

---

# **BACHELORARBEIT**

---

Herr  
**Johannes Thiele**

**Entwicklung eines  
Praktikumsplatzes zur  
thermischen Analyse**

Mittweida, 2018



Fakultät Ingenieurwissenschaften

---

# **BACHELORARBEIT**

---

## **Entwicklung eines Praktikumsplatzes zur thermischen Analyse**

Autor:

**Herr**

**Johannes Thiele**

Studiengang:

**Maschinenbau**

Seminargruppe:

**MB13wF-B**

Erstprüfer:

**Prof. Dr.-Ing. Frank Hahn**

Zweitprüfer:

**Dipl.-Ing. (FH) Frank Poschmann**

Einreichung:

**Mittweida, 20.August.2018**

Verteidigung/Bewertung:

**Mittweida, 24.August.2018**

Faculty Engineering Sciences

---

# **BACHELOR THESIS**

---

## **Development of an internship for thermal analysis**

author:

**Mr.**

**Johannes Thiele**

course of studies:

**mechanical engineering**

seminar group:

**MB13wF-B**

first examiner:

**Prof. Dr.-Ing. Frank Hahn**

second examiner:

**Dipl.-Ing. (FH) Frank Poschmann**

submission:

**Mittweida, 20.August.2018**

defence/ evaluation:

**Mittweida, 24.August.2018**

## **Bibliografische Beschreibung:**

Thiele, Johannes:

Entwicklung eines Praktikumsplatzes zur thermischen Analyse. – 2018. – S. 6, S. 41. – S. 11

Mittweida, Hochschule Mittweida, Fakultät Ingenieurwissenschaften, Bachelorarbeit, 2018

## **Referat:**

Theoretische Grundlagen. Versuchsdurchführung.  
Versuchsergebnisse. Diskussion



# Inhaltsverzeichnis

<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>I</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b> .....	<b>III</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b> .....	<b>V</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b> .....	<b>VI</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen zur thermischen Analyse</b> .....	<b>2</b>
2.1 Begriffserklärungen .....	2
2.2 Zustandsdiagramme.....	5
2.3 Zweistoffsysteme.....	6
2.3.1 System mit völliger Löslichkeit im festen Zustand.....	7
2.3.2 System mit völliger Unlöslichkeit im festen Zustand .....	7
2.3.3 System mit begrenzter Löslichkeit im festen Zustand .....	8
2.3.3.1 System mit begrenzter Löslichkeit - Eutektisches System .....	8
2.3.3.2 System mit begrenzter Löslichkeit - Peritektisches System .....	9
2.3.3.3 System mit eutektoider Umwandlung .....	10
2.3.3.4 System mit peritektoider Umwandlung .....	11
2.3.4 System mit intermetallischer Phase.....	12
2.3.5 Reale Zustandssysteme .....	14
<b>3 Aufgabenstellung</b> .....	<b>15</b>
<b>4 Versuchsdurchführung</b> .....	<b>16</b>
4.1 Entwicklung und Konstruktion einer Versuchseinrichtung zur thermischen Analyse .....	17
4.2 Messungen an Blei und Zinn .....	22
4.3 Messungen am Bismut-Zinn-System .....	24
4.4 Metallografische Untersuchung .....	26
4.5 Härtemessung.....	27
<b>5 Versuchsergebnisse</b> .....	<b>28</b>
5.1 Thermische Analyse an Blei und Zinn .....	28

---

5.2	<i>Thermische Analyse des Zweistoffsystems Bismut-Zinn .....</i>	<i>30</i>
5.3	<i>Metallografische Untersuchungen der Bismut-Zinn-Legierungen .....</i>	<i>33</i>
5.4	<i>Härtemessung der Bismut-Zinn-Legierungen .....</i>	<i>35</i>
<b>6</b>	<b>Diskussion.....</b>	<b>37</b>
<b>7</b>	<b>Literatur- und Quellenverzeichnis .....</b>	<b>40</b>
<b>8</b>	<b>Anhang .....</b>	<b>41</b>
<b>9</b>	<b>Selbstständigkeitserklärung</b>	

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Darstellung der Halte- und Knickpunkte im Temperaturverlauf .....	5
Abbildung 2: Schematische Vorgehensweise zur Erstellung eines Zustandsschaubildes ..	6
Abbildung 3: System mit völliger Unlöslichkeit im festen Zustand.....	8
Abbildung 4: Zustandsschaubild für das Bismut-Zinn-System .....	9
Abbildung 5: System mit begrenzter Löslichkeit im festen Zustand - peritektisches System .....	10
Abbildung 6: System mit eutektoider Umwandlung.....	11
Abbildung 7: System mit peritektoider Umwandlung.....	12
Abbildung 8: Zustandsschaubild mit kongruent schmelzender intermetallischer Phase a) mit völliger Löslichkeit im flüssigen Zustand b) mit begrenzter Löslichkeit im flüssigen Zustand .....	13
Abbildung 9: Zustandsschaubild mit inkongruent schmelzender intermetallischer Phase a) mit völliger Löslichkeit in flüssigen Zustand b) mit begrenzter Löslichkeit im flüssigen Zustand .....	13
Abbildung 10: Zustandsschaubild für das Kupfer-Zinn-System .....	14
Abbildung 11: Messplatz mit Messanordnung .....	17
Abbildung 12: Konstruktionsvariante 1 mit Entnahmeevorrichtung - Solidworks 17/18 .....	18
Abbildung 13: Schematische Darstellung einer thermischen Analyse.....	19
Abbildung 14: Schmelztiegel mit angelöteten Bolzen .....	20
Abbildung 15: Frontalansicht der Schmelztiegelkonstruktion .....	21
Abbildung 16: Tauchrohr nach dem Bleiversuch .....	21
Abbildung 17: Hebevorrichtung - Solidworks 17/18 .....	22

---

Abbildung 18: Draufsicht der Schmelztiegelkonstruktion .....	22
Abbildung 19: Versuchsaufbau für thermische Analyse an Blei und Zinn .....	23
Abbildung 20: Verschlusschraube nach dem Bleiversuch .....	23
Abbildung 21: Tauchrohr mit Gewindestift.....	24
Abbildung 22: Entwicklung der Tauchrohre .....	25
Abbildung 23: Schmelztiegel mit Isolierung aus Steinwolle .....	26
Abbildung 24: Abkühlverläufe reines Blei – TestLink SE309 .....	29
Abbildung 25: Abkühlverläufe reines Zinn - TestLink SE309 .....	29
Abbildung 26: Abkühlverläufe reines Bismut/Zinn - Fehler Bismut – TestLink SE309.....	30
Abbildung 27: Abkühlverläufe reines Bismut/Zinn – TestLink SE309.....	31
Abbildung 28: Abkühlverläufe der Bismut-Zinn-Legierungen – TestLink SE309 .....	31
Abbildung 29: Abkühlverläufe der Versuche am Eutektikum - TestLink SE309 .....	32
Abbildung 30: Übersicht Querschliff Bismut geätzt Objektiv 5x .....	34
Abbildung 31: Übersicht Querschliff Zinn geätzt Objektiv 20x .....	34
Abbildung 32: Übersicht Querschliff 15%Bismut geätzt Objektiv 20x .....	34
Abbildung 33: Übersicht Querschliff 40%Bismut geätzt Objektiv 10x .....	34
Abbildung 34: Übersicht Querschliff Eutektikum ungeätzt Objektiv 50x.....	34
Abbildung 35: Übersicht Querschliff 90%Bismut ungeätzt Objektiv 10x .....	34

---

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Ergebnisse der Härteprüfung nach Vickers im Kleinkraftbereich.....	35
Tabelle 2: Endgültige Härtewerte nach DIN EN ISO 6507-1:2018-07 .....	36

## Abkürzungsverzeichnis

$\alpha$  - Mischkristall                      A – reicher Mischkristall

$\beta$  - Mischkristall                      B – reicher Mischkristall

# 1 Einleitung

Das Thema der vorliegenden Arbeit ist die Optimierung des Versuchsaufbaues für das Praktikum zur Ermittlung von Zustandsdiagrammen. Dort werden mit Hilfe von Thermoelementen Abkühlverläufe von Reinstoffen und Legierungen aufgenommen. Das entsprechende Zustandsdiagramm wird anschließend aus den gesammelten Werten entwickelt. Studentinnen und Studenten sollen mit Hilfe dieser Arbeit die Zusammenhänge zwischen den Umwandlungen im Gefüge eines Werkstoffes und den daraus folgenden Veränderungen in den Abkühlkurven anschaulich kennenlernen.

Durch eine neue Konstruktion sollen die markanten Punkte innerhalb der Abkühlkurven im Vergleich zum bestehenden Aufbau exakter getroffen werden. Darüber hinaus werden die Elemente in Handhabung und Sicherheit verbessert, indem der Transport des Aufbaues zum Messort erleichtert wird. Das neue Konzept zur Temperatureaufnahme basiert auf dem Einsatz von Tauchrohren.

Ein weiterer Faktor soll die Untersuchung eines neuen Stoffsystems sein. Der bislang verwendete Praktikumsplan behandelte das Blei-Zinn-System. Aufgrund der toxikologischen Eigenschaften von Blei ist es als Werkstoff in vielen Einsatzgebieten verschwunden, weshalb ein neues Legierungssystem getestet wird. Um den Laborversuch möglichst Praxisnah zu gestalten, wird wieder eine Werkstoffzusammensetzung aus der Gruppe der Weichlote eingesetzt. Bismut-Zinn wurde als neues Legierungssystem ausgewählt, da es wie Blei-Zinn zu der Gruppe der eutektischen Systeme gehört und beide Phasendiagramme eine große Ähnlichkeit aufweisen.

In Anbetracht der momentan verwendeten Schmelztiegelkonstruktion soll auch das Thema Sicherheit in der vorliegenden Arbeit einbezogen werden.

Im Hinblick auf die Zielsetzung der vorliegenden Bachelorarbeit werden im Kapitel 2 die theoretischen Grundlagen zur Vorbereitung auf das Praktikum erläutert. Die Aufgabenstellung wird im Kapitel 3 nochmal umfangreicher beschrieben während in Kapitel 4 erklärt wird wie die Laborversuche im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden. Im Kapitel 5 werden dann die Ergebnisse dargestellt. Die Diskussion im Kapitel 6 interpretiert die Ergebnisse und soll aufzeigen, ob die Veränderungen an dem Versuchsaufbau für den Einsatz im Praktikum geeignet sind.

## 2 Grundlagen zur thermischen Analyse

Für das Praktikum ist ein gewisses Grundlagenwissen der Studenten essenziell. Um Vorgänge innerhalb des Werkstoffes besser verstehen und Zusammenhänge nachvollziehen zu können, sollen hier die wichtigsten Begriffe definiert werden. Daneben sind auch Kenntnisse über Phasenumwandlungen, Kristallisation, Keimbildung und Kristallarten relevant. Dieser Abschnitt soll für die Studenten eine zusätzliche Möglichkeit speziell zur Vorbereitung auf dieses Praktikum darstellen und sich dabei überwiegend auf das neue im Laborversuch verwendete Bismut-Zinn-Legierungssystem beziehen.

Die Studenten führen bei dem Versuch eine thermische Analyse an dem Bismut-Zinn-System durch. Bei der thermischen Analyse, handelt es sich um eine exakte Messung zur Ermittlung von Temperatur-Zeit-Verläufen metallischer Stoffe.

### 2.1 Begriffserklärungen

Im folgendem gehe ich auf die Begriffe Gefüge, System, Phasen und Enthalpie ein.

Gefüge ist der erste wichtige Grundbegriff bei der Analyse von Zustandsschaubildern.

„Unter dem Gefüge eines Werkstoffes wird die Gesamtheit aller an seinem Aufbau beteiligten Phasenbereiche und der darin enthaltenen Defekte verstanden. Das Gefüge ist durch die Art, Größe, Form, Verteilung und Orientierung der Gefügebestandteile charakterisiert.“ <sup>[1]</sup>

Die Gefügebestandteile werden als Kristalle, Körner oder Füllstoffe bezeichnet und sind durch Gefügegrenzen, auch als Korngrenzen bzw. Phasengrenzen beschrieben, voneinander getrennt. <sup>[2]</sup> Gefügeuntersuchungen geben Aufschluss über die Vorgeschichte und Eignung für bestimmte Verarbeitungsverfahren eines Materials und sind somit wichtige Informationen für die Werkstoffwissenschaft und Fertigungstechnik. Das Gebiet, welches sich mit der quantitativen und qualitativen Beschreibung des Gefüges auf makroskopischer und mikroskopischen Ebene befasst, ist die Metallographie. Makroskopische Eigenschaften sind zum Teil schon mit bloßem Auge zu erkennen, wie z. B. die Poren aus der Gussverarbeitung.

---

<sup>1</sup> Worch, Hartmut; Pompe, Wolfgang; Schatt, Werner 2011, S.249.

<sup>2</sup> Vgl. Worch et al. 2011, S.249.

Die mikroskopischen Bestandteile eines Werkstoffgefüges sind erst unter einem Licht- oder Elektronenmikroskop erkennbar und benötigen eine besondere Vorbereitung für die Untersuchung. <sup>[3]</sup>

Von einem System wird gesprochen, wenn man eine bestimmte Menge Stoff abgegrenzt von der Umgebung vorliegen hat. Innerhalb des Systems kann sich die Phase, in der sich der Stoff befindet, abhängig von bestimmten Zustandsgrößen wie etwa Druck und Temperatur, ändern. Bei Mehrstoffsystemen kommt als weitere beeinflussende Zustandsgröße die Konzentration der Einzelstoffe hinzu. <sup>[4]</sup>

Unter Phasen sind Zustandsformen zu verstehen, welche die homogenen Bestandteile eines stofflichen Systems definieren. Dabei handelt es sich um abgegrenzte Volumina mit in sich annähernd gleichen chemischen und physikalischen Eigenschaften. Als homogen wird eine Substanz dann bezeichnet, wenn diese eine einheitliche atomare Anordnung und Zusammensetzung aufweist. Ein Stoff kann somit durch Veränderung der Zustandsgrößen eine andere Phase annehmen. Bekannte Arten von Phasen sind gasförmige, flüssige und feste Phasen. Darüber hinaus gibt es Lösungsphasen, wo als Beispiel die Mischkristalle einzuordnen sind und Verbindungsphasen, wie z. B. Titaniumcarbid. Abhängig durch die Zustandsgrößen begibt sich der Einzelstoff in eine Phase oder bildet ein Gleichgewicht aus zwei Phasen. Wechselt eine Substanz beispielsweise durch Zufuhr von Wärmeenergie von der festen in die flüssige Phase, spricht man von der Phasenumwandlung. Im Gegensatz dazu bezeichnet man den Übergang von der flüssigen in die feste Phase, also das Erreichen der Erstarrungstemperatur aufgrund von Wärmeentzug, als Kristallisation. Weiterhin ist zu bedenken, dass ein Stoff immer in dem Bestreben ist einen Zustand mit niedrigerer freier Enthalpie zu erreichen. <sup>[5]</sup>

„Die freie Enthalpie  $G$  ist eine thermodynamische Größe und ist wie folgt definiert.“ <sup>[6]</sup>

$$G = H - T * S \quad [7]$$

$G$  = freie Enthalpie

$H$  = Enthalpie

$T$  = Temperatur

$S$  = Entropie

---

<sup>3</sup> Vgl.: Riehle und Simmchen 2009, S.53.

<sup>4</sup> Vgl.: Seidel und Hahn 2014, S.75.

<sup>5</sup> Vgl.: Seidel und Hahn 2014, S.40.

<sup>6</sup> Hahn 2015, S.2.

<sup>7</sup> Hahn 2015, S.2.

Die Enthalpie  $H$  (als Summe der inneren Energie  $U$ ), geht als Gesamtheit der thermischen und chemischen Energie und der Volumenarbeit in die Gleichung ein.

$$H = U + p * V \quad [8]$$

$U$  = innere Energie

$p * V$  = Volumenarbeit

Die Enthalpie  $H$  ist, vereinfacht ausgedrückt, der Wärmehalt des Systems, welcher durch einen Temperaturanstieg zunimmt. „Die Entropie  $S$  ist ein Maß für den Ordnungszustand im System.“<sup>[9]</sup> Zusätzlich strebt ein System auch einen Zustand mit einer möglichst geringen Ordnungszahl an. Mit höherer Temperatur ist die Bewegung der Teilchen und Moleküle stärker und schneller, was zur Folge hat, dass der Ordnungsgrad abnimmt. Damit steigt die Entropie und als Folge daraus ist die freie Enthalpie  $G$  einer Phase nicht konstant. „Der Anstieg der freien Enthalpie über der Temperatur verläuft für jede Phase charakteristisch“.<sup>[10]</sup>

In Bezug auf das Praktikum, in dem die Studenten kontinuierlich die Temperaturveränderung über die Kristallisation hinaus aufnehmen, müssen Abkühlverläufe interpretiert werden. Dafür sind die Begriffe Haltepunkt und Knickpunkt essenziell.

Betrachtet man die Temperaturverläufe eines reinen Metalls, wird schnell deutlich, dass die Temperaturen nicht gleichmäßig steigen bzw. sinken. Bei Erreichen der Schmelz- oder Erstarrungstemperatur des Metalls verringert sich die Abkühlgeschwindigkeit auf fast 0, dieses Phänomen wird als Haltepunkt bezeichnet. Führt man einem System Wärmeenergie zu, steigt die Temperatur an dieser Stelle nicht weiter an. Dies hat den Grund, dass die Energie benötigt wird, um die Bindungskräfte zu überwinden und damit die Kristallstruktur aufzulösen. Sind alle Bindungen gelöst, steigt auch die Temperatur des Systems wieder an. Im Gegenzug entstehen die Haltepunkte bei der Abkühlung durch den freiwerdenden Energiebetrag der Phasenumwandlung. Das bedeutet, bei Erwärmung und Abkühlung ist die Geschwindigkeit, mit der sich die Temperatur ändert, im Moment der Phasen- bzw. Zustandsänderungen sehr gering. Folglich bilden sich, wie in der Abbildung 1 zu sehen, die charakteristischen Punkte in den Temperaturverläufen. In den Abkühlverläufen von Legierungen treten sogenannte Knickpunkte auf, welche den Anfangs- und Endpunkt der Kristallisation beschreiben. Zwischen den beiden Knickpunkten kühlt die Legierung langsamer ab und diesen Bereich bezeichnet man auch als Erstarrungsintervall. Innerhalb des Erstarrungsintervalls nimmt der Anteil der Schmelze ab und der Anteil von  $\alpha$ -Mischkristall zu.

---

<sup>8</sup> Hahn 2015, S.3.

<sup>9</sup> Hahn 2015, S.3.

<sup>10</sup> Hahn 2015, S.3.

Am zweiten Knickpunkt ist die Erstarrung abgeschlossen und die folgende Abkühlung verläuft wieder beschleunigt. <sup>[11]</sup>

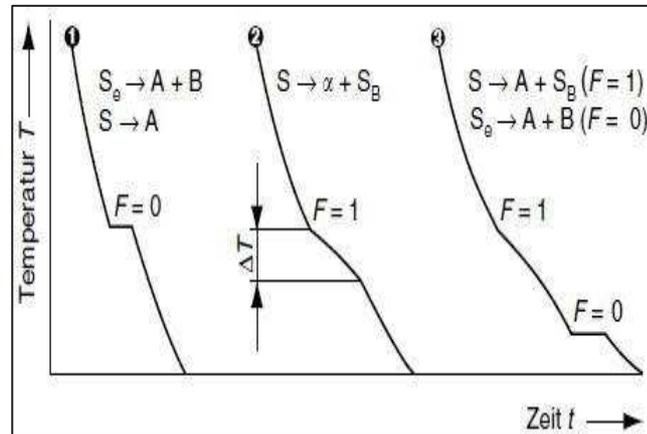


Abbildung 1: Darstellung der Halte- und Knickpunkte im Temperaturverlauf <sup>[12]</sup>

Weitere wichtige Begriffe zur Beschreibung von Zustandsdiagrammen sind Liquidus- und Soliduslinie. Die Grenze zwischen homogener Schmelze und dem Zweiphasengebiet aus Schmelze und  $\alpha$  – Mischkristall bezeichnet man als Liquiduslinie. Als Soliduslinie bezeichnet man die Grenze zwischen dem Zweiphasengebiet und dem festen Mischkristall. „Oberhalb der Liquiduslinie ist die Legierung vollständig flüssig, unterhalb der Soliduslinie vollständig erstarrt.“ <sup>[13]</sup>

## 2.2 Zustandsdiagramme

„Im Zustandsschaubild werden alle möglichen Zustandsänderungen eines Systems vollständig wiedergegeben.“ <sup>[14]</sup> Zustandsschaubilder werden auch als Zustandsdiagramme bezeichnet und sind die bildliche Darstellung der Phasenänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur und der Konzentration von Legierungen. Von einer Legierung spricht man im Allgemeinen nur, wenn dem Werkstoff absichtlich ein oder mehrere Elemente zugemischt wurden. Praktisch bestehen metallische Werkstoffe immer aus mehreren Komponenten, z.B. Oxidationsschichten, die bei Kontakt mit Sauerstoff entstehen. Im Praktikum beschränkt man sich dabei auf die Reinstoffe und Zweistoffsysteme, so wird das auch in dieser Arbeit der Fall sein. <sup>[15]</sup>

<sup>11</sup> Vgl.: Hahn 2015, S.12 - 13.

<sup>12</sup> Bargel und Schulze 2012, S.47.

<sup>13</sup> Hahn 2015, S.3.

<sup>14</sup> Bargel und Schulze 2012, S.44.

<sup>15</sup> Vgl.: Bargel und Schulze 2012, S.46.

Es gibt verschiedene experimentelle Methoden zur Bestimmung von Zustandsschaubildern. Diesen liegt eine Messung von Eigenschaften zu Grunde, welche sich bei der Phasenumwandlung diskontinuierlich verändern.

„Als geeignet hat sich die Messung der Längenänderung, der magnetischen Suszeptibilität, des elektrischen Widerstandes oder der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur erwiesen.“ [16]

Für die Untersuchung von Phasenumwandlungen genügt es, die zeitliche Änderung der Temperatur in Form von Abkühlkurven festzuhalten. Diese Vorgehensweise bezeichnet man als thermische Analyse.

Überträgt man die zu den einzelnen Konzentrationen zugehörigen Umwandlungstemperaturen, welche als Knick- bzw. Haltepunkte in den Abkühlkurven zu sehen sind, in das Temperatur-Konzentrations-Diagramm, so erhält man die Punkte mit denen die Kurven konstruiert und die Schaubilder grafisch dargestellt werden können. [17] Die schematische Vorgehensweise wird in der Abbildung 2 aufgezeigt.

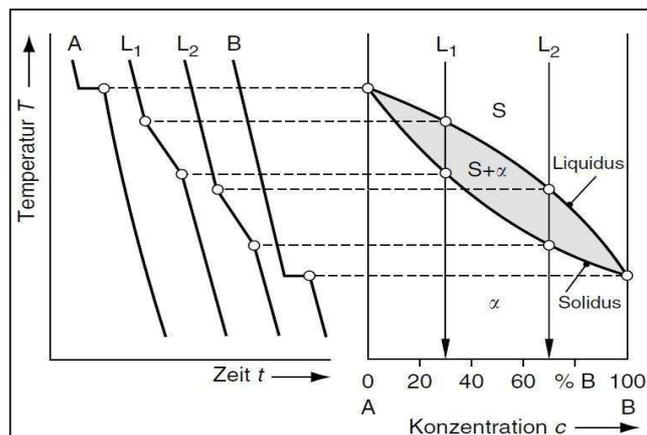


Abbildung 2: Schematische Vorgehensweise zur Erstellung eines Zustandsschaubildes [18]

## 2.3 Zweistoffsysteme

Zustandsdiagramme binärer Systeme werden in mehrere Arten unterteilt, dort wird die Löslichkeit der Legierungselemente im flüssigen und festen Zustand betrachtet. In den folgenden Abschnitten werden die Grundtypen genauer erläutert, wobei immer von einer völligen Löslichkeit im flüssigen Zustand ausgegangen wird.

<sup>16</sup> Worch et al. 2011, S.207.

<sup>17</sup> Vgl.: Worch et al. 2011, S.207 - 213.

<sup>18</sup> Bargel und Schulze 2012, S.47.

### 2.3.1 System mit völliger Löslichkeit im festen Zustand

Alle Abkühlkurven, mit Ausnahme der von den Reinstoffen, zeigen bei diesem Legierungstyp, Knickpunkte. Aufgrund der Löslichkeit liegt oberhalb der Liquiduslinie eine homogene Schmelze vor. Bei Erreichen der Liquiduslinie beginnen die Legierungen in einem Temperaturintervall zu kristallisieren. In der Zeit der Kristallbildung wird Wärme freigesetzt, was eine Verzögerung der Abkühlgeschwindigkeit zur Folge hat. Die Abkühlverläufe bilden auf Grund dessen zwei Knickpunkte aus. Wird die Soliduslinie erreicht, liegen stets Mischkristalle (Mk) vor. Ein Beispiel für diese Art der Systeme ist das Kupfer-Nickel-System.<sup>[19]</sup> Die Abbildung 2 zeigt den charakteristischen Aufbau eines solchen Temperatur-Konzentration-Diagramms. Hier spricht die Einfachheit der Schaubilder gegenüber denen in nachfolgenden Kapiteln nicht für einen Einsatz in einem Hochschulpraktikum. Zur Veranschaulichung von Knickpunkten bzw. dem Haltepunkt in einem Abkühlverlauf und bei Erstkontakt mit dem Thema ist das Schaubild aber geeignet.

### 2.3.2 System mit völliger Unlöslichkeit im festen Zustand

Hierbei sind die Komponenten im flüssigen Zustand löslich, im festem Zustand jedoch vollkommen unlöslich. In der Abbildung 3 ist das Zustandsschaubild schematisch dargestellt. Es handelt sich dabei um ein System mit Eutektischer Entmischung. Von einem Eutektikum spricht man, wenn bei einer bestimmten Konzentration beide Komponenten zu einem feinkristallinen Kristallgemisch erstarren. „Legierungen anderer Konzentrationen scheiden vorher die überwiegende Komponente aus.“<sup>[20]</sup> Die Kristallausscheidung in A-Kristalle und B-Kristalle sind in den Abkühlverläufen durch einen Knickpunkt erkennbar. Die Bildung des Eutektikums zeigt wiederum einen Haltepunkt. Das System von Bismut-Cadmium ist ein Beispiel für ein solches Zweistoffsystem.<sup>[21]</sup>

---

<sup>19</sup> Vgl.: Seidel und Hahn 2014, S.78.

<sup>20</sup> Seidel und Hahn 2014, S.79.

<sup>21</sup> Vgl.: Seidel und Hahn 2014, S.78.

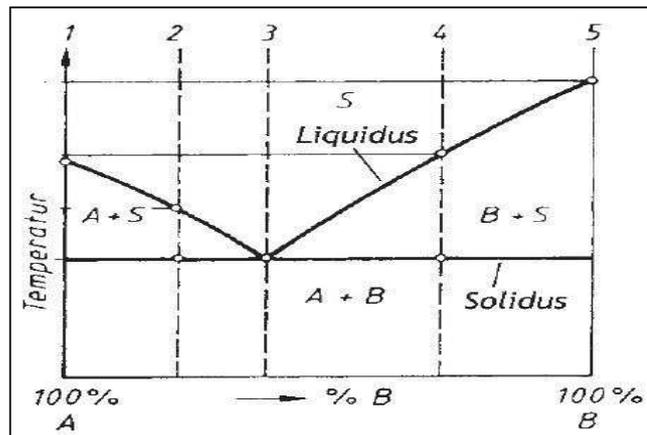


Abbildung 3: System mit völliger Unlöslichkeit im festen Zustand <sup>[22]</sup>

### 2.3.3 System mit begrenzter Löslichkeit im festen Zustand

#### 2.3.3.1 System mit begrenzter Löslichkeit - Eutektisches System

Im behandelten Praktikum gehen wir auf das Bismut-Zinn System ein. Dieses Zustandsschaubild weist, wie in der Abbildung 4 zu sehen, ein ganz ähnliches Aussehen wie das vorangegangene Blei-Zinn-System, welches auch zu dieser Kategorie gehört, auf. Beteiligte Komponenten sind im flüssigen Zustand vollkommen und im festen Zustand begrenzt löslich. Das System Bismut-Zinn wäre ein Beispiel für solche eutektischen Systeme. Diese sind etwas schwieriger aus den Abkühlkurven zu konstruieren und eignen sich deshalb gut für ein studentisches Praktikum. Anhand des Zustandsschaubildes aus der Abbildung 4 vom Bismut-Zinn-System ist ein weiteres Phasengebiet zu erkennen. Innerhalb dieses Gebietes vom reinen Zinn bis zu einer Konzentration von 20% Bi liegen Mischkristalle mit einem Grundgitter aus Zinn-Atomen und einer begrenzten Anzahl Bismut-Atomen vor.

<sup>22</sup> Seidel und Hahn 2014, S.79.

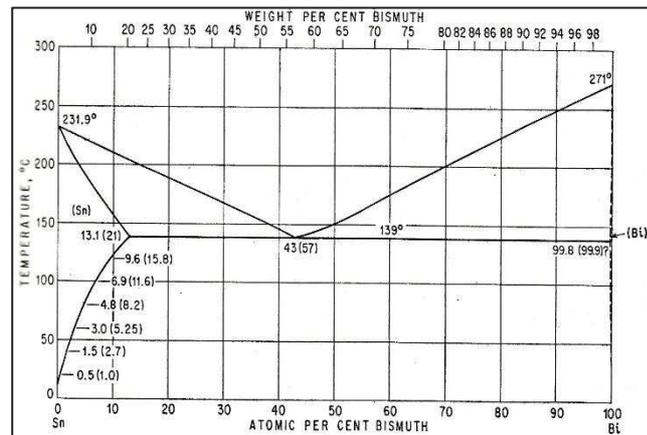


Abbildung 4: Zustandsschaubild für das Bismut-Zinn-System [23]

In den Temperatur-Zeit-Kurven mit 40% Bismut und 90% Bismut wird die Kristallisation zu  $\alpha$  bzw.  $\beta$ -Mischkristallen in einem Knickpunkt erkennbar. Am Beispiel der Bismut-Zinn-Legierung liegt das Eutektikum bei einer Konzentration von 57% Bismut vor und bildet einen Haltepunkt. Dieser stellt bei betreffender Legierung die Solidustemperatur dar. Die Menge an Atomen, die im jeweiligen Mischkristall des Legierungspartners gelöst werden kann, hängt von der Temperatur ab. Weist die Legierung eine bestimmte Konzentration auf, im Fall des Bismut-Zinn-Systems zwischen 0 und 20% Bismut, kann der  $\alpha$ -Mischkristall bei eutektischer Temperatur alle Bismut-Atome im Gitter aufnehmen. Mit sinkender Temperatur überschreitet man die Löslichkeitsgrenze und es werden  $\beta$ -Mischkristalle mit einer Mehrheit an Bismut-Atomen ausgeschieden. In dem Fall spricht man bei diesen  $\beta$ -Mischkristallen auch von Segregaten, da sich diese nicht aus der Schmelze gebildet haben. Die Abkühlkurve bei einer Konzentration von 15% Bismut zeigt einen Knickpunkt bei Beginn und beim Beenden der Kristallisation zu  $\alpha$ -Mischkristallen. Der weitere Knickpunkt, bei etwa 125°C in der Abkühlkurve, weist auf das Schneiden der Löslichkeitslinie hin. Wenn noch eine Diffusion möglich ist, scheiden sich dort bei weiterer Abkühlung,  $\beta$ -Mischkristalle aus der übersättigten  $\alpha$ -Phase aus. [24]

### 2.3.3.2 System mit begrenzter Löslichkeit - Peritektisches System

Eine weitere Art der Systeme mit begrenzter Löslichkeit ist das Peritektische System. Beispiele für Systeme mit peritektischer Entmischung sind zum einem das Silber-Platin und das Cadmium-Quecksilber System. Charakteristisch für Systeme dieser Art sind die großen Unterschiede in den Schmelz- und Erstarrungstemperaturen bei den beteiligten Komponenten.<sup>25</sup> In der Abbildung 5 ist ein Beispiel für ein peritektisches System zu sehen.

<sup>23</sup> Christian, J.W 2014, S.387.

<sup>24</sup> Seidel und Hahn 2014, S.79 - S.81.

<sup>25</sup> Vgl.: Seidel und Hahn 2014, S.82.

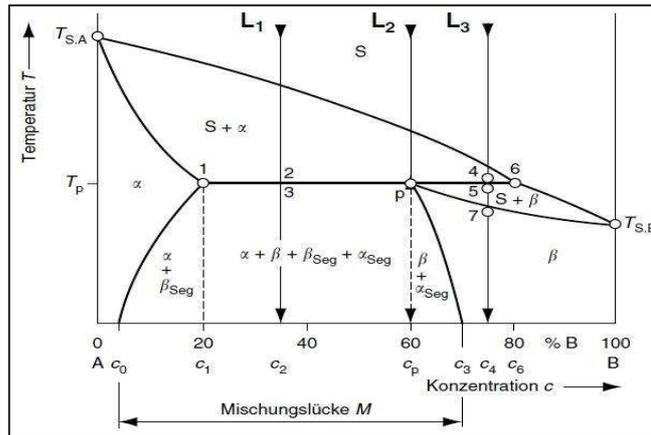


Abbildung 5: System mit begrenzter Löslichkeit im festen Zustand - peritektisches System <sup>[26]</sup>

Zusätzlich sollte im Gitter der niedrigschmelzenden Komponente eine Lösbarkeit des Legierungspartners zu einem Großteil möglich sein. Die peritektische Umwandlung findet nur bei der Konzentration  $c_p$  zu 100% statt. Bei der Abkühlung bilden sich im Temperaturbereich zwischen Liquiduslinie und der Temperatur  $T_p$ , zunächst aus der Schmelze  $\alpha$  – Mischkristalle. Diese Mischkristalle reagieren bei gleichbleibender Temperatur mit der Restschmelze zu  $\beta$  – Mischkristallen. Die bereits gebildeten Mischkristalle werden dabei wie mit einer Schale umhüllt. Bei der Temperatur  $T_p$  liegt eine vollständige Löslichkeit der Komponente A im  $\beta$  – Mischkristall vor. Kühlt das System weiter ab und ist die peritektische Reaktion abgeschlossen, lässt die Löslichkeit der Komponente A im  $\beta$  – Mischkristall nach. Aufgrund der nachlassenden Löslichkeit werden  $\alpha$  – Mischkristalle sekundär aus dem  $\beta$  – Mischkristall ausgeschieden. Im Konzentrationsbereich zwischen  $c_1$  und  $c_p$  findet auch eine peritektische Reaktion statt. Dort ist der Anteil an  $\alpha$  bei der peritektischen Temperatur  $T_p$ , schon so groß, dass es der Restschmelze nicht möglich ist die  $\alpha$  – Mischkristalle komplett umzusetzen. Anders ist es im Bereich zwischen  $c_p$  und  $c_6$ . Dort reicht der Anteil an  $\alpha$  nicht aus, um die Restschmelze bei der peritektischen Reaktion restlos zu verbrauchen. <sup>[27]</sup>

### 2.3.3.3 System mit eutektoider Umwandlung

Die eutektoider Umwandlung der kristallinen Struktur im festen Zustand tritt bei Systemen mit zwei Polymorphen Komponenten auf. Ein System mit eutektoider Umwandlung unterscheidet sich zur eutektischen Reaktion nur dadurch, dass ein Mischkristall an Stelle der Schmelze tritt. <sup>[28]</sup> Abhängig von den Zustandsgrößen kommt es beispielsweise bei vielen keramischen Verbindungen und Kohlenstoff zu Festphasenumwandlungen. <sup>[29]</sup>

<sup>26</sup> Bargel und Schulze 2012, S.55.

<sup>27</sup> Vgl.: Hahn 2015, S.26 - 28.

<sup>28</sup> Vgl.: Riehle und Simmchen 2009, S.68.

<sup>29</sup> Vgl.: Hahn 2015, S.29.

In der Abbildung 6 ist ein solches System mit Umwandlungstemperaturen  $T_{UA}$  und  $T_{UB}$ , dargestellt.

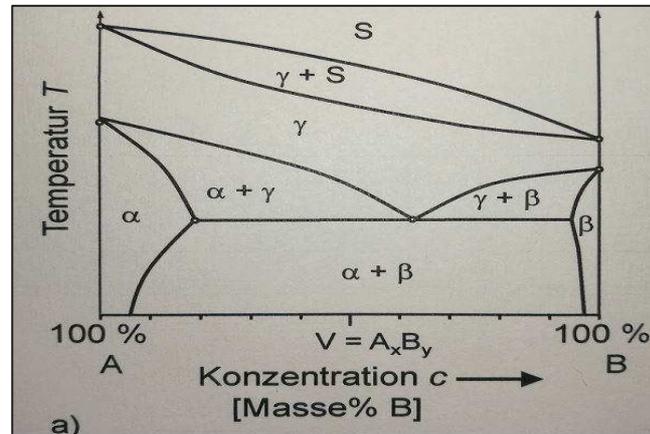


Abbildung 6: System mit eutektoider Umwandlung <sup>[30]</sup>

Zwischen der Soliduslinie und der Umwandlungstemperatur entsteht eine Phase mit  $\gamma$  – Mischkristall. Besitzt die Phase des  $\alpha$  – Mischkristalls eine geringere Löslichkeit als die  $\gamma$  – Mischkristallphase, entmischt die Legierung ab einer bestimmten Konzentration von der Komponente B mit der sogenannten eutektoiden Reaktion. <sup>[31]</sup>

#### 2.3.3.4 System mit peritektoider Umwandlung

„Prinzipiell ist es auch möglich, dass zwei nebeneinander existierende feste Phasen bei der Abkühlung zur einer neuen Phase mit eigener Zusammensetzung und Struktur reagieren. Eine solche Reaktion wird als peritektoider Reaktion bezeichnet.“ <sup>[32]</sup> Die Abbildung 7 zeigt, dass der Ablauf der Phasenumwandlung mit der einer peritektischen Reaktion vergleichbar ist. Dabei ist aber keine Schmelze an der Umwandlung beteiligt. <sup>[33]</sup>

<sup>30</sup> Hahn 2015, S.29.

<sup>31</sup> Vgl.: Hahn 2015, S.29.

<sup>32</sup> Hahn 2015, S.29.

<sup>33</sup> Vgl.: Hahn 2015, S.29.

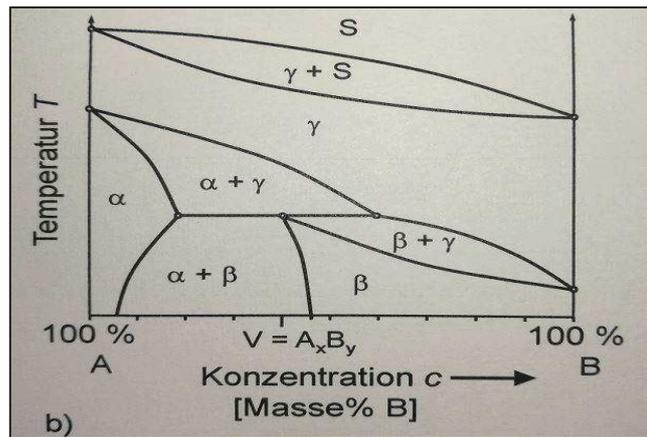


Abbildung 7: System mit peritektoider Umwandlung <sup>[34]</sup>

### 2.3.4 System mit intermetallischer Phase

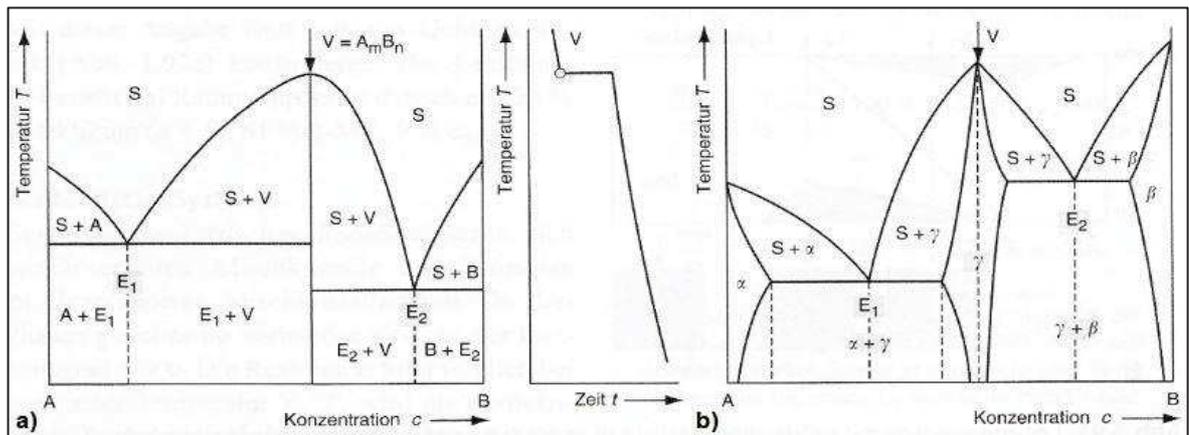
„Werden in ein Metall Atome eines zweiten Metalls so lange eingebaut, bis eine neue Kristallstruktur gebildet wird, dann bezeichnet man diese als intermetallische Phase.“ <sup>[35]</sup> Zustandsschaubilder mit intermetallischer Phase sind aus zwei der vorangegangenen Grundtypen zusammengesetzt. Das Schmelz- bzw. Erstarrungsverhalten der intermetallischen Phase ist ausschlaggebend für eine Unterscheidung in eine kongruent schmelzende und eine inkongruent schmelzende Verbindung.

Die Schaubilder mit kongruent schmelzender Verbindung zeigen oft zwei einfache eutektische Teil-Schaubilder. Kongruent schmelzende Verbindung V haben das Abkühlverhalten reiner Metalle. In der Abkühlkurve entsteht ein Haltepunkt am definierten Schmelzpunkt. Der Schmelzpunkt der intermetallischen Phase kann höher sein als die der der Komponenten. Dies wird als offenes Schmelzpunktmaximum bezeichnet und ist abhängig von der thermischen Stabilität der intermetallischen Phasen. <sup>[36]</sup> In der Abbildung 8 a) ist ein solches Zustandsschaubild mit der Eigenschaft der völligen Löslichkeit im flüssigen Zustand zu sehen. Die Abbildung 8 b) zeigt ein Beispiel mit der Eigenschaft der begrenzten Löslichkeit im flüssigen Zustand.

<sup>34</sup> Hahn 2015, S.29.

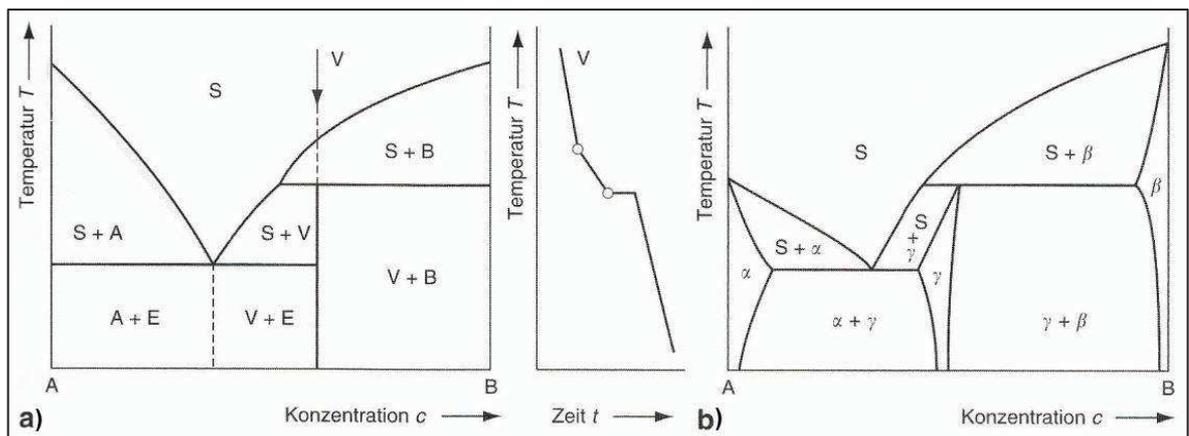
<sup>35</sup> Worch et al. 2011, S.47.

<sup>36</sup> Vgl.: Bargel und Schulze 2012, S.55.



**Abbildung 8: Zustandsschaubild mit kongruent schmelzender intermetallischer Phase**  
 a) mit völliger Löslichkeit im flüssigen Zustand  
 b) mit begrenzter Löslichkeit im flüssigen Zustand [37]

Das Zustandsschaubild mit inkongruent schmelzender Verbindung besitzt ein verdecktes Schmelzpunktmaximum. Diese Verbindungen sind aus einem eutektischen und peritektischen System zusammengesetzt. Im Teil-System mit peritektischer Reaktion entsteht die intermetallische Phase bei der Erstarrung durch die peritektische Reaktion der Restschmelze mit dem bereits gebildeten  $\alpha$  – Mischkristall. Tritt die intermetallische Phase in einem Konzentrationsbereich auf, bilden sie Mischkristalle. [38] In der Abbildung 9 a) ist das Zustandsschaubild mit der Eigenschaft der völligen Löslichkeit im flüssigen Zustand zu sehen. Die Abbildung 9 b) zeigt ein Beispiel mit der Eigenschaft der begrenzten Löslichkeit im flüssigen Zustand.



**Abbildung 9: Zustandsschaubild mit inkongruent schmelzender intermetallischer Phase**  
 a) mit völliger Löslichkeit in flüssigen Zustand  
 b) mit begrenzter Löslichkeit im flüssigen Zustand [39]

<sup>37</sup> Bargel und Schulze 2012, S.56.

<sup>38</sup> Vgl.: Bargel und Schulze 2012, S.56.

<sup>39</sup> Bargel und Schulze 2012, S.57.

### 2.3.5 Reale Zustandssysteme

Die realen Zustandssysteme sind, wie die Systeme mit intermetallischer Phase, aus mehreren Grundtypen zusammengesetzt. Es treten dieselben Reaktionen und Umwandlungen wie bei den vorher besprochen Systemarten auf. <sup>[40]</sup> Ein Beispiel für ein reales Zustandsschaubild ist das in der Abbildung 10 dargestellte Kupfer-Zinn Diagramm. Ebenfalls zu den realen Zustandssystemen zählt das bekannte Eisen-Kohlenstoff-System. <sup>[41]</sup>

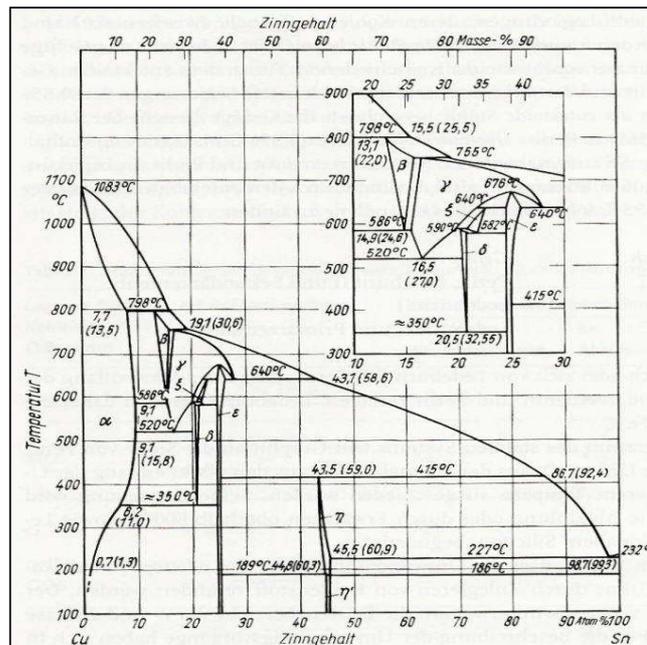


Abbildung 10: Zustandsschaubild für das Kupfer-Zinn-System <sup>[42]</sup>

Weitere Arten von Zustandssystemen sind die Varianten der Dreistoff-Systeme oder Mehrstoffsysteme, welche in der Praxis eine immer größere Rolle spielen. <sup>[43]</sup> Aufgrund ihrer Komplexität werden diese im Grundlagenpraktikum nicht weiter erläutert und sind somit als Bestandteil dieser Arbeit nicht weiter relevant.

<sup>40</sup> Vgl.: Riehle und Simmchen 2009, S.68.

<sup>41</sup> Vgl.: Worch et al. 2011, S.227 -232.

<sup>42</sup> Worch et al. 2011, S.232.

<sup>43</sup> Worch et al. 2011, S.223 - 227.

### 3 Aufgabenstellung

Im Praktikum wird bislang das System Blei-Zinn behandelt und soll, aufgrund der Neueinstufung von Blei in der sogenannten Reach-Verordnung, ausgetauscht werden. Dabei soll das neue System ein ähnliches Zustandsschaubild aufweisen und die Abkühlverläufe sollen mittels thermischer Analyse aufgenommen werden. Der neue Aufbau soll dabei folgende Kriterien erfüllen.

Als erstes muss eine sichere Aufbewahrung der Schmelze während des Transports und des Messvorgangs gewährleistet werden. Die für den Versuchsaufbau verwendeten Bauteile sollten möglichst aus inerten Materialien bestehen. Dies ist wichtig, damit die Schmelze nicht durch Diffusionsvorgänge oder andere Wechselwirkungen während der Einsatzdauer verunreinigt wird. Weiterhin sind die Fertigungs- und Folgekosten minimal zu halten.

Darüber hinaus soll eine Härteprüfung der ausgewählten Legierungen durchgeführt werden. Zur Veranschaulichung der Gefügezusammensetzung der jeweiligen Legierungen, muss eine Metallografische Untersuchung zur Schliffbilderstellung durchgeführt werden. Zuletzt muss die Praktikumsanleitung, welche im Anhang zu finden ist, an die neuen Gegebenheiten angepasst werden.

## 4 Versuchsdurchführung

Zuerst wurde an der bisherigen Schmelztiegelkonstruktion eine thermische Analyse an Blei und Zinn durchgeführt. Danach konnte mittels einer provisorischen Tauchrohrhalterung konnte das neue Konzept zur Temperaturenaufnahme vergleichbar getestet werden. Dieser Vergleichstest sollte zeigen ob die Konstruktion funktioniert oder Veränderungen notwendig sind. Der zweite Versuch wurde mit der neuen Konstruktion und den Bismut-Zinn-Proben durchgeführt. Es war nicht möglich Bismut, Zinn und die gewählten Legierungen mit Hilfe der alten Konstruktion zu testen um die Ergebnisse mit denen der neuen Konstruktion zu vergleichen. Aufgrund dessen, wurden die aufgenommenen Temperaturverläufe mit denen aus der Literatur verglichen.

Der Laborversuch für Blei bzw. Zinn und Bismut-Zinn-System, gleichen sich in ihrem Ablauf bis auf einige Punkte damit ein Vergleich zwischen den Versuchen möglich ist. Die in dieser Arbeit aufgenommenen Abkühlkurven wurden mit Hilfe der thermischen Analyse erstellt. Für die Temperaturenaufnahme der beiden Systeme Blei-Zinn und Bismut-Zinn wurden die Thermoelemente der Firma TCDirect mit der Elementpaarung K verwendet. Im Ausnahmefall wird explizit darauf hingewiesen, dass ein anderes Thermoelement verwendet wurde. Als Instrument zur Anzeige der Temperaturen ist der Voltcraft Datalogger K204 zum Einsatz gekommen. Bei diesem Gerät ist eine fest definierte Vergleichsstelle vorprogrammiert, wodurch direkt die vorhandene Temperatur in Echtzeit abgelesen werden kann. Es ist somit keine Umrechnung aus der Differenz der Thermospannungen zwischen Probe und Vergleichsprobe notwendig. <sup>[44]</sup> Es wird die Software TestLink SE309 verwendet, um die Temperaturen vom Datalogger in einem festgelegten Zeitintervall direkt auf den Computer zu übertragen. Die dort hinterlegten Daten wurden in eine Microsoft Excel Tabelle kopiert und dann in ein Temperatur-Zeit-Diagramm eingetragen.

Zum Aufschmelzen der Proben ist der Ofen vom Typ L1 20.2 der Firma VEB Elektro Bad Frankenhausen mit dem Baujahr 1979 eingesetzt worden.

Die Legierungen sind auf Basis der Masseprozentage, mit einer Gesamtmasse von 200g, zusammengesetzt. Diese wurden mit der Waage Scaltec SPD61 abgewogen. Es wird sich auf die Legierung 1 mit 15% Bi, die Legierung 2 mit 40% Bi, dem Eutektikum mit 57% Bi und der Legierung 3 mit 90% Bi beschränkt. Außerdem werden die Reinelemente Blei, Zinn und Bismut betrachtet.

---

<sup>44</sup> Vgl.: Worch et al. 2011, S.209.

Die Abbildung 11 zeigt den Ort, wo die Versuche durchgeführt wurden und wie die Thermoelemente in Position gebracht wurden.

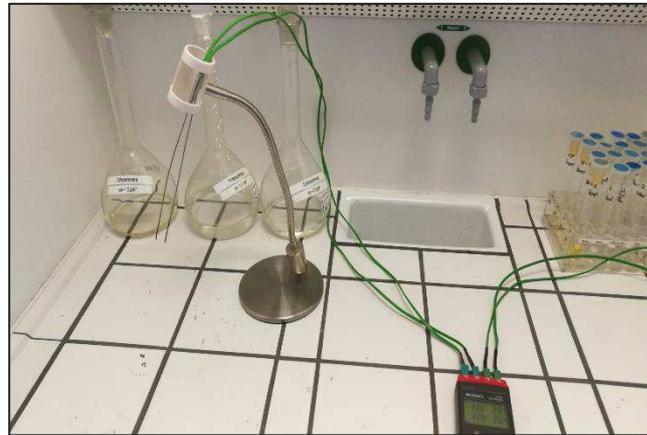


Abbildung 11: Messplatz mit Messanordnung

#### 4.1 Entwicklung und Konstruktion einer Versuchseinrichtung zur thermischen Analyse

Für die Entwicklung eines neuen Versuchsaufbaues wurde eine Art Pflichtenheft ausgearbeitet. Der Versuchsaufbau hat eine räumliche Begrenzung aufgrund der Ofengröße. Dieser soll einen sicheren und einfachen Transport aus dem Ofen bis zur Messstelle ermöglichen. Der Ofeninnenraum darf zudem bei der Einführung und der Entnahme nicht beschädigt werden. Die Behälter sollen aus einem möglichst Reaktionsunfreundlichen Material sein, damit die Schmelzen über einen langen Einsatzzeitraum nicht kontaminiert werden. Der Aufbau darf sich aufgrund der ständigen Erwärmung bzw. Abkühlung nicht verziehen und sollte immer stabil auf der Messstelle stehen. Ein einfaches Einführen der Thermoelemente soll gewährleistet sein. Er soll eine anschauliche Haptik vorweisen, welche auch über einen langen Zeitraum in Stand bleibt, das heißt eine Korrosion der Bauteile soll vermieden werden. Ein möglichst kosteneffizientes Arbeiten, soll durch eine einfache Konstruktion mit wenigen Fertigungsschritten erreicht werden. Auch sollten die eingesetzten Metalle sollen eine niedrigere Schmelztemperatur als Blei besitzen, damit der Ofen auf eine niedrigere Temperatur eingestellt werden kann.

Der Aufbau soll die eben aufgeführten Anforderungen erfüllen und wenn möglich sollen die schon vorhandenen Edelstahlbecher <sup>[45]</sup> als Tiegel verwendet werden.

---

<sup>45</sup> Amazon: [https://www.amazon.de/Edelstahl-Shotgl%C3%A4ser-Schnaps-Stamperle-Ganzoo/dp/B01FFF9WLW/ref=sr\\_1\\_4?ie=UTF8&qid=1533575658&sr=8-4&keywords=edelstahl+shotgläser](https://www.amazon.de/Edelstahl-Shotgl%C3%A4ser-Schnaps-Stamperle-Ganzoo/dp/B01FFF9WLW/ref=sr_1_4?ie=UTF8&qid=1533575658&sr=8-4&keywords=edelstahl+shotgläser, zuletzt geprüft am Montag, 06.08.2018), zuletzt geprüft am Montag, 06.08.2018

In der Abbildung 19 ist der bestehende Aufbau zu sehen, welcher einige der oben aufgeführten Anforderungen nicht erfüllt. Eine erste Idee war, die vorhandene Konstruktion aus Edelstahl neu aufzubauen. Mit dieser Änderung würde man die Chance der Verunreinigung der Schmelzen verringern und die Korrosion der Bauteile vermeiden. Bei näherer Betrachtung wurde aber klar, dass dort zusätzlich in vielerlei Gesichtspunkten Anpassungen vorgenommen werden müssen, um weitere Kriterien zu erfüllen. Eine große Sicherheitslücke war der zweiteilige Aufbau der Tiegelhalterung. Diese Halterung bestand aus einem Schlitten mit dem die Tiegel im Ofen positioniert worden und der eigentlichen Befestigungsplatte für die Tiegel, welche in der Abbildung 19 zu sehen ist. Um diese zu eliminieren wurde der Schlitten einteilig konstruiert, wodurch der heiße Schlitten nicht mehr kurzzeitig ungeschützt im Raum stehen bleibt. Mit der Konstruktionsvariante in der Abbildung 12 wurde, im Vergleich zu dem bestehenden Aufbau, die Handhabung erleichtert und der optische Eindruck verbessert. Die Probleme beim Transport und der einfachen Fertigung sind damit aber nicht gelöst. Zudem entstand eine neue kritische Stelle bei der Befestigung der Tiegel. Nimmt man die bis dahin verwendeten Motorengehäuse, besteht der Vorteil, dass die Gewinde für die Schrauben zur Befestigung schon vorhanden sind. Diese Gehäuse eignen sich aber nicht für einen längeren Einsatz, aufgrund der Korrosionseigenschaften. Für die vorgeschlagenen Edelstahlbecher müssen für folgende Aspekte, konstruktive Lösungen gefunden werden. Wichtigster Bereich muss die Abdichtung sein. Optimal wäre es, mit einem Deckel das Austreten der Schmelze im Falle des Umkippens oder Runterfallens zu verhindern. Dazu kommt aber auch die Lösbarkeit der Verbindung zwischen den Tiegeln und der Halterung, um einen einfachen Austausch der Tiegel zu ermöglichen.

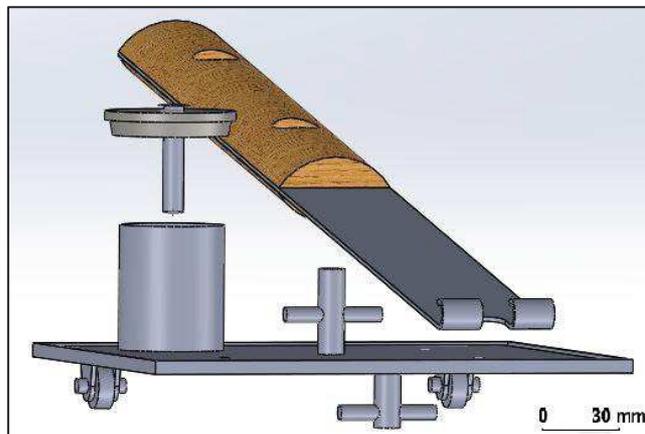


Abbildung 12: Konstruktionsvariante 1 mit Entnahmeevorrichtung - Solidworks 17/18

Das Konzept der neuen Konstruktion ist eine Anlehnung an die schematische Darstellung aus der Abbildung 12. Auch die Funktionsweise wird von diesem Aufbau übernommen. Die Konstruktion wird auf die genannten Anforderungen für den Einsatz im Praktikum angepasst.

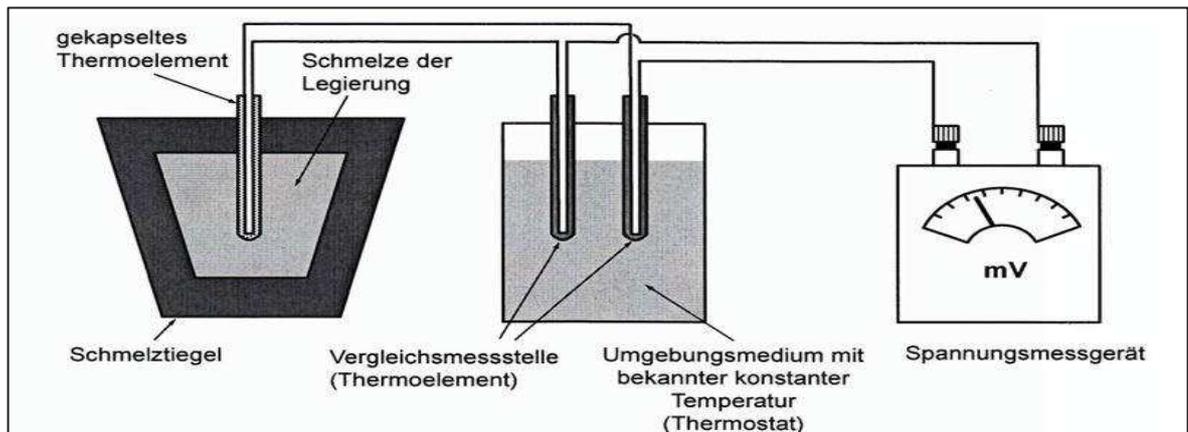


Abbildung 13: Schematische Darstellung einer thermischen Analyse <sup>[46]</sup>

Auf der linken Seite der Abbildung 13 ist der Tiegel zu sehen, in dem die Schmelze aufgeschmolzen wird. Das Thermoelement darf aber nicht wie in der Abbildung 13 in direkten Kontakt mit der Schmelze gebracht werden. Die Edelstahlkonstruktion besteht sowohl aus Norm- bzw. Kaufteilen, als auch aus passend für die Anwendung konstruierten Bauteilen. Konstruiert wurden die Bauteile mit der Software Solidworks 2017/18. Für die Fertigung sind die Konstruktionsdaten zu einem Dateityp mit der Endung .dxf konvertiert und an die Firma Pfefferkorn Maschinenbau gesendet worden.

Das wesentliche Fertigungsverfahren für die in der Abbildung 15 und 18 zu sehende Schmelztiegelhalterung ist das Laserstrahlschneiden. Als Zwischenschritt werden die Kanten entgratet und grobe Spritzer entfernt. Gegebenenfalls kann das Bauteil nach dem Laserstrahlschneiden oder nachdem alle Arbeitsschritte erfolgt sind, abschließend gebeizt werden. Zur Fertigstellung des Tiegelständers wird die geschnittene Platte gekantet. Abkanten oder Biegen gehört zur Hauptgruppe der Umformverfahren, genauer zur Blechumformung. Um ein Kippen des Ständers zu verhindern, wurde auf eine Konstruktion mit einzelnen Füßen verzichtet und eine Art Kufe als Standfläche geschaffen. Es war somit möglich mit 4 Biegeschritten den Ständer fertig zu stellen.

Die Schmelztiegel sind Kaufteile welche speziell für den Einsatz im Praktikum an die Kriterien angepasst wurden. Durch ihre zylindrische Form ist es möglich die Tiegel ohne weitere Arbeitsschritte in den eben beschriebenen Ständer zu hängen. Damit wäre der Versuchsaufbau einsatzfähig aber es besteht noch die Gefahr, dass die Tiegel herausfallen. Hierfür wurde mit Hilfe des Hartlötens eine Art Griff an die Becher angebracht. In der Abbildung 14 ist diese Art der Sicherung zu sehen, welche ein unabsichtliches Lösen der Tiegel aus dem Ständer verhindert.

<sup>46</sup> Hahn 2015, S.11.



Abbildung 14: Schmelztiegel mit angelöteten Bolzen

Die Edelstahlbolzen wurden dabei mit einem Cadmiumfreien Silberlot, dem Castolin 181 von Castolin Eutectic <sup>[47]</sup>, verlötet. Aufgrund der sehr geringen Wandstärke der Becher wurde nicht mittels WIG geschweißt. Ein Temperatureintrag durch WIG Schweißen hat einen starken Verzug zur Folge und es besteht die Gefahr der Lochbildung in der Wand. Das Hartlöten hat den Nachteil, dass eine größere Fläche der Temperatur ausgesetzt ist. Bei einer zu langen Einwirkzeit ist dadurch auch Verzug möglich. Die entstehenden Temperaturen liegen beim Hartlöten im Bereich von 450 – 600°C und damit weit unterhalb des Temperaturbereiches beim WIG-Schweißen. Die Verbindung zum Schmelztiegelständer übernehmen die Edelstahl-Drahtseilklemmen, welche nach der DIN 741 <sup>[48]</sup> gefertigt wurden. Somit können sich die Tiegel nicht mehr aus der Halterung lösen, können aber trotzdem einfach ausgetauscht werden in dem man die M5 Edelstahlmuttern löst.

---

<sup>47</sup> Castolin Eutectic 2011.

<sup>48</sup> DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

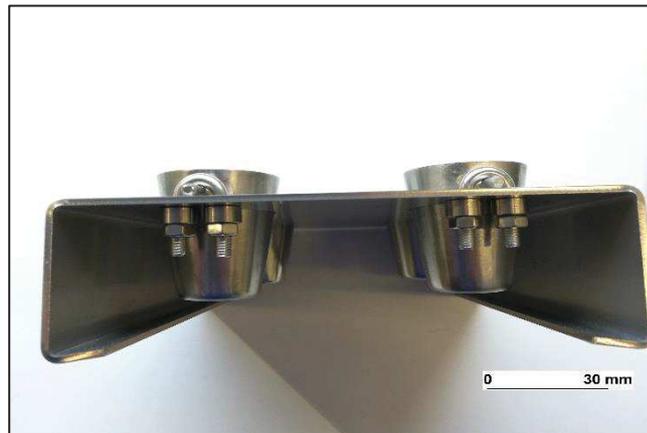


Abbildung 15: Frontalansicht der Schmelztiegelkonstruktion

Die Deckel sind einfache Drehteile aus X6CrNi18-10 Edelstahl. Die Tauchrohre aus der Abbildung 16 sind ebenfalls Kaufteile aus X6CrNi18-10 Edelstahl, mit den Abmaßen 6 x 2 x 47mm. Diese wurden aber im Laufe der Versuchsdurchführung immer weiter angepasst.



Abbildung 16: Tauchrohr nach dem Bleiversuch

Für den Transport des Tiegelständers wurde eine Hebevorrichtung konstruiert. Hierfür wurde eine Form aus 3mm Edelstahlblech mittels Laser ausgeschnitten. Die Verbindung zwischen der ausgeschnittenen Platte und der Edelstahlstange, mit 16mm Durchmesser, wurde mittels zweier M2.5 x 8mm Edelstahlsenkkopfschrauben geschaffen. Dafür wurde zunächst eine Planfläche auf die Stange gefräst, um dort die Fläche zu generieren, wo die Gewinde eingeschnitten werden können. Die Endgültige Konstruktion ist auf der Abbildung 15 und 17 dargestellt.

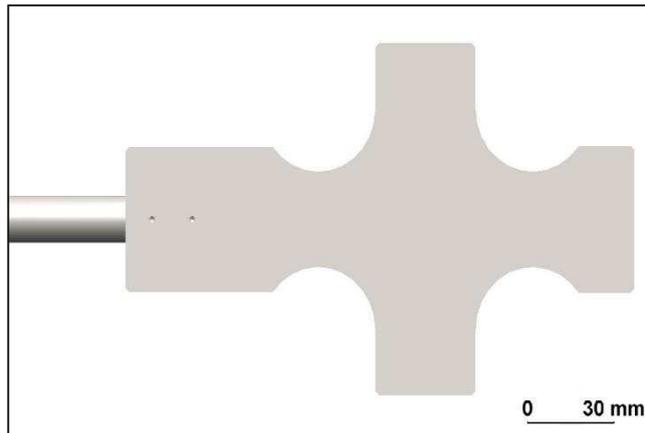


Abbildung 17: Hebevorrichtung - Solidworks 17/18



Abbildung 18: Draufsicht der Schmelztiegelkonstruktion

Im Anhang sind die technischen Zeichnungen aller Konstruktionsteile und eine Stückliste hinterlegt.

## 4.2 Messungen an Blei und Zinn

Der Versuch soll einen direkten Vergleich der zwei vorliegenden Anschlussarten für die Thermoelemente zeigen. Hauptziel des Versuchs ist es, Klarheit über das neue Konzept zu bekommen und die Funktionstauglichkeit zu überprüfen. Die Messungen erfolgten mit den im Abschnitt 4 beschriebenen Hilfsmitteln. Über die Herkunft und die Qualität der Blei- bzw. Zinnschmelze sind keine Informationen vorhanden.

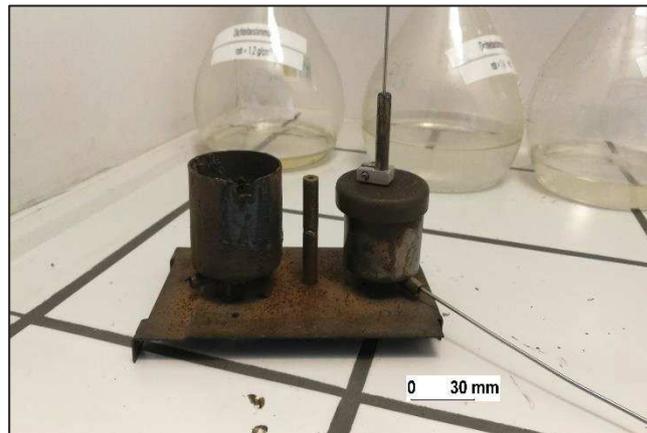


Abbildung 19: Versuchsaufbau für thermische Analyse an Blei und Zinn

Die Abbildung 19 zeigt den verwendeten Versuchsaufbau mit der Blei- bzw. Zinnschmelze. Darüber hinaus ist das zu testende Tauchrohr zu sehen, welches mittels einer Aluminiumschelle in Position gehalten wird. Dieses wurde einerseits mit einem M3 Innengewinde versehen. Für die Abdichtung wurde, wie in der Abbildung 20 zu sehen, eine vernickelte M3x5mm Schraube verwendet. In weiteren Testdurchläufen, wurde die Eindringtiefe mit Hilfe der Aluminiumschelle aus der Abbildung 19 erhöht bzw. verringert.



Abbildung 20: Verschlusschraube nach dem Bleiversuch

Das reine Zinn aus den bislang verwendeten Schmelzbehältern soll in der nächsten Testreihe auf mögliche Verunreinigung überprüft werden. Für eine bessere Einschätzung über die Funktionalität des Tauchrohrkonzeptes ist die Gegenüberstellung der Temperaturverläufe auch beim reinen Zinn essenziell. Der Versuchsaufbau gleicht dem Aufbau vom Bleiversuch, es wurde nur ein neues Tauchrohr für den Kontakt mit der Zinnschmelze eingesetzt. Auch hier wird, wie in der Abbildung 19 zu sehen, gleichzeitig an beiden Messpunkten der Temperaturverlauf gemessen. Anders als in der vorangegangenen Versuchsreihe wurde das Tauchrohr mit einem 4mm langen Gewindestift verschlossen. Zu sehen ist der Verschluss in der Abbildung 21.

Dadurch wurde die Gefahr einer Verunreinigung durch die vernickelte Schraube umgangen. Weitergehend ist die effektive Wandstärke auf 4mm reduziert worden. Vorteil sollte dabei sein, einen sensibler auf Temperaturschwankungen reagierenden Messpunkt zu erhalten.

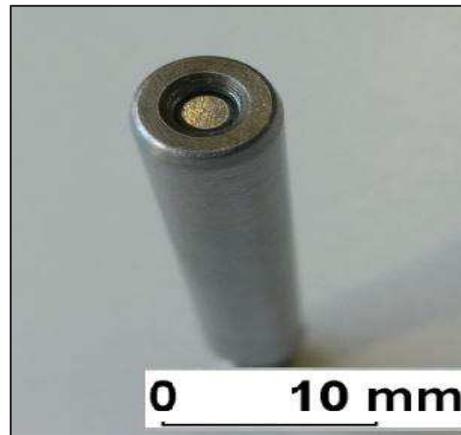


Abbildung 21: Tauchrohr mit Gewindestift

### 4.3 Messungen am Bismut-Zinn-System

Die Messungen wurden, bis auf wenige Ausnahmen, mit der neuen Konstruktion aus der Abbildung 18, durchgeführt. Der Ofen ist auf eine Temperatur von 350°C eingestellt worden. Begonnen wurde mit einer Versuchsreihe an den reinen Werkstoffen Bismut und Zinn. Für diesen Test und allen nachfolgenden Untersuchungen wurde das Zinn <sup>[49]</sup> und das Bismut <sup>[50]</sup> eingesetzt. Die Tauchrohre sind bei dieser Messung wie im Bild zu sehen mit dem Gewindestift verschlossen. Zusätzlich wurde ein M5 Außengewinde auf die gegenüberliegende Seite geschnitten, um die Verbindung mit den Deckeln herzustellen. Die nächsten Testreihen wurden anhand der vier gewählten Legierungen durchgeführt. An den Tauchrohren sind weitere Veränderungen zum Schutz der Thermoelemente angebracht gewesen. Die einzelnen Arbeitsschritte für die Tauchrohre bis zu ihrer finalen Ausführung sind in der Abbildung 22 zu sehen. Hierfür wurden die Gewindestifte ungefähr zur Hälfte eingeschraubt und anschließend bei einer Spannung von 50A mit WIG verschweißt. Aufgrund von fertigungstechnischen Ungenauigkeiten wurden die geschweißten Enden solange geschliffen, bis alle Rohre die gleiche Gesamtlänge aufwiesen.

---

<sup>49</sup> Amazon 2018: [https://www.amazon.de/Zinn-Granulat-2-5mm-min-Gebindegr%C3%B6%C3%9Fe/dp/B01FMAYCL0/ref=sr\\_1\\_1?ie=UTF8&qid=1533638123&sr=8-1&keywords=99.9%2Bzinn%2Bgranulat&th=1](https://www.amazon.de/Zinn-Granulat-2-5mm-min-Gebindegr%C3%B6%C3%9Fe/dp/B01FMAYCL0/ref=sr_1_1?ie=UTF8&qid=1533638123&sr=8-1&keywords=99.9%2Bzinn%2Bgranulat&th=1), zuletzt geprüft am Dienstag, 07.08.2018.

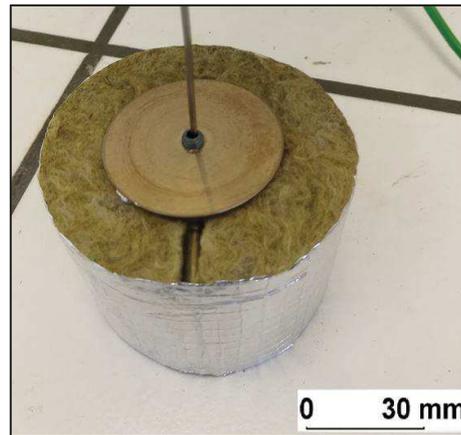
<sup>50</sup> Kärst Sylke: <http://www.eisenmax.com/eisen-p720h205s206-004-Bismut-Bi99-9-al.html>, zuletzt geprüft am Dienstag, 07.08.2018.

Anschließend hat man die Rohre innen mit einem Bohrer mit 2mm Durchmesser gereinigt. Mit diesem Arbeitsschritt sind die Schweißrückstände und die Späne vom Gewindeschneiden entfernt worden.



**Abbildung 22: Entwicklung der Tauchrohre**

Für alle folgenden Versuche wurden neue Legierungen angemischt. Diese besitzen zwar die gleichen Konzentrationen, aber die Gesamtmasse wurde auf 150g reduziert. Nachdem für alle Legierungen die Abkühlverläufe aufgenommen waren, wurde sich auf die eutektische Legierung mit 57% Bismut konzentriert. An dieser Probe sind weitere Versuche mit Veränderungen an der Messstelle bzw. der äußeren Einflüsse durchgeführt worden. Mit diesen Änderungen soll ein anderes Abkühlverhalten erzwungen werden. Dazu wurde an erster Stelle der Schmelztiegel in einen Graugusstiegel gestellt und zusammen erwärmt. Anschließend ließ man den Schmelztiegel im Graugusstiegel abkühlen und nahm den Temperaturverlauf auf. Bei dem darauffolgenden Versuch wurde der Schmelztiegel während der Abkühlung mit einem Föhn auf höchster Stufe angeblasen. Nach den Versuchen hat man den Schmelztiegel in der Zeit der Abkühlung mit einer Rohrisolierung aus Steinwolle ummantelt. Die Abbildung 23 zeigt den Tiegel mit der eutektischen Legierung in der Steinwollisolierung. Unterhalb des Tiegels wurde der Boden ebenfalls mit Steinwolle ausgestopft.



**Abbildung 23: Schmelztiegel mit Isolierung aus Steinwolle**

Im letzten Versuch ist das Thermoelement vom Typ 277.3 VEB TWG/GDR TGL 39440K(NiCr-NiSi) zum Einsatz gekommen. Da hiermit die Temperaturen nicht direkt auf den Computer übertragen werden konnten, mussten diese von dem Anzeigegerät vom Typ DTM200 des Herstellers VEB Thermometerwerk Geraberg abgelesen werden und händig in eine Microsoft Excel Tabelle eingetragen werden.

#### **4.4 Metallografische Untersuchung**

Eine Schliffbildherstellung ist eine Methode, um den Praktikumssteilnehmern den Zusammenhang zwischen der Änderung der Legierungszusammensetzung und der Gefügebeschaffenheit bildlich zu übermitteln. Es wurden Schliffbilder zu den Reinstoffen und allen in Kapitel 4 aufgezählten Legierungen angefertigt. Dafür wurden nochmal Legierungen mit einer Gesamtmasse von 100g in Keramiktiegeln aufgeschmolzen. Die verwendeten Präparationsmittel und Maschinen sind von der Firma Struers GmbH und werden mit ihren Firmen internen Bezeichnungen beschrieben. Die Bezeichnungen können je nach Hersteller variieren. Die Probenherstellung begann mit dem Trennen der aus den Keramiktiegel gelösten Legierungsstücke. Dies erfolgte mit der Präzisionstrennmaschine Accutom-50 und der Trennscheibe mit der Bezeichnung 10S15. Im Anschluss wurden die Proben in eine Masse aus Epofix Resin und EpoFix Hardener in eine Form mit 40mm Durchmesser eingebettet. Das Mischungsverhältnis der Einbettmasse war 25 Teile Epofix Resin zu 3 Teilen EpoFix Hardener. Nach einer Aushärtungszeit von 12 Stunden wurden die Proben aus der Form gelöst und entgratet.

Die Schleif- bzw. Polierscheiben wurden in die Poliermaschine TegraPol-35 eingespannt und haben einen Durchmesser von 300mm. Das Schmiermittel wurde mittels dem TegraDoser-5, während der Bearbeitung, auf die Scheiben aufgebracht. Der erste Schritt der Präparation ist das Schleifen und erfolgt mit der SiC Foil #500. Als Schmiermittel diente dabei über eine Zeit von einer Minute Wasser.

Die Proben wurden mit einer Kraft von 20Nm bei einer Drehzahl von  $300 \frac{1}{min}$  geschliffen. Im zweiten Schritt ändert sich nur die Schleifscheibe zu einer SiC Foil #800. Als nächstes wird eine Minute lang mit der SiC Foil #1200 geschliffen. Beendet wird das Schleifen mit der SiC Foil #4000. Das Polieren ist der zweite Schritt der Präparation, dort wurde mit der Polierscheibe MD-Mol begonnen. Bei einer Drehzahl von  $150 \frac{1}{min}$  und einer Kraft von 25Nm wurden die Proben fünf Minuten lang bearbeitet. Das eingesetzte Schmiermittel war das DiaPro Mol R 3  $\mu m$ . Abschließend wurden die Proben mit der Scheibe MD-Nap mit den gleichen Eckdaten poliert. Für den letzten Schritt mit der MD-Nap Scheibe wurde das Schmiermittel DiaPro Nap R 1  $\mu m$  verwendet. Die vier minütige Bearbeitung wurde zweimal wiederholt. Die Proben wurden nach jedem einzelnen Schleif- bzw. Polierschritt zuerst mit Wasser und einem Netzmittel abgespült und im Anschluss mit Alkohol besprüht.

Danach wurden die mit Alkohol benetzten Proben mit einem Föhn getrocknet. Zuletzt wurden die Proben eine Minute lang mit einer Säurelösung, bestehend aus 95ml destilliertes Wasser und 5ml 95%iger Salzsäure, geätzt.

## 4.5 Härtemessung

Die Härteprüfung von Bismut, Zinn und den vier Legierungen erfolgte am 13.08.2018 und wurde nach der DIN EN ISO 6507-1:2018-07 durchgeführt. In dieser Arbeit handelt es sich um eine HV 0,2 Härteprüfung nach Vickers im Kleinkraftbereich. Die Härtemessungen erfolgten an der Prüfmaschine mit der Typenbezeichnung HMV-200 von der Firma Shimadzu. An erster Stelle wurde eine indirekte Überprüfung der Prüfmaschine, mit Hilfe einer Härtemessvergleichsplatte, durchgeführt. Die Härtemessvergleichsplatte entspricht der DIN EN ISO 6507-3 und besitzt die Bezeichnung MPA NRW 37026.196. Wie in der genannten Norm beschrieben, wurden fünf Messungen an dieser Platte aufgenommen, um die Funktionstauglichkeit der Prüfmaschine nachzuweisen. Nachdem diese Überprüfung stattfand, erfolgten die Messungen ebenfalls an den Bismut-Zinn-Proben. Auch hier wurden jeweils fünf Härtewerte aufgenommen. Die Kraft wurde bei allen Messungen über einen Zeitraum von zehn Sekunden aufgebracht. Mit Hilfe der Software Minuteman wurden die Härtewerte direkt auf dem Computer ausgewertet und anschließend in eine Microsoft Excel Tabelle übertragen.

## 5 Versuchsergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der durchgeführten Versuche zusammengefasst. Für die thermischen Analysen wurden speziell einzelne Abkühlverläufe ausgewählt, welche aussagekräftig und repräsentativ für alle Versuchsreihen sein sollen. Die Ergebnisse aus den thermischen Analysen werden dann zur besseren Beurteilung denen aus der Literatur gegenübergestellt. Zudem werden die erzeugten Schliffbilder der Bismut-Zinn-Proben dargestellt. Es werden in tabellarischer Form die gemessenen Querschnittsflächen und den daraus resultierenden Härtewerte aufgelistet.

### 5.1 Thermische Analyse an Blei und Zinn

Zuerst wird das Ergebnis der thermischen Analyse an der Bleiprobe thematisiert. Die nachfolgende Abbildung 24 zeigt das Temperatur-Zeit-Diagramm, welches mittels der im Kapitel 4.2 beschriebenen Durchführung, aufgenommen wurde. Anhand dieser gemessenen Temperaturverläufe kann ein Vergleich zwischen den beiden Konzepten zur Halterung der Thermoelemente gemacht werden. Wie im Diagramm für reines Blei zu sehen ist, bildet sich, bei der Verwendung des Tauchrohres, ein Haltepunkt bei einer Temperatur von ungefähr 318 °C. Im Vergleich dazu, setzt der Haltepunkt in Verbindung mit der alten Konstruktion bei zirka 300 °C ein und weist ein starkes Gefälle auf. Die Abbildung 2 aus Kapitel 2.2 zeigte wie ein Haltepunkt theoretisch aussehen sollte womit man die Qualität der Temperaturverläufe aus den praktischen Versuchen einschätzen kann.

Darüber hinaus ist zu erwähnen, dass bei einer Temperatur von 340 °C eine Schwankung im blauen Temperaturverlauf zu sehen ist. Dies ist die Folge davon, dass 10 Sekunden lang Luft auf den Schmelztiegel geblasen wurde. Daraus lässt sich schließen dass der Messpunkt, wo sich das Thermoelement befindet, sehr stark auf Umwelteinflüsse reagiert. Das Thermoelement im inneren der Schmelze zeigt dagegen an dieser Stelle keine Schwankung in der Kurve.

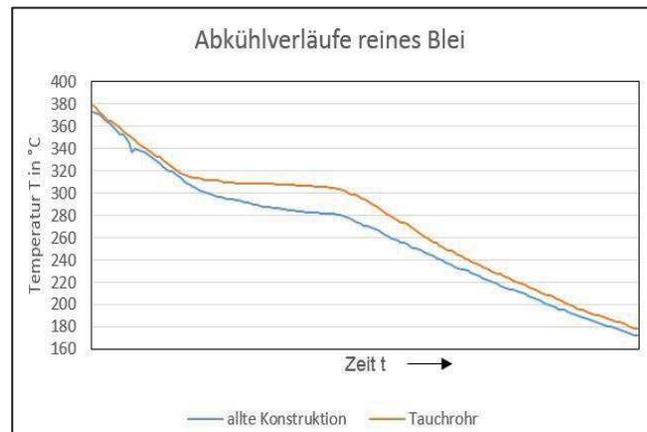


Abbildung 24: Abkühlverläufe reines Blei – TestLink SE309

Die Abbildung 20 zeigt die Benetzung der Schraube mit Blei nach der Versuchsdurchführung. Es konnte nicht ausgeschlossen werden, dass Bleischmelze in das Gewinde gedrungen ist. Das war ausschlaggebend für den Einsatz der Gewindestifte in den nachfolgenden Zinnversuchen. Das erwähnte Verändern der Eindringtiefe des Tauchrohres, führte nach einigen Versuchen zu keinem nennenswerten Ergebnis.

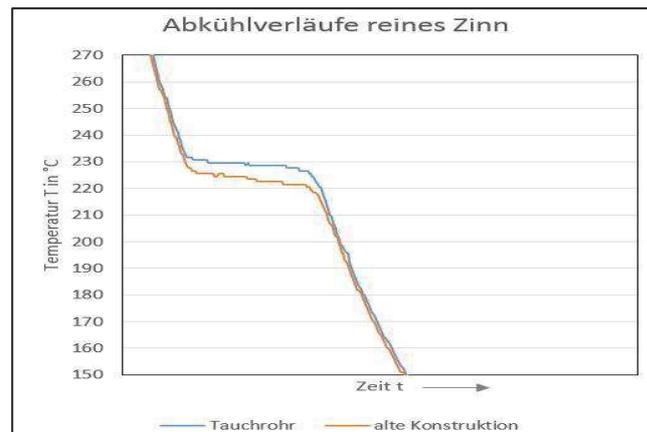


Abbildung 25: Abkühlverläufe reines Zinn - TestLink SE309

Die Abbildung 25 zeigt die gemessenen Temperaturverläufe für reines Zinn. Der Verlauf, welcher mittels Tauchrohr aufgenommen wurde, zeigt den Haltepunkt bei einer Temperatur von ca. 231°C. Dagegen liegt der Haltepunkt, gemessen an der alten Thermoelementaufnahme, bei einer Temperatur von etwa 225°C. Aus der Abbildung 4 geht hervor das Zinn einen Schmelzpunkt bei 231,9°C besitzt.

Weitere Versuche zeigen in den Verläufen ähnlich starke Schwankungen innerhalb des Haltepunktes, wie die Verläufe aus der Abbildung 25. Es sind auch, von Versuch zu Versuch, unterschiedlich starke Schwankungen innerhalb des Haltepunktes war zunehmen. Bei den durchgeführten Versuchen liegt der Haltepunkt, immer bei unterschiedlichen Temperaturen. Dieses Verhalten der Abkühlverläufe tritt bei beiden Aufnahme Konzepten auf.

Abschließend kann man sagen, dass die Abkühlverläufe von Blei und Zinn, bei Verwendung der alten Konstruktion, ein stärkeres Temperaturgefälle innerhalb des Haltepunktes aufweisen. Zusätzlich dazu ist zu sehen, dass die Haltepunkte, im Vergleich zur Messung mit dem Tauchrohr, immer bei einer niedrigeren Temperatur liegen.

## 5.2 Thermische Analyse des Zweistoffsystems Bismut-Zinn

Nach den Versuchen aus Kapitel 5.1, wurde der Gewindestift her rausgedreht und auf ein Eindringen der Schmelze überprüft. Mit den Gewindestiften konnte nicht ebenfalls nicht verhindert werden, dass Schmelze in den Gewindegang eindringt. Im Zuge dessen wurden die Tauchrohre gegen die verschweißten Tauchrohre aus der Abbildung 22 ausgetauscht. Alle folgenden thermischen Analysen wurden unter Verwendung dieser Tauchrohre durchgeführt. Die Ergebnisse am Bismut-Zinn-System stammen nur aus Versuchen mit dem neuen Versuchsaufbau. Es war aufgrund fehlender Tiegel nicht möglich, die Versuche an der alten Konstruktion durchzuführen. Aus den Ergebnissen im Kapitel 5.1 konnte man vermuten, dass die Ergebnisse am Bismut-Zinn-System ähnliche Eigenschaften, im Vergleich zu dem alten Aufbau, aufweisen würden. Das führt zu dem Entschluss das die Verwendung des alten Aufbaues an dieser Stelle nicht für einen Vergleich nötig ist. Dementsprechend werden die Ergebnisse am Bismut-Zinn-System nur mit den literarischen Werten verglichen.

Zuerst sind die Temperaturverläufe der reinen Werkstoffe aufgenommen worden. Das Diagramm in der Abbildung 26 zeigt die aufgezeichneten Abkühlkurven von Bismut bzw. Zinn.

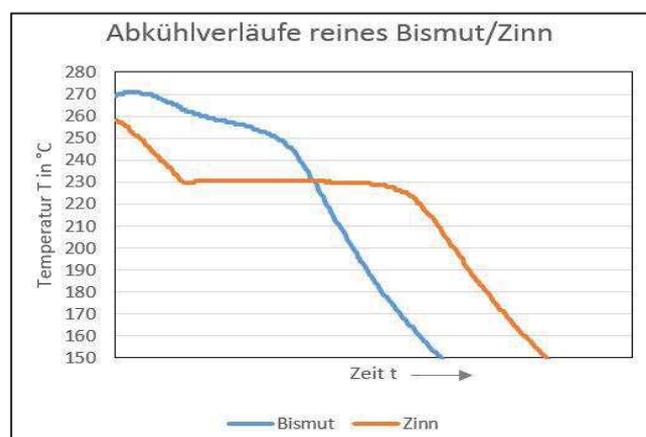


Abbildung 26: Abkühlverläufe reines Bismut/Zinn - Fehler Bismut – TestLink SE309

Als Folge einer zu geringen Erwärmungszeit im Ofen wurde das Bismut nicht zu 100% aufgeschmolzen. Dieser Umstand macht die Abkühlkurve von Bismut unbrauchbar. Um das bei weiteren Versuchen zu vermeiden, wurde die Gesamtmasse aller Schmelzen jeweils auf 150g reduziert. Somit ist ein geringerer Wärmeeintrag vonnöten und es kann sichergestellt werden das, bei gleichbleibender Zeit im Ofen, die Proben aufgeschmolzen sind.

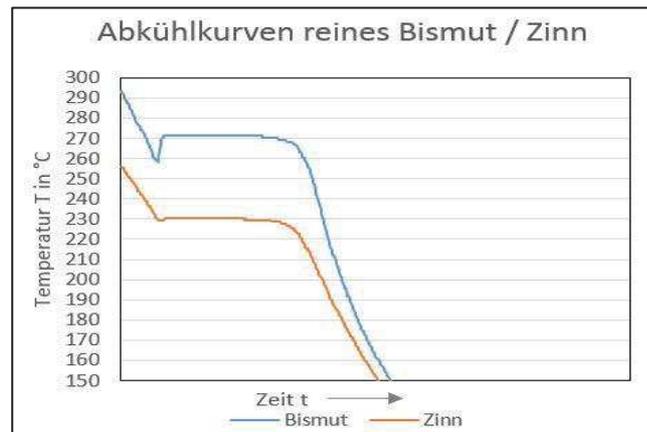


Abbildung 27: Abkühlverläufe reines Bismut/Zinn – TestLink SE309

Aus der Abbildung 27 ist ein Haltepunkt bei 271°C zu entnehmen. Dieser Haltepunkt gehört zu dem Abkühlverlauf des reinen Bismuts. Entnommen aus der Abbildung 4 beträgt die Schmelztemperatur von Bismut 271°C, dementsprechend sollen die Abkühlverläufe bei dieser Temperatur ein Haltepunkt ausbilden. Außerdem ist dem Haltepunkt eine Unterkühlung von 12 °C vorangegangen. Der Haltepunkt ist, über den Zeitraum, sehr stabil und zeigt keine Schwankungen. Der Haltepunkt für Zinn wurde bei einer Temperatur von etwa 231°C gemessen. Im Vergleich dazu liegt der Schmelzpunkt von Zinn, in der Abbildung 4, bei 231,9°C. Die Abkühlkurve zeigt dabei eine leichte Unterkühlung von ungefähr 2°C. Auch der Haltepunkt vom Zinn ist sehr stabil, zeigt aber gegen Ende ein leichtes Temperaturgefälle.

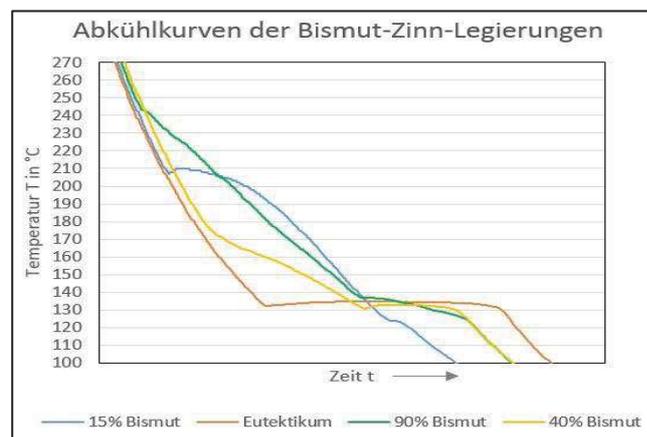


Abbildung 28: Abkühlverläufe der Bismut-Zinn-Legierungen – TestLink SE309

Anschließend zur Untersuchung der reinen Werkstoffe, wird eine thermische Analyse an den vier gewählten Legierungen durchgeführt. Die Abbildung 28 zeigt einen Versuchsdurchlauf, welcher die Ergebnisse aller Durchläufe mit den Legierungen widerspiegelt. Da die Abkühlkurven alle sehr ähnlich waren, werden diese hier nicht einzeln aufgeführt. Man konnte daraus schließen, dass der neu entwickelte Versuchsaufbau auch nach vielen Tests gleichbleibende Ergebnisse liefert.

Anfangen mit der Legierung 1, zeigt der blaue Abkühlverlauf einen Knickpunkt bei  $211^{\circ}\text{C}$  mit leichter Unterkühlung. Zudem kommt ein weiterer Knickpunkt bei einer Temperatur von  $125^{\circ}\text{C}$ . Zum Vergleich dazu, in der Abbildung 4 treten diese Punkte bei den Temperaturen von  $215^{\circ}\text{C}$  und  $130^{\circ}\text{C}$  auf. Weitergehend mit der Legierung 2 sind der gelben Kurve folgende Temperaturen für den Knick- und Haltepunkt zu entnehmen. Der Knickpunkt beginnt bei einer Temperatur von  $175^{\circ}\text{C}$  und der Haltepunkt liegt bei  $133^{\circ}\text{C}$ . Vor Beginn des Haltepunktes ist eine Unterkühlung von ca.  $3^{\circ}\text{C}$  abzulesen. Die eutektische Legierung ist in dem Diagramm in schwarz dargestellt. Daraus ist zu entnehmen, dass sich der Haltepunkt bei einer Temperatur von  $134^{\circ}\text{C}$  ausgebildet hat. Laut dem Zustandsschaubild aus der Abbildung 4, liegt der Haltepunkt dort bei  $139^{\circ}\text{C}$ . Zuletzt zeigt die grüne Kurve der Legierung 3 einen Knickpunkt bei  $245^{\circ}\text{C}$ . Der dazugehörige Haltepunkt zeigt ein Temperaturgefälle, beginnend bei einer Temperatur von  $135^{\circ}\text{C}$ , von etwa  $8^{\circ}\text{C}$ . Schaut man sich die Umwandlungspunkte in der Abbildung 4, bei der Legierung mit einem Masseanteil von 90% Bismut an, liegt dort die Temperatur für den Beginn des Knickpunktes bei  $240^{\circ}\text{C}$ . Der Abkühlverlauf für diese Legierung sollte auch einen Haltepunkt bei  $139^{\circ}\text{C}$  aufweisen. Aus den Temperatur-Zeit-Diagrammen aller gerade getesteten Proben ist festzuhalten, dass die Anfangs- bzw. Endpunkte der Halte- und Knickpunkte klar zu erkennen sind. Außerdem ist anzumerken, dass jegliche gemessene Umwandlungspunkte der Legierungen etwa  $5^{\circ}\text{C}$  niedriger lagen, als es aus der Abbildung 4 zu entnehmen ist. Einzige Ausnahme dafür ist die Schmelztemperatur der Legierung 3.

Zusätzlich zu den gerade beschriebenen Versuchen, wurden an der eutektischen Legierung weitere Abkühlverläufe aufgenommen. Der Unterschied zwischen dem gemessenen Wert und dem literarischen Wert der Schmelztemperatur gab Anlass dazu, die äußeren Einflüsse auf den Tiegel zu verändern, um näher die  $139^{\circ}\text{C}$  heranzukommen. In der folgenden Abbildung 29 sind die dabei entstandenen Abkühlkurven zusammengefasst.

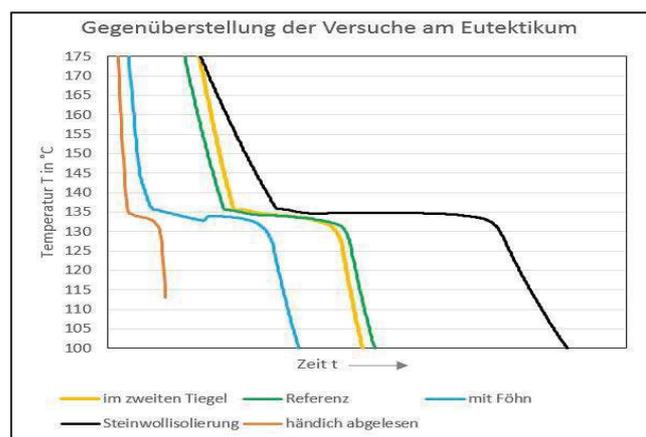


Abbildung 29: Abkühlverläufe der Versuche am Eutektikum - TestLink SE309

Darin ist zu sehen, dass der Haltepunkt des blauen und des orangenen Verlaufes noch niedriger liegen als bei der Referenz aus einem vorherigen Versuch. Der Einsatz des Föhns führt zudem, zu einer stark ausgeprägten Unterkühlung.

Das Abkühlen in einem zweiten Tiegel aus Graphit ergibt keine Annäherung an den gewünschten Wert und zeigt einen gleich starken Temperaturabfall wie die Referenzkurve. Einzig die Isolierung des Tiegels mit Steinwolle hebt die Temperatur des Haltepunktes auf 136°C an. Mit dieser Änderung verdoppelt sich die Dauer, bis die Umwandlung abgeschlossen ist. Durch die sehr langsame Abkühlung kommt man dem thermodynamischen Gleichgewichtszustand näher und erhält einen konstanteren Haltepunkt. <sup>[51]</sup>

### 5.3 Metallografische Untersuchungen der Bismut-Zinn-Legierungen

Die nachfolgenden Abbildungen 30 bis 35 zeigen die Gefügebilder, welche mit der im Kapitel 4.3 beschriebenen Durchführung entstanden sind. Im Rahmen dieser Bachelorarbeit stehen keine Gefügeanalysen im Vordergrund und werden hier nicht tiefergehend thematisiert. Es werden hier lediglich die Veränderungen der Gefügezusammensetzung in bildlicher Form dargestellt. Dies soll die Verbindung zur Theorie aus dem Kapitel 2.3.3.1 und den aufgezeichneten Abkühlverläufen aus dem Kapitel 5.2 schaffen.

Die Schliiffbilder von Bismut und Zinn weisen Kratzer bzw. Riefen auf. Die Legierung mit 15% Bismut zeigt zwischen den Zinnkristallen eine eutektische Ausscheidung. Auf dem Schliiffbild der Legierung mit 40% Bismut ist ein dendritisches Keimwachstum der Zinnkristalle zu sehen. In den Zwischenräumen liegt das Bismut-reiche Eutektikum. Die eutektische Legierung weist ein feines Gefüge mit vereinzelt auftretenden Anhäufungen von Bismut auf. Das Gefügeschaubild der Legierung mit 90% Bismut zeigt relativ große Bismut-Kristalle mit einem Zinn-reichen Eutektikum.

Auf den Schliiffbildern sind Verunreinigungen in Form kleiner schwarzer Punkte zu sehen. Darüber hinaus sind auf der Zinnprobe, Schlieren auf den Körnern zu erkennen.

---

<sup>51</sup> Seidel und Hahn 2014, S.75.

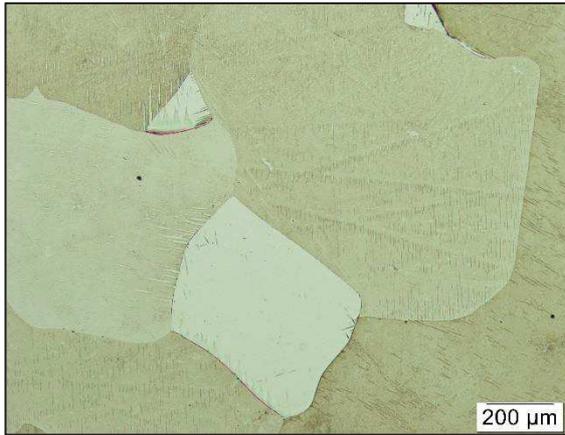


Abbildung 30: Übersicht Querschliff Bismut geätzt  
Objektiv 5x

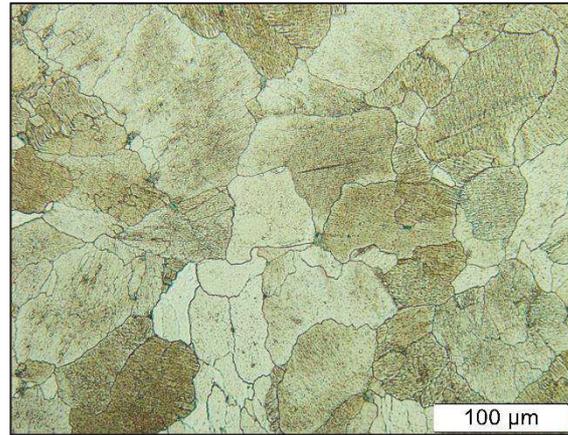


Abbildung 31: Übersicht Querschliff Zinn geätzt  
Objektiv 20x

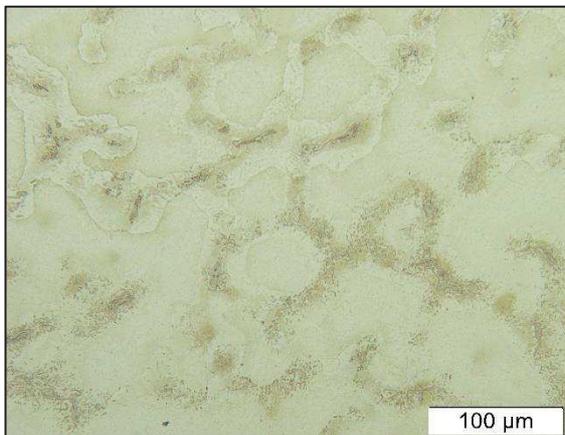


Abbildung 32: Übersicht Querschliff 15%Bismut geätzt  
Objektiv 20x

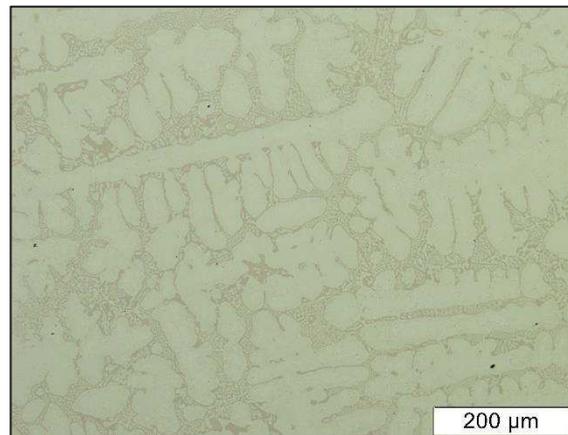


Abbildung 33: Übersicht Querschliff 40%Bismut geätzt  
Objektiv 10x

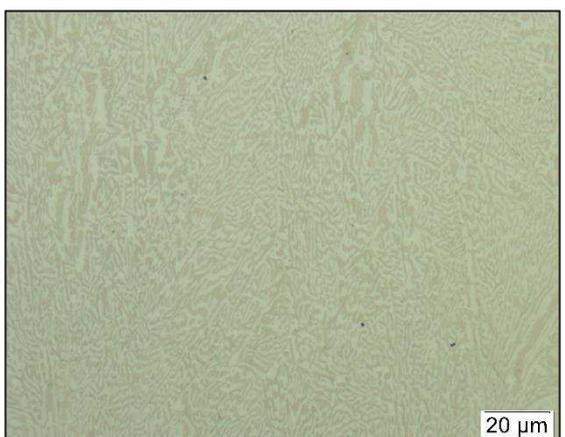


Abbildung 34: Übersicht Querschliff  
Eutektikum ungeätzt  
Objektiv 50x

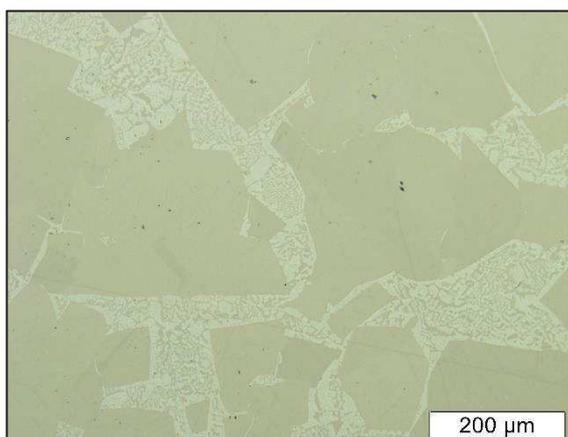


Abbildung 35: Übersicht Querschliff  
90%Bismut ungeätzt  
Objektiv 10x

## 5.4 Härtemessung der Bismut-Zinn-Legierungen

Die Messergebnisse der Härteprüfung, welche im Kapitel 4.5 beschrieben wurde, sind in der folgenden Tabelle 1 aufgeführt. Das Ergebnis mit der Härtemessvergleichsplatte ergab eine Funktionstauglichkeit der Prüfmaschine HMV-2000, wodurch die Härteprüfung an den aufgezählten Proben mit dieser Maschine möglich ist. Dabei sind die Prüfungen an den bereits eingebetteten Proben aus Kapitel 5.3 durchgeführt worden.

Zinn	Querschnittsdiagonale $d_x$ in mm	Querschnittsdiagonale $d_x$ in mm	Härte-wert
1	0,2265	0,2338	7
2	0,2317	0,237	6,8
3	0,2286	0,2286	7,1
4	0,2286	0,2254	7,2
5	0,2265	0,2286	7,2
<b>Bismut</b>			
1	0,2213	0,2024	8,3
2	0,2182	0,1992	8,5
3	0,1931	0,2317	8,2
4	0,2098	0,2191	8,1
5	0,2244	0,1898	8,6
<b>Legierung 1</b>			
1	0,1232	0,1153	26,1
2	0,12	0,1153	26,8
3	0,1148	0,1237	26,1
4	0,1148	0,1132	28,5
5	0,119	0,1153	27
<b>Legierung 2</b>			
1	0,1253	0,1258	23,5
2	0,1305	0,1342	21,2
3	0,1284	0,129	22,4
4	0,1284	0,13	22,2
5	0,1294	0,1353	21,2
<b>Legierung 3</b>			
1	0,1399	0,1604	16,5
2	0,143	0,1415	18,3
3	0,143	0,1436	18,1
4	0,1399	0,1552	17
5	0,143	0,1447	17,9
<b>Eutektikum</b>			
1	0,1367	0,1447	18,7
2	0,143	0,1363	19
3	0,1326	0,1279	21,9
4	0,1305	0,1269	22,4
5	0,1409	0,1415	18,6

**Tabelle 1: Ergebnisse der Härteprüfung nach Vickers im Kleinkraftbereich**

Anhand dieser Werte wurde der Durchschnitt und damit der endgültige Härtewert errechnet. In der Tabelle 2 werden diese Werte nach DIN EN ISO 6507-1 angegeben.

Proben	Härtewert
Zinn	7,06 HV 0,2 / 10
Bismut	8,34 HV 0,2 / 10
Legierung 1	26,9 HV 0,2 / 10
Legierung 2	22,1 HV 0,2 / 10
Legierung 3	17,56 HV 0,2 / 10
Eutektikum	20,12 HV 0,2 / 10

**Tabelle 2: Endgültige Härtewerte nach DIN EN ISO 6507-1:2018-07**

Die Ergebnisse zeigen, dass die Gefügebestandteile einen großen Einfluss auf die Härte eines Werkstoffes haben. Bismut und Zinn besitzen eine relativ niedrige Härte im Vergleich zu den Legierungen, welche aus den beiden Reinstoffen zusammengesetzt sind.

## 6 Diskussion

In diesem Kapitel wird eine Einschätzung der erzielten Ergebnisse gegeben und es werden Lösungsvorschläge für aufgetretene Probleme gemacht. Außerdem werden mögliche Fehlerquellen aufgezählt, die zu unerwünschten Resultaten führen können.

Die Versuche am Blei und Zinn zeigten eine deutliche Annäherung an den gewünschten Haltepunkt. Es gab dahingehend eine Verbesserung um ca. 10° C im Vergleich zur alten Anordnung. Die Abkühlkurve von Blei soll einen Haltepunkt bei einer Temperatur von 327 °C aufweisen. Damit liegen die aufgezeichneten Werte bei dem Versuch mit der neuen Konstruktion nur etwa 1°C darunter.<sup>[52]</sup> Der theoretische Haltepunkt liegt im Fall von Zinn bei 231,9°C, welcher mit nur 0,5°C bis 1°C unterschritten wird. Die Schwankungen und das Temperaturgefälle im Haltepunkt konnten jedoch nicht verbessert werden. Die Gründe dafür könnten von der Schmelze bzw. dem Tauchrohraufbau kommen. In der Abbildung 20 ist zu sehen, dass nach den Versuchen eine deutliche Reaktion zwischen dem Blei und der vernickelten Schraube stattgefunden hat. Das gibt Grund zur Annahme, dass auch eine Reaktion über Jahre mit den Tiegeln und der Schmelze eine Verunreinigung zur Folge hatte. Da die Tiegel mit einem nicht mehr nachvollziehbaren Material abgedichtet wurden, könnte auch hier eine Wechselwirkung stattgefunden haben.

In späteren Versuchen konnte festgestellt werden, dass der Ofen aufgrund seiner Funktionsweise eine große Fehlerquelle darstellt. Es ist häufiger vorgekommen, dass die Versuchsreihen aus diesem Grund unbrauchbar waren. Dieser besitzt z.B. keine Umluftfunktion, wodurch es im Inneren zu großen Temperaturunterschieden kommt. Aus diesem Grund kam es häufiger vor, dass die Versreihen unbrauchbar waren. Es ist ausschlaggebend, wo der Schmelztiegelständer im Ofen positioniert ist. Schon der Abstand zwischen den Tiegeln reicht, dass diese unterschiedlich stark erwärmt werden. Das kann zur Folge haben, dass bei gleicher Dauer im Ofen die Schmelzen nicht zu 100% aufgeschmolzen sind. Durch die Verringerung der Masse der Schmelze konnte man diese Fehlerquelle mindern.

Zusätzlich ist darauf zu achten, dass das Innere der Tauchrohre sauber und frei von Rückständen ist. Das kann ein Grund für Messungenauigkeiten bzw. die aufgezeichneten Schwankungen im Temperaturverlauf sein.

Die Temperaturverläufe von Bismut und Zinn zeigen ebenfalls ein sehr gutes Ergebnis, da auch hier die Schmelzpunkte ziemlich genau getroffen worden.

---

<sup>52</sup> Stefan Schorn et. al. 1999 - 2018.

Dazu sind die Haltepunkte in ihrem Verlauf stabil geblieben. Das ist eine deutliche Verbesserung gegenüber der früheren Abkühlkurven aus den Blei-Zinn-Versuchen mit Verwendung der alten Konstruktion. Der immer wieder gemessene Unterschied von ca. 5°C zu den gewünschten Umwandlungstemperaturen aus dem Bismut-Zinn-Zustandsschaubild, konnte auch unter Veränderung der äußerlichen Einflüsse auf den Tiegel nicht verringert werden. Auch unter Verwendung eines anderen Thermoelementes, wurde ein ähnlich großer Unterschied aufgezeichnet. Es kam in praktischer Hinsicht zu keiner Lösung dieses Phänomen zu beheben.

Eine Fehlerquelle könnte noch der verwendete Datalogger in Verbindung mit der Übertragungssoftware sein, aber man kann den Fehler nicht gänzlich darauf schieben.

Das beste Ergebnis brachte der Versuch, wo der Tiegel mit Steinwolle isoliert wurde. Durch die sehr langsame Abkühlgeschwindigkeit kam man dem Gleichgewichtszustand am nächsten. Aufgrund der Dauer bis die Phasenumwandlungspunkte erreicht werden, ist dieser Aufbau für das Praktikum ungeeignet. Dafür müsste mehr Zeit für das Praktikum eingeplant werden, was aber nicht zu rechtfertigen ist.

Während der Versuche ist deutlich geworden, dass die eingesetzten Deckel keine wirklich sichere Abdichtung bringen. Bei einem unachtsamen Einführen der Thermoelemente könnten sich die Tauchrohre mit dem Deckel vom Tiegel lösen und runterfallen. Deswegen ist es wichtig, dass die Praktikumssteilnehmer einen Kittel und festes Schuhwerk tragen. Zeitlich bedingt konnten keine neuen Deckel konstruiert, in Fertigung gegeben und getestet werden.

In Hinsicht auf die metallografische Untersuchung ist ersichtlich, dass das Schliffbild von Bismut und von Zinn Kratzer sowie Riefen aufzeigen. Gründe dafür können in der Präparationsreihenfolge sein oder von Rückständen auf den Schleif- bzw. Polierscheiben kommen. Als Lösungsvorschlag könnte man einen weiteren Poliervorgang hinzufügen mit einem noch feineren Schmiermittel. Ähnlich verhält es sich mit dem Schmierfilm auf der Zinnprobe, dort könnte auch der sehr niedrige Härtewert ein Grund sein. Es war zeitlich nicht mehr möglich die Präparationsschritte der metallografischen Untersuchungen weiter zu verfeinern, um die Qualität der Gefügebilder zu verbessern. Dafür sind eine Reihe an verschiedensten Präparationsmethoden zu testen und gegebenenfalls an jede einzelne Probe anzupassen.

Die Härteprüfung im Rahmen dieser Arbeit diente dazu einen Gesamteindruck über die Eigenschaften des Zweistoffsystems Bismut-Zinn zu erhalten.

Aus den zufriedenstellenden Ergebnissen der thermischen Analysen lässt sich ableiten, dass der neu entwickelte Versuchsaufbau besser geeignet und dem alten auf jeden Fall vorzuziehen ist.

Das gewählte Legierungssystem Bismut-Zinn eignet sich ebenfalls für den Einsatz im studentischen Praktikum und ist dem Blei-Zinn-System auf jeden Fall vorzuziehen. Somit sollte das Praktikum in Zukunft auf diese Art und Weise durchgeführt werden. Als Ersatz für das Blei-Zinn-System, wäre ebenfalls das System Bismut-Cadmium möglich gewesen. Dieses gehört zu den eutektischen Systemen mit völliger Unlöslichkeit im festen Zustand. Das zugehörige Zustandsschaubild ähnelt aus diesem Grund dem des Bismut-Zinn-Systems sehr, ist aber etwas einfacher aufgebaut. Ein Langzeittest der Versuchskonstruktion war nicht im zeitlichen Rahmen dieser Bachelorarbeit möglich. Dementsprechend können Spätfolgen nicht eingeschätzt werden.

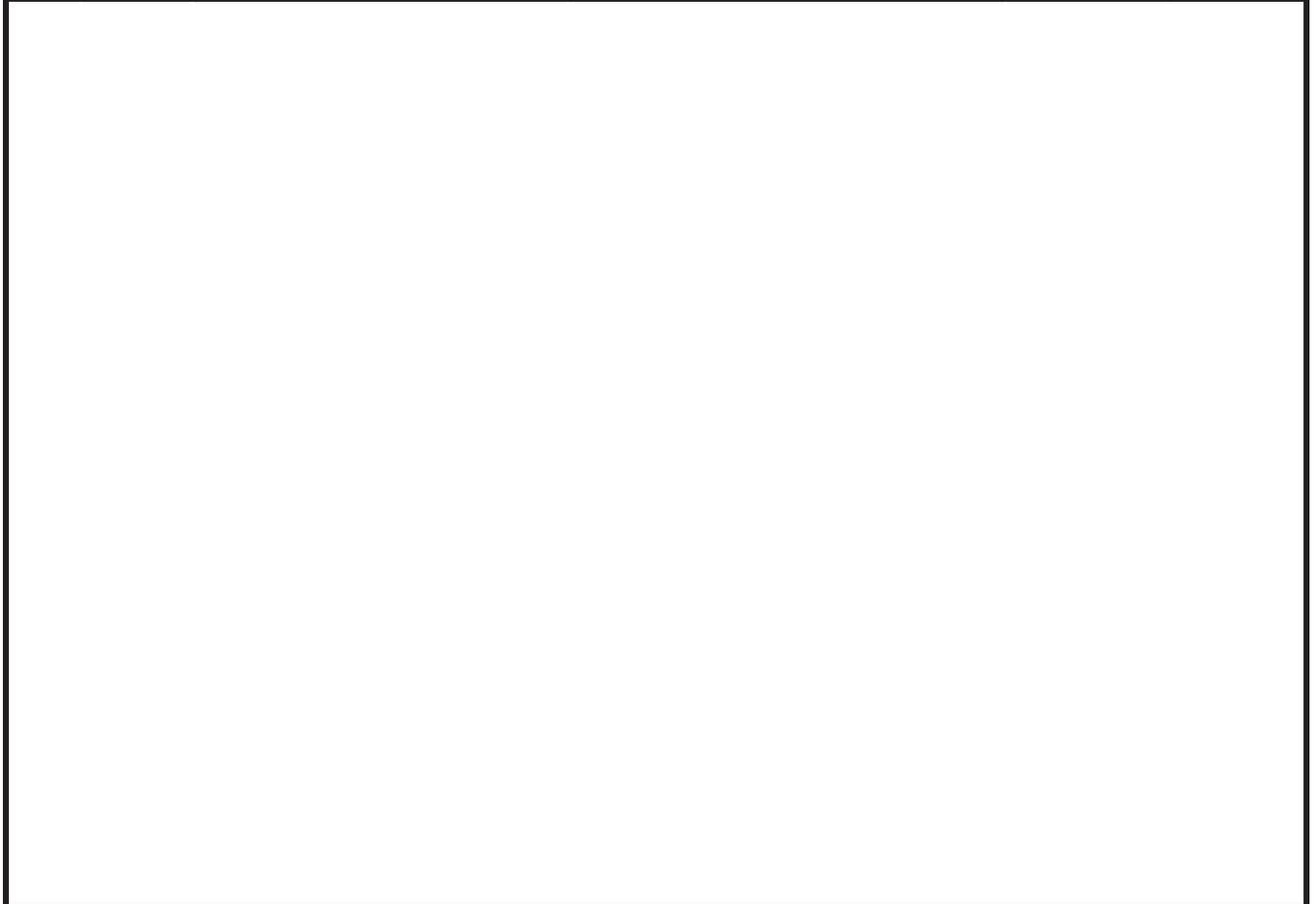
Die angepasste Praktikumsanleitung ist im Anhang hinterlegt. Das Ziel eine neue und sicherere Schmelztiegelanordnung zu entwickeln ist, bis auf die thematisierten Aspekte erreicht worden. Zudem ist ein passender Ersatz für das Blei-Zinn-System gefunden und getestet worden.

## 7 Literatur- und Quellenverzeichnis

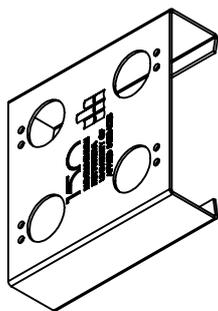
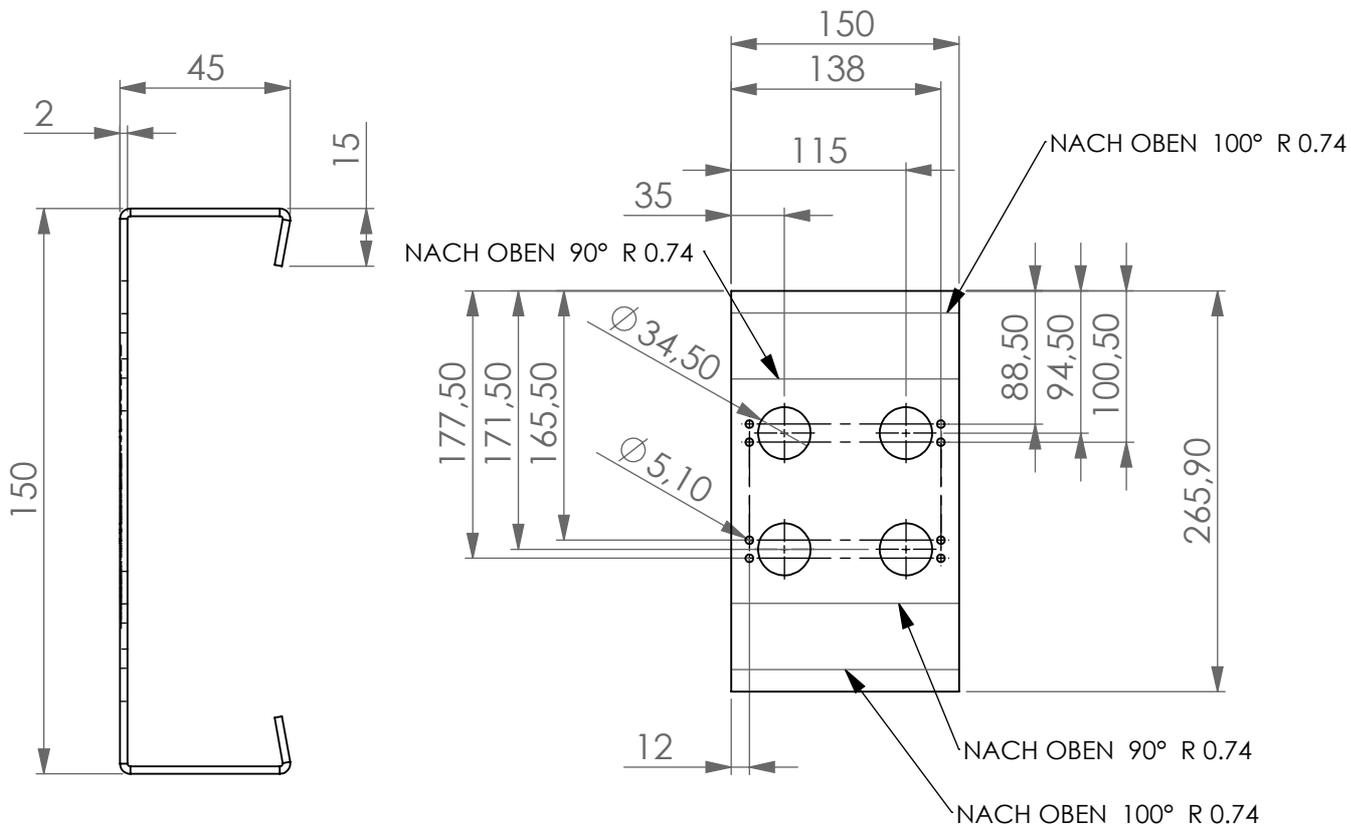
- Bargel, Hans-Jürgen; Schulze, Günter (Hrsg.) (2012): Werkstoffkunde. 11., bearb. Aufl. 2012. Berlin, Heidelberg: Springer (Springer-Lehrbuch). Online verfügbar unter <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-17717-0>.
- Hahn, Frank (2015): Werkstofftechnik-Praktikum. Werkstoffe prüfen und verstehen. 1. Aufl. München: Fachbucherl. Leipzig im Hanser Verl. Online verfügbar unter <http://dx.doi.org/10.3139/9783446444942>.
- Riehle, Manfred; Simmchen, Elke (2009): Grundlagen der Werkstofftechnik. 2., aktualisierte Aufl., unveränderter Nachdruck. Stuttgart: Wiley-VCH-Verl.
- Seidel, Wolfgang W.; Hahn, Frank (2014): Werkstofftechnik. Werkstoffe - Eigenschaften - Prüfung - Anwendung; mit zahlr. Tabellen, Beispielen, Übungen und Testaufgaben. 10., aktualisierte Aufl. München: Hanser (Lernbücher der Technik).
- Worch, Hartmut; Pompe, Wolfgang; Schatt, Werner (Hrsg.) (2011): Werkstoffwissenschaft. 10., vollst. überarb. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH (Master).
- Christian, J.W; Constitution of binary alloys: (Second edition), by M. Hansen, with the cooperation of K. Anderko. Pp. xix + 1305. McGraw-Hill Book Co. Inc., New York; McGraw-Hill Publishing Co. Ltd, London. 1958
- Castolin Eutectic (2011): Cadmiumfreies Silberlot für Eisen- und Kupferwerkstoffe. Castolin 181. Online verfügbar unter <https://www.castolin.com/sites/default/files/product/downloads/castolin-181-181F-cadmiumfrei-hartlote-hartlot.pdf>, zuletzt aktualisiert am 13.06.2018, zuletzt geprüft am 06.08.2018.
- Norm DIN 741 07-1972. Drahtseilklemmen für Seil-Endverbindungen bei untergeordneten Anforderungen
- Norm DIN EN ISO 6507-1:2018-07. Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Vickers; Prüfverfahren
- Norm DIN EN ISO 6507-3:2018-07. Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Vickers; Kalibrierung von Härtevergleichsplatten
- Stefan Schorn et. al. (1999 - 2018): Mineralienatlas. Blei. Online verfügbar unter <https://www.mineralienatlas.de/lexikon/index.php/MineralData?lang=de&mineral=Blei>, zuletzt geprüft am 15.08.2018.

## **8 Anhang**

Pos.	Menge	Benennung	Norm / Werkstoff	Sach.-Nr.	Fert.-St.
01	2	Halteplatte	X5CrNi18-10		1
02	8	Schmelztiegel			1
03	8	Deckel	X5CrNi18-10		1
04	1	Hebeplatte	X5CrNi18-10		1
05	1	Entnahmestange	X5CrNi18-10		1
06	2	Senkkopfschraube	ISO 10642 - M2,5 x 8 - F2-8.8		1
07	16	Abstandshülsen	X5CrNi18-10		1
08	16	Mutter	ISO 4035 - M5 - F2-035		1
09	8	Drahtseilklemmen	ähnlich DIN 741		1



						Maßstab			
						Werkstoff			
					Datum	Name	Benennung		
				Bearb.	12.08.18	Thiele J.	<b>Stückliste - Schmelztiegelhalter</b>		
				Gepr.					
				Norm					
							Zeichn.-Nr.		Blatt
									1
									Bl.
Zust.	And.	Datum	Name						



WENN NICHT ANDERS DEFINIERT:  
BEMASSUNGEN SIND IN MILLIMETER  
TOLERANZEN: IT11

OBERFLÄCHENGÜTE:



ENTGRATEN  
UND SCHARFE  
KANTEN  
BRECHEN

ZEICHNUNG NICHT SKALIEREN

ÄNDERUNG 3

NAME	SIGNATUR	DATUM
GEZEICHNET J.Thiele		25.02.18
GEPRÜFT		
GENEHMIGT		
PRODUKTION		
QUALITÄT		
WERKSTOFF:		
X5CrNi18-10		
GEWICHT:		

BENENNUNG:  
**Schmelztiegelständer\_rev3**

ZEICHNUNGSNR. A4

MASSSTAB:1:2 BLATT 1 VON 1

4 3 2 1

F

F

E

E

D

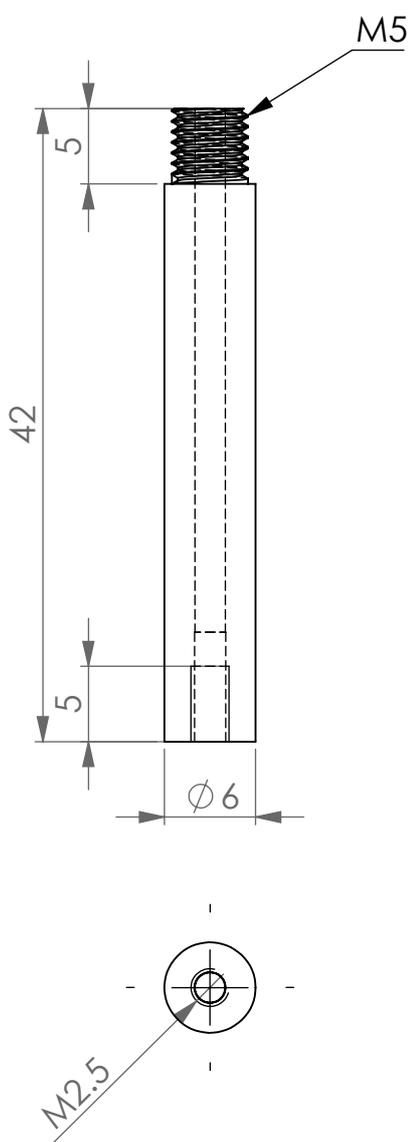
D

C

C

B

B



WENN NICHT ANDERS DEFINIERT:  
BEMASSUNGEN SIND IN MILLIMETER

OBERFLÄCHENGÜTE:  
✓

ENTGRATEN

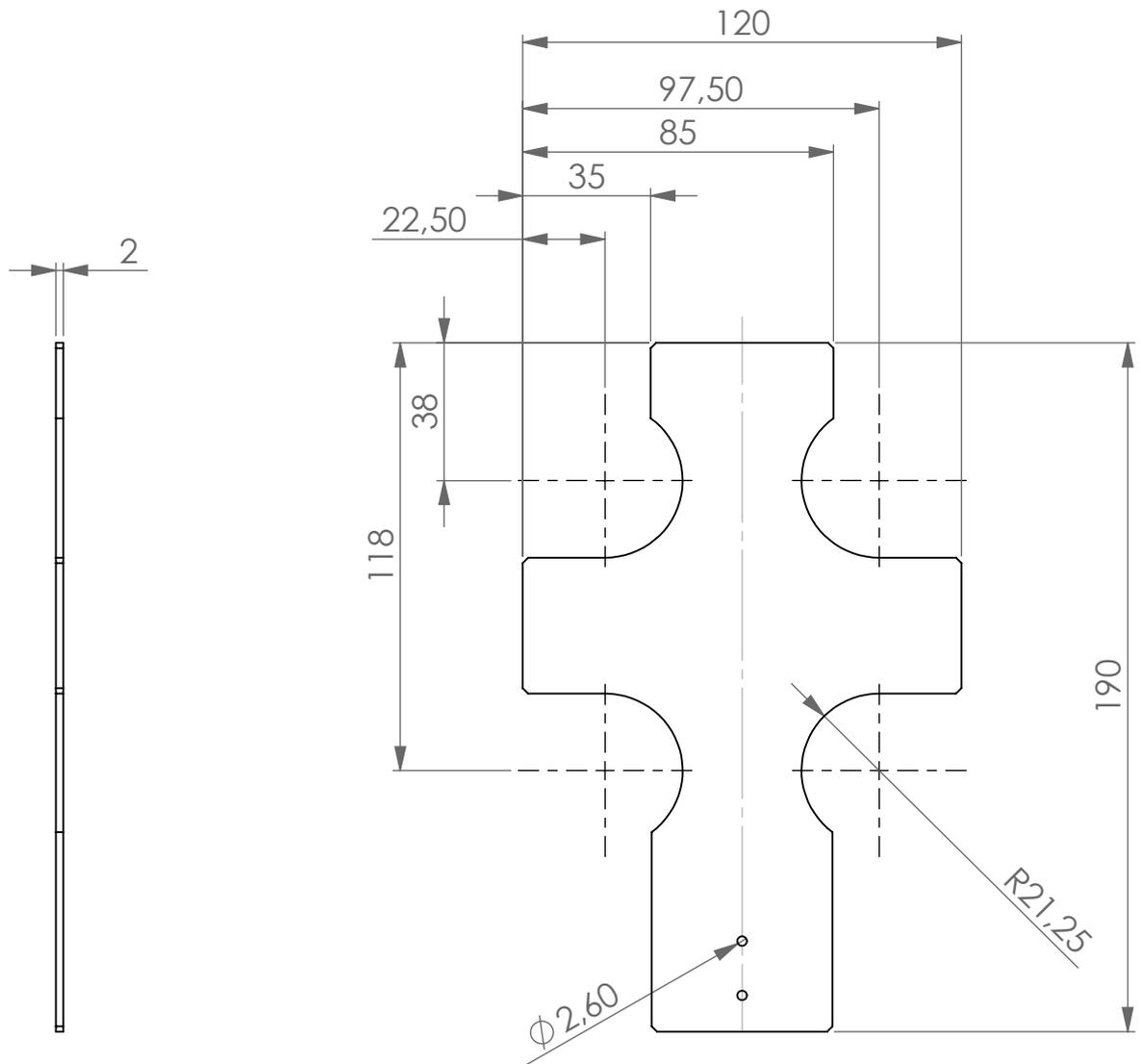
ZEICHNUNG NICHT SKALIEREN

ÄNDERUNG

	NAME	SIGNATUR	DATUM
GEZEICHNET	Thiele J.		25.04.18
GEPRÜFT			
GENEHMIGT			
PRODUKTION			
QUALITÄT			

BENENNUNG: <b>Tauchrohre - vor dem verschließen</b>	
WERKSTOFF: <b>X5CrNi18-10</b>	ZEICHNUNGSNR. <b>A4</b>
GEWICHT:	MASSSTAB:2:1 BLATT 1 VON 1

4 3 2 1



WENN NICHT ANDERS DEFINIERT: BEMASSUNGEN SIND IN MILLIMETER	OBERFLÄCHENGÜTE: 	ENTGRATEN	ZEICHNUNG NICHT SKALIEREN	ÄNDERUNG 1
TOLERANZEN: IT11				

				BENENNUNG: <b>Hebeplatte</b>	
GEZEICHNET	NAME J.Thiele	SIGNATUR	DATUM 26.02.18		
GEPRÜFT					
GENEHMIGT					
PRODUKTION					
QUALITÄT		WERKSTOFF: X5CrNi18-10	ZEICHNUNGSNR.	A4	
		GEWICHT:	MASSSTAB:1:2	BLATT 1 VON 1	

Ø 16  
14

24,75

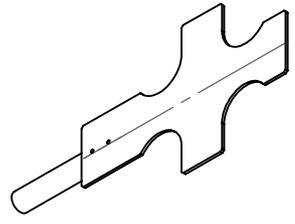
M2,5

10

25

25

10



WENN NICHT ANDERS DEFINIERT:  
BEMASSUNGEN SIND IN MILLIMETER  
OBERFLÄCHENBESCHAFFENHEIT:  
TOLERANZEN:  
LINEAR:  
WINKEL:

OBERFLÄCHENGÜTE:  
  
✓

ENTGRATEN  
UND SCHARFE  
KANTEN  
BRECHEN

ZEICHNUNG NICHT SKALIEREN

ÄNDERUNG

NAME	SIGNATUR	DATUM
GEZEICHNET J.Thiele		17.03.18
GEPRÜFT		
GENEHMIGT		
PRODUKTION		
QUALITÄT		

BENENNUNG:  
**Hebevorrichtung komplett**

WERKSTOFF:  
**X5CrNi18-10**

ZEICHNUNGSNR.:

MASSSTAB: 1:10

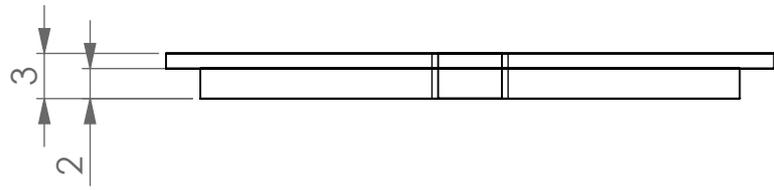
BLATT 1 VON 1

A4

4 3 2 1

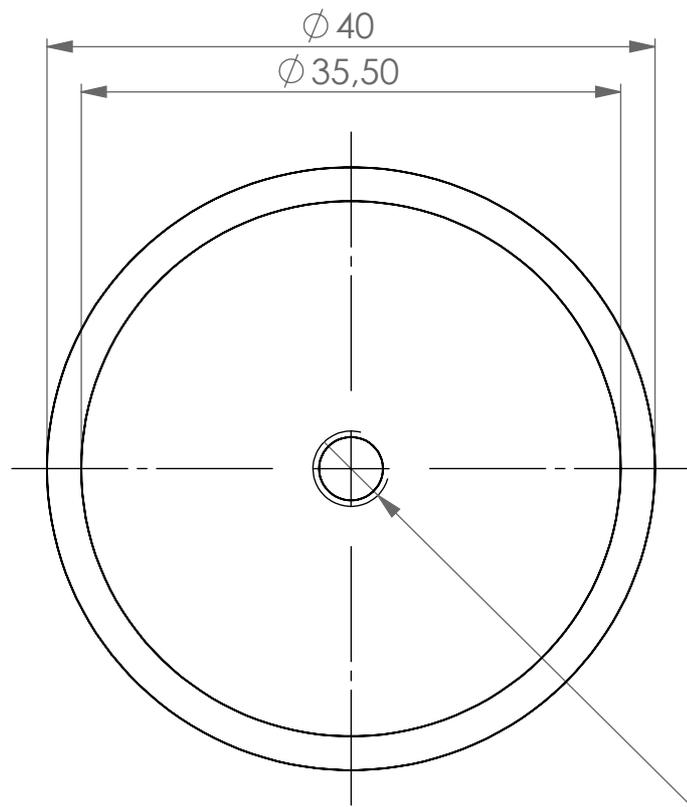
F

F



E

E



D

D

C

C

B

B

WENN NICHT ANDERS DEFINIERT: BEMASSUNGEN SIND IN MILLIMETER	OBERFLÄCHENGÜTE: 	ENTGRATEN	ZEICHNUNG NICHT SKALIEREN	ÄNDERUNG
TOLERANZEN: IT 11				

	NAME	SIGNATUR	DATUM
GEZEICHNET	J.Thiele		05.03.18
GEPRÜFT			
GENEHMIGT			
PRODUKTION			
QUALITÄT			

BENENNUNG: <h1>Deckel</h1>	ZEICHNUNGSNR.	A4
WERKSTOFF: X5CrNi18-10	MASSSTAB: 2:1	BLATT 1 VON 1

A

A

4 3 2 1



# Praktikumsanleitung

## Praktikum: Einf. in die Werkstofftechnik

Studiengang: Maschinenbau [B.Eng.]

**Versuch: Thermische Analyse - Zustandssysteme**

Dieses Material ist nur für den Gebrauch an der Hochschule Mittweida zugelassen!

***Bei diesem Versuch wird ein Arbeitskittel für jeden Teilnehmer benötigt***

### 1. Theoretische Grundlagen

- Zustandsänderungen + innerer Antrieb für Zustandsänderungen
- Keimbildung- und Wachstum, sog. „kritische“ Keimgröße
- 3 Grundtypen der Zweistoffsysteme
- 2 Möglichkeiten der Mischkristallbildung
- Linien im Zustandsdiagramm einschl. Sättigungslinien
- Begriffe: Phase, Gefüge, Erstarrungsintervall, Eutektikum bzw. eutektische Reaktion, sekundäre Ausscheidung, Mischkristall, Kristallgemisch
- Schritte zur Erstellung metallografischer Schliffe

### 2. Informationsquellen

- / 1 / Seidel, W. bzw. Seidel/Hahn: Werkstofftechnik; Hanser Fachbuchverlag  
ISBN 3-446-40789-8 (2007) / 3-446-42064-9 (2010) / 3-446-43073-3 (2012) /  
ISBN 3-446-44142-2 (2014)
- / 2 / Hahn: Werkstofftechnik-Praktikum; Hanser Fachbuchverlag  
ISBN 978-3-446-43258-1
- / 3 / Bargel, H.-J.; Schulze, G.: Werkstoffkunde, Springer Verlag,  
ISBN 978-3-642-17716-3; E-Book: ISBN 978-3-642-17717-0
- / 4 / Macherauch, E., Zoch, H.W.: Praktikum in Werkstoffkunde, Springer Verlag,  
ISBN 978-3-658-05037-5; E-Book: ISBN 978-3-658-05038-2
- / 5 / <http://www.ahoefer.de/maschinenbau/werkstoffkunde.html>

### **3. Aufgaben zur Praktikumsvorbereitung**

*Die Beantwortung sollte 1x schriftlich für die Gruppe oder für die Teilnehmer einzeln vorliegen und sollte im Versuchsprotokoll enthalten sein. Die Grafiken dürfen von Hand bzw. mit Lineal gezeichnet sein. Die Verwendung der Farbe Rot ist dabei zu vermeiden – diese Farbe ist für die Korrektur vorgesehen.*

- 3.1** Was ist eine Phase, was ist ein Gefüge? Skizzieren Sie ein einphasiges bzw. zweiphasiges schematisches Gefügebild.
- 3.2** Die Unterkühlung einer Schmelze hat großen Einfluss auf das Ergebnis der Kristallisation. Vergleichen Sie tabellarisch eine kleine und eine große Unterkühlung hinsichtlich Kristallisationskeimzahl, Diffusionsgeschwindigkeit, Kornwachstumsgeschwindigkeit und sich ergebender Korngröße.
- 3.3** Welcher Zustand wird bei der konstruktiven Auslegung von Bauteilen bevorzugt, grobes oder feines Korn? Begründen Sie Ihre Entscheidung!
- 3.4** Ausgehend von folgenden Grundtypen eines Zweistoffsystems:
  - a) vollständige Löslichkeit im flüssigen und festen Zustand
  - b) vollständige Löslichkeit im flüssigen Zustand und Unlöslichkeit im festen Zustand
- 3.4.1** Konstruieren Sie eine angemessene Anzahl an Abkühlungskurven und leiten Sie daraus entsprechend das allgemeine Zustandsdiagramm für a) und b) ab.
- 3.4.2** Kennzeichnen Sie Solidus- und Liquiduslinie!
- 3.4.3** Tragen Sie die Phasen in der üblichen Schreibweise ein.
- 3.5** Was ist eine eutektische Reaktion?
- 3.6** Warum treten beim Zustandssystem mit völliger Unlöslichkeit im festen Zustand eutektische Gefügebestandteile auf, auch wenn die Ausgangslegierung überhaupt nicht eutektisch zusammengesetzt ist?
- 3.7** Welche metallischen Legierungsstrukturen gibt es?
- 3.8** Welche drei Eigenschaften eines Metallatoms beeinflussen die Art des sich bildenden Mischkristalls? Begründen Sie am Beispiel Cu-Ni welcher Mischkristall sich einstellt?
- 3.9** Beim Abkühlen von Legierungen können sog. sekundäre Ausscheidungen entstehen.
  - 3.9.1** Konstruieren Sie einen allgemeinen Grundtyp eines Zustandsdiagramm, bei dem eine solche Ausscheidung auftritt.
  - 3.9.2** Kennzeichnen Sie Solidus- und Liquiduslinie!
  - 3.9.3** Tragen Sie die Phasen in der üblichen Schreibweise ein.
  - 3.9.4** Kennzeichnen Sie die Zusammensetzung einer Legierung mit sekundärer Ausscheidung und leiten sie die entsprechende Abkühlungskurve ab.

#### **4. Ziel des Praktikumsversuches**

Unter thermischer Analyse versteht man ein Messverfahren, das auf Grund von Temperatur-Zeit-Verläufen bei der Abkühlung von Legierungen aus dem schmelzflüssigen Zustand oder beim Erhitzen Rückschlüsse auf Zustandsänderungen von Metallen/Legierungen erlaubt. Am Beispiel des Legierungssystems Pb-Sn soll praktisch erlebt werden, wie ein Zustandsdiagramm entsteht. Außerdem können Sie Ihre Kenntnisse über die Zustandsdiagramme der verschiedenen Legierungstypen festigen und mit den oft recht komplexen Phasenverhältnissen arbeiten.

An den Fotos metallografischer Schlitze der einzelnen Legierungen kann die Umsetzung der Phasenbezeichnungen auf konkrete Bilder der Gefüge erfolgen und damit auch der Sinn und Zweck der Metallografie praktisch erlebt werden.

#### **5. Zulassung zum Versuch**

Ihre Vorbereitung auf diesen Versuch wird mit einem Eingangstest überprüf.

Dieses Test wird als multiple choice (Kreuzchen)-Test durchgeführt. Bedingung für die Versuchszulassung sind minimal 50 % der maximalen Punktzahl bei mehr als der Hälfte der Teilnehmer der Praktikumsgruppe.

Bei Nichtzulassung wird für die Gruppe ein neuer Termin vereinbart.

Die Fragen beziehen sich meist auf die Aufgaben zur Versuchsvorbereitung.

#### **6. Versuchsdurchführung**

##### **6.1 Aufnahme der Temperatur-Zeit-Kurven**

Die reinen Metalle Bismut (c1) und Zinn (c6) sowie vier Legierungen Bismut-Zinn (c2 bis c5) werden in Schmelztiegeln bis zur Schmelze erwärmt.

Zunächst werden die Tiegel mit den reinen Metallen aus dem Ofen entnommen. Mit Hilfe von Temperatursensoren und eines Temperaturmessgerätes mit PC-Kopplung werden die Temperatur-Zeit-Wertepaare bei der Abkühlung ermittelt und als Diagramm dargestellt.

Dieser Ablauf wird bei den Legierungen c2 bis c5 wiederholt.

##### **6.2 Bestimmung von Halte- und Knickpunkten**

Bestimmen Sie an den Temperatur-Zeit-Diagrammen konkrete Temperaturwerte für die Halte- und Knickpunkte und tragen Sie diese als Textfeld ein.

##### **6.3 Konstruktion des Zustandsdiagramms**

Zeichnen Sie auf Millimeterpapier ein Zustandsdiagramm von 0°C bis 300°C und von 0% bis 100% Bismut bzw. von 100% bis 0% Zinn. Wegen der Vergleichbarkeit mit einem Diagramm aus der Literatur sollte auch in Ihrem Diagramm Bismut links zugeordnet werden. Übertragen Sie die von Ihnen ermittelten Halte- und Knickpunkte in das Diagramm und verbinden Sie die Punkte.

Da aus den Abkühlungsverläufen von 4 Legierungen nicht das vollständige Diagramm konstruiert werden kann, ergänzen Sie mit Hilfe des Zustandsdiagrammes aus der Literatur die fehlenden Punkte.

## 6.4 Eintragen der Phasenbezeichnungen

Tragen Sie die Phasen dieser Legierung in die Felder des Zustandssystems ein. Verwenden Sie dabei die Elementbezeichnungen lt. Periodensystem. Das Feld unterhalb der Soliduslinie sollte dabei durch Hilfslinien in 7 Zonen geteilt und dort konkrete, vom Nachbarfeld abweichende Phasenbezeichnungen genannt werden. Beachten Sie dabei auch die durch Ausscheidung im festen Zustand entstehenden Sekundärphasen.

## 6.5 Metallografie

Sie erhalten die Bilder von 6 metallografischen Schliffen des betrachteten Legierungssystems. Beurteilen Sie das Gefüge der Schliffproben und schließen Sie auf die Zuordnung der optisch unterscheidbaren Gebiete zu Phasen dieser Legierung.

Führen Sie diese Zuordnung aus, indem Sie zu jeder Phase Bezugslinien zeichnen und die Bezeichnungen der Phasen neben den Schliffbildern angeben.

## 7. Versuchsauswertung

- 7.1 Zu welchem Legierungstyp gehört die von Ihnen untersuchte Legierung Bi-Sn?
- 7.2 Welche Prozesse ordnen Sie den unter Punkt 6.2 ermittelten Halte- und Knickpunkten bei den Konzentrationen c2 bis c5 zu? Erstellen Sie dazu eine Tabelle mit den 3 Spalten „Zusammensetzung; Temperatur; Entstehung der Phase“. Benutzen Sie hierbei die Elementbezeichnungen.
- 7.3 Bestimmen Sie mit Hilfe der Hebelbeziehung (z.B. /1/ Abschnitt 2.2) an Ihrem Zustandsdiagramm die Menge an Bismut-Mk in den Legierungen c2 bis c5 bei 150°C, (Tabelle). Zeichnen Sie dazu die Hebelarme farbig, aber nicht rot, in das Diagramm ein!
- 7.4 In welchem Bereich der Zusammensetzung dieses Zustandssystems tritt unterhalb von 130°C eine sekundäre Ausscheidung von mehr als 1% auf?
- 7.5 Welches Element oder Gemisch wird ausgeschieden?

*Hinweis 1 zu Aufgabe 7.4:*

*Für einen Teil der Legierungen c2 bis c5 kann die Aussage zum Gehalt an Bismut-MK einfach durch Überlegung, ohne Anwendung der Hebelbeziehung getroffen werden.*

*Hinweis 2 zu Aufgabe 7.4:*

*Als Anleitung zur Anwendung der Hebelbeziehung kann in /1/ Punkt 2.2 das Beispiel des Systems Bi-Cd verwendet werden. Allerdings wird der Hebelarm  $x$  bzw.  $y$  für unser System nicht bis zum Rand (0% bzw. 100%) geführt, sondern jeweils bis zur linken ( $x$ ) bzw. rechten ( $y$ ) Soliduslinie.*

## 9 Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht.

Diese Arbeit wurde in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Mittweida, den 20.August.2018

Johannes Thiele