird. Ferner wird einer Änderung des Stengelkornwachstums unter den hier vorliegenden Bedingungen auch noch mit das Trägheitsprinzip entgegenwirken. Es kann deshalb für die Erklärung eines Stengelkornwachstums mit konstanter Konzentration das LE CHATELIER-BRAUNSCHE Prinzip [62] herangezogen werden. Dieses Prinzip besagt: Jede äußere Einwirkung (z. B. Erwärmung) ruft in einem System eine Änderung in solcher Richtung hervor, daß infolge dieser Änderung der „Widerstand“ des Systems gegen die äußere Einwirkung vermehrt wird.

Auf das Stengelkornwachstum bezogen, würde das bedeuten, daß in diesem Falle die Konzentrationsänderung als äußere Einwirkung anzusehen ist, und somit der „Widerstand“ der Stengelkörner gegen eine Konzentrationsänderung wächst.

Wenn sich an der Kokillenwand eine kupfer- bzw. zinkreiche Kristallschicht ausbildet und aus dieser Schicht kupfer- bzw. zinkreiche Stengelkristalle hervorwachsen, so muß dabei eine kupfer- bzw. zinkärmere Restschmelze entstehen.

Die Entstehung dieser Restschmelze läßt sich wie folgt erklären: Vor den aus der kupfer- bzw. zinkreichen Kristallschicht am Blockrand hervorwachsenden Stengelkristallen liegt bereits eine kupfer- bzw. zinkarme Schmelze, die dadurch entstanden ist, daß infolge einer Unterkühlung der Schmelze am Blockrand eine Entmischung im flüssigen Zustand stattgefunden hat; denn nur, wenn eine kupfer- bzw. zinkreiche Schmelze vorhanden ist, können sich kupfer- bzw. zinkreiche Kristalle ausscheiden. Wenn die Stengelkristalle in ihrer einmal gebildeten Struktur und Konzentration weiterwachsen wollen, so muß bereits vor der Wachstumsfront der Stengelkristalle in der Übergangszone zwischen den reichen Stengelkristallen und der flüssigen armen Restschmelze eine Entmischung stattfinden, derart, daß sich infolge des Zwanges, den die Stengelkristalle, die mit konstanter Konzentration weiterwachsen wollen, auf die Restschmelze ausüben, in dieser Übergangszone die kupfer- bzw. zinkreichen Atomaggre-



gationen an das vorwachsende Stengelkorn ankristallisieren, während die kupfer- bzw. zinkarmen Aggregationen dabei in die Restschmelze gedrängt werden. Diese Annahme erscheint deshalb als sehr wahrscheinlich, weil sich innerhalb dieser „Entmischungsgrenze“ (Übergangszone flüssig-fest) dadurch sehr kurze Diffusionswege ergeben, daß sich die auch in der verarmten Restschmelze immer vorhandenen kupfer- bzw. zinkreichen Aggregationen an das vorwachsende Stengelkorn anlagern, während die kupfer- bzw. zinkarmen Aggregationen nur in die unmittelbar vor der Übergangszone liegende Restschmelze zu diffundieren brauchen.

Für die Diffusionsvorgänge innerhalb der „Entmischungsgrenze“ wird der Gradient des Temperaturgefälles zwischen der bereits erstarrten Stengelkristallzone und der Restschmelze von Einfluß sein.

Wie die Mikroradiogramme Bild 36 und 37 zeigen, ergibt sich bereits in den ersten Phasen des Erstarrungsvorganges eine Anreicherung von Kupfer (helle Gebiete in den Mikroradiogrammen) in den äußersten Randzonen, während weiter nach innen eine inhomogene Verteilung von kupferreichen und kupferarmen Bezirken vorhanden ist. Mit zunehmender Entfernung vom Blockrand werden die kupferärmeren Bezirke größer und schließen sich im weiteren Verlauf des Erstarrungsvorganges zu einer Front zusammen, die vor den Stengelkörnern liegt (Bild 37).

Diese vor den Stengelkörnern liegende und nach dem Blockinneren wandernde Entmischungsgrenze führt zu einer ständig steigenden Verarmung der Restschmelze. Sie bleibt dann stehen, wenn die Überhitzungswärme der Schmelze durch die Stengelkornzone abgeführt ist, und die Restschmelze dadurch sehr schnell erstarrt. Daraus erklärt sich der in den Mikroradiogrammen Bild 5b bis 7b sowie 9b und 10b mitunter sehr abrupte Schwärzungs- und damit Konzentrationssprung zwischen den Stengelkristallen und der globular erstarrenden Restschmelze.

Während des Erstarrungsvorganges tritt infolge der Dichteänderung beim Übergang flüssig-fest eine Volumenkontraktion ein. Ein dichtes Gußstück kann deshalb nur dann entstehen, wenn die durch die Volumenschwindung auftretenden Hohlräume durch das Nachfließen von Restschmelze ausgefüllt werden können. Die vorwachsende Stengelkornfront wird durch das dendritische Wachstum gekennzeichnet sein, es werden sich deshalb durch die Volumenkontraktion zwischen den Dendritenästen Hohlräume ausbilden, in die dann die vor der Stengelkornfront liegende entmischte kupfer- bzw. zinkarme Restschmelze einfließen kann. Ferner werden sich durch die hier gewählte runde Blockform die Stengelkörner beim Vorwachsen mit ihren Enden behindern. Die dabei zwischen diesen Kristallen vorhandene Restschmelze wird dann eingeschlossen. Aus den Mikroradiogrammen Bild 5b bis 7b sowie 9b und 10b ist deutlich zu erkennen, daß innerhalb der Stengelkornzone dunkle Punkte (Einschlüsse kupfer- bzw. zinkarmer Restschmelze, d. h. Bezirke geringerer Absorption gegenüber Röntgenstrahlen) zu erkennen sind, deren Zahl und Größe meistens nach der Blockmitte hin zunimmt.

Die in fast allen Mikroradiogrammen sichtbaren Konzentrationswellen lassen sich wie folgt deuten: Nach der Erstarrung der äußersten Blockrandschicht wird sich infolge der Schrumpfung der Block von der Kokillenwand lösen; damit tritt eine Unterbrechung der Wärmeableitung ein. Durch diese Unterbrechung wird die äußerste Blockrandzone wieder aufgeheizt und teilweise sogar wieder aufgeschmolzen werden, so daß der Block wieder mit der Kokillenwand in Berührung kommt. Beim Wiedereinsetzen der Wärme-

ableitung wachsen die Stengelkristalle weiter, wobei dann einzelne Gebiete der entmischten kupfer- bzw. zinkarmen Restschmelze von den wieder dendritisch vorwachsenden Stengelkristallen eingeschlossen werden.

In der teilweisen Wiederaufschmelzung der erstarrten Randzone und der Ausbildung von Schrumpfspalten ist die Ursache der sogenannten Ausschwitzungen zu suchen, da auf Grund der durchgeführten Untersuchungen in der äußersten Blockrandzone Gebiete mit hoher Konzentration und damit niedrigen Schmelzpunkten vorhanden sind, die leicht aus dem Block heraustreten können.

#### 4.24 Entstehung der Gußstruktur

Aus den Makroätzungen (Bild 5a bis 7a sowie 9a und 10a) an den Proben mit umgekehrter Blockseigerung ist zu ersehen, daß drei verschiedene Kristallisationszonen auftreten können:

1. eine schmale feinkörnige unorientierte (kupfer- bzw. zinkreiche) Randzone;
2. eine orientierte (kupfer- bzw. zinkreiche) Stengelkornzone;
3. eine grobkörnige unorientierte (kupfer- bzw. zinkarme) Kernzone.

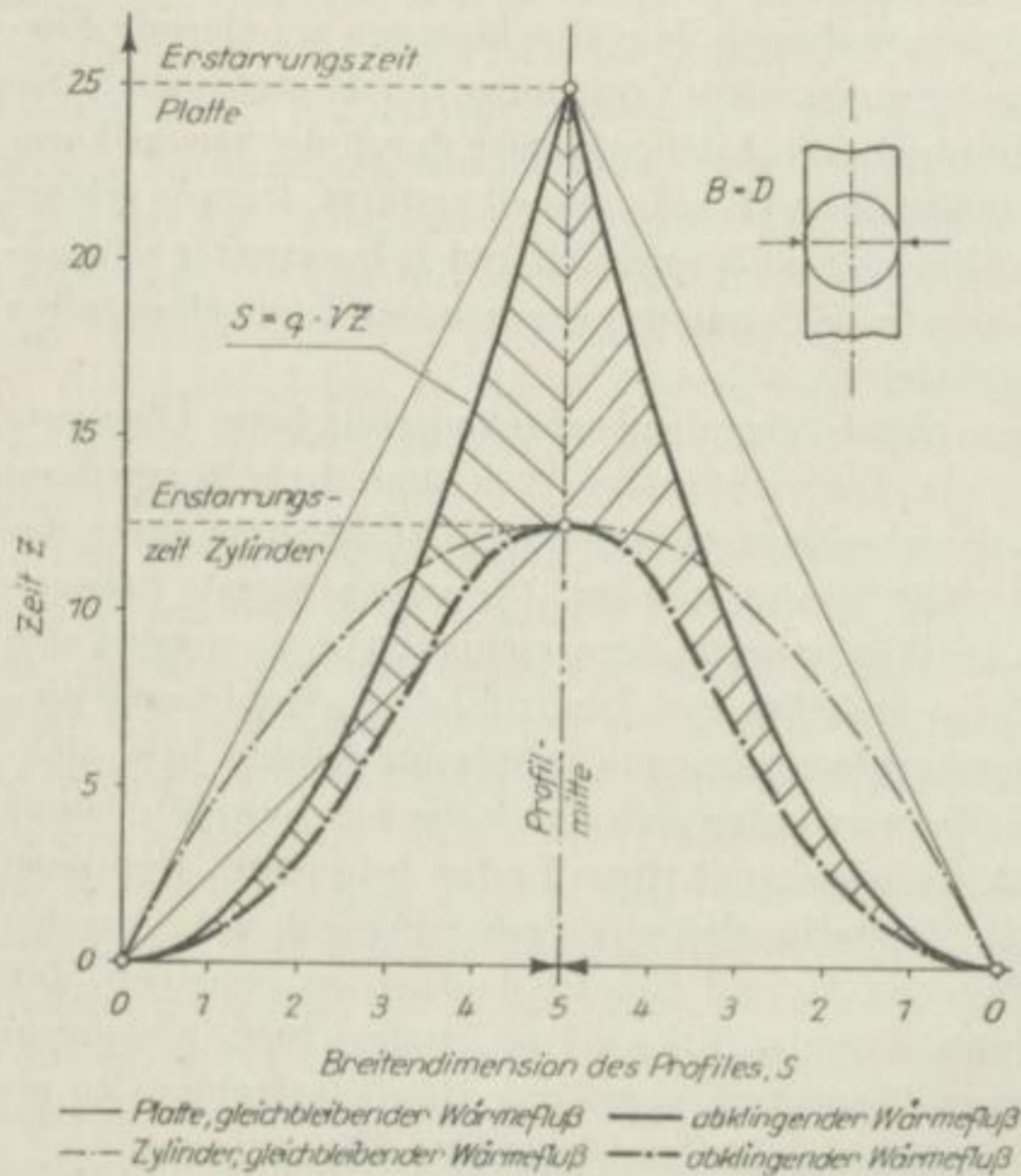


Bild 44. Erstarrungsfunktion für Platte und Zylinder bei gleichbleibendem und abklingendem Wärmefuß (aus [63])

Mitte zu. Dementsprechend ist auch die Erstarrungszeit des im Durchmesser mit der Breite der Platte gleich starken Zylinders nur halb so lang wie die der Platte. Die

Die 1. Zone ist in den Makroätzungen (Bild 5a bis 7a sowie 9a und 10a) nicht immer zu sehen, sie kann teilweise so fein sein, daß sie erst bei höherer Vergrößerung sichtbar wird.

In einer ausführlichen Darstellung über die Beziehungen des Abkühlungsvorganges zur Gußstruktur stellt J. CZIKEL [63] u. a. folgendes fest:

Wenn der Idealfall vorausgesetzt wird, daß das Gießgut keinerlei Überhitzungswärme enthält, dann setzen bei gleichbleibendem Wärmefuß sofort mit dem Beginn der Kühlwirkung an einer Platte von beiden Seiten aus in gleichen Zeitabständen gleich starke, feste Krusten an. Die Erstarrungsfunktion verläuft linear (Bild 44). Im Zylinder vermindert sich parabolisch der Inhalt gleich starker konzentrischer Ringe vom Rand aus nach der

Erstarrungsfunktion, bei gleichbleibendem Wärmefluß, verläuft im Zylinder entsprechend einer umgekehrten Parabel.

Sobald in der Zeiteinheit nicht mehr gleichbleibende Wärmebeträge abgeleitet werden, sondern zwischen Gießgut und Form ein zwangloser Wärmeaustausch stattfindet, ist mit einem abklingenden Wärmefluß zu rechnen. Sinngemäß werden gleich starke Schichten immer längere Zeiten zur Erstarrung benötigen. Überträgt man so eine Abhängigkeit auf den Zylinder, dann muß die Funktion am Umfang des Profils wie diejenige für die Platte ansetzen und nach der Profilmitte zu zur Horizontalen einschwenken. Es entsteht so eine Glockenkurve (Bild 44).

Alle betrachteten Kurvenzüge verlaufen stetig, auch die Glockenkurve. Letztere besitzt zwar einen Wendepunkt, welcher aber ausschließlich durch die zylindrische Körperform bedingt ist. Da ein stetiger Erstarrungsablauf keine Unstetigkeiten in der Gußstruktur hervorrufen kann, dürfte auch die Kristallanordnung einheitlich aufgebaut sein, also nur eine Zone aufweisen. Bekanntlich erstarren Metalle und Legierungen, die in ihrer ganzen Masse gleichmäßig auf Erstarrungstemperatur heruntergekühlt werden, und bei denen anschließend nur noch die Erstarrungswärme abgeleitet wird, körnig (globulitisch).

Üblicherweise verlangt der Fertigungsablauf jedoch ein überhitztes Gießgut. Die Überhitzungswärme ist ein labiler Wärmebetrag, der bereits in seiner absoluten Höhe verschieden gemessen sein und sowohl in Verbindung mit der Erstarrungswärme (gekoppelter Vorgang) abgezogen werden als auch nacheinander (nichtgekoppelter Vorgang) abfließen kann.

Streng nacheinander werden beide Wärmebeträge abgeleitet, zuerst die gesamte Überhitzungswärme, wenn z. B. die Wärmeleitfähigkeit des Gießgutes im Verhältnis zu derjenigen des Formstoffes sehr hoch ist. Der Wärmeausgleich innerhalb der ganzen Gießgutmasse verläuft dann so schnell, daß die geringen Wärmebeträge, die über die Formwand abfließen, vollständig ausgeglichen werden, d. h., das gesamte Gießgut wird gleichmäßig auf Erstarrungstemperatur abgekühlt, und die eigentliche Erstarrung verläuft genauso wie bei Bild 44, also trotz vorhanden gewesener Überhitzung erstarrt die Schmelze globulitisch. Lediglich die Körner sind größer, da die Erstarrung des Profils insgesamt längere Zeit in Anspruch nahm.

Ist die Wärmeleitfähigkeit des Formstoffes im Verhältnis zur Wärmeleitfähigkeit des Gießgutes groß, dann tritt eine vollkommene Kopplung der Überhitzungswärme mit der Erstarrungswärme ein. Die Kühlung ist so intensiv, daß ein Temperatur- bzw. Wärmeausgleich innerhalb des Gießgutes nicht stattfinden kann. Auch bei vollkommen gekoppeltem Vorgang liegt ein stetiger Kurvenzug der Erstarrungsfunktion vor, so daß eine Unstetigkeit in der Gußstruktur ausgeschlossen ist. Es tritt jedoch eine andere Anordnung der Kristalle auf, weil die Körner gegen die anstehende Überhitzungswärme bis zuletzt wachsen müssen. Das Wettrennen können nach dem Auswahlprinzip nur diejenigen Kristalle bestehen, die gerade mit einer in der Wärmeleitfähigkeit bevorzugten Anordnung in Richtung des Wärmeflusses liegen und deshalb schneller als die anderen in der Lage sind, die Wärme abzuleiten, d. h., es findet eine Stengelkristallisation bis zur Profilmitte statt (s. Bild 8 und 11).

Zwischen den beiden geschilderten idealen Grenzen liegen die in der Praxis meist vorkommenden Fälle. Es ist dann mit dem gekoppelten Vorgang lediglich bis zu einer be-

stimmten Zeit bzw. Profiltiefe zu rechnen. In dieser Zeit bzw. bis zu der betreffenden Profiltiefe fließt bei gleichzeitiger Erstarrung vom Rand aus mehr als der verhältnismäßige Anteil an Überhitzungswärme ab, so daß der Kern inzwischen gleichmäßig auf Erstarrungstemperatur abkühlen kann und anschließend ohne Kopplung erstarrt. Diese Vorgänge rufen eine Unstetigkeit im Verlauf der Erstarrungsfunktion (Bild 45) hervor. Demnach erklärt sich zwanglos der Kristallaufbau aus zwei Zonen. Vom Rand aus ist er stengelig (transkristallin) und geht plötzlich mit dem Überschreiten des Unstetigkeitspunktes in den körnigen (globulitischen) über.

Nachdem die Erstarrung zweier Zonen anhand der Erstarrungsfunktion (Bild 45) erklärt und dargestellt werden kann, bleibt nur noch die dritte Zone offen. Sie ist oft kaum zu erkennen und tritt unter Umständen auch nur stellenweise am äußersten Rand auf. Es ist die Zone der „eingefrorenen Kristalle“. Mit dieser Bezeichnung wird zum Ausdruck gebracht, daß sie durch Unterkühlung der Schmelze entstanden ist. Wenn Unterkühlung auftritt, so bedeutet das eine Verzögerung des Erstarrungsbeginns, obwohl der Wärmeentzug bereits begonnen hat, und stellt somit eine Störung des Erstarrungsablaufes dar. Es entsteht eine unterkühlte Zone, die nach Aufhebung der Unterkühlung rasch auskristallisiert. Sowohl die freiwerdende Erstarrungswärme als auch die entgegenströmende Überhitzungswärme können stark die Ausdehnung der unterkühlten Zone begrenzen. Trotzdem kommt es zur Ausbildung eines zweiten Unstetigkeitspunktes in der Erstarrungsfunktion (Bild 45). Er liegt in der Randnähe und gestattet ebenfalls zwanglos die Erklärung für den spontanen Wechsel in der Struktur. Entsprechend der hohen Erstarrungsgeschwindigkeit ist diese Zone feinkörnig.

Aus den in Abschnitt 3.4 dargestellten Versuchsergebnissen geht hervor, daß die sich bei umgekehrter Blockseigerung am Blockrand ausbildende feinkörnige Randzone kupfer- bzw. zinkreich ist.

Die Verzögerung des Erstarrungsbeginns bei Vorhandensein einer Unterkühlung (Bild 45) bietet die Möglichkeit für eine Anreicherung (s. Abschnitt 4.22) der Schmelze an Kupfer bzw. Zink, so daß nach Aufhebung der Unterkühlung durch spon-

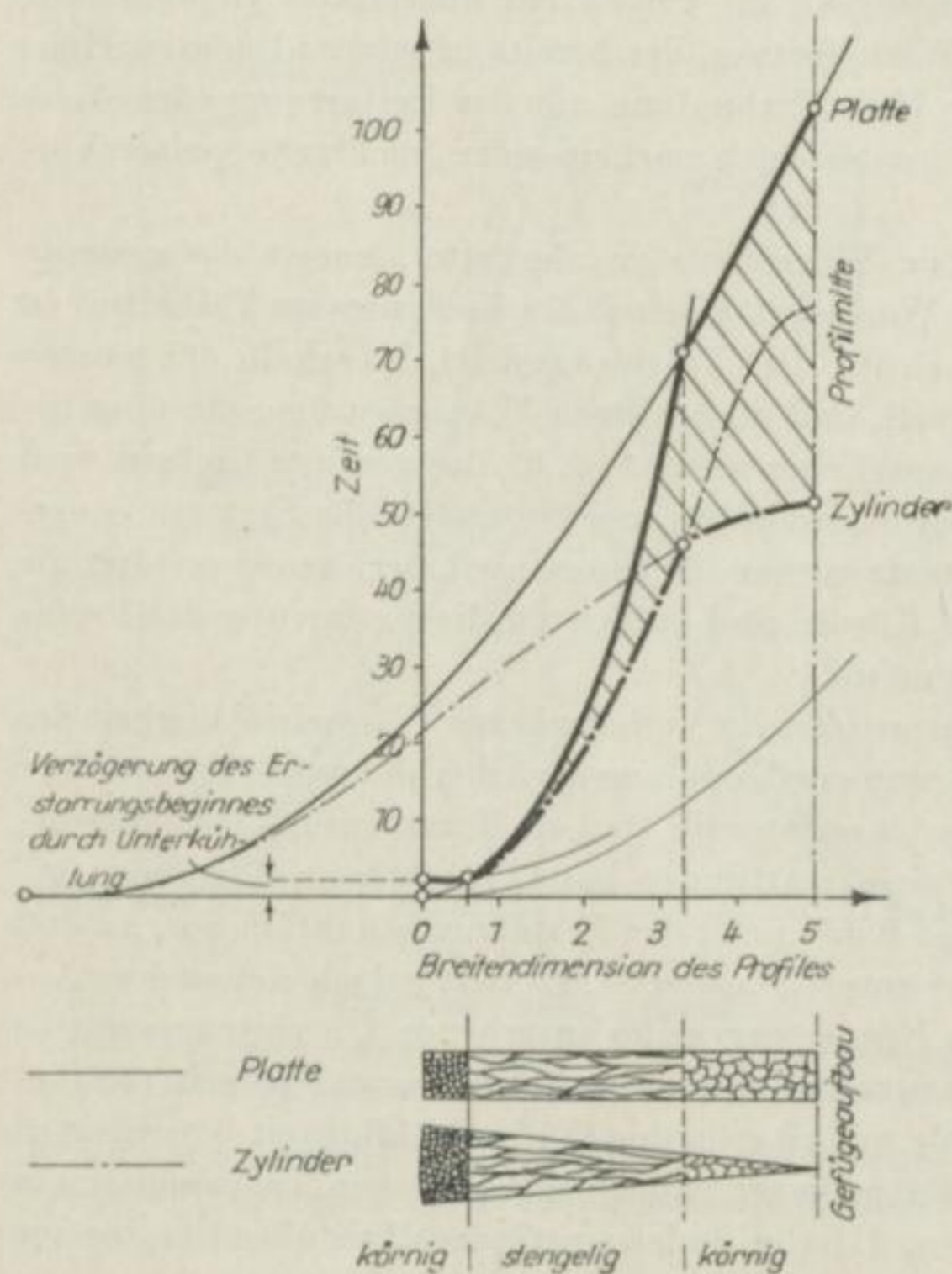


Bild 45. Ablauf der Erstarrung und Gefügeaufbau bei überhitztem und unterkühlbarem Gießgut (aus [63])

tane Kristallisation eine unorientierte feinkristalline kupfer- bzw. zinkreiche Zone am Blockrand entsteht.

Nach Überschreitung des ersten Unstetigkeitspunktes tritt ein spontaner Wechsel in der Gußstruktur ein, bedingt durch eine Änderung des Wärmeflusses, d. h., die durch die Unterkühlung hervorgerufene Störung des Erstarrungsablaufes geht über in eine stetige Erstarrungsfunktion, die durch das transkristalline Wachstum gekennzeichnet ist. Vom Beginn der Erstarrung bis zum zweiten Unstetigkeitspunkt der Erstarrungsfunktion (Bild 45) ändert sich laufend der Wärmefluß und damit der Gradient des Temperaturgefälles.

Aus Abschnitt 3.4 geht weiterhin hervor, daß durch die Änderung des Wärmeflusses lediglich die Gußstruktur geändert wird, während die Konzentration beim Übergang von der feinkristallinen Randzone zur Stengelkornzone und weiter im Stengelkorn selbst konstant bleibt. Durch das Wachstum der kupfer- bzw. zinkreichen Stengelkristalle bedingt, muß die Restschmelze immer mehr an Kupfer bzw. Zink verarmen, so daß nach Überschreiten des zweiten Unstetigkeitspunktes der Erstarrungsfunktion eine kupfer- bzw. zinkärmere globulare Kernzone entsteht.

Die aus den Röntgenblitzaufnahmen abgeleitete lineare Zeitabhängigkeit der Kristallisationsgeschwindigkeit (Bild 39) ergibt sich wahrscheinlich aus der Überlagerung von Effekten, die darauf zurückzuführen sind, daß in diesem Falle eine Beeinflussung des Erstarrungsvorganges durch Boden und Deckel der Kokille vorhanden ist.

Zusammenfassend läßt sich im Falle des Vorhandenseins umgekehrter Blockseigerung feststellen, daß durch die Änderung des Wärmeflusses (Gradient des Temperaturgefälles) offenbar (außer der Diffusion in der Schmelze) nur die Gußstruktur beeinflußt wird, nicht aber die Konzentrationsverhältnisse der Kristalle. Eine Beeinflussung der umgekehrten Blockseigerung durch den Wärmefluß ist nur insofern vorhanden, als durch die Größe des Wärmeflusses die Anteile an Stengelkorn und globularem Korn nach links oder rechts (Bild 45) verschoben werden können und somit der Größenwert (Konzentrationsunterschied zwischen Blockrand und Blockmitte) der umgekehrten Blockseigerung verändert wird.

Die Art des Wärmeflusses und damit der Gradient des Temperaturgefälles ist also nicht als Ursache der umgekehrten Blockseigerung (s. Abschnitt 4.22 und 4.23), sondern vielmehr als bestimmender Faktor für den Größenwert der umgekehrten Blockseigerung anzusehen.

Der von J. CZIKEL und J. HIRSCH [1] vorgeschlagene Begriff der Wärmeflußseigerung, der ursprünglich auf die Hypothese der Restschmelzenverschiebung angewendet worden war, als Oberbegriff von normaler und umgekehrter Blockseigerung, erscheint deshalb auch unter den hier gewonnenen Erkenntnissen vertretbar.

#### 4.3 Die umgekehrte Blockseigerung als Funktion der Abkühlungsgeschwindigkeit

Aus dem in Bild 1 dargestellten Diagramm geht hervor, daß die umgekehrte Blockseigerung nur in einem ganz bestimmten Bereich der Erstarrungsgeschwindigkeiten auftritt, wobei der Größenwert (Konzentrationsunterschied zwischen Blockrand und Blockmitte) ein Maximum durchläuft. Dieser Befund wird durch die Mikroradiogramme

4\*

Deutsches  
Brennstoffinstitut  
Freiberg/Sa.

Bild 5b bis 8b und Bild 9b bis 11b bestätigt. Die Änderung der Erstarrungsgeschwindigkeit wurde hier durch Steigerung der Überhitzungstemperatur der Schmelze erreicht.

Aus den vorstehend dargestellten Untersuchungsergebnissen und den daraus über die Ursache der umgekehrten Blockseigerung gewonnenen Erkenntnissen läßt sich ableiten, warum dieses Phänomen nur in einem ganz bestimmten Bereich der Erstarrungsgeschwindigkeiten auftritt.

Bei geringen Überhitzungen der Schmelze, d. h. bei relativ kleinen Abkühlungsgeschwindigkeiten an der Kokillenwand, wird zwar eine Unterkühlung der Schmelze eintreten, da aber die Schmelze nach sehr kurzer Zeit (infolge der geringen Überhitzung) und mit großer Geschwindigkeit erstarrt, wird für die unterkühlte Schmelze nur sehr wenig oder gar keine Zeit vorhanden sein, sich anzureichern. Die Größenwerte der umgekehrten Blockseigerung sind in diesem Falle gering. Bei sehr hohen Überhitzungstemperaturen wird die Abkühlungsgeschwindigkeit der Schmelze in Kokillenwandnähe zunächst einmal sehr groß sein und dann geringer werden, da sich die Kokillenwand infolge der hohen Überhitzung der Schmelze sehr stark aufwärmt. Die Erstarrungsgeschwindigkeit selbst ist dann — durch die Aufheizung der Kokillenwand bedingt — kleiner als bei niedrigen Überhitzungstemperaturen der Schmelze.

Auch bei sehr hohen Überhitzungstemperaturen wird die Schmelze bei der Berührung mit der kalten Kokillenwand unterkühlen; da aber durch die hohe Überhitzung der Schmelze die Atomaggregationen weitestgehend zerstört sind, zu ihrer Bildung und Anreicherung aber eine gewisse Zeit notwendig ist, kann sich bei diesen hohen Abkühlungsgeschwindigkeiten keine unterkühlte reiche Schmelze ausbilden. Infolge des großen Temperaturgefälles wachsen dann die Stengelkristalle mit ihrer Durchschnittszusammensetzung (d. h. der Durchschnittszusammensetzung der Schmelze) bis zur Blockmitte (Bild 8b und 11b).

Die umgekehrte Blockseigerung kann also nur dann auftreten, wenn für die unterkühlte Schmelze an der Kokillenwand die Möglichkeit zur Anreicherung besteht. Diese Anreicherung ist nur dann möglich, wenn sich zwischen Abkühlungsgeschwindigkeit der Schmelze und Diffusionsgeschwindigkeit der Atome bzw. Ionen im flüssigen Zustand ein bestimmtes Gleichgewicht einstellt.

Darüber hinaus ist noch festzustellen, daß sich mit den bisherigen Hypothesen (vgl. Abschn. 2.2) das Auftreten der umgekehrten Blockseigerung in einem ganz bestimmten Bereich der Abkühlungsgeschwindigkeiten nur sehr bedingt oder überhaupt nicht erklären läßt.

#### 4.4 Darstellung der drei Ursachen für das Auftreten der umgekehrten Blockseigerung

Zusammenfassend wird festgestellt, daß die Erscheinung der umgekehrten Blockseigerung ein komplexer Vorgang ist, wobei drei Ursachen für das Auftreten dieses Phänomens bestimmend sind:

1. Die Bildung einer kupfer- bzw. zinkreichen Schmelze unmittelbar an der Kokillenwand durch Unterkühlung.

Diese reiche Schmelze an der Kokillenwand entsteht dadurch, daß sich bei einer bestimmten Unterkühlung der flüssigen Schmelze kupfer- bzw. zinkreiche Atom-

Best. Nr.  
 5000/10/11  
 Freiberg 1954

aggregationen bilden, die bei der entsprechenden Unterkühlungstemperatur existent sind, und die sich in einem bestimmten Zeitraum zu einer kupfer- bzw. zinkreichen Schmelze zusammenschließen.

Die Ausbildung dieser kupfer- bzw. zinkreichen Schmelze ist nur dann möglich, wenn die Aktivierungsenergie der Keimbildung größer ist als die Aktivierungsenergie der Diffusion im flüssigen Zustand, und wenn sich zwischen der Abkühlungsgeschwindigkeit der Schmelze und der Diffusionsgeschwindigkeit der Atome bzw. Ionen im flüssigen Zustand ein Gleichgewicht einstellt.

2. Das Bestreben der kupfer- bzw. zinkreichen Stengelkristalle, in der einmal gebildeten Struktur und Konzentration weiter zu kristallisieren (Le Chatelier-Braunsches Prinzip).

In der unterkühlten kupfer- bzw. zinkreichen Schmelze scheiden sich bei weiterer Abkühlung durch spontane Kristallisation feine kupfer- bzw. zinkreiche Kristalle an der Kokillenwand aus. Aus dieser feinkristallinen Schicht werden nach dem Auswahlprinzip diejenigen Kristalle transkristallin weiterwachsen, deren Wachstumsflächen günstig zur Wärmeabflußrichtung liegen. Diese Stengelkristalle wachsen in der einmal gebildeten Struktur und Konzentration weiter, da wahrscheinlich die Energie, die dazu notwendig ist, die Konzentration und Struktur der Stengelkörner zu ändern, was eine Keimneubildung bedeuten würde, größer ist, als der Zwang, der durch den Konzentrationsunterschied zwischen Stengelkorn und Restschmelze auf das vorwachsende Stengelkorn ausgeübt wird.

3. Die Ausbildung einer vor den Stengelkörnern liegenden und nach dem Blockinneren wandernden „Entmischungsgrenze“.

Die Annahme der Bildung einer „Entmischungsgrenze“ (Übergangszone flüssig-fest) erscheint deshalb als sehr wahrscheinlich, weil sich dadurch sehr kurze Diffusionswege ergeben.

Auch in der vor den Stengelkörnern liegenden verarmten Restschmelze sind immer kupfer- bzw. zinkreiche Atomaggregationen vorhanden, die sich dann an das vorwachsende Stengelkorn anlagern können, während die in dieser Übergangszone vorhandenen kupfer- bzw. zinkarmen Atomaggregationen nur in die unmittelbar vor der Übergangszone liegende Restschmelze zu diffundieren brauchen.

## 5 KRITISCHE STELLUNGNAHME ZU DEN BISHERIGEN HYPOTHESEN ÜBER DIE URSACHE DER UMGEKEHRTEN BLOCKSEIGERUNG

### 5.1 Unterkühlung — Ludwig-Soret-Phänomen

G. MASING [2] entwickelte bereits im Jahre 1922 eine Hypothese über die Ursache der umgekehrten Blockseigerung, in der er annahm, daß durch Unterkühlung in den Randzonen des Gußblockes Kristalle abgeschieden werden, die einen höheren Gehalt an *B* aufweisen, als der mittleren Zusammensetzung der Legierung entspricht. Die Restschmelze muß sich infolgedessen an *A* anreichern. G. MASING versuchte dabei, den Vorgang der umgekehrten Blockseigerung anhand des Zustandsdiagrammes zu erklären.

Aus den vorstehend mitgeteilten Versuchsergebnissen geht aber hervor, daß sich die Bildung einer *B*-reichen Kristallschicht an der Kokillenwand nur noch bedingt, das Vorwachsen der reichen Stengelkörner mit konstanter Konzentration jedoch nicht mehr mit dem Zustandsdiagramm erklären läßt.

Leider ist diese Hypothese, die in der Annahme, daß die Unterkühlung für die Ausbildung der umgekehrten Blockseigerung wichtig sei und somit einen wesentlichen Gedanken enthielt, von G. MASING [6, 8, 14, 16, 18] in den letzten Jahrzehnten mehrmals wieder selbst verworfen worden.

C. BENEDICKS [3] nahm an, daß auf Grund der Beobachtungen an Salzlösungen, magmatischen Gesteinen und metallischen Schmelzen bei Temperaturveränderungen das Ludwig-Soret-Phänomen gültig sei, d. h., daß sich bei einem Temperaturgefälle auch ein Konzentrationsgefälle im flüssigen Zustand einstellt. Der Verfasser bezieht sich in diesem Falle auf das mit Hilfe chemischer Analysen nach der Erstarrung festgestellte Konzentrationsgefälle vom Blockrand zur Blockmitte. Aus den Mikroradiogrammen, Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen geht demgegenüber hervor, daß das mit Hilfe chemischer Analysen festgestellte Konzentrationsgefälle nur ein scheinbares Konzentrationsgefälle ist und auf die durch die Probenahme bedingten Summeneffekte zurückgeführt werden kann. In Wirklichkeit zeigen die reichen Stengelkristalle eine konstante Konzentration mit einem mehr oder weniger sprunghaften Übergang zum verarmten globularen Gebiet in der Blockmitte.

### 5.2 Restschmelzenverschiebung

Die Bildung eines dichten Gußstückes ist nur dann denkbar, wenn die infolge der Volumenabnahme beim Übergang flüssigfest auftretende Schrumpfung durch das Nachfließen von Restschmelze ausgeglichen wird.



Die Annahme, daß die umgekehrte Blockseigerung dadurch entsteht, daß gemäß dem Zustandsdiagramm am Blockrand arme Kristalle ausgeschieden werden und anschließend eine Verschiebung der angereicherten Restschmelze durch eine Druck- oder Sogwirkung über die zwischen den Stengelkörnern durch Volumenkontraktion entstehenden Kapillaren oder Poren in die äußersten Randschichten erfolgt, haben die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen nicht bestätigen können, obwohl die weitaus größte Zahl der Veröffentlichungen auf dem Gebiet der umgekehrten Blockseigerung die Restschmelzen-Verschiebung als die Ursache für das Auftreten dieses Phänomens ansieht.

Der Vorgang der umgekehrten Blockseigerung beginnt vielmehr mit der Ausscheidung kupferreicher Kristalle am Blockrand und führt demgemäß zur Bildung einer kupferarmen Restschmelze. In die zwischen den dendritisch vorwachsenden Stengelkörnern durch Volumenkontraktion entstehenden Hohlräume fließt dann eine kupferarme Restschmelze ein, die, wie die Mikroradiogramme zeigen, in Form kleiner dunkler Bereiche (infolge geringerer Absorption gegenüber Röntgenstrahlen) im Stengelkorngebiet vorhanden ist.

Diese Feststellung unterstreicht auch der folgende Versuch: Wenn man eine Aluminium-Kupfer-Schmelze mit ca. 10% Cu in eine Kokille vergießt, die Restschmelze gleich wieder ausgießt, so daß nur eine ganz dünne Stengelkristallschicht an der Kokillenwand vorhanden ist, so zeigt sich, daß die Restschmelze einen niedrigeren Gehalt an Kupfer aufweist als der mittleren Zusammensetzung der Schmelze entspricht. Chemische Querschnittsanalysen zeigten folgende Ergebnisse:

1. Mittlere Zusammensetzung	9,71% Cu
Restschmelze	9,07% Cu
2. Mittlere Zusammensetzung	10,6% Cu
Restschmelze	9,9% Cu <sup>1</sup>

Auch die Annahme, daß die Porosität und Mikrolunkerung als Ursache der umgekehrten Blockseigerung anzusehen sind, muß auf Grund der hier ermittelten Versuchsergebnisse als nicht zutreffend bezeichnet werden.

Es steht außer Zweifel, daß ein Zusammenhang zwischen Porosität, Mikrolunkerung und umgekehrter Blockseigerung vorhanden ist, wie es auch umfangreiche Messungen belegen [35, 36, 37 und 38].

Es wird dabei allgemein festgestellt, daß die Stengelkörner im wesentlichen als dicht anzusehen sind, während Porosität und Mikrolunkerung im globularen Gebiet, d. h. also im zuletzt erstarrenden Teil der Restschmelze, zu finden sind. Das bedeutet aber, daß Porosität und Mikrolunkerung sich erst dann ausbilden, wenn das Wachstum der reichen Stengelkristalle beendet ist, d. h. also zu einem Zeitpunkt, an dem der eigentliche Vorgang der umgekehrten Blockseigerung schon beendet ist.

Porosität und Mikrolunkerung können daher nicht als Ursache der umgekehrten Blockseigerung angesehen werden, sondern sie sind vielmehr eine Folge der schnellen Erstarrung der verarmten Restschmelze, wenn die Überhitzungswärme über das vorwachsende reiche Stengelkorn abgeführt ist.

<sup>1</sup> Diese Analysen wurden am Institut für anorganische Chemie der Bergakademie Freiberg angefertigt. Herrn. Dipl.-chem. Büttner spreche ich dafür meinen Dank aus.

### 5.3 Kristallisationseffekt

W. ROSENKRANZ [39] fand mit Hilfe chemischer Untersuchungsmethoden im Falle des Auftretens der umgekehrten Blockseigerung einen gegenüber den eigenen Versuchsergebnissen etwas andersgearteten Zusammenhang zwischen der Kristallform und der Konzentration; er untersuchte diesen Sachverhalt jedoch nur bei mittleren Überhitzungstemperaturen. W. ROSENKRANZ hat darüber hinaus angenommen, daß eine Entmischung der Legierungspartner bei der umgekehrten Blockseigerung bereits im flüssigen Zustand einsetzt. Diese Ansicht wird auf Grund der hier durchgeführten röntgenologischen Untersuchungen ebenfalls vertreten.

Der Mechanismus, den W. ROSENKRANZ für den Vorgang der umgekehrten Blockseigerung angibt, ist aber mit den jetzt vorliegenden eigenen Versuchsergebnissen nicht in Einklang zu bringen. In der Deutung der Ursache der umgekehrten Blockseigerung hat sich W. ROSENKRANZ jedoch von den bisherigen Vorstellungen über die Ursache dieses Phänomens gelöst. Diese Deutung hat deshalb für die eigenen Untersuchungsergebnisse zunächst als Vorbild gedient.

## 6 ZUSAMMENFASSUNG

Die bisherigen Deutungen der umgekehrten Blockseigerung beruhten auf folgenden Hypothesen:

1. Unterkühlungseffekt
2. Ludwig-Soret-Phänomen
3. Restschmelzenverschiebung durch Druck- oder Sogkräfte
4. Kristallisationseffekt

Diese Hypothesen vermögen Teilerscheinungen ursächlich zu erklären, keine beschreibt aber die Gesamterscheinungen widerspruchsfrei; deshalb wurde erneut und diesmal mit Hilfe röntgenologischer Verfahren die umgekehrte Blockseigerung untersucht. Diese Versuche hatten das Ziel, entweder eine der bestehenden Hypothesen über die Ursache der umgekehrten Blockseigerung zu bestätigen, oder aber zu einer neuen, den Realvorgang dieses Phänomens beschreibenden Deutung zu gelangen.

Der Einfluß der Gießtemperatur auf die umgekehrte Blockseigerung an erstarrten Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Zink-Legierungen wurde mikroradiographisch beobachtet und verschiedene Versuche zur Ermittlung des Mechanismus der umgekehrten Blockseigerung unternommen.

Die sich aus den Schwärzungsunterschieden der Mikroradiogramme ergebenden Konzentrationsunterschiede wurden mit Hilfe von chemischen Analysen, Makrohärte-, Schwärzungs-, Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen ermittelt. Dabei ergab sich aus den Mikrohärt- und Gitterkonstantenmessungen, daß sich im Falle des Auftretens umgekehrter Blockseigerung am Blockrand ein Mischkristall mit höherem Gehalt an Kupfer bzw. Zink ausscheidet, als nach den Zustandsdiagrammen beider Legierungen möglich ist.

Zur Ergänzung der Untersuchungen an erstarrten AlCu10- und AlZn10-Blöcken wurde versucht, die Vorgänge bei umgekehrter Blockseigerung bereits im flüssigen und den Übergang vom flüssigen in den festen Zustand zu erfassen. Diese Untersuchungen wurden mit Röntgenblitzaufnahmen durchgeführt, die die Möglichkeit gaben, den Entmischungsvorgang in seinen Einzelheiten festzuhalten.

Aus den mikroradiographischen Untersuchungen, den Konzentrationsbestimmungen sowie aus den Röntgenblitzaufnahmen geht hervor, daß keine der bisher bestehenden Auffassungen über die Ursache der umgekehrten Blockseigerung bestätigt werden konnte.

Die umgekehrte Blockseigerung ist vielmehr ein komplexer Vorgang, wobei drei Ursachen für das Auftreten dieses Phänomens bestimmend sind:

1. Die Bildung einer kupfer- bzw. zinkreichen unterkühlten Schmelze an der Kokillwand.

Gelesen  
Brennstofftechnik  
Freiburg

2. Das Bestreben der kupfer- bzw. zinkreichen Stengelkristalle, in der einmal gebildeten Struktur und Konzentration weiterzukristallisieren (Le Chatelier-Braunschensches Prinzip).
3. Die Ausbildung einer vor den Stengelkörnern liegenden und nach dem Blockinnern wandernden „Entmischungsgrenze“.

Die Gründe des Auftretens umgekehrter Blockseigerung für einen ganz bestimmten Bereich der Abkühlungsgeschwindigkeiten wurden in Verbindung mit den Untersuchungsergebnissen diskutiert.

Die bisher bestehenden Hypothesen über die Ursache dieses Phänomens wurden einer kritischen Betrachtung unterzogen.

Deutsches  
Brennstoffinstitut  
Freiberg/Sa.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. F. ERDMANN-JESNITZER, danke ich für die freundliche Unterstützung und für wertvolle Anregungen bei der Durchführung dieser Arbeit.

Gleichzeitig spreche ich Herrn Prof. Dr. rer. nat. habil. F. GÜNTHER für sein dieser Arbeit jederzeit entgegengebrachtes wohlwollendes Interesse sowie für förderliche Hinweise und Diskussionen meinen Dank aus.

Dem Direktor des Institutes für Gießereikunde an der Bergakademie Freiberg, Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. J. CZIKEL, gilt mein Dank für die Aussprachen über die Deutung des Gußzustandes.

Ferner danke ich dem Direktor des Institutes für Physikalische Chemie an der Bergakademie Freiberg, Herrn Prof. Dr.-Ing. W. MANNCHEN, für die Durchsicht dieser Arbeit.

## L I T E R A T U R

- [1] CZIKEL, J. und HIRSCH, J.: Freiburger Forschungsheft B 8 (1955) S. 33.
- [2] MASING, G.: Z. Metallkunde 14 (1922) S. 204.
- [3] BENEDICKS, C.: Trans. Amer. Inst. Mining metallurg. Eng. 71 (1925) S. 597.
- [4] RUF, J.: Z. Metallkunde 36 (1944) S. 25.
- [5] GENDERS, R.: J. Inst. Metals 37 (1927) S. 241.
- [6] MASING, G. und HAASE, C.: Wiss. Veröff. Siemens VI (1927) 28) S. 210.
- [7] BAUER, O. und ARNDT, H.: Z. Metallkunde 13 (1921) S. 497.
- [8] MASING, G. und HAASE, C.: Wiss. Veröff. Siemens VI (1927/28) S. 21.
- [9] SCHEIL, E. und WURST, H.: Z. Metallkunde 30 (1938) S. 4.
- [10] WATSON, J. H.: J. Inst. Metals 49 (1939) X. 347.
- [11] CORRENS, C. und STEINBORN, W.: Z. Kristallogr. 101 (1939) S. 117.
- [12] CLAUS, W.: Metall 16 (1937) S. 917.
- [13] KÜHNEL, R.: Z. Metallkunde 14 (1922) S. 462.
- [14] MASING, G.: Lehrbuch der allg. Metallkunde. Springer Verlag (1950) S. 235f.
- [15] SIEVERTS, A.: Z. Metallkunde 21 (1929) S. 37.
- [16] MASING, G.: Z. Metallkunde 19 (1927) S. 222.
- [17] CLAUS, W.: Z. Metallkunde 19 (1927) S. 373.
- [18] MASING, G. und DAHL, O.: Z. anorg. allg. Chemie 154 (1926) S. 189.
- [19] CLAUS, W. und GOECKE, H.: Gießerei 16 (1929) S. 73.
- [20] CLAUS, W. und BAUER, F. W.: Metallwirtschaft 15 (1936) S. 587.
- [21] BOHNER, H.: Aluminiumhauszeitschrift d. V. A. W. und Erftwerke A. G. 4 (1932) S. 24.
- [22] FRAENKEL, W. und GÖDECKE, W.: Z. Metallkunde 21 (1929) S. 24.
- [23] VERŐ, J.: Mitt. d. berg- u. hüttenm. Abt. d. Kgl. Ung. Palatin-Joseph-Universität Sopron 8 (1936) S. 194.
- [24] BRENNER, P. und ROTH, W.: Z. Metallkunde 32 (1940) S. 10.
- [25] RÖHRIG, H.: Metall 2 (1948) S. 33.
- [26] MASING, G. und HAASE, C.: Z. Metallkunde 17 (1925) S. 251.
- [27] FRAENKEL, W. und GÖDECKE, W.: Z. Metallkunde 21 (1929) S. 322.
- [28] JOKIBE, K.: J. Inst. Metals 31 (1924) S. 224.
- [29] VOSSKÜHLER, H.: Z. Metallkunde 40 (1949) S. 305.
- [30] SCHEIL, E.: Z. Metallkunde 38 (1947) S. 69.
- [31] KÄSTNER, H.: Z. Metallkunde 41 (1950) S. 193 u. 247.
- [32] MUROMACHI, S.: Nippon Kinzoku Cakai-Si 17 8 (1953) S. 397.
- [33] ELLIS, O. W.: Trans. Amer. Foundrymen's Assoc. 41 (1933) S. 347.
- [34] ALTENPOHL, D.: Z. Metallkunde 44 (1953) S. 536.
- [35] RANSLEY, C. E. und TALBOT, D. E.: Z. Metallkunde 46 (1955) S. 328.
- [36] SIEBEL, G., ALTENPOHL, D. und COHEN, H. M.: Z. Metallkunde 44 (1953) S. 173.
- [37] ALLEN, N. P. und PUDDEPHAT, S. M.: J. Inst. Metals 57 (1935) S. 79.
- [38] NICKELL, G.: Promotion Bergakademie Freiberg 1957.
- [39] ROSENKRANZ, W.: Metall 6 (1952) S. 597.
- [40] MASING, G. und SCHEUER, E.: Z. Metallkunde 25 (1933) S. 173.
- [41] ALTENPOHL, D.: Z. Metallkunde 46 (1955) S. 535.
- [42] BAUER, O. und ARNDT, H.: Z. Metallkunde 15 (1923) S. 229.
- [43] MASING, G.: Z. Metallkunde 17 (1925) S. 251.
- [44] MASING, G. und HAASE, C.: Wiss. Veröff. Siemens IV (1925) S. 113.
- [45] WORONOFF, S. M.: Z. Metallkunde 21 (1929) S. 310.
- [46] CLAUS, W. und DANGO, B.: Z. Metallkunde 19 (1927) S. 356.
- [47] GÜNTHER, F. und JEHMLICH, G.: Z. Metallkunde 50 (1959) S. 288.
- [48] SCHULZ, F. und HANEMANN, H.: Z. Metallkunde 33 (1941) S. 124.
- [49] THUM, A., SAUL, K. H. und PETERSON, C.: Z. Metallkunde 31 (1939) S. 352.
- [50] GLOCKER, R.: Materialprüfung mit Röntgenstrahlen. Springer-Verlag 1949, S. 295.
- [51] ERDMANN-JESSITZER, F. und BERNHARDT, W.: Z. Metall 11 (1957) S. 1032.
- [52] SAUERWALD, F.: Z. Metallkunde 41 (1950) S. 97.
- [53] FROST, B. R. T.: Progress in Metal Physics 5 (1954). Pergamon Press Ltd. London, S. 96.
- [54] MITSCHKE, R.: Technische Mitteilungen 49 (1956) S. 1.
- [55] YAO, T. P. und KONDIC, V. J.: J. Inst. Metals 81 (1952) S. 17.
- [56] PELZEL, E.: Berg- u. Hüttenm. Monatsschrift Montan. Hochsch. Leoben 94 (1949) S. 10.
- [57] DANILOW, V. J. und RADTSCHENKO, J. V.: Z. Physik Sowjet 12 (1937) S. 756.
- [58] HENDUS, H.: Z. f. Naturforschung 20 a (1947) S. 505.
- [59] SCHWARZ, K. E.: Elektrolyt. Wanderung in festen u. flüssigen Metallen. Leipzig 1940.
- [60] KLEMM, A. und MONSE, E. U.: Z. f. Naturforschung 12 a (1957) S. 319.
- [61] SCHEIL, E.: Gießerei, Techn. wiss. Beihefte (1951) S. 201.
- [62] EUCKEN, A.: Grundriß der phys. Chemie, Leipzig (1951) S. 323.
- [63] CZIKEL, J.: Freiburger Forschungsheft B 3 (1953) S. 51.



1017a. Nickelblei

1017a  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017b. Nickelkupfer



1017c. Nickelblei

1017c  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017d. Nickelkupfer



1017e. Nickelblei

1017e  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017f. Nickelkupfer



1017g. Nickelblei

1017g  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017h. Nickelkupfer



1017i. Nickelblei

1017i  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017j. Nickelkupfer



1017k. Nickelblei

1017k  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017l. Nickelkupfer



1017m. Nickelblei

1017m  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017n. Nickelkupfer



1017o. Nickelblei

1017o  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$



1017p. Nickelkupfer

1017p  
Zinngehalt = 50%  
 $V = 100$

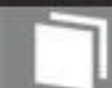


SLUB

Wir führen Wissen.

UNIVERSITÄTSBIBLIOTHEK  
FREIBERG





**SLUB**

Wir führen Wissen.

UNIVERSITÄTSBIBLIOTHEK  
FREIBERG





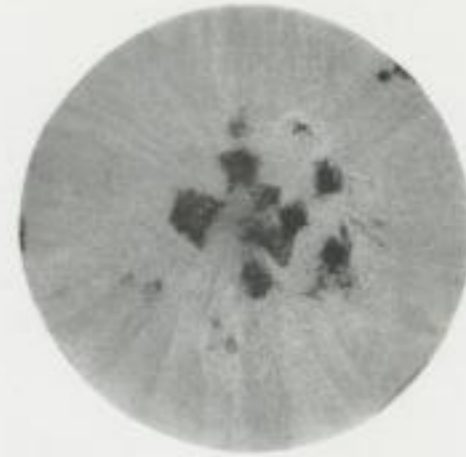


Bild 19a. Makroschliff

AlCu10

Gießtemp.  $\sim 800^\circ\text{C}$

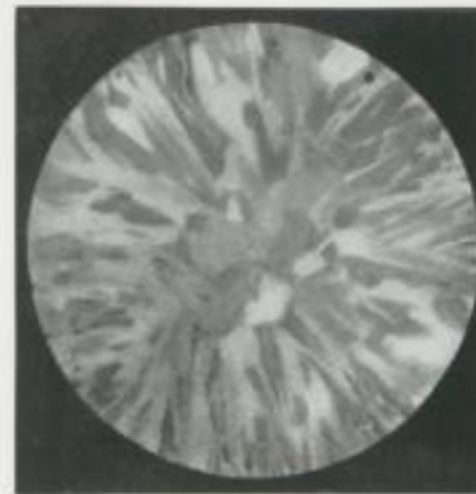


Bild 19b. Mikroradiogramm



Bild 22. Makroaufnahme  
von Querschliffen an  
den Proben

Bild 36 und 37





100274 - Stahlnagel

Korrosionsbildung an einer Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch - 100°C  
V. J. 1968



100275 - Stahlnagel

Korrosionsbildung an einer Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch - 100°C  
V. J. 1968



100276 - Stahlnagel

Korrosionsbildung an einer Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch - 100°C  
V. J. 1968



100277 - Stahlnagel

Korrosionsbildung an einer Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch - 100°C  
V. J. 1968



a



b



c



d



e

100282 -

Elektrolyseversuch an einer

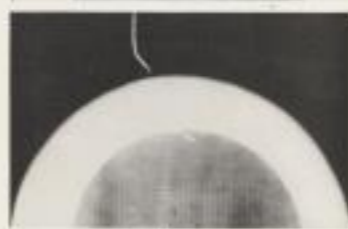
Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch

100°C - 100°C und 100°C - Elektrolyseversuch

An einer Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch



f



g



h



i



j

100286 -

Elektrolyseversuch an einer Stahlnageloberfläche

Elektrolyseversuch 100°C, 100°C und 100°C - Elektrolyseversuch an einer

Stahlnageloberfläche - Elektrolyseversuch

Freiburger  
Universität  
bibliothek



SLUB

Wir führen Wissen.

UNIVERSITÄTSBIBLIOTHEK  
FREIBERG





**SLUB**

Wir führen Wissen.

UNIVERSITÄTSBIBLIOTHEK  
FREIBERG



# FREIBERGER FORSCHUNGSHEFTE

Schriftenreihe für alle Gebiete der Montanwissenschaften

**B 35**

## METALLKUNDE

**Vorträge des X. Berg- und Hüttenmännischen Tages  
vom 28. bis 31. Mai 1958 in Freiberg**

Format 17 × 24 cm — 171 Seiten — 158 Bilder — 11 Tabellen — DM 15,—

EDER: Erholungserscheinungen an tieftemperaturverformten Metallen —  
DRÁPAL: Die Thermodynamik der Graphitbildung in Eisenlegierungen —  
WAGNER: Stapelfehler in kubisch-flächenzentrierten Metallen als Folge  
einer Kaltverformung bei tiefen Temperaturen — ROSE: Die Auflösung der  
Karbide bei der Bildung des Austenites — BUNGE: Zur Deformationsaniso-  
tropie übersättigter Mischkristalle mit einer Anwendung auf die Ausschei-  
dungsisoperme (Fe-Ni-Cu) — HADAMOVSKY: Untersuchungen zur Verfe-  
stigung und Entfestigung nach Warm- und Kaltverformung von Aluminium  
und Aluminiumlegierungen — TERMINASSOW: Röntgenographische Unter-  
suchungen des Zerstörungsmechanismus durch Dauerbruch von Eisen-  
und Nichteisenein- sowie -vielkristallen — WANTUCHOWSKI: Die Span-  
nung im Kriechversuch der Kupferdrähte als Funktion der Deformations-  
geschwindigkeit und der Querschnittsabnahme — BECHERER/BRÜMMER/  
STEPHANIK: Über die Herstellung von Einkristallen aus technischem Eisen  
und deren Verhalten bei der Spannungskorrosion — BECHERER/BRÜMMER/  
MORGENSTERN: Über die Herstellung von Aluminium-Einkristallen mit  
vorgegebener Orientierung für punktfokussierende Röntgenmonochroma-  
toren — KRAINER: Der Auslaßvorgang bei unlegiertem und niedriglegiertem  
Werkzeugstahl mit etwa 1% Kohlenstoff — KUSS/BARTHEL: Einige  
Grundlagenversuche zur Oberflächenverformung und Pittingbildung —  
GUINIER: Mechanismus der Entstehung von Preston-Guinier-Zonen.

A K A D E M I E - V E R L A G · B E R L I N

# FREIBERGER FORSCHUNGSHEFTE

Schriftenreihe für alle Gebiete der Montanwissenschaften

**B 20**

METALLKUNDE

FRITZ GÜNTHER

## **Zum Einfluß der Korngröße auf die Vermeßbarkeit von Röntgen-Rückstrahlaufnahmen**

Format 17 × 24 cm — 112 Seiten — 72 Bilder — 17 Tabellen — DM 11,—

Im Hinblick auf die Bedeutung der röntgenographischen Präzisionsmeßverfahren für die Technik (Legierungsforschung, röntgenograph. Spannungsmessung u. a. m.) wurde am Beispiel des Planfilm-Rückstrahlverfahrens der Einfluß der Kristallgröße im Versuchsobjekt auf die Gestalt und Vermeßbarkeit von Röntgeninterferenzlinien erörtert. Auf Grund gewisser Annahmen bez. Form und Anordnung der Kristallite in der Probe erfolgte eine Abschätzung des Glanzwinkelintervalls, innerhalb dessen die Vermessung einer Röntgen-Rückstrahllinie im Korngrößenbereich zwischen  $10^{-5}$  mm und  $10^{-1}$  mm bei verschiedener Wahl der Aufnahmebedingungen unsicher ist. Unter Berücksichtigung der strahlengeometrischen Einflußgrößen und der durch die Teilchengröße bedingten Reflexbreite ergab sich, daß für eine optimale Korngröße von  $10^{-4}$  mm Gitterkonstanten an Hand einer Rückstrahllinie prinzipiell nicht genauer als bis auf einige Einheiten der 5. Dezimalen bestimmbar sind und darüber hinaus der Meßfehler bei den in der Technik bisher üblicherweise angewendeten Rückstrahlverfahren mindestens in der Größenordnung von  $1 \cdot 10^{-4}$  Å liegt.

A K A D E M I E - V E R L A G · B E R L I N