

**Al-G.I.S.S. – Einschlussdetektion und -bewertung in Aluminium  
mittels Einzelfunken-Spektrometrie**

Forschungsstelle: Gießerei-Institut der RWTH Aachen

Laufzeit: 01.04.2014 bis 30.06.2016

**Zusammenfassung:**

Ziel war die Entwicklung einer statistischen Methode zur spektrometrischen Analyse von  $TiB_2$ , Oxiden, Eisenphasen  $\beta-Al_5FeSi$  und  $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$  und Na-Überveredlungsbändern in den Werkstoffen  $AlSi8Cu3$ ,  $AlSi7Mg0,3$  und EN AW-6060. Die erzielten Messdaten wurden hinsichtlich dieser Einschlüsse und Phasen mit statistischer Datenanalyse ausgewertet und die Ergebnisse mit klassischen werkstoffanalytischen Methoden verglichen. Die Auswertung hinsichtlich der  $TiB_2$ -Einschlüsse erfolgte über eine simultane Auswertung der Elementkanäle für Titan und Bor. Liegt in beiden Kanälen zur selben Funkenentladung ein Ausreißer zu höheren Intensitäten vor, so ist davon auszugehen, dass mit dieser Entladung ein  $TiB_2$ -Einschluss getroffen wurde. Als Kriterium zur Unterscheidung wurden verschiedene statistische Verfahren zur Bestimmung von Ausreißern miteinander verglichen und eine optimale Methode ausgewählt. Die Ergebnisse dieser Auswertung erlauben in dieser Form jedoch noch keine Aussage hinsichtlich der Anzahl oder Größe der  $TiB_2$ -Einschlüsse. Erst ein Vergleich mit bekannten Referenzproben ermöglicht dazu eine quantitative Aussage.

Für die Auswertung und Unterscheidung der eisenhaltigen Phasen  $\beta-Al_5FeSi$  und  $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$  wurde ein anderer Ansatz gewählt, da die Elementkonzentrationen (Fe und Mn) ver-

gleichsweise hoch sind und somit auch der Gefügeanteil an eisen- und manganhaltigen Phasen. Zudem kann die  $\beta$ -Phase in manganhaltigen Legierungen bis zu 5 Gew.-% Mangan beinhalten. Da die Auswertung bisher nur über Lichtintensitätswerte möglich ist, reicht der Mangangehalt als alleiniges Kriterium zur Unterscheidung der beiden Phasen nicht aus. Neben den Elementen Si, Fe und Mn muss folglich auch das Mn/Fe-Verhältnis berücksichtigt werden.

Zur Visualisierung der Ergebnisse müssen vier Größen parallel dargestellt werden. Dies erfolgt über quasi-binäre Schnitte, die zusammengesetzt eine 2-D-Koordinatenkarte ergeben. Jedem Koordinatenpunkt sind fünf Werte zugeordnet – die vier normierten Größen für Fe, Mn, Si und Mn/Fe sowie ein Häufigkeitswert. Für jeden Einzelfunken der Analyse wird die quadratische Abweichung zu den Koordinatenpunkten berechnet und dem Punkt mit dem Minimum zugeordnet (**Bild 1** oben). Die Methode wurde anhand der Laborproben mit unterschiedlichen Anteilen an  $\alpha-Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$  und  $\beta-Al_5FeSi$  erfolgreich überprüft.

Die Bestimmung von Oxiden stellt die größte Herausforderung dar. Einerseits ist Sauerstoff schwierig präzise zu messen, was durch Restsauerstoff im Funkenstand, oberflächlich anhaftenden Sauerstoff an der Probe und die sich ausbildende Oxidschicht auf der Analysefläche bedingt ist. Auf der anderen Seite steht jedoch außer dem Sauerstoffkanal zur Bestimmung



Das IGF-Vorhaben Nr. 17412 N der Forschungsvereinigung Gießereitechnik e.V., Hansaallee 203, 40549 Düsseldorf, wurde über die AiF Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung IGF vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Gefördert durch:

Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energieaufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

von Aluminiumoxid in einer Al-Matrix keine Alternative zur Verfügung. Die gewählte Herangehensweise sieht vor, das Ergebnis des Sauerstoffmesskanals über eine Referenzprobe von den Einflüssen von Fremdsauerstoff möglichst zu bereinigen. Hierfür wurden eine Null-Sauerstoff-Intensitätskurve über eine Al99,999-Probe der Firma Hydro Aluminium am Spektrometer gemessen und die weiteren Proben über diesen Verlauf bereinigt. Die Auswertung der bereinigten Intensitätswerte hinsichtlich Ausreißern im Sauerstoffkanal zeigt für Proben mit deutlichen Oxidnestern gegenüber sauberen Proben klare Ergebnisse. Schwieriger ist die Beurteilung von Proben, deren Oxidanteile im Auflichtmikroskop nicht sicher zu bestimmen sind.

Im Rahmen des Forschungsvorhabens konnten neue Methoden und Vorgehensweisen zur Auswertung von OES-PDA-Daten zur Identifizierung von Einschlüssen und Phasen in Aluminiumwerkstoffen untersucht werden. Das Vorgehen zur Bestimmung kleiner Phasen mit

geringen Gefügeanteilen mittels Ausreißertest zeigt sich erfolgreich und vielversprechend für eine zukünftige Quantifizierung der Ergebnisse. Die neuartige Bestimmung der eisenhaltigen Phasen  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  und  $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$  über die Zuordnung zu einer Koordinatenkarte zeigt sich ebenfalls erfolgreich.

Für die einfache und schnelle industrielle Anwendung sowie für die Auswertung der besonders relevanten Oxideinschlüsse ist eine Bearbeitung weiterer Fragestellungen erforderlich, welche im Folgevorhaben Al-G.I.S.S. II adressiert werden. Dazu zählt unter anderem die Erweiterung der OES-PDA-Technologie um eine quantitative Messung der Elemente in jedem einzelnen Funken. Dadurch sollen eine deutliche Steigerung der Aussagegenauigkeit und neben qualitativen auch quantitative Ergebnisse ermöglicht werden.

**Das Forschungsziel wurde erreicht.**

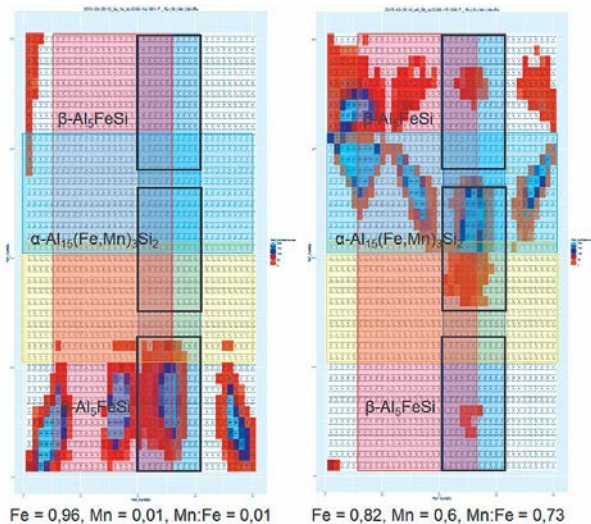


Bild 1: Untersuchung der Phasenanteile für die Legierung AlSi8Cu3 mit unterschiedlichen Eisen- und Mangananteilen. Links: Fe = 0,96, Mn = 0,01, Mn/Fe = 0,01; Rechts: Fe = 0,82, Mn = 0,6, Mn/Fe = 0,73. Die Ergebnisse zeigen, dass sich je nach Vorliegen von  $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$  oder  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  die Häufigkeitswerte auch in den jeweiligen Bereichen der 2D-Koordinatenkarte wiederfinden.

Der vollständige Schlussbericht liegt vor und kann schriftlich angefordert werden bei der

Forschungsvereinigung Gießereitechnik e.V.  
 Hansaallee 203 - 40549 Düsseldorf  
 Fax: 0211 / 6871 40 245 - Email: fvg@bdguss.de