



Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik (IWS), Technische Universität Graz

Nutzung des Elektronenstrahl- prozesses zur Herstellung von Modelllegierungen

Clever&Smart,
Kooperation zwischen IWS und FELMI

Betreuung (IWS):

Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Norbert Enzinger

Kontakt FELMI:

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Ferdinand Hofer

Institutsvorstand (IWS):

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Priv.-Doz. Christof Sommitsch

Autor: Thomas Spenger

Projekt: Masterarbeit

Datum: Juni 2015

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Masterarbeit identisch.

Datum

Unterschrift

Abstract

Different reasons like alloy development or the development of investigation methods causes the need of small samples of special alloys for basic investigations. Concretely, specific decompositions and their lattice structures after a heat treatment of copper-nickel alloy are of interest.

The fundamental idea of this contribution is to produce required samples from an arbitrary mixture of metals in a crucible by means of an electron beam. Copper and nickel shots (0.8 – 10mm diameter) with a minimum purity of 99.5% are used as base materials.

The main challenges to produce a homogenous alloy out of these materials is the melting of the mentioned mixture without melting the crucible and the production of an alloy out of materials with very different properties. Finally, a copper-nickel-alloy with minimal contamination and maximum possible homogeneity should be produced.

Concerning the planned approach no detailed application could be found in literature, therefore the process is investigated on the basis of systematic experiments to acquire a reasonable parameter window to produce required samples.

After a first set of experiments including several remelting cycles of one sample promising results with regard to purity and homogeneity were achieved. These samples were then investigated via scanning electron microscope.

The great variety of many influencing parameters and the difficulties with the repeatability of the process lead to a necessary systematically investigation of the significant parameters in the future to get a better understanding of the whole process.

First results are presented and discussed in this work.

Kurzfassung

Für die Entwicklung neuer Legierungskonzepte, Grundlagenforschung oder die Weiterentwicklung von Untersuchungsmethoden ist es notwendig kleine Probenvolumina spezieller Legierungen herzustellen. Von konkretem Interesse ist die Untersuchung etwaiger Entmischungsvorgänge und deren Gitterstrukturen von Kupfer-Nickel-Legierungen, welche bei Auslagerung bei tiefen Temperaturen entstehen können.

Die grundlegende Idee dieser Arbeit liegt darin, diese Kleinstproben mittels Elektronenstrahl aus separat vorliegenden Ausgangsmaterialien in einem Tiegel durch Erhitzen herzustellen. Dazu werden Kupfer- und Nickel-Ausgangswerkstoffe (0,8 – 10mm) mit einer Reinheit größer 99,5% verwendet.

Die primären Herausforderungen die es bei der Herstellung einer homogenen Legierung aus diesen Werkstoffen zu bewältigen gilt, sind das Erhitzen der Werkstoffe ohne die Gefäßwand des Tiegels aufzuschmelzen und die Legierungsherstellung aus Materialien mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften (λ , ρ , c_p, \dots). Als Endprodukt soll eine möglichst homogene Kupfer-Nickel-Legierung mit zugleich hoher Reinheit hergestellt werden.

Aufgrund des Umstandes, dass keine detaillierten Erkenntnisse in der Literatur betreffend dem geplanten Vorgehen gefunden werden konnten, wird der Prozessablauf anhand von Experimenten erforscht um ein für die Herstellung der erforderlichen Proben passendes Parameterfenster zu finden.

Erste durchgeführte Versuche zeigen vielversprechende Resultate hinsichtlich erforderlicher Homogenität und Reinheit, die Proben wurden dabei im Zuge des Herstellungsprozesses wiederholt aufgeschmolzen. Die Probenuntersuchung erfolgt mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops.

Die Vielzahl möglicher Parameter und Schwierigkeiten hinsichtlich der Reproduzierbarkeit machen eine zukünftige, systematische Untersuchung der signifikanten Parameter erforderlich, um das Prozessverhalten besser verstehen zu können.

Erste Resultate werden in der vorliegenden Arbeit beschrieben.

Inhaltsverzeichnis

1. EINLEITUNG	1
2. LITERATUR	2
2.1 Elektronenstrahltechnologie	2
2.1.1 Geschichtlicher Rückblick	2
2.1.2 Grundlagen	3
2.1.2.1 Elektronen	4
2.1.2.2 Erzeugung des Elektronenstrahls	5
2.1.2.3 Führung des Elektronenstrahls	6
2.1.2.4 Eindringung des Elektronenstrahls in das Werkstück	9
2.1.3 Elektronenstrahlschmelzen	12
2.1.3.1 Leistungsbilanz und thermischer Wirkungsgrad	15
2.1.3.1.1 Wärmeleitung	18
2.1.3.1.2 Wärmestrahlung	19
2.1.4 Elektronenstrahlverdampfen	19
2.1.5 Elektronenstrahlprozesse mit Bezug zur geplanten Anwendung	23
2.1.5.1 Electron Beam Button Melting (EBBM) und artverwandte Prozesse	23
2.1.5.2 Elektronenstrahlbasierte additive Fertigungsverfahren	28
2.1.6 Technische Ausführung der EBW-Anlage des IWS	30
2.2 Werkstofftechnik	32
2.2.1 Ausgangswerkstoffe	32
2.2.1.1 Kupfer (Cu)	32
2.2.1.2 Nickel (Ni)	34
2.2.1.3 Vergleich ausgewählter Eigenschaften von Cu und Ni	36
2.2.2 Zielwerkstoff	38
2.2.2.1 CuNi-Legierungen	38
2.2.2.2 Binäres Cu-Ni-System	42
2.2.2.2.1 Phasendiagramm	42
2.2.2.2.2 Abkühlung unter Gleichgewichtsbedingungen	43
2.2.2.2.3 Abkühlung unter Ungleichgewichtsbedingungen	44
2.2.3 Erstarrung von Metallschmelzen	46
2.2.3.1 Zustand der Metallschmelze und flüssig-kristalliner Übergang	46
2.2.3.2 Keimbildung	48
2.2.3.3 Kristallwachstum	50
3. AUFSCHMELZTIEGEL	52
3.1 Konstruktion	52
3.2 Fertigung	56

4. VERSUCHSPARAMETER	57
4.1 Ausgangswerkstoffe	57
4.2 Grundlegende Versuche an der EBW-Anlage	58
4.2.1 EB-Prozessparameter	58
4.2.2 Ablenkfiguren	59
4.2.3 CNC-Steuerung	62
4.2.4 Temperaturmessung	64
4.3 Evakuierungs- und Flutungsversuche Schweißkammer	65
5. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	68
5.1 Aufschmelzversuche	68
5.1.1 Versuchsvorbereitung	70
5.1.2 Aufschmelzversuche Cu	71
5.1.3 Aufschmelzversuche Ni	73
5.1.4 Erkenntnisse aus Cu- und Ni-Aufschmelzversuche	76
5.1.5 Aufschmelzversuche CuNi	77
5.1.5.1 Anfängliche CuNi-Aufschmelzversuche	77
5.1.5.2 Anwendung mehrmaliger Aufschmelzzyklen	80
5.1.5.3 Aufschmelzversuche mit vorgeschmolzenem Ni-Ausgangsmaterial	84
5.1.5.4 Aufschmelzversuche mit verändertem Ni-Ausgangsmaterial	86
5.1.6 Erkenntnisse aus CuNi-Aufschmelzversuche	91
5.1.7 Ablaufplan	92
6. ERGEBNISSE UND AUSWERTUNG HERGESTELLTER LEGIERUNGEN	95
6.1.1 Anfängliche CuNi-Aufschmelzversuche	96
6.1.2 Anwendung mehrmaliger Aufschmelzzyklen	98
6.1.3 Aufschmelzversuche mit vorgeschmolzenem Ni-Ausgangsmaterial	101
6.1.4 Aufschmelzversuche mit verändertem Nickel-Ausgangsmaterial	102
7. ZUSAMMENFASSUNG UND SCHLUSSFOLGERUNGEN.....	107
8. AUSBLICK.....	109
9. ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....	110
10. TABELLENVERZEICHNIS.....	114
11. FORMELVERZEICHNIS.....	115
12. LITERATURVERZEICHNIS	116
13. ANHANG A (FERTIGUNGSZEICHNUNG TZM-TIEGEL).....	119

14. ANHANG B (EXEMPLARISCHES CNC-PROGRAMM)	120
15. ANHANG C (ANGEWENDETE EB-PARAMETER)	124

1. Einleitung

Das Interesse an der Untersuchung etwaiger Entmischungsvorgänge von Kupfer-Nickel-Legierungen seitens FELMI (Institut für Elektronenmikroskopie und Feinstrukturforchung) und der prinzipiellen Möglichkeit der Aufschmelzung von Werkstoffen im Hochvakuum durch die Elektronenstrahlschweißanlage am IWS (Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik) führt zu dieser universitätsinternen Kooperation. Für dieses Forschungsprojekt wurde ein „Clever&Smart“-Forschungsstipendium seitens der TU Graz genehmigt.

Die vorliegende Arbeit umfasst im Wesentlichen den ersten Teil dieser Kooperation, nämlich die Herstellung von Kupfer-Nickel-Legierungen durch Erschmelzen der Reinmetalle in einem Aufschmelztiegel durch den Elektronenstrahl.

Dabei sind mehrere, grundlegende Herausforderungen zu berücksichtigen:

- Legierung aus Stoffen mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften (λ , ρ , c_p , σ , ...)
- Ausgangsmaterialien trotz Evakuierung der Schweißkammer an einem definierten Ort zu behalten
- Erschmelzen ohne die Gefäßwand aufzuschmelzen

Im Zuge dieser Arbeit soll ein Schmelztiegel konstruiert und produziert werden, der die Herstellung von Kleinstproben mit einem Durchmesser von etwa 10mm dieser gewünschten Legierung ermöglicht. Diese Kleinstproben sollen eine möglichst hohe Reinheit und Homogenität aufweisen, dazu müssen geeignete Elektronenstrahl-Parameter (EB-Parameter) gefunden werden. Die erforderlichen Kupfer- und Nickel-Ausgangswerkstoffe werden von FELMI zur Verfügung gestellt.

Die Masterarbeit beinhaltet folgende Arbeitsschritte:

- Literaturrecherche über Elektronenstrahltechnologie und deren Anwendungsgebiete sowie über die Ausgangswerkstoffe und den Zielwerkstoff
- Konstruktion und Fertigung geeigneter Schmelztiegel
- Durchführung grundlegender Untersuchungen an der EBW-Anlage
- Durchführung von Aufschmelzversuchen mit der EBW-Anlage
- Makroskopische-, lichtmikroskopische-, elektronenmikroskopische Untersuchungen und Härtemessungen an hergestellten Proben

2. Literatur

2.1 Elektronenstrahltechnologie

2.1.1 Geschichtlicher Rückblick

*„Der Mensch unserer Zeit nimmt die technischen Errungenschaften, die ihm das Leben erleichtern, als etwas Selbstverständliches hin und übersieht leicht, dass so gut wie alles mühsam von vielen genialen Vorfahren erst gedacht, entwickelt und erprobt werden musste“.*¹

Der deutsche Physiker *Pirani* führte 1905 erste erfolgreiche Elektronenstrahl-Schmelzversuche an Metallen in einer zu einem Elektronenstrahl-Vakuum-Ofen umgebauten Röntgenröhre durch. In den darauffolgenden Jahrzehnten befassten sich viele Wissenschaftler im Bereich Forschung und Entwicklung mit dem Gebiet der Elektronenoptik und der Vakuumtechnik. 1938 gelang es *Ardenne* erstmals mithilfe eines Elektronenstrahls Löcher in Metalle zu bohren und gemeinsam mit *Rühle* Metall zu schmelzen und zu verdampfen. Zu dieser Zeit bestand nur geringes Interesse an einem industriellen Einsatz dieser Technologie, außerdem waren keine ausreichend leistungsfähigen Vakuumerzeuger für mögliche großtechnische Anwendungen verfügbar.^{2 3}

Um 1950 untersuchte *Steigerwald* technologische Möglichkeiten den Elektronenstrahl als Werkzeug zum Bohren und Bearbeiten zu nutzen, dieser baute 1952 die erste Elektronenstrahlbohrmaschine und 1958 die erste Elektronenstrahlschweißmaschine.^{4 5}

¹ *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 1

² vgl. *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 1

³ vgl. *Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S.*, Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 23

⁴ Ebda

⁵ vgl. *Böhm, S.*, Der Elektronenstrahl als Werkzeug für die Fügetechnik, 2014, S. 1



Abbildung 1: Erste Elektronenstrahlschweißmaschine zum Tiefschweißen (1958), $U_A=55\text{kV}$, $I_B=20\text{mA}$ ⁶

Ein Meilenstein der industriellen Produktion betreffend der Elektronenstrahltechnologie gelang 1958, als erstmals erfolgreiche Schweißnähte an Blechen mit einer Dicke von 5mm hergestellt werden konnten. Diese produzierten Tiefschweißungen (darunter sind Schweißnähte zu verstehen, die im Querschnitt wesentlich tiefer sind als breit) lösten weltweit großes Interesse aus und waren ausschlaggebend für die Weiterentwicklung dieser Technologie, die vor allem durch die Kern-, Luft- und Raumfahrtindustrie sehr stark vorangetrieben wurde. Um das Jahr 1965 war ein Entwicklungsstadium erreicht, das den industriellen Einsatz des Elektronenstrahls als vielseitiges Produktionsverfahren (Schweißen, Schmelzen, Verdampfen und Bearbeiten) ermöglichte.^{7 8}

Seither werden die Geräte und die Technologie ständig weiterentwickelt, was dazu führte, dass heutzutage verschiedenste Elektronenstrahlverfahren zur Untersuchung und Herstellung von Bauteilen eingesetzt werden können.

2.1.2 Grundlagen

Bei elektronenstrahltechnologischen Prozessen wird über den Elektronenstrahl die erforderliche Energie in das zu bearbeitende Material eingebracht. In den nachfolgenden Kapiteln werden Aspekte über Elektronen und wichtige Grundlagen des Elektronenstrahlverfahrens wie die Strahlerzeugung, Strahlführung und Strahleindringung näher erläutert.

⁶ Schultz, H., Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 2

⁷ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 23f.

⁸ vgl. Schultz, H., Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 2

2.1.2.1 Elektronen

Elektronen sind negativ geladene Elementarteilchen eines Atoms, die als Energieträger des elektrischen Stroms fungieren und daher maßgeblich die Eigenschaften eines Atoms beeinflussen. Sie bewegen sich in der Hülle von Atomen auf festgelegten Bahnen, die Bindung der Elektronen zum Atomkern ist bei Metallen relativ schwach wodurch eine gute Bewegungsmöglichkeit der Elektronen innerhalb des Kristallgitters gegeben ist. Dieser Umstand ist verantwortlich für die gute elektrische Leitfähigkeit von Metallen.

Für die Erzeugung eines Elektronenstrahls sind freie Elektronen erforderlich. Trotz des Umstandes der relativ schwachen Bindung zwischen Elektronen und Atomkern können diese das Metall nur verlassen, wenn eine gewisse Potentialschwelle überwunden wird. Mit Erhöhung der Temperatur des Metalls steigt auch die Elektronenemission an. Somit kann durch thermische Energiezufuhr diese Potentialschwelle überwunden werden, was den Elektronen den Austritt aus der Metalloberfläche ermöglicht. Freie Elektronen lagern sich wie in Abbildung 2 ersichtlich, im Bereich der Metalloberfläche an und bilden eine Elektronenwolke. Die Anziehungskräfte zwischen ihnen und dem durch die Elektronenabgabe positiv geladenen Metall verhindert vorerst ein weiteres Emittieren.^{9 10}



Abbildung 2: Schematische Darstellung des Austretens freier Elektronen nach Erwärmung eines Metalls (links)¹¹ und wirkende Coulomb-Kraft F auf ein Elektron e^- in einem elektrischen Feld E (rechts)¹²

Die wichtigste Eigenschaft von Elektronen aus Sicht von Elektronenstrahlprozessen ist die elektrische Ladung. Dadurch wird es ermöglicht die Elektronen durch elektrische Felder aufgrund der wirkenden Coulomb-Kraft derart zu beschleunigen, sodass sie trotz der geringen Ruhemasse eine sehr hohe kinetische Energie aufweisen. Ab-

⁹ vgl. *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 6f.

¹⁰ vgl. *Adam, V. u. a.*, Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 6

¹¹ *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 7

¹² *Adam, V. u. a.*, Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 6

bildung 2 zeigt die beschriebene Coulomb'sche Kraftwirkung auf ein Elektron in Richtung Anode in einem elektrischen Feld.

2.1.2.2 Erzeugung des Elektronenstrahls

Die Bereitstellung der für den Elektronenstrahl erforderlichen Elektronen erfolgt durch Aufheizen der Kathode um die im vorigen Kapitel beschriebene Elektronenwolke zu erhalten. Als Kathodenwerkstoffe werden hochschmelzende Metalle wie Tantal oder oftmals Wolfram verwendet, da für die Bereitstellung von ausreichend vielen freien Elektronen eine hohe Kathodentemperatur erforderlich ist.

Die Anode liegt gegenüber der Elektronenwolke auf Erdpotential. Um einen Elektronenstrahl zu erhalten, werden bei einer Strahlquelle mit sogenanntem Diodensystem die freien Elektronen durch Anlegen der Beschleunigungsspannung an der Kathode beschleunigt und bewegen sich mit hoher Geschwindigkeit in Richtung Anode. Da die Anode nicht das Werkstück repräsentiert ist diese mit einer Bohrung versehen, damit die beschleunigten Elektronen ungehindert durch die Anode in Richtung Werkstück weitergeführt werden. Einen großen Nachteil dieses einfachen Diodensystems, welches schematisch in Abbildung 3 dargestellt ist, stellt die träge Steuerung und Regelung des Strahlstroms dar, da dieser nur durch Veränderung der Beschleunigungsspannung oder der Kathodentemperatur beeinflusst werden kann.¹³

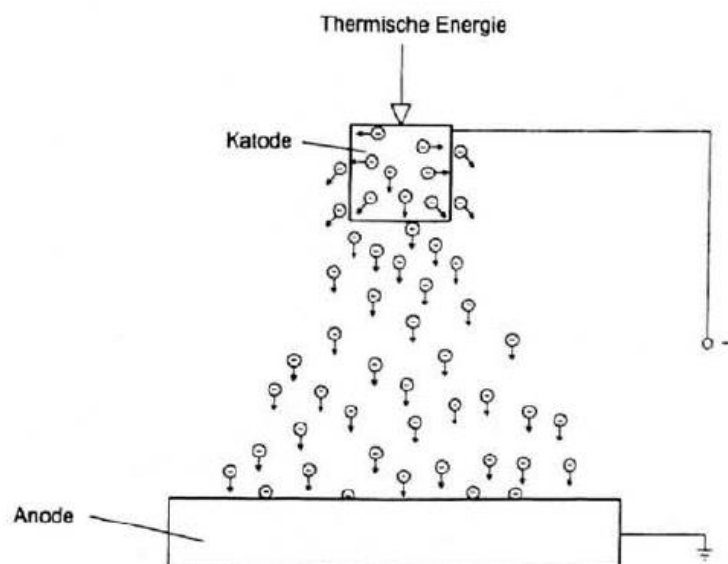


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Beschleunigung thermisch emittierter Elektronen im Diodensystem¹⁴

¹³ vgl. *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 8f.

¹⁴ *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 9

Als Weiterentwicklung des Diodensystems werden in heutigen Strahlquellen sogenannte Triodensysteme (siehe Abbildung 4) eingesetzt. Diese haben als Erweiterung zwischen der Kathode und der Anode eine Steuerelektrode positioniert, die oftmals als Wehnelt-Zylinder bezeichnet wird. An dieser Steuerelektrode wird eine der Kathode vorzeichenmäßig gleiche aber betragsmäßig höhere Spannung angelegt. Durch eine ausreichend hohe Steuerspannung kann der Strahlstrom vollständig gesperrt werden, da die freien Elektronen aufgrund der Abstoßungskräfte von Ladungen gleicher Polarität (Kathode und Steuerelektrode) völlig zur Kathode zurückgedrängt werden obwohl zwischen Kathode und Anode eine Potentialdifferenz aufgrund der anliegenden Beschleunigungsspannung vorherrscht. Durch betragsmäßige Absenkung der Steuerspannung kann beim Triodensystem der Strahlstrom sehr viel schneller beeinflusst werden, da hierbei üblicherweise die Beschleunigungsspannung und die Kathodentemperatur konstant gehalten werden. Zum Schutz der Kathode vor Oxidation erfolgt die Strahlerzeugung im Hochvakuum.^{15 16}

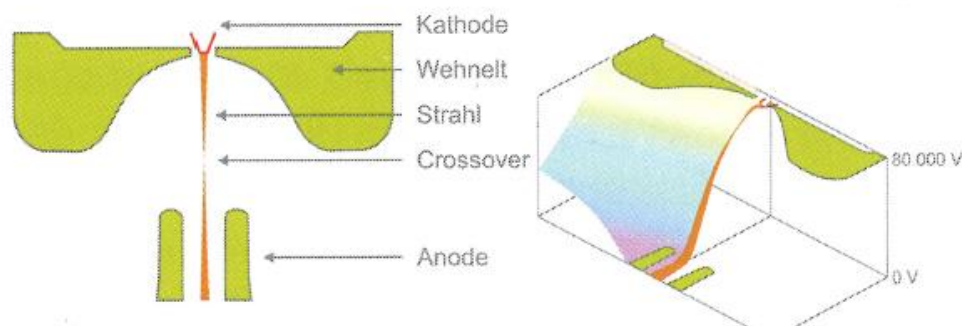


Abbildung 4: Strahlquelle mit Triodensystem im Querschnitt (links) und schematischer Potentialverlauf von Kathode zu Anode (rechts)¹⁷

Bei der Strahlerzeugung werden Wirkungsgrade im Bereich 0,8 bis 0,9 erreicht, Verluste treten bei der Kathodenheizung, der Elektrodenemission und der Hochspannungsversorgung auf.¹⁸

2.1.2.3 Führung des Elektronenstrahls

Der durch die Strahlquelle geformte divergente Elektronenstrahl weist beim Passieren der Anode aufgrund der erfahrenen Beschleunigung bereits seine Endgeschwindigkeit auf. In diesem Zustand eignet er sich allerdings aufgrund der vorhandenen

¹⁵ vgl. Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 10

¹⁶ vgl. Schultz, H., Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 9

¹⁷ Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 10

¹⁸ vgl. Deutscher Verband für Schweißtechnik e.V., Wirkungsgrade beim Elektronenstrahl- und Laserstrahlschweißen, 1995, S. 3

Leistungsdichte noch nicht für Anwendungen wie beispielsweise das Schweißen oder Schmelzen von Metallen.

Um die gewünschte hohe Leistungsdichte von bis zu 10^8 W/cm^2 zu erreichen, durchläuft der Elektronenstrahl entlang seines Weges zum Werkstück ein Strahlführungssystem, das den Elektronenstrahl führt, ablenkt und formt.

Neben elektrischen Feldern können Elektronen auch durch magnetische Felder beeinflusst werden. Wie in Abbildung 5 dargestellt, werden Elektronen durch die wirkende Lorentz-Kraft senkrecht zur Bewegungsrichtung und den Feldlinien abgelenkt. Durch symmetrische Anordnung von vier Spulen um den Elektronenstrahl ist es möglich, den Elektronenstrahl durch Steuerung des Spulenstroms seitlich in beliebiger Richtung abzulenken (siehe Abbildung 5). Diese Zentrierspulen dienen zur lagemäßigen Ausrichtung des Elektronenstrahls und minimieren dadurch in weiterer Folge den Linsenfehler.¹⁹

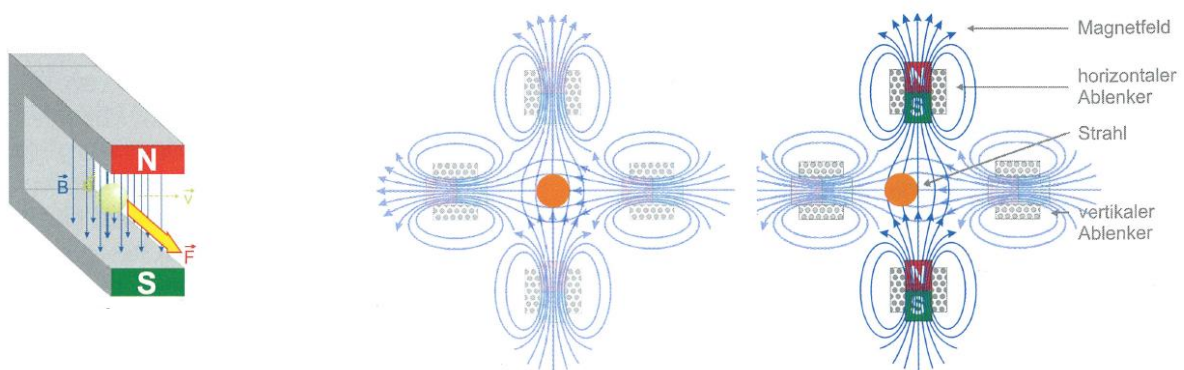


Abbildung 5: Wirkende Lorentz-Kraft F auf ein Elektron e^- in einem magnetischen Feld B (links)²⁰ und Spulenordnung zur Ablenkung eines Elektronenstrahls quer zur Strahlrichtung (rechts)²¹

Durch geschickte Anordnung weiterer mit Gleichstrom durchflossener Spulen um den Elektronenstrahl (siehe Abbildung 6) ist es möglich, den Strahlquerschnitt zu formen. Durch Steuerung des Spulenstroms können aufgrund der entstehenden Magnetfelder astigmatische Fehler korrigiert und ein möglichst idealer, kreisrunder Strahlquerschnitt erzielt werden.²²

¹⁹ vgl. Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 7/12

²⁰ Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 7

²¹ Ebda, S. 12

²² vgl. Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 12f.

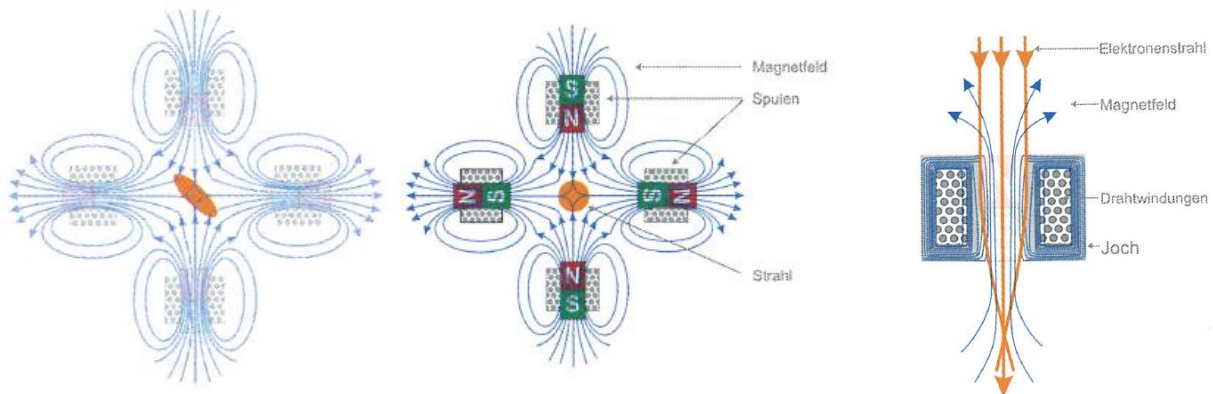


Abbildung 6: Spulenanordnung zur Strahlformung (links)²³ und schematische Darstellung einer elektromagnetischen Linse zum Fokussieren des Elektronenstrahls (rechts)²⁴

Wird der Elektronenstrahl durch eine stromdurchflossene Spule geführt, kann dieser wie in Abbildung 6 dargestellt, fokussiert werden. In diesem Fall entsteht ein magnetisches Feld das auf den Elektronenstrahl wie eine Linse einwirkt, wodurch es möglich ist, den Strahl auf verschiedene Abstände zu fokussieren.²⁵

Die Leistungsverluste des Elektronenstrahls beim durchlaufen von Fokussier- und Ablenkeinrichtungen sind im Vakuum vernachlässigbar.²⁶

Die Geometrie des Elektronenstrahls ähnelt je nach Fokuslage einem auf der Spitze stehenden Kegel, wobei die Spitze auf das Werkstück trifft. Der eingeschlossene Spitzenwinkel wird als Strahlwinkel 2α bezeichnet und stellt eine geometrisch Kenngröße des Elektronenstrahls dar. Zur Erzielung einer hohen Leistungsdichte liegen übliche Strahldurchmesser an der Einwirkstelle zwischen 0,1 und 1mm.^{27 28}

Ein heutiger Elektronenstrahlgenerator besteht immer aus einer Strahlquelle (Kathode, Steuerelektrode und Anode) und einem Strahlführungssystem, welches zumindest eine Fokuslinse und ein Ablenksystem beinhaltet. Oftmals werden zusätzlich weitere Komponenten zur Strahlführung (Zentrier- und Stigmatorspulen) und zur optischen Beobachtung eingebaut. Die optische Beobachtung kann durch lichtoptische Systeme oder durch die Auswertung rückgestreuter Elektronen erfolgen. Abbildung 7 zeigt den Aufbau einer typischen Elektronenstrahl-Säule.²⁹

²³ Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 12

²⁴ Ebda, S. 11

²⁵ vgl. Schultz, H., Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 13f.

²⁶ vgl. Deutscher Verband für Schweißtechnik e.V., Wirkungsgrade beim Elektronenstrahl- und Laserstrahlschweißen, 1995, S. 3

²⁷ vgl. Schultz, H., Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 14

²⁸ vgl. Böhm, S., Der Elektronenstrahl als Werkzeug für die Fügetechnik, 2014, S. 8

²⁹ vgl. Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 13f.

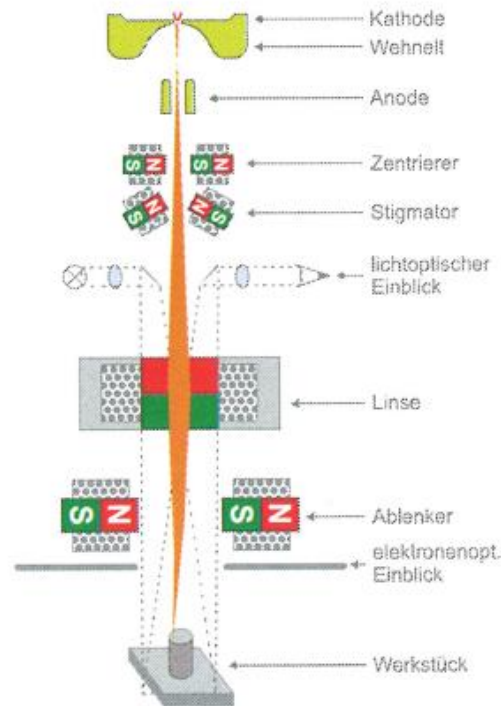


Abbildung 7: Schematische Darstellung eines Elektronenstrahlgenerators³⁰

Treffen die gebündelten Elektronen des Elektronenstrahls auf Atome, werden diese abgelenkt und führen aufgrund dessen zu einer Aufweitung des Elektronenstrahls. Dabei verlieren sie einen Teil ihrer Energie. Um die hohe Leistungsdichte des Elektronenstrahls am Werkstück zu gewährleisten, muss daher auch die Arbeitskammer, in dem das Werkstück positioniert wird, evakuiert werden.³¹

Die Möglichkeit den Elektronenstrahl entsprechend dem jeweiligen Spulenstrom zu führen ermöglicht eine extrem schnelle und nahezu trägheitslose, elektronische Regelung, die mit mechanischen Elementen unerreichbar ist. Dadurch steht mit dem Elektronenstrahl ein Werkzeug zur Verfügung, das es ermöglicht, verschiedene Punkte hochdynamisch an der Werkstückoberfläche mit einer definierten Strahlenergie zu beaufschlagen.^{32 33}

2.1.2.4 Eindringung des Elektronenstrahls in das Werkstück

Der fokussierte Elektronenstrahl trifft mit extrem hoher Geschwindigkeit auf die Werkstückoberfläche auf, wodurch die kinetische Energie der Strahlelektronen in Form von thermischer Energie auf das Werkstück übertragen wird.

³⁰ Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 13

³¹ vgl. Adam, V. u. a., Elektronenstrahlschweißen, 2011, S. 8

³² Ebda, S.11

³³ vgl. Böhm, S., Der Elektronenstrahl als Werkzeug für die Fügetechnik, 2014, S. 9

Die Erwärmung eines Metalls im festen Zustand entsteht durch erhöhte Bewegungsenergie der Atome im Kristallgitter. Aufgrund der geringen Masse der eindringenden Elektronen können diese ihre Energie nicht direkt durch Stoßvorgänge an die verhältnismäßig schweren Kerne der Gitteratome abgeben. Durch Kollision mit den weniger fest gebundenen Hüllenelektronen wird die vorhandene Energie im ersten Schritt auf diese übertragen. In weiterer Folge wird diese Stoßenergie durch erneute Kollisionsvorgänge auf das Kristallgitter übertragen, was zu einer erhöhten Bewegungsenergie der Gitteratome führt. Das Metall wird erwärmt. Berechnungen und Messungen zeigen, dass die durch den Elektronenstrahl eingebrachte kinetische Energie bereits nach sehr kurzer Wegstrecke an das Werkstück abgegeben wird. So beträgt beispielsweise die Eindringtiefe von Elektronen in festen Stahl nur etwa 0,06mm, wenn diese mit einer Beschleunigungsspannung von 150kV beaufschlagt werden.³⁴

In Abbildung 8 ist die Abhängigkeit der Elektronengeschwindigkeit von der Beschleunigungsspannung und die berechnete Eindringtiefe von Elektronen in unterschiedliche Werkstoffe dargestellt.

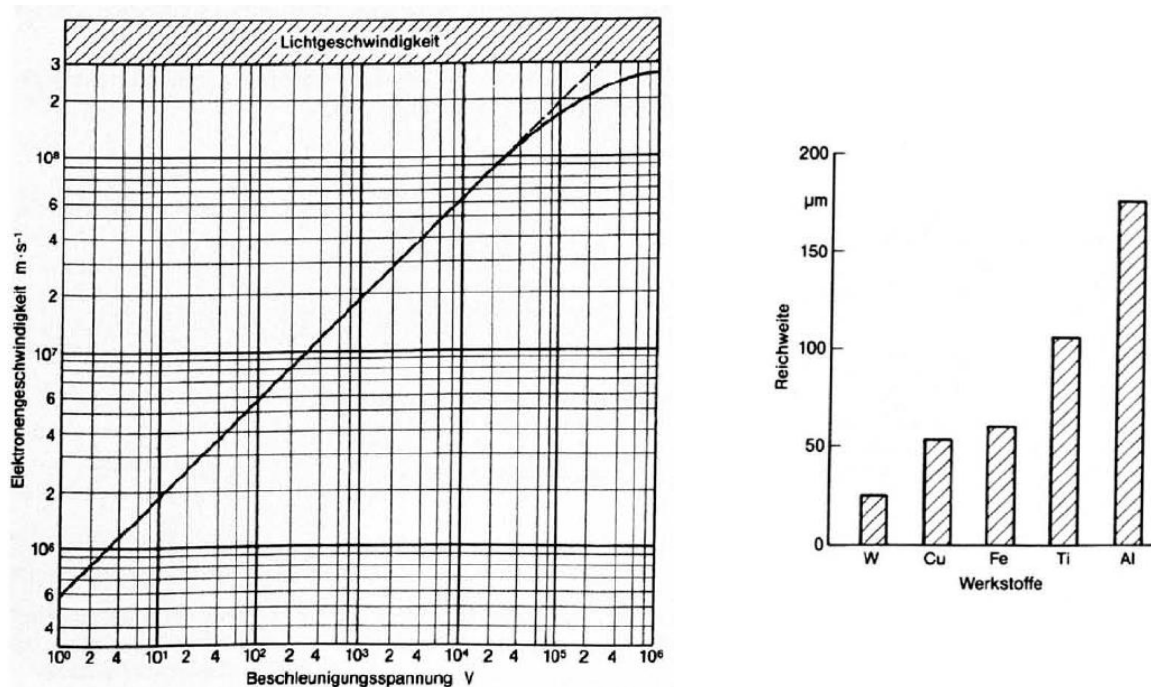


Abbildung 8: Abhängigkeit der Elektronengeschwindigkeit von der Beschleunigungsspannung (links)³⁵, berechnete Reichweite der Elektronen, die mit $U_A=150\text{kV}$ auf verschiedene Werkstoffe treffen und etwa 99% ihrer kinetischen Energie abgegeben haben (rechts)³⁶

³⁴ vgl. *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 25f.

³⁵ *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 6

³⁶ Ebda, S. 27

Durch Generierung von thermischer Energie aus kinetischer Energie ist es möglich, Metalle bis weit über die Schmelztemperatur zu erwärmen. Dabei wird die Energie erst im Werkstoff zu Wärme umgesetzt, der Elektronenstrahl an sich weist keine erhöhte Temperatur auf. Dies stellt einen wesentlichen Unterschied zu einem Lichtbogen oder einer Gasflamme dar, da diese Energieträger ihre Wärmeenergie dem Werkstoff von außen zur Verfügung stellen. Im flüssigen und dampfförmigen Zustand des Werkstückmaterials erfolgt trotz Abwesenheit eines Kristallgitters der Energietransfer in ähnlicher Weise durch Stoßprozesse.³⁷

Wie in Abbildung 9 ersichtlich, beteiligen sich nicht alle im Elektronenstrahl gebündelten Elektronen (oftmals auch als Primärelektronen bezeichnet), am Energietransfer, da beim Werkstückaufprall verschiedene Reflexionsvorgänge stattfinden. Ein geringer Teil der Primärelektronen wird an der Werkstückoberfläche elastisch reflektiert oder diffundiert nach einem teilweisen Energieverlust an die Werkstückoberfläche zurück. Des Weiteren werden Hüllelektronen durch Kollision mit Primärelektronen aus dem Kristallgitter herausgeschleudert und verlassen als Sekundärelektronen die Werkstückoberfläche. Die Menge der reflektierenden Primär- und Sekundärelektronen hängt stark von der Form der Werkstückoberfläche und des sich bildenden Schmelzbades ab.³⁸

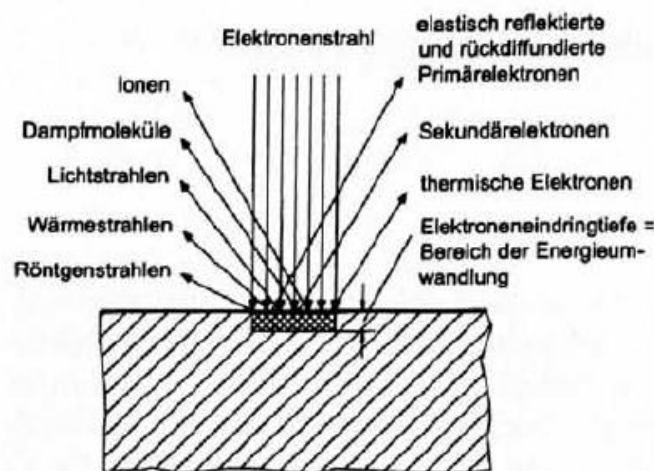


Abbildung 9: Reflexionsvorgänge beim Auftreffen des Elektronenstrahls auf die Werkstückoberfläche³⁹

Neben weniger bedeutsamen Streueffekten entsteht durch Abbremsung der Primärelektronen eine für den Menschen schädliche Röntgenstrahlung. Daher wird die Ar-

³⁷ vgl. *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 25/27

³⁸ Ebd., S. 25f.

³⁹ *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 26

beitskammer für Anwendungen mit einer Beschleunigungsspannung von $U_B > 60 \text{ kV}$ zusätzlich mit einem Bleimantel ausgekleidet, um für den Bediener einen ausreichenden Schutz vor der auftretenden Röntgenstrahlung zu gewährleisten.⁴⁰

Die Energieverluste beim Eindringen des Elektronenstrahls in den Werkstoff sind wesentlich vom Werkstückwerkstoff und der -geometrie abhängig. Der Anteil der nicht in den Werkstoff übertragenen Energie wird in Form von rückgestreuten Primärelektronen, Sekundärelektronen und Röntgenstrahlung emittiert. Für das Elektronenstrahlschweißen betragen diese Energieverluste 2 bis 40%.^{41 42}

Wie in den Kapiteln 2.1.2.1 und 2.1.2.3 beschrieben, beeinflussen elektrische und magnetische Felder den Elektronenstrahl. Um unbeabsichtigte Einflüsse auf den Elektronenstrahl möglichst gering zu halten, sind ferromagnetische Werkstücke vor dem Prozess zu entmagnetisieren. Aus demselben Grund werden Vorrichtungen in der Arbeitskammer aus nichtmagnetisierbaren Metallen (oftmals austenitischem Stahl) hergestellt.

2.1.3 Elektronenstrahlschmelzen

Beim Elektronenstrahlschmelzen erfolgt der Energietransfer vom Elektronenstrahl zumeist direkt in den Werkstoff, wodurch dieser bis zum flüssigen Zustand erwärmt wird. Im Schmelzbad laufen Reaktionen ab, die eine Änderung der chemischen Zusammensetzung verursachen, maßgeblicher Parameter hierfür ist die Verweilzeit im flüssigen Zustand. Aufgrund des Temperatur- und Druckeinflusses auf die Löslichkeit nimmt der Anteil an gasförmigen Beimengungen ab, die Menge an leicht flüchtigen Legierungsbestandteilen reduziert sich durch Verdampfung und nichtmetallische Einschlüsse werden aus der Schmelze durch Flotation und Koagulation verdrängt. Trotz der Evakuierung des Rezipienten finden während des Prozesses noch Reaktionen zwischen den Bestandteilen der Schmelze untereinander und dem vorherrschenden Restgas statt (besonders mit Sauerstoff). In ihrer Gesamtheit wirken sich die ablaufenden Reaktionen positiv hinsichtlich der Reinheit der Schmelze aus, weshalb das Auf- beziehungsweise Umschmelzen von Werkstoffen im Vakuum häufig als Methode zur Reinigung von Metallen angewendet wird.⁴³

⁴⁰ vgl. *Schultz, H.*, Elektronenstrahlschweißen, 2000, S. 26

⁴¹ Ebd.

⁴² vgl. *Deutscher Verband für Schweißtechnik e.V.*, Wirkungsgrade beim Elektronenstrahl- und Laserstrahlschweißen, 1995, S. 3

⁴³ vgl. *Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S.*, Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 218

Je größer die gestellten Anforderungen an die Reinigungswirkung sind, desto geringer ist der Arbeitsdruck im Rezipienten, wobei je nach Werkstoffzusammensetzung das Aufschmelzen im Vakuum auch unerwünschte Verdampfungsverluste von Legierungsbestandteilen zur Folge haben kann (nähere diesbezügliche Erläuterungen sind in Kapitel 2.1.4 beschrieben). Durch das vorherrschende Vakuum werden freigesetzte Gase und frei werdende Verunreinigungen abgesaugt, übliche angewendete Arbeitsdrücke befinden sich im Bereich 10^{-3} bis 1Pa. Solch ein niedriger Arbeitsdruck wirkt sich auch positiv hinsichtlich einer möglichst verlustarmen Elektronenstrahlführung aus (Gründe hierfür sind in Kapitel 2.1.2.3 erläutert).⁴⁴

Vakuumschmelzverfahren finden in der Stahlherstellung eine breite Anwendung, da hierbei der Gasgehalt (vor allem Wasserstoff, Kohlenmonoxid und Stickstoff) in der Stahlschmelze herabgesetzt wird. Durch die hohe Leistungsdichte des Elektronenstrahls eignet sich diese Wärmequelle auch für die Umschmelzung hochschmelzender und reaktiver Metalle, die Schmelze wird aufgrund des vorherrschenden Vakuums in der Arbeitskammer gegen die Aufnahme von Gasen geschützt. Um Wechselwirkungen zwischen Tiegel und Zielwerkstoff bei Wärmezufuhr möglichst zu unterbinden, werden üblicherweise wassergekühlte Kupfertiegel (zumeist als Kristallisatoren bezeichnet) verwendet. Zwischen Tiegelwand und aufgeschmolzenem Werkstoff bildet sich eine Zwischenschicht mit extrem großen Temperaturgradienten aus, die in erster Linie von den Benetzungseigenschaften und der Oberflächenbeschaffenheit der Schmelze, dem Tiegelwerkstoff und der möglichen Ausbildung einer Oxidschicht bestimmt wird. Entsprechend der hohen thermischen Leitfähigkeit von Kupfer können hohe Temperaturdifferenzen erzielt werden, nachteilig wirkt sich dieser Umstand jedoch auf die thermische Effektivität des Prozesses aus. Aufgrund der vielfältigen Steuerungsmöglichkeit des Elektronenstrahls hinsichtlich Ort und Zeit ergibt sich eine Vielzahl an Prozessvarianten, die angewendet werden.⁴⁵

Neben den hauptsächlich eingesetzten, wassergekühlten Kupfertiegeln werden vereinzelt auch ungekühlte Schmelztiegel verwendet. Diese sind aus einem Material hergestellt, welches einen höheren Schmelzpunkt als das aufzuschmelzende Material aufweist (beispielsweise Molybdän).⁴⁶

In Abbildung 10 ist das Grundprinzip des Elektronenstrahlschmelzens dargestellt.

⁴⁴ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 200/207

⁴⁵ Ebda, S. 159/169/200/207

⁴⁶ vgl. Yingming, Z. u. a., An Investigation on Electron Beam Cold Hearth Melting of Ti64 Alloy, 2008, S. 1974

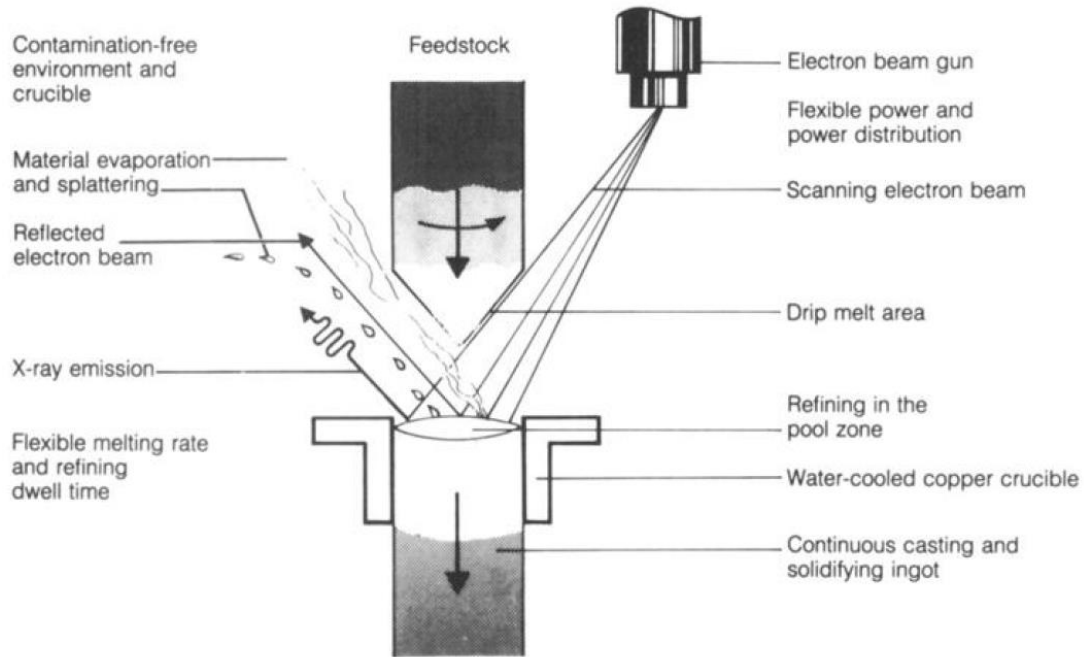


Abbildung 10: Prinzip des Elektronenstrahlschmelzens⁴⁷

Zur Veranschaulichung der zu Beginn dieses Kapitels bereits erwähnten Änderung der Legierungszusammensetzung infolge des Umschmelzprozesses im Vakuum, sind in Tabelle 1 Änderungen von Anteilen wichtiger Legierungs- und Begleitelemente, bezogen auf den Ausgangswert, angeführt.

Tabelle 1: Änderung der Anteile wichtiger Legierungs- und Begleitelemente beim Umschmelzen von Stählen in Elektronenstrahlöfen, bezogen auf den Ausgangswert⁴⁸

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	W	Cu
Änderung des Anteils in %	+7	+6	-77	-1	-25	-9	+11	+4	+2	+11	-56

Die starke Abnahme von Cu und Mn ist durch den hohen Sättigungsdampfdruck dieser Werkstoffe im Vergleich zu Eisen begründet. Durch chemische Reaktionen werden schwefelhaltige, leicht flüchtige Bestandteile gebildet wodurch sich der Anteil an S reduziert. Die geringe Verdampfungsrate von Mo, W und C im Vergleich zu Eisen resultiert in einer relativen Zunahme dieser Elemente. Nicht unerwähnt bleiben darf der Umstand, dass während des Prozesses auch etwa 3% Eisen verdampfen.⁴⁹

⁴⁷ ASM International, ASM Handbook, 2008, S. 143

⁴⁸ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 229

⁴⁹ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 229

2.1.3.1 Leistungsbilanz und thermischer Wirkungsgrad

In diesem Kapitel wird der Leistungspfad der am Elektronenstrahlgenerator bereitgestellten Ausgangsleistung in den Zielwerkstoff beschrieben, als Grundlage dieser Leistungsbilanz dient der für das Elektronenstrahlschmelzen typische Prozess des Abtropfschmelzens (oftmals auch Drip Melting genannt), der schematisch in Abbildung 11 dargestellt ist.

Dieser Prozess weist teils zusätzliche Gegebenheiten gegenüber dem im Zuge dieser Arbeit angewendeten Prozess auf, alle relevanten Teilprozesse sind darin aber enthalten, wodurch eine gute Veranschaulichung des Leistungspfades gegeben ist.

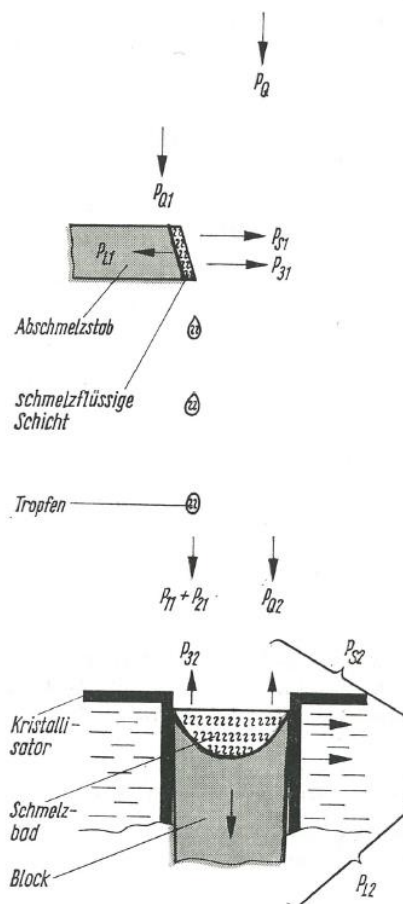


Abbildung 11: Leistungsbilanz beim Elektronenstrahlschmelzen⁵⁰

Der auftreffende Teil der Elektronenstrahlleistung P_{Q1} wird benötigt, um den Aufschmelzstab (1) mit der erforderlichen Leistung für das Erhitzen P_{11} und Aufschmelzen P_{21} des Werkstoffs zu beaufschlagen. Dabei treten Verluste infolge Wärmeleitung in den Abschmelzstab P_{L1} , Wärmestrahlung in den Rezipienten P_{S1} und latenter

⁵⁰ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 213

Wärme des Dampfstroms P_{31} auf. Als Leistungseintrag in den Kristallisator ergeben sich daher die Leistungen durch das abtropfende Material P_{11} und P_{21} , sowie die direkt einstrahlende Leistung P_{Q2} . Verluste, welche während des Fallens des Tropfens auftreten, werden vernachlässigt. Im stationären Zustand muss die Summe aus P_{11} , P_{21} und P_{Q2} gleich den im Bereich des Kristallisators auftretenden Verlusten durch Wärmeleitung in den Kristallisator und den Block P_{L2} , Wärmestrahlung in den Kristallisator und den Rezipienten P_{S2} und die latente Wärme des Dampfstroms von der Schmelzbadoberfläche P_{32} sein. Die auftretenden Verlustleistungen aufgrund Wärmeleitung und –strahlung sind am Abschmelzstab wesentlich geringer als im Bereich des Kristallisators, wesentlichen Einfluss darauf haben die Eigenschaften der Schmelze (Temperatur, Wärmeleitfähigkeit, Zähigkeit), der Emissionsgrad und die Geometrie des Kristallisators. Die mit dem auftretenden Dampfstrom abgeführte Verlustleistung P_{32} ist stark vom Zielwerkstoff und der damit verbundenen erforderlichen Überhitzung abhängig.⁵¹

Eine Abschätzung dieser Verlustgröße in Relation zur auftretenden Verlustleistung infolge Wärmestrahlung kann, wie in Abbildung 12 dargestellt, anhand der charakteristischen Temperatur T_{Vs} erfolgen.

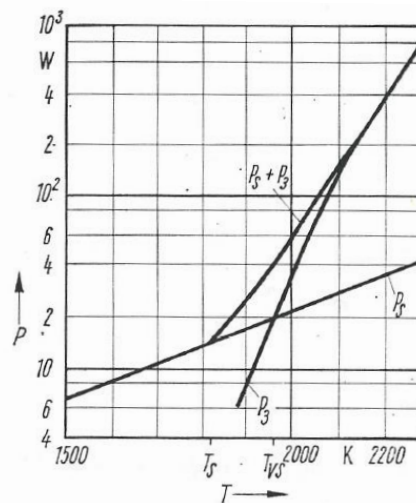


Abbildung 12: Leistungsverluste durch Wärmestrahlung und durch den Wärmestrom des Dampfes in der Umgebung der charakteristischen Temperatur T_{Vs} von 1cm^2 Fläche⁵²

Übersteigt die Temperatur die charakteristische Temperatur T_{Vs} , so ist die Leistungsabgabe durch Verdampfung (latente Wärmeleistung des Dampfstroms) größer als jene durch Strahlung. Üblicherweise werden Überhitzungen des Schmelzbades von $100\text{-}200^\circ\text{C}$ oberhalb der Schmelztemperatur angestrebt, wodurch bei hochschmelzenden Metallen die Verluste durch Strahlung dominieren, bei Eisen hingegen kön-

⁵¹ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 212f.

⁵² Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 214

nen die Leistungsverluste durch Strahlung und Verdampfung etwa gleich sein (siehe Tabelle 2 und Abbildung 12).⁵³

Tabelle 2: Schmelztemperatur T_s und charakteristische Temperatur T_{vs} einiger Elemente⁵⁴

Element	T_s in K	T_{vs} in K
Zn	693	600
Al	932	1500
Cu	1357	1710
Mn	1517	1420
Cr	2176	1650
Au	1336	2125
Fe	1809	1975
Ni	1725	2070
Mo	2890	3750
W	3650	4940

Nähere Erläuterungen betreffend Wärmeleitung und -strahlung sind in den Kapiteln 2.1.3.1.1 und 2.1.3.1.2 ausgeführt, auf Verluste durch Verdampfung wird in Kapitel 2.1.4 näher eingegangen.

Richtwerte für die benötigte spezifische Aufschmelzleistung und den thermischen Wirkungsgrad für das Abtropfschmelzen verschiedener Werkstoffe sind in Tabelle 3 angeführt. Dabei werden praktisch ermittelte Werte für die spezifische Aufschmelzleistung (e_M) den theoretischen ($(P_{11}+P_{21})/q$) gegenübergestellt, woraus thermische Wirkungsgrade (η_T) abgeleitet werden können. Die Nutzleistung des Elektronenstrahls ist als P_0 bezeichnet.

Tabelle 3: Spezifische Aufschmelzleistung $(P_{11}+P_{22})/q$ und thermischer Wirkungsgrad η_T für verschiedene Werkstoffe⁵⁵

Material	$(P_{11}+P_{21})/q$ in kWh/kg	$(P_{11}+P_{21})/q$ in J/g	$e_M=P_0/q$ in kWh/kg	$\eta_T=(P_{11}+P_{21})/P_0$ in %
Cu	0,17	612	1...2	10...15
Fe	0,35	1260	1...2	20...35
Ni	0,31	1116	1...2	20...30
Ti	0,44	1584	2...5	10...20
Mo	0,35	1260	5...15	2...7
W	0,20	720	20...40	0,5...1

⁵³ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 212f.

⁵⁴ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 168

⁵⁵ Ebda, S. 208

Anhand der angeführten Werte in Tabelle 3 ist ersichtlich, dass für die Überführung eines Werkstoffes vom festen in den flüssigen Zustand ein Mehrfaches der theoretisch erforderlichen Aufschmelzleistung erforderlich ist. Des Weiteren kann daraus abgeleitet werden, dass Werkstoffe mit höherer Schmelztemperatur geringere thermische Wirkungsgrade aufweisen, was anhand des steigenden Verlustanteils durch Wärmestrahlung mit zunehmender Schmelztemperatur erklärt werden kann. Alle in Tabelle 3 angeführten Werte beziehen sich auf den Abtropfschmelzprozess mit wassergekühltem Kristallisator.⁵⁶

2.1.3.1.1 Wärmeleitung

Als Wärmeleitung bezeichnet man den stoffgebundenen Energietransport in einem Festkörper oder einem ruhenden Fluid infolge eines Temperaturunterschiedes.

Formel 1: Fourier'sche Wärmeleitungsgleichung (stationärer Zustand)⁵⁷

$$\vec{Q}_\lambda(\vec{x}) = -\lambda(\vec{x}) \cdot A(\vec{x}) \cdot \mathbf{grad} \vartheta$$

Diese Wärmeleitungsgleichung verknüpft den Wärmestrom $\vec{Q}_\lambda(\vec{x})$ in W mit der Wärmeleitfähigkeit $\lambda(\vec{x})$ in W/(m*K), der durchwanderten Fläche $A(\vec{x})$ in m² und dem proportionalen Temperaturgradienten $\mathbf{grad} \vartheta$ in K/m.

Eine Sonderform der Wärmeleitung stellt die Konvektion dar, worunter man den stoffgebundenen Energietransport zwischen einem ruhenden Festkörper und einem strömenden Fluid versteht.

Diese Art der Wärmeübertragung kann im, wie zuvor in Kapitel 2.1.3.1 beschriebenen, Abtropfschmelzprozess zwischen Schmelzbad und Block, beziehungsweise zwischen Schmelzbad und Kristallisator auftreten, vorausgesetzt die Schmelze befindet sich in Bewegung.

Formel 2: Newton'sches Abkühlungsgesetz (erzwungene Konvektion)⁵⁸

$$\dot{Q}_\alpha = \alpha_k \cdot A \cdot (\vartheta_w - \vartheta_\infty)$$

Der konvektiv übertragene Wärmestrom \dot{Q}_α in W kann anhand der Wärmeübergangszahl α_k in W/(m²*K), der wärmeübertragenen Fläche A in m² und dem Temperaturunterschied zwischen Festkörper und Fluid ($\vartheta_w - \vartheta_\infty$) in K berechnet werden.

⁵⁶ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 215

⁵⁷ Marek, R./Nitsche, K., Praxis der Wärmeübertragung, 2012, S. 20

⁵⁸ Ebda

2.1.3.1.2 Wärmestrahlung

Im Gegensatz zur Wärmeleitung erfolgt der Energietransport bei Wärmestrahlung nicht stoffgebunden. Zwischen Körperoberflächen wird Strahlung durch elektromagnetische Schwingungen emittiert und absorbiert.

Formel 3: Stefan-Boltzmann'sches Strahlungsgesetz⁵⁹

$$\dot{Q}_{12} = \varepsilon \cdot C_s \cdot A_1 \cdot \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right]$$

Der von einer Körperoberfläche 1 auf eine parallele Körperoberfläche 2 abgestrahlte Wärmestrom \dot{Q}_{12} in W kann durch den Emissionsgrad ε (dimensionslos), die Stefan-Boltzmann-Konstante C_s in $W/(m^2 \cdot K^4)$, die Körperoberfläche A_1 in m^2 und einer Temperaturdifferenz der Oberflächentemperaturen $\left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right]$ in K^4 berechnet werden.

Anhand dieses Stefan-Boltzmann'schen-Strahlungsgesetzes ist erkennbar, dass die Temperaturen bei der Berechnung des Wärmestroms zur vierten Potenz eingehen. Infolge dessen ist Wärmestrahlung bei erhöhten Temperaturen wesentlich wirksamer.

2.1.4 Elektronenstrahlverdampfen

Bei weiterer Wärmezufuhr oberhalb der Schmelztemperatur beginnt der Werkstoff zu verdampfen, da ab einer gewissen vorherrschenden, druckabhängigen Temperatur die gasförmige Phase die geringere freie Energie aufweist (siehe Kapitel 2.2.3.1). Solche Verdampfungsprozesse sind für die beabsichtigten Versuche im Zuge dieser Arbeit teilweise unerwünscht, weshalb nachfolgend einige Erklärungen betreffend Elektronenstrahlverdampfen angeführt sind.

Der Prozess des Elektronenstrahlverdampfens wird dazu genutzt, dünne Oberflächenschichten herzustellen. Dabei wird das Verdampfungsmaterial durch den Elektronenstrahl direkt erhitzt, wobei sich in weiterer Folge das Verdampfungsgut auf das Zielbauteil überträgt (siehe Abbildung 13). Zur Gewährleistung möglichst ungestörter Ausbreitung des Elektronenstrahls und des Dampfstroms muss dabei im Rezipienten ein ausreichend kleiner Druck aufrecht erhalten werden. Bei Erwärmung weist die dampfabgebende Oberfläche die höchste Temperatur der gesamten Einrichtung auf, wodurch Tiegelreaktionen nahezu unterbunden und hochreine Oberflächenschichten produziert werden können. Die Verdampfungstiegel sind, wie auch beim Elektronenstrahlschmelzen zumeist aus Kupfer und werden wassergekühlt.⁶⁰

⁵⁹ Steiner, H., Höhere Strömungslehre und Wärmeübertragung - Vorlesungsskriptum, TU Graz, 2011, S. 162ff.

⁶⁰ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 117/119

Die Positionierung des Verdampfungsgutes kann aber auch in hochschmelzenden, nichtgekühlten Bauteilen erfolgen. Diese eingesetzten Materialien müssen dem Verdampfungsprozess des positionierten Materials thermisch und chemisch widerstehen können, zum Einsatz kommen beispielsweise die Metalle Tantal, Wolfram oder Molybdän.⁶¹

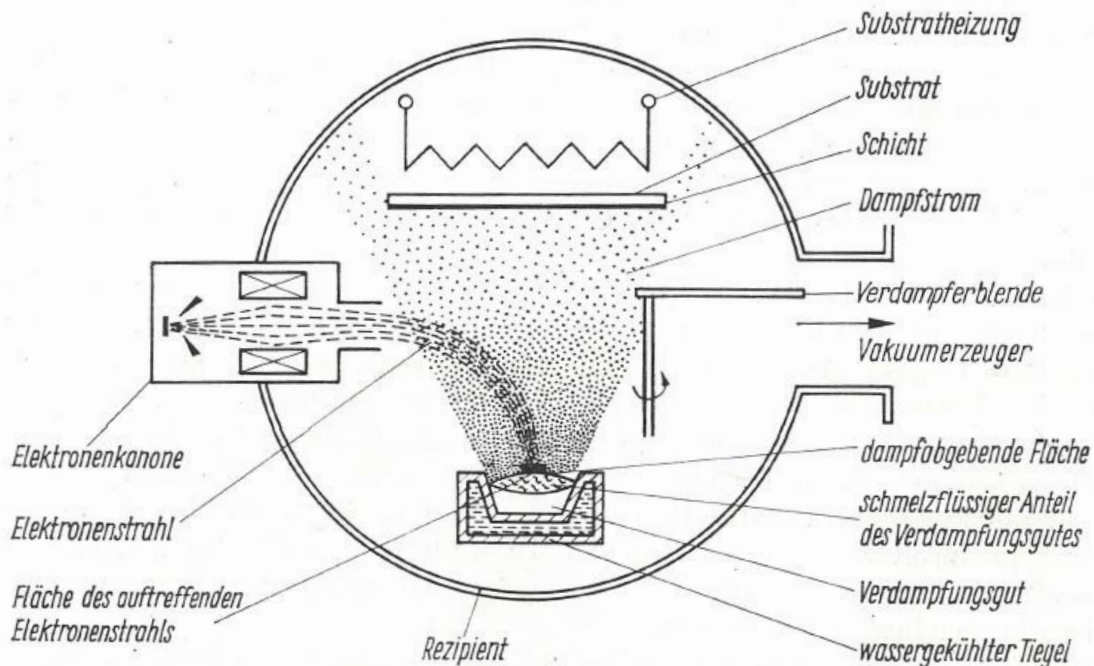


Abbildung 13: Prinzip der Elektronenstrahlverdampfung⁶²

Die Verdampfungsrate a_{v1} in $\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s})$ eines im Hochvakuum erhitzten Werkstoffes kann entsprechend Formel 4 berechnet werden. Dabei wird vorausgesetzt, dass bereits verdampfte Teilchen nicht wieder auf die dampfabgebende Fläche zurückgeschleudert werden.⁶³

Formel 4: Flächenbezogene Verdampfungsrate nach Langmuir⁶⁴

$$a_{v1} = \alpha \cdot 4,4 \cdot 10^{-4} \cdot p_s \cdot \sqrt{\frac{M_D}{T}}$$

Der Verdampfungskoeffizient α (dimensionslos) beschreibt den Prozess der Verdampfung, für ideale Verdampfung hat dieser Koeffizient den Wert eins. Weitere in Formel 4 enthaltene Parameter sind der Sättigungsdampfdruck p_s in Pa (Erläuterun-

⁶¹ vgl. *plansee GROUP*, Heiß und sauber. Verdampferschiffchen aus starken Metallen.

⁶² Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 118

⁶³ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 123

⁶⁴ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 123

gen betreffend Sättigungsdampfdruck erfolgen im nächsten Absatz), der Massenwert des Verdampfungsgutes M_D und der Temperatur des Verdampfungsgutes T in K.

Sättigungsdampfdruck p_s :

Befinden sich die aus einer flüssigen oder festen Phase austretenden (verdampfenden oder sublimierenden) Teilchen mit jenen aus einer gasförmigen Phase auftretenden (kondensierenden) Teilchen im stationären Gleichgewicht, so bezeichnet man diesen Zustand als Sättigungszustand. Der in diesem Zustand der Sättigung vorherrschende Druck wird als Sättigungsdampfdruck bezeichnet und ist nur von der Substanz und der Temperatur abhängig. Ist der umgebende Druck niedriger als der Sättigungsdampfdruck, verdampft beziehungsweise sublimiert der Werkstoff.⁶⁵

Der empirisch ermittelte Zusammenhang zwischen Sättigungsdampfdruck p_s und der Temperatur des Verdampfungsgutes T kann mathematisch durch einen exponentiellen Zusammenhang unter Berücksichtigung materialabhängiger Größen (K_1, K_2) beschrieben werden.⁶⁶

Formel 5: Sättigungsdampfdruck in Abhängigkeit von der Temperatur⁶⁷

$$p_s = K_1 \cdot e^{-\frac{K_2}{T}}$$

In Abbildung 14 sind Sättigungsdampfdrücke einiger Elemente grafisch dargestellt.

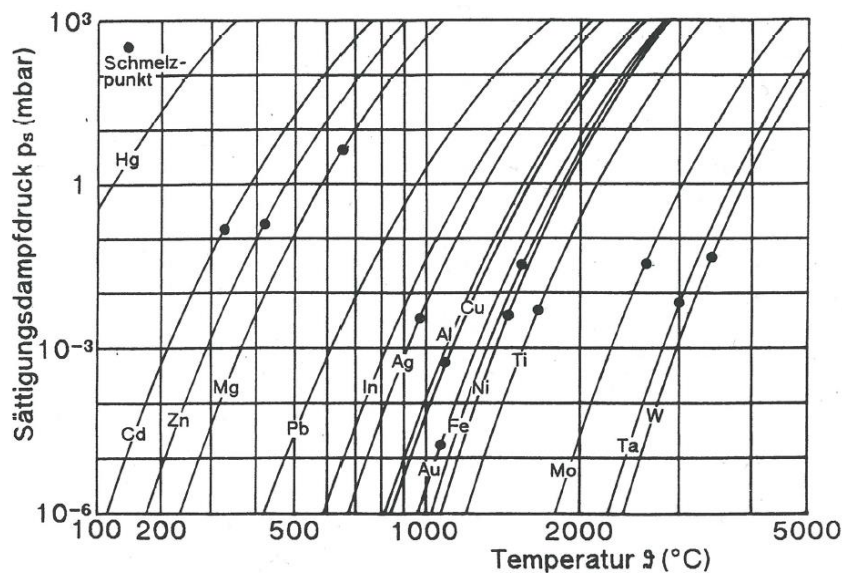


Abbildung 14: Sättigungsdampfdruck p_s verschiedener Metalle⁶⁸

⁶⁵ vgl. Jousten, K., Wutz Handbuch Vakuumtechnik, 2013, S. 76/79

⁶⁶ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 123

⁶⁷ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 123

⁶⁸ Jousten, K., Wutz Handbuch Vakuumtechnik, 2013, S. 78

Technisch für die Elektronenstrahlverdampfung interessante Dampfdrücke liegen im Bereich 10 Pa. In nachfolgender Abbildung ist erkennbar, dass beispielsweise Aluminium hierfür auf etwa 600 K über Schmelztemperatur erwärmt werden muss, wogegen hochschmelzende Materialien wie beispielsweise Molybdän oder Wolfram einen ähnlichen Sättigungsdampfdruck bereits im Bereich um den Schmelzpunkt aufweisen.⁶⁹ Den Verlauf der Verdampfungsraten einiger Elemente zeigt Abbildung 15, für technische Beschichtungseinrichtungen sind Werte im Bereich 10^{-5} bis 10^{-2} g/(cm²*s) erforderlich.⁷⁰

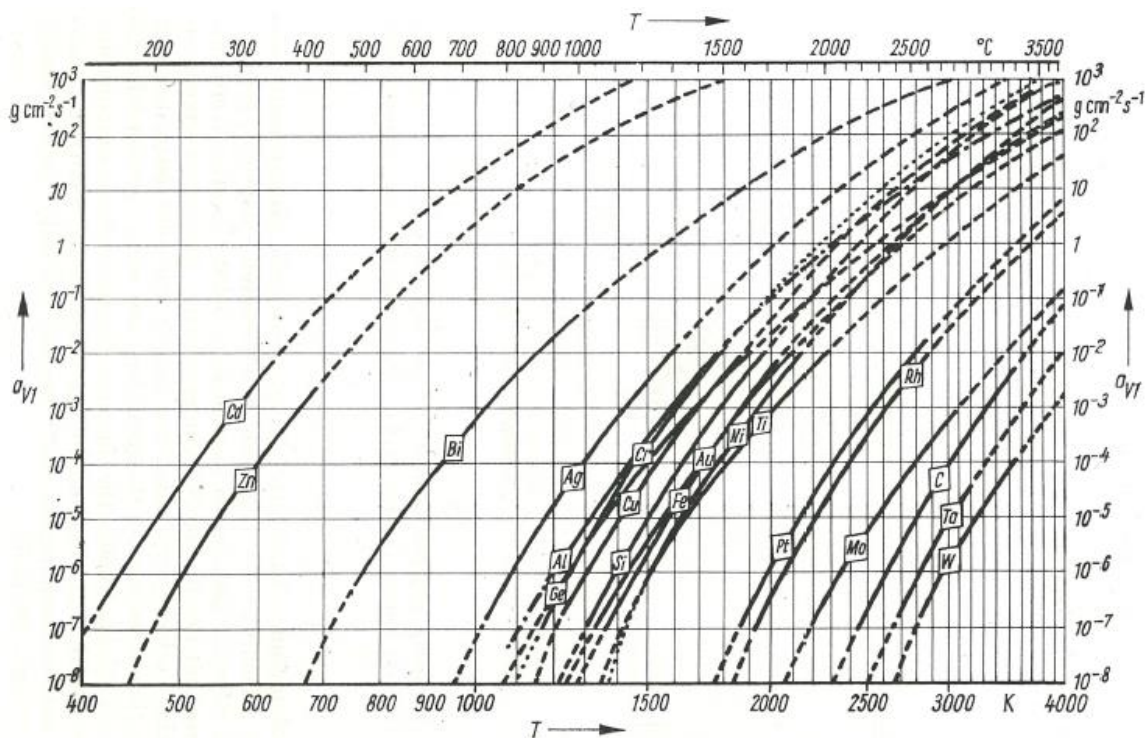


Abbildung 15: Flächenbezogene Verdampfungsrate a_{vI} einiger Elemente von 400 bis 4000 K⁷¹

Wie in Abbildung 14 und Abbildung 15 ersichtlich, führen verschiedene Sättigungsdampfdrücke einzelner Elemente, Verbindungen und Verunreinigungen zu unterschiedlichen Verdampfungsraten.

Eine Erhöhung der Temperatur verursacht einen Anstieg des Sättigungsdampfdruckes und damit auch der Verdampfungsrates, was es bei der Materialauswahl zu berücksichtigen gilt. Aus diesem Grund eignet sich beispielsweise Messing nur mäßig gut zur Aufschmelzung im Vakuum, da Zink bei erhöhten Temperaturen leichter verdampft, da es einen wesentlich höheren Sättigungsdampfdruck aufweist als Kupfer.⁷²

⁶⁹ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 123

⁷⁰ Ebda, S. 125

⁷¹ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 125

⁷² vgl. Jousten, K., Wutz Handbuch Vakuumtechnik, 2013, S. 779

2.1.5 Elektronenstrahlprozesse mit Bezug zur geplanten Anwendung

Elektronenstrahlanwendungen, in denen kleine Probenvolumina einer Legierung durch Aufschmelzen ihrer, in einem Tiegel positionierten, Reinelemente hergestellt werden, konnte in der Literatur nicht gefunden werden. Nachfolgend sind einige Elektronenstrahlprozesse angeführt, die der geplanten Anwendung in Teilaspekten ähneln.

2.1.5.1 Electron Beam Button Melting (EBBM) und artverwandte Prozesse

Eine Sondervariante des Elektronenstrahlschmelzens zeigt Abbildung 16. Diese Prozessvariante wird als Electron Beam Button Melting (EBBM) oder im deutschsprachigen Raum als Knopfprobenschmelzen bezeichnet und dient hauptsächlich der Herstellung kleiner Proben für weiterführende metallkundliche Untersuchungen und auch zur Qualitätskontrolle.^{73 74}

Dabei kann das aufzuschmelzende Material bereits im Tiegel positioniert sein oder separat zugeführt werden, wodurch das Material in Tropfenform in den Tiegel gelangt (diese Methode wird, wie in Kapitel 2.1.3 vermerkt, auch als Drip Melting bezeichnet).

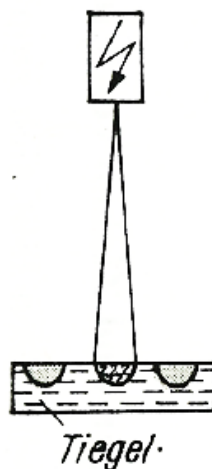


Abbildung 16: Schematische Darstellung des Knopfprobenschmelzens⁷⁵

Teils prozessorgesteuerte Schmelz- und Erstarrungsvorgänge ermöglichen bei einer hergestellten Knopfprobe, dass sich neben der Verdampfung von Bestandteilen mit hohem Sättigungsdampfdruck, leichte, nichtmetallische Einschlüsse in der Mitte der

⁷³ vgl. Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 206

⁷⁴ vgl. Hauner, F./Stephan, H./Stumpp, H., Ergebnisse beim Elektronenstrahlschmelzen von gerichtet erstarrten Knopfproben zur Identifizierung von nichtmetallischen Einschlüssen in hochreinen Ni-Superlegierungen, 1986, S. 124

⁷⁵ Schiller, S./Heisig, U./Panzer, S., Elektronenstrahltechnologie, 1976, S. 205

Knopfoberfläche ansammeln. Diese können während der flüssigen Phase durch Flotation empor steigen, außerdem werden sie bei gerichteter Erstarrung vor den Kristalliten hergeschoben.^{76 77}

In Abbildung 17 ist dieser Vorgang schematisch dargestellt, des Weiteren sind makroskopische Aufnahmen der hergestellten Proben gezeigt

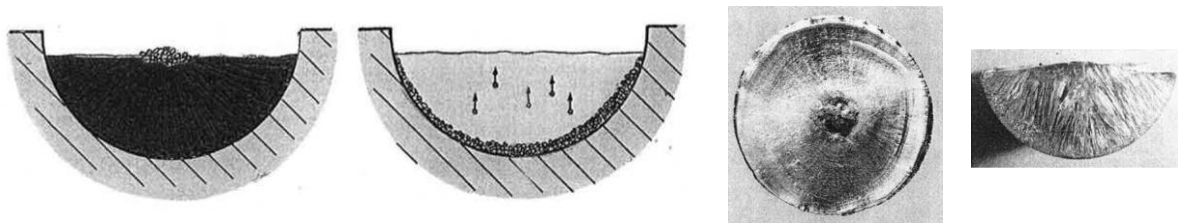


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Trennung der Einschlüsse durch gerichtete Erstarrung und Flotation (linke zwei Bilder)⁷⁸ und makroskopische Aufnahmen eines Schmelzknopfes einer Ni-BAS-Legierung mit etwa 0,7kg (rechte zwei Bilder)⁷⁹

Durch einen Knopfproben-Herstellprozess ähnlich Abbildung 16 links kann ein Ausgangsprodukt produziert werden, welches in weiterer Folge durch Drip Melting zu höchstreinem Tantal umgeschmolzen wird (als Alternative zu herkömmlich verwendeten, gesinterten Ausgangsprodukten). Dazu wird Tantalpulver mit einer Reinheit von 99,99% und einer durchschnittlichen Partikelgröße von 45µm vor dem Schmelzvorgang durch eine Druckbeaufschlagung von 1,4t/cm² zu einer Scheibe mit einem Durchmesser von 50mm verdichtet. Jede Scheibe erfährt danach eine viermalige Umschmelzung in einem wassergekühlten Kupfertiegel ($P_B=40\text{kW}$, Zeitdauer je 60s), wodurch sich das Anfangsgewicht von etwa 520g infolge der Umschmelzungen um etwa 6,2% reduziert.⁸⁰

Die Herstellung von höchstreinem Tantal (Reinheit 99,999%) aus Tantalpulver mit einer Reinheit von 99,9% muss aber nicht zwingend durch nachfolgendes Drip Mel-

⁷⁶ vgl. Choudhury, A./Hengsberger, E., Electron Beam Melting and Refining of Metals and Alloys, 1992, S. 679f.

⁷⁷ vgl. Hauner, F./Stephan, H./Stumpp, H., Ergebnisse beim Elektronenstrahlschmelzen von gerichtet erstarrten Knopfproben zur Identifizierung von nichtmetallischen Einschlüssen in hochreinen Ni-Superlegierungen, 1986, S. 124f.

⁷⁸ Hauner, F./Stephan, H./Stumpp, H., Ergebnisse beim Elektronenstrahlschmelzen von gerichtet erstarrten Knopfproben zur Identifizierung von nichtmetallischen Einschlüssen in hochreinen Ni-Superlegierungen, 1986, S. 125

⁷⁹ Ebda, S. 127

⁸⁰ vgl. Oh, J.-M. u. a., Preparation of ultrahigh purity cylindrical tantalum ingot by electron beam drip melting without sintering process, 2013, S. 542f.

ting hergestellt werden, sondern kann auch durch weitere Umschmelzvorgänge der Knopfproben in einem wassergekühltem Kupfertiegel erfolgen. Dabei wird der beabsichtigte Reinheitsgrad bereits nach sechsfacher Umschmelzung erreicht ($P_B=40$ kW für die ersten beiden Umschmelzungen, $P_B=50$ kW für alle Nachfolgenden, Zeitdauer je 60s, Probe nach jeder Umschmelzung umgedreht). Vor der ersten Umschmelzung wird das Tantalpulver, ident zu der erwähnten Anwendung im vorigen Absatz, zu einer 50mm-Scheibe verdichtet. Die Reinigungswirkung des unter Hochvakuum stattfindenden Elektronenstrahlprozesses kann auch dahingehend gut veranschaulicht werden, da der Anteil an Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff in den Knopfproben bereits nach dem zweiten Umschmelzvorgang um etwa 99% reduziert wird, des Weiteren nimmt der Anteil an metallischen Verunreinigungen ebenfalls stark ab. Der Gesamt-Gewichtsverlust nach dem ersten Umschmelzvorgang beträgt in etwa 5% und steigt danach nahezu linear auf etwa 13,5% (nach dem sechsten Umschmelzvorgang) an.⁸¹

Das Aussehen der umgeschmolzenen Knopfproben zeigt Abbildung 18.



Abbildung 18: Ta-Knopfproben nach zwei- (links), vier- (mittig) und sechs Umschmelzungen (rechts)⁸²

Eine ähnliche Anwendungsmöglichkeit des Elektronenstrahlschmelzens wird zur Reinigung von Silizium verwendet. Dieser Werkstoff dient als Trägermaterial für die Umwandlung von Solarenergie in elektrische Energie, wobei dieser Prozess umso effizienter abläuft je reiner das Material ist. Als Ausgangsmaterial für die Herstellung knopfähnlicher Proben dient Siliziumgranulat mit einer Reinheit von 99,92% und einer Größe von 100-200 μ m. Durch Aufschmelzung einer Ausgangsmasse von etwa 280g in einem wassergekühltem Kupfertiegel findet während des Prozesses ($P_B=15-17$ kW, Strahlleistung wird bei Erwärmung langsam erhöht und bei Abkühlung langsam reduziert, Zeitdauer 20min, Arbeitskammerdruck $10^{-4}-10^{-2}$ Pa) ein Reinigungsvorgang des Materials statt. Die im Werkstoff enthaltenen, aber nicht erwünschten Elemente wie beispielsweise Fe, Cu und Al verdampfen aufgrund ihres hohen Sättigungsdampfdruckes im Vergleich zu Si nahezu vollständig während des Prozesses. Enthaltene Ver-

⁸¹ vgl. Choi, G.-S. u. a., Preparation of 5N grade tantalum by electron beam melting, 2009, S. 298ff.

⁸² Choi, G.-S. u. a., Preparation of 5N grade tantalum by electron beam melting, 2009, S. 299

unreinigungen wie etwa Bor (B) verändern ihren Anteil im Zuge des Prozesses nur unwesentlich, da einerseits der Sättigungsdampfdruck von B etwa 10^{-3} Pa geringer ist als jener von Si und andererseits aufgrund des guten Mischungskoeffizienten von B mit Si, was eine Reinigung durch gerichtete Erstarrung erschwert. Durch einmalige Durchführung dieses Prozesses können Si-Proben mit einer Reinheit von 99,9998% erzielt werden, die Ausgangssituation und das Aussehen der finalen Proben sind in Abbildung 19 dargestellt.⁸³

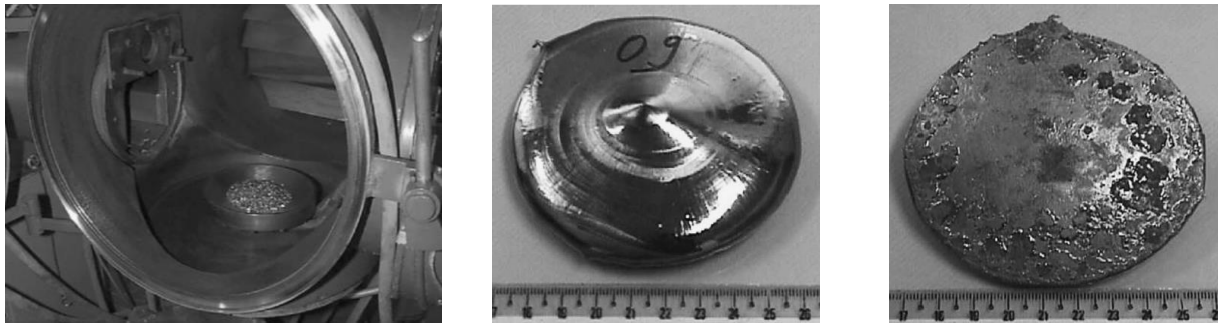


Abbildung 19: Ausgangssituation vor EB-Aufschmelzung von Si-Granulat (links)⁸⁴ und Aussehen der hergestellten Probenoberseite und -unterseite (rechte zwei Bilder)⁸⁵

Durch Betrachtung der finalen Proben kann festgestellt werden, dass die unterste Schicht der produzierten Probe aufgrund des Kontaktes mit dem wassergekühlten Tiegel nicht vollständig aufgeschmolzen wird. Ähnliche Ergebnisse hinsichtlich der erzielten Reinheit werden erreicht, wenn das Si-Ausgangsmaterial in Form eines massiven Blockes mit einer Reinheit von 99,88% verwendet wird. Dabei wird der Block dezentral im Tiegel positioniert, sodass beim Schmelzvorgang mehr Oberfläche der flüssigen Phase mit dem umgebenden Vakuum in Berührung kommt, was die Reinigungswirkung begünstigt.⁸⁶

Ein ähnlicher Sachverhalt wird auch bei Electron Beam Candle Melting (EBCM) dazu genutzt, um vor allem den Anteil an Phosphor in Silizium zu minimieren. Dabei wird der Werkstoff, der eine blockähnliche Form aufweist, ähnlich einer Kerze an der Oberseite erwärmt. Dadurch schmilzt die oberste Schicht auf und das verflüssigte Material fließt seitlich dem Block entlang in Richtung Tiegel, wo es zu erstarren beginnt.⁸⁷

⁸³ vgl. Pires, J. u. a., The purification of metallurgical grade silicon by electron beam melting, 2005, S. 16ff.

⁸⁴ Pires, J. u. a., The purification of metallurgical grade silicon by electron beam melting, 2005, S. 17

⁸⁵ Ebda, S. 18

⁸⁶ vgl. Pires, J. u. a., The purification of metallurgical grade silicon by electron beam melting, 2005, S. 16ff.

⁸⁷ vgl. Jiang, D. C. u. a., Research on new method of electron beam candle melting used for removal of P from molten Si, 2011, S. 406f.

Das dadurch hergestellte, knopfförmliche Endprodukt zeigt Abbildung 20.



Abbildung 20: Ausgangssituation (a) und Endprodukt (b) bei EBCM eines Silziumblocks⁸⁸

Untersuchungen hinsichtlich der Auswirkungen unterschiedlicher Ablenkfiguren bei Umschmelzvorgängen von Silizium zeigen, dass diese wesentliche Auswirkungen auf die Temperaturverteilung, die geometrische Endform, die Mikrostruktur und die Reinheit haben. Abbildung 21 zeigt angewendete Ablenkfiguren sowie einige stellvertretende Unterschiede die aus deren Anwendung resultieren.⁸⁹

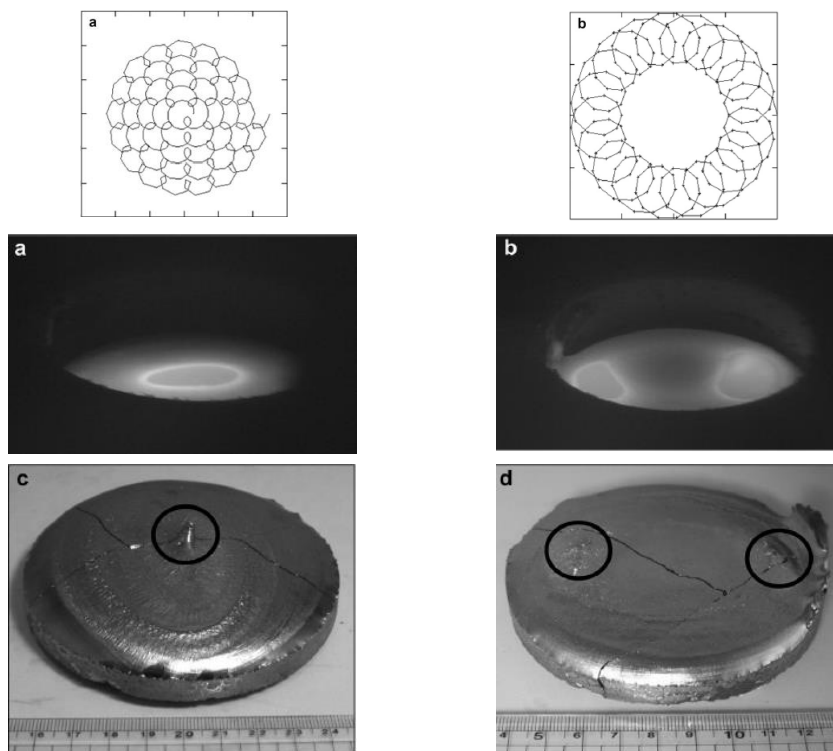


Abbildung 21: Unterschiedlichen Ablenkfiguren und stellvertretend einige daraus resultierende Unterschiede⁹⁰

⁸⁸ Jiang, D. C. u. a., Research on new method of electron beam candle melting used for removal of P from molten Si, 2011, S. 407

⁸⁹ vgl. Choi, S.-H. u. a., Effects of electron beam patterns on melting and refining of silicon for photovoltaic applications, 2013, S. 41ff.

⁹⁰ Choi, S.-H. u. a., Effects of electron beam patterns on melting and refining of silicon for photovoltaic applications, 2013, S. 42f.

In dieser Anwendung wird die Strahlleistung kontinuierlich mit 1kW/min auf 15kW gesteigert, danach 5min konstant auf 12kW eingestellt, gefolgt von kontinuierlicher Abkühlung mit 0,5kW/min. Das Gewicht der eingelegten Probenstücke beträgt in Summe 250g.⁹¹

2.1.5.2 Elektronenstrahlbasierte additive Fertigungsverfahren

In der additiven Fertigung kann neben dem üblicherweise verwendeten Laserstrahl auch der Elektronenstrahl als Energiequelle für die Versinterung beziehungsweise Aufschmelzung dünner Pulverschichten genutzt werden, wodurch ein schichtweiser Bauteilaufbau ermöglicht wird.

Da im Zuge dieser Arbeit teils granulatförmige Ausgangswerkstoffe verwendet werden, die in gewisser Weise Ähnlichkeiten zu verwendeten Pulvern in der additiven Fertigung aufweisen, wird in diesem Kapitel überblicksmäßig auf grundlegende Schwierigkeiten während des Prozessablaufs dieses Fertigungsverfahrens eingegangen.

Ein unerwünschtes Fehlerbild der elektronenstrahlbasierten additiven Fertigung stellt die plötzliche Beschleunigung des Pulvers zu Beginn des Prozesses dar, was als Pulververblasen bezeichnet wird und aufgrund verschiedener Ursachen auftreten kann. Bezüglich der Fragestellung hinsichtlich der Dominanz der möglichen Ursachen für das Pulververblasen werden großteils elektrostatische Ursachen und Ursachen aufgrund von Impulsübertragung beschrieben, vollständige Einigkeit bezüglich der tatsächlichen Einflusswirkung und geeigneter Abhilfemaßnahmen herrschen jedoch aktuell nicht vor.^{92 93 94 95 96}

In Abbildung 22 sind Hochgeschwindigkeitsaufnahmen des Fehlerbildes Pulververblasen dargestellt.

⁹¹ vgl. *Choi, S.-H.* u. a., Effects of electron beam patterns on melting and refining of silicon for photovoltaic applications, 2013, S. 41

⁹² vgl. *Qi, H. B.* u. a., Direct metal part forming of 316L stainless steel powder by electron beam selective melting, 2006, S. 1845ff.

⁹³ vgl. *Sigl, M.*, Ein Beitrag zur Entwicklung des Elektronenstrahlsinterns, 2008, S. 77–84

⁹⁴ vgl. *Lutzmann, S.*, Beitrag zur Prozessbeherrschung des Elektronenstrahlschmelzens, 2010, S. 28-34/135ff.

⁹⁵ vgl. *Qi, H./Yang, L.*, Powder Blowing and Preheating Experiments in Electron Beam Selective Melting, 2010, S. 540ff.

⁹⁶ vgl. *Milberg, S./Sigl, M.*, Electron beam sintering of metal powder, 2008, S. 117ff.

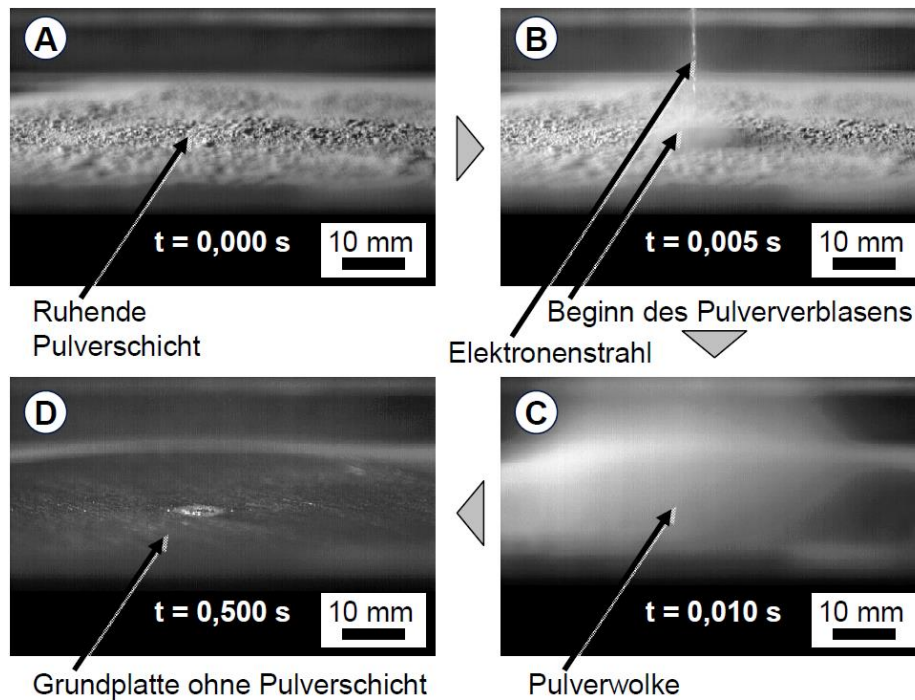


Abbildung 22: Hochgeschwindigkeitsaufnahmen des Fehlerbildes Pulververblasens⁹⁷

Elektrostatiche Aufladung:

Aufgrund des hohen elektrischen Widerstandes des positionierten feinen Pulvers (Pulvergröße im Bereich 10-100 μ m, Schichtdicke im Bereich 0,1-0,5mm) können die vom Elektronenstrahl eingebrachten Elektronen nur begrenzt abfließen. Demzufolge laden sich die Pulverpartikel gleichpolig negativ auf, wodurch aufgrund des Coulomb'schen Gesetzes eine Abstoßwirkung zwischen den einzelnen Teilchen entsteht.^{98 99}

Impulsübertragung:

Aufgrund der mit sehr hoher Geschwindigkeit auf das Pulver auftreffenden, massebehafteten Elektronen wirkt auf das Pulver ein sogenannter Elektronenstrahldruck. Der dadurch von den Elektronen auf das Pulver übertragene Impuls resultiert in einer Beschleunigung des Pulvers, da infolge der Energieerhaltung die eingebrachte kinetische Energie in potenzielle Energie umgewandelt wird.^{100 101}

⁹⁷ Lutzmann, S., Beitrag zur Prozessbeherrschung des Elektronenstrahlschmelzens, 2010, S. 18

⁹⁸ vgl. Sigl, M., Ein Beitrag zur Entwicklung des Elektronenstrahlsinterns, 2008, S. 83

⁹⁹ vgl. Qi, H. B. u. a., Direct metal part forming of 316L stainless steel powder by electron beam selective melting, 2006, S. 1847f.

¹⁰⁰ vgl. Sigl, M., Ein Beitrag zur Entwicklung des Elektronenstrahlsinterns, 2008, S. 81

¹⁰¹ vgl. Qi, H. B. u. a., Direct metal part forming of 316L stainless steel powder by electron beam selective melting, 2006, S. 1848f.

Durch geeignete Maßnahmen ist es möglich, das unerwünschte Auftreten des Pulververblasens zu unterbinden.

Nachfolgend sind beispielhafte Möglichkeiten angeführt:^{102 103}

- Reduzierung des elektrischen Widerstands der Pulverschicht durch Verwendung spratziger anstatt kugeliger Partikeln oder durch Vorwärmen der Pulverschicht (Ausbildung von Sinterhälsen)
- Minimierung des Strahlstroms oder Defokussierung des Elektronenstrahls
- Optimierung der Scanstrategie (vor allem hinsichtlich Scangeschwindigkeit)

Das in diesem Kapitel beschriebene Pulververblasen findet aufgrund anderer Sachverhalte statt als der in Kapitel 2.1.3 und 2.1.4 beschriebene Materialverlust durch Verdampfungsprozesse.

Dies kann durch Vergleichsversuche bestätigt werden, bei denen lediglich der Elektronenstrahl durch einen Laserstrahl ersetzt wird. Hierbei tritt bei derselben Leistungseinbringung kein Pulververblasen auf.¹⁰⁴

2.1.6 Technische Ausführung der EBW-Anlage des IWS

In diesem Kapitel sind die wichtigsten technischen Eckdaten und zwei Abbildungen der EBW-Anlage des IWS angeführt.

Tabelle 4: Technische Eckdaten der EBW-Anlage des IWS¹⁰⁵

Bezeichnung	Elektronenstrahl-Kammeranlage EBG 45-150 K14
Hersteller	pro beam
Maximale Leistung	45kW
Maximale Hochspannung	150kV
Strahlstrom	0,1...300mA
Strahlablendung	Frei programmierbar
Arbeitsvakuum	5*10 ⁻³ mbar
Enddruck	1*10 ⁻⁴ mbar
Arbeitsvakuum Strahlerzeuger	5*10 ⁻⁵ mbar
Maximale Verfahwege X- und Y-Tisch	600 x 400mm (ohne Drehvorrichtung)
Nutzbare Höhe	750mm (ohne Drehvorrichtung)
Maximales Bauteilgewicht	500kg (ohne Drehvorrichtung)

¹⁰² vgl. Lutzmann, S., Beitrag zur Prozessbeherrschung des Elektronenstrahlschmelzens, 2010, S. 140

¹⁰³ vgl. Qi, H./Yang, L., Powder Blowing and Preheating Experiments in Electron Beam Selective Melting, 2010, S. 540ff.

¹⁰⁴ vgl. Sigl, M., Ein Beitrag zur Entwicklung des Elektronenstrahlsinterns, 2008, S. 80

¹⁰⁵ Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Elektronenstrahl- Kammeranlage EBG 45-150 K14



Abbildung 23: Gesamtansicht der EBW-Anlage des IWS¹⁰⁶



Abbildung 24: Blick in die geöffnete Arbeitskammer der EBW-Anlage des IWS¹⁰⁷

¹⁰⁶ *Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Elektronenstrahl- Kammeranlage EBG 45-150 K14*

¹⁰⁷ *Ebda*

2.2 Werkstofftechnik

2.2.1 Ausgangswerkstoffe

Als Ausgangswerkstoffe für die Legierungsherstellung werden seitens FELMI zwei technische Reinmetalle in Form von Kupfer- und Nickelkugeln zur Verfügung gestellt, genauere Beschreibungen hierzu sind in Kapitel 4.1 ausgeführt.

In den nachfolgenden Unterkapiteln wird auf die beiden Ausgangswerkstoffe (Kupfer und Nickel) und den Zielwerkstoff (CuNi-Legierung) näher eingegangen. Dabei werden wesentliche Eigenschaften dieser Werkstoffe gegenübergestellt und wichtige Anwendungsgebiete beschrieben.

2.2.1.1 Kupfer (Cu)

Kupfer ist ein umwandlungsfreies, diamagnetisches, hochschmelzendes Schwermetall, das im unlegierten Zustand eine geringe Festigkeit und aufgrund seines kubisch-flächenzentrierten Kristallgitters (kfz) eine hohe Duktilität und damit eine gute Formbarkeit aufweist. Durch die gute elektrische Leitfähigkeit, die stark vom Reinheitsgrad des Kupfers abhängt (siehe Abbildung 25), wird dieses Metall sehr gerne als elektrisches Leitmaterial eingesetzt. Besonders Beimengungen die in Kupfer löslich sind beeinflussen wesentlich die elektrische Leitfähigkeit des Metalls, da diese eingebauten Fremdatome Störpotentiale im elektrischen Feld bilden. Im Gegensatz dazu verändern Stoffe, die im festen Zustand in Kupfer unlöslich sind (dazu zählt beispielsweise Sauerstoff, der durch den Herstellungsprozess noch im Werkstoff als Cu_2O enthalten sein kann), die elektrische Leitfähigkeit nur in sehr geringem Maße.¹⁰⁸

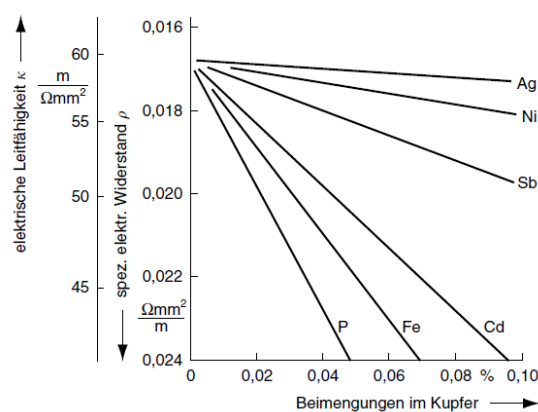


Abbildung 25: Einfluss von Beimengungen auf die Leitfähigkeit von Kupfer¹⁰⁹

¹⁰⁸ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 313f.

¹⁰⁹ Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 314

Aufgrund des proportionalen Zusammenhangs zwischen thermischer und elektrischer Leitfähigkeit (Franz-Wiedemann-Gesetz) wird Kupfer wegen seiner guten Wärmeleitfähigkeit auch gerne in Wärmetauschern oder im Brenner-Gewerbe genutzt.¹¹⁰

Durch chemische Reaktionen mit atmosphärischen Stoffen wie beispielsweise O_2 , CO_2 , SO_2 oder H_2O bildet Kupfer eine festhaftende Oberflächenschicht (Kupfercarbonat, Kupfersulfat) aus, die den Werkstoff vor weiterem korrosiven Angriff schützt. Aus diesem Grund der guten Korrosionsbeständigkeit wird Kupfer auch für Dachabdeckungen im Bauwesen oder im chemischen Anlagenbau verwendet.¹¹¹

Bei Kupfer, welches nicht den höchsten Reinheitsgrad aufweist, ist Sauerstoff in Form von Cu_2O vorhanden. Bei Abkühlung einer sauerstoffhaltigen Kupferschmelze mit einem Cu_2O -Gehalt kleiner 3,45% entsteht ein Gefüge, das bei Temperaturen unterhalb $1065^\circ C$ aus Cu und Cu- Cu_2O -Eutektikum besteht (siehe Abbildung 26). Das niedrigschmelzende eutektische Gefüge erstarrt an den Korngrenzen der Kupferkörner.

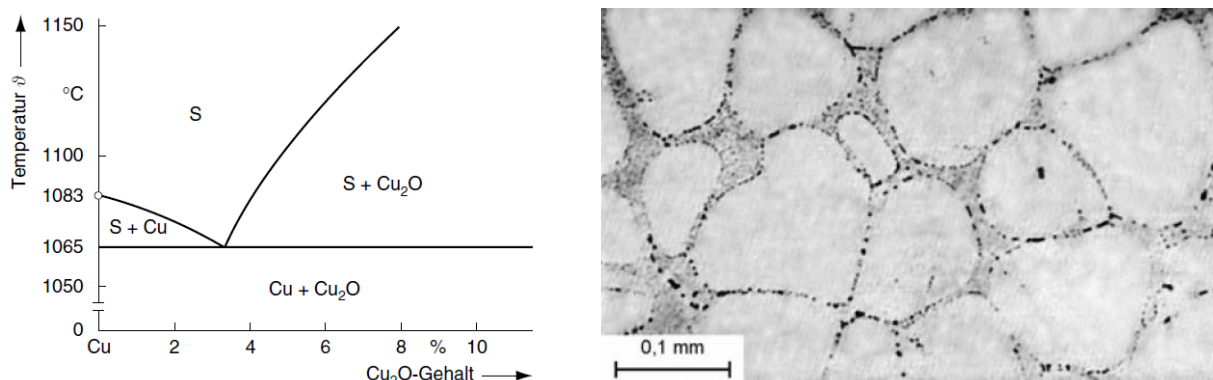
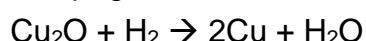


Abbildung 26: Zustandsschaubild Cu- Cu_2O nach Heyn (links)¹¹² und Gefüge von Kupfer mit Cu_2O -Eutektikum an den Korngrenzen (rechts)¹¹³

Das Vorhandensein von Cu_2O im Gefüge verursacht die sogenannte „Wasserstoffkrankheit des Kupfers“. Wird der Werkstoff bei erhöhten Temperaturen einer wasserstoffhaltigen Atmosphäre ausgesetzt, diffundieren Wasserstoffatome in das Kupfer und reduzieren das Cu_2O entsprechend nachfolgender Reaktion, wodurch Wasserdampf gebildet wird.



¹¹⁰ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 314

¹¹¹ vgl. Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012, S. 10–41

¹¹² Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 314

¹¹³ Ebda, S. 315

Wasserdampf ist in Kupfer unlöslich und wird am Ort der Entstehung eingeschlossen, was die Auflockerung der Korngrenzen und Brüchigkeit des Kupfers zur Folge hat. Die Wasserstoffkrankheit kann auch bei sauerstofffreiem Kupfer beobachtet werden, wenn der Werkstoff bei erhöhten Temperaturen zuerst einer oxidierenden und dann einer reduzierenden wasserstoffhaltigen Atmosphäre ausgesetzt wird.¹¹⁴

Die Einteilung von reinem Kupfer erfolgt je nach Reinheitsgrad und Umschmelzverfahren in folgende drei Kupfersorten:¹¹⁵

- Sauerstoffhaltiges Kupfer: Cu-ETP (vormals E-Cu)
- Sauerstofffreies Kupfer: Cu-OF (vormals OF-Cu)
- Sauerstofffreies Kupfer, allerdings mit Phosphor desoxidiert: Cu-PHC/Cu-HCP (vormals SE-Cu) und Cu-DHP (vormals SF-Cu)

2.2.1.2 Nickel (Ni)

Nickel zählt wie Kupfer zu den hochschmelzenden Schwermetallen und weist im gesamten Temperaturbereich der festen Phase keine allotropen Umwandlungen auf. Bei einer Temperatur oberhalb der Curie-Temperatur von 360°C verliert Nickel seine ferromagnetischen Eigenschaften, ebenso weisen in diesem Temperaturbereich zahlreiche mechanische und physikalische Eigenschaften eine Unstetigkeit auf (siehe Abbildung 27). Durch die kubisch-flächenzentrierte Kristallgitterstruktur (kfz) verfügt Nickel im reinen Zustand über eine gute Verformbarkeit und Tieftemperaturzähigkeit. Eine technisch sehr wichtige Eigenschaft von Nickel stellt dessen Korrosionsbeständigkeit dar, wodurch dieser Werkstoff beispielsweise als Greifzange in Laboratorien oder für Reaktoren in der chemischen Industrie Einsatz findet.¹¹⁶

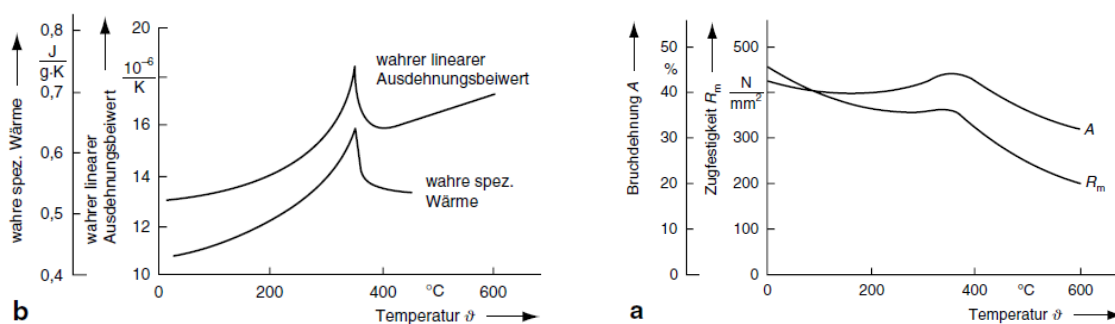


Abbildung 27: Eigenschaften von Nickel in Abhängigkeit der Temperatur¹¹⁷

¹¹⁴ vgl. *Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Schweißen von Kunststoffen und Nichteisenmetallen - Vorlesungsskriptum, 2014, S. 5–6*

¹¹⁵ *Oettel, H./Schumann, H., Metallografie, 2011, S. 749*

¹¹⁶ vgl. *Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 323f.*

¹¹⁷ *Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 324*

Bereits durch geringe Beimengung von Legierungselementen kann die Warmfestigkeit und Zunderbeständigkeit von Nickel erheblich gesteigert werden. Aufgrund der geringen Diffusivität der beteiligten Legierungselemente im Nickel-Kristallgitter neigen Nickellegierungen jedoch zur Bildung von Kristallseigerungen.^{118 119}

Verunreinigungen wie Schwefel (möglicherweise auch Sauerstoff) können im Zuge der Verarbeitung an den Korngrenzen in den Werkstoff diffundieren und niedrigschmelzende Eutektika bilden. Nickel weist eine hohe Affinität zu Schwefel auf, das Zustandsdiagramm Ni-S, sowie die Darstellung einer Korngrenzen-Zerstörung infolge Schwefeleinwirkung ist in Abbildung 28 ersichtlich.^{120 121}

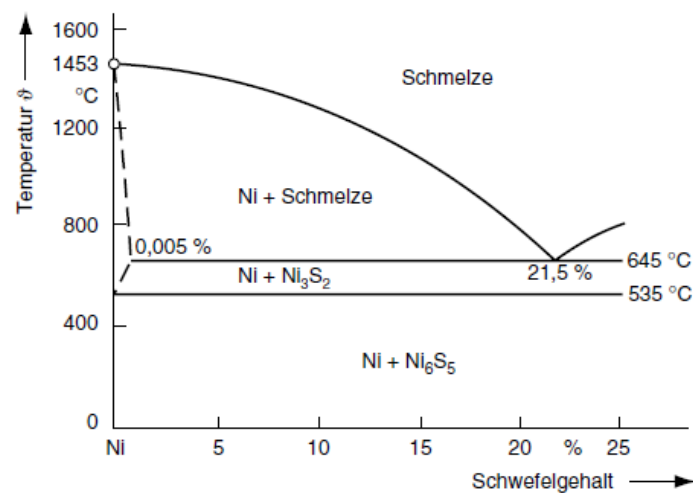


Abbildung 28: Zustandsdiagramm Ni-S (links)¹²²

Im flüssigen Zustand kann Nickel besonders viel Wasserstoff lösen. Dieser im flüssigen Zustand aufgenommene atomare Wasserstoff kann, wie in Abbildung 29 ersichtlich, im festen Zustand aufgrund der geringeren Löslichkeit nicht in gleichem Ausmaß vorherrschen. Daher muss bei Unterschreitung der Erstarrungstemperatur der entsprechend dem Löslichkeitssprung überschüssige Wasserstoff aus dem Werkstoff entweichen, was zur Bildung von Poren führt. Aus diesem Grund sollte beispielsweise beim Schweißen von Nickel oder CuNi-Legierungen möglichst jede Feuchtigkeitsquelle vermieden werden, da durch Zerlegung von Wasserdampf durch beigemengte Desoxidationsmittel im Zusatzwerkstoff atomarer Wasserstoff gebildet wird.¹²³

¹¹⁸ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 323

¹¹⁹ vgl. Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Schweißen von Kunststoffen und Nichteisenmetallen - Vorlesungsskriptum, 2014, S. 6-1

¹²⁰ Ebda, S.6-2

¹²¹ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 324

¹²² Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 325

¹²³ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 323

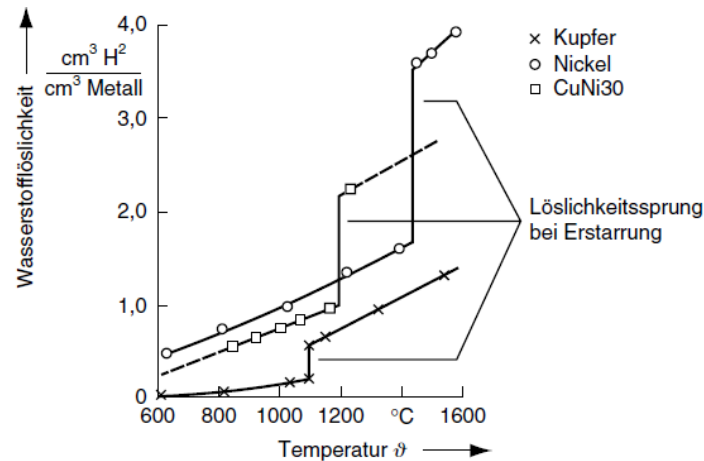


Abbildung 29: Löslichkeit von Wasserstoff in Cu, Ni und CuNi30 in Abhängigkeit der Temperatur¹²⁴

Abschließend sei angemerkt, dass die in Kapitel 2.2.1.1 und 2.2.1.2 beschriebenen Wechselwirkungen mit Wasserstoff, Sauerstoff oder Schwefel im Zuge dieser Arbeit lediglich eine untergeordnete Rolle spielen, da der Schmelzprozess im Hochvakuum stattfindet.

2.2.1.3 Vergleich ausgewählter Eigenschaften von Cu und Ni

Zum Vergleich der Eigenschaften der beiden Ausgangswerkstoffe ist in den Abbildung 30 und Abbildung 31, sowie in Tabelle 5 eine Auswahl von Eigenschaften von Cu und Ni gegenübergestellt.

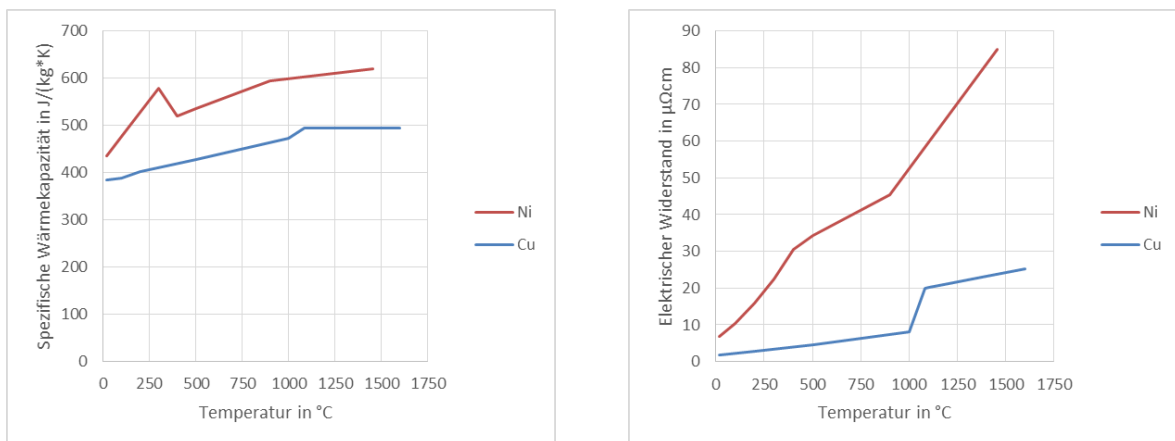


Abbildung 30: Verlauf der spezifischen Wärmekapazität ohne Beinhaltung der Schmelzwärme (links) und des elektrischen Widerstands (rechts), jeweils über die Temperatur¹²⁵

¹²⁴ Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 323

¹²⁵ vgl. Smithells, C. J., Smithells Metals Reference Book, 1992, Tab. 14-3/14-4

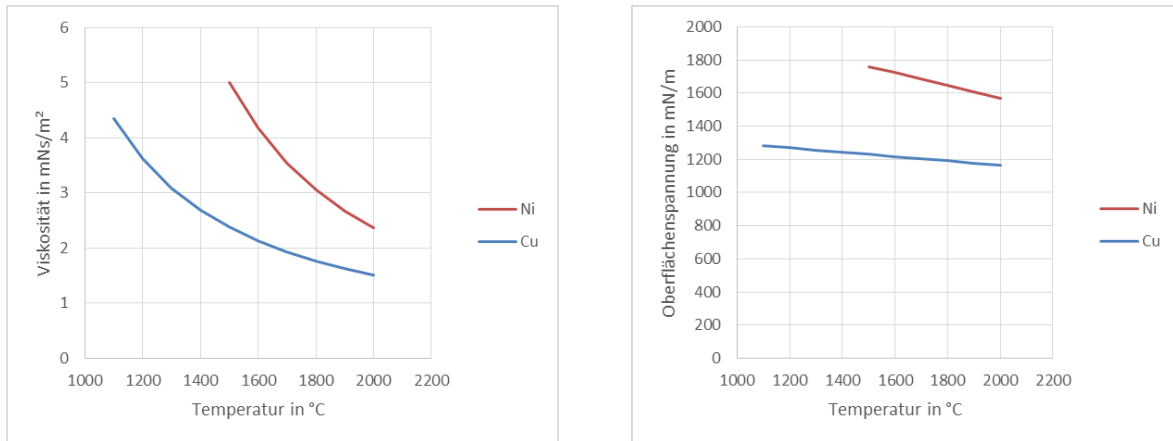


Abbildung 31: Verlauf der Viskosität (links) und der Oberflächenspannung (rechts), jeweils über die Temperatur¹²⁶

Tabelle 5: Ausgewählte Eigenschaften von Cu und Ni im Vergleich¹²⁷

Benennung	Cu	Ni	Einheit
Kristallstruktur	kfz	kfz	-
Ordnungszahl	29	28	-
Magnetismus	diamagnetisch	ferromagnetisch	-
Molare Masse	63,6	58,7	g/mol
Atomradius	0,128	0,125	nm
Dichte	8,96	8,88	g/cm ³
Schmelztemperatur	1083	1453	°C
Schmelzwärme	214	302	J/g
Siedetemperatur	2560	2915	°C
Ausdehnungskoeffizient 0...100°C	17	13	10 ⁻⁶ /K
Thermische Leitfähigkeit 0...100°C	393,0	88,5	W/(m*K)
Spezifische Wärmekapazität 0...100°C	386	456	J/(kg*K)
Elektrischer Widerstand bei 20°C	1,69	6,90	μΩcm
Elastizitätsmodul	118...132	210	GPa
Zugfestigkeit (je nach Sorte und Behandlungszustand)	200...360	370...700	MPa
Bruchdehnung (je nach Sorte und Behandlungszustand)	2...45	2...60	%
Diffusionskoeffizient in Ni bei 20°C	4*10 ⁻²⁷	-	cm ² /s
Diffusionskoeffizient in Ni bei 1000°C	5*10 ⁻¹⁰	-	cm ² /s
Diffusionskoeffizient in Cu bei 20°C	-	3*10 ⁻³⁰	cm ² /s
Diffusionskoeffizient in Cu bei 1000°C	-	8*10 ⁻¹⁰	cm ² /s

¹²⁶ vgl. *Smithells, C. J.*, Smithells Metals Reference Book, 1992, Tab. 14-7

¹²⁷ *Bargel, H.-J./Schulze, G.*, Werkstoffkunde, 2012, S. 313/323; *Callister, W. D./Rethwisch, D. G.*, Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, 2013, Buchrücken; *Smithells, C. J.*, Smithells Metals Reference Book, 1992, Tab. 14-1; *Deutsches Kupferinstitut Berufsverband e.V.*, Niedriglegierte Kupferwerkstoffe, 2012, S. 4; *Kerfoot, D. G. E.*, Nickel, 2000, S. 39

Die in diesem Kapitel dargestellten Verläufe beziehen sich auf den höchstmöglichen Reinheitsgrad der Metalle, die herangezogenen Werte basieren auf gewichteten Mittelwerten, welche in experimentellen Untersuchungen ermittelt wurden.¹²⁸

2.2.2 Zielwerkstoff

2.2.2.1 CuNi-Legierungen

Wenn metallische Werkstoffe beabsichtigt aus mehreren Elementen bestehen, bezeichnet man diese Werkstoffe als Legierungen. Die Legierungselemente nehmen wesentlichen Einfluss auf den kristallinen Aufbau des Werkstoffs und damit auf dessen Eigenschaften.

Eine CuNi-Legierung besteht aus Cu- und Ni-Atomen, die Mischkristalle bilden. Die große Ähnlichkeit von Cu und Ni (siehe Tabelle 5) ermöglicht eine lückenlose Mischbarkeit der Atome, was eine Substituierung der Cu-Atome des Wirtsgitters durch Ni-Atome (und umgekehrt) ermöglicht. Dabei entstehen Substitutionsmischkristalle, die verschiedene Atomanordnungen gemäß Abbildung 32 einnehmen können.

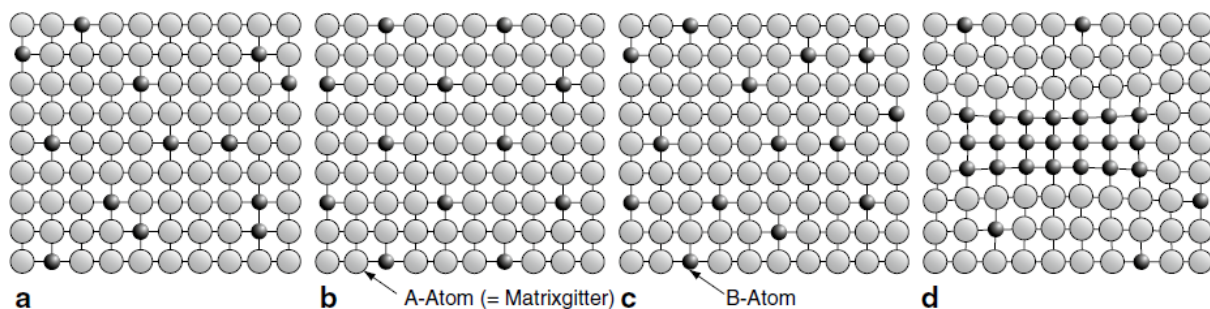


Abbildung 32: Mögliche Atomanordnungen in einem Substitutionsmischkristall: a) statistisch verteilt b) Überstruktur (Fernordnung) c) Nahordnung d) einphasige Entmischung (Zonenbildung)¹²⁹

Der Austausch von Cu-Atomen durch Ni-Atome und umgekehrt verursacht eine Verzerrung des Kristallgitters wodurch Zug- oder Druckspannungen verursacht werden. Diese Wechselwirkung von Legierungsatomen behindern bei einwirkender Belastung die Versetzungsbewegung, wodurch die Festigkeit des Werkstoffs ansteigt (Prinzip der Mischkristallverfestigung). Für die Verfestigungswirkung spielt die Anordnung der Fremdatome im Wirtsgitter eine entscheidende Rolle, da regellos verteilte Fremdatome die Versetzungsbewegung wesentlich weniger behindern als eine Ansammlung von Fremdatomen.

¹²⁸ vgl. *Smithells, C. J.*, Smithells Metals Reference Book, 1992, Tab. 14-1/14-6

¹²⁹ *Bargel, H.-J./Schulze, G.*, Werkstoffkunde, 2012, S. 43

Die Möglichkeit der Mischkristallverfestigung ist allgemein durch die maximale Löslichkeit der Legierungselemente begrenzt. Je größer die im Wirtsgitter durch gelöste Fremdatome verursachten Verzerrungen sind, desto stärker wird die Versetzungsbe-
 wegung behindert. Allerdings sind Legierungselemente, welche starke Verzerrungen hervorrufen meist nur wenig löslich. In Abbildung 33 ist die Möglichkeit der Verfestigungswirkung durch verschiedene Legierungselemente in Kupfer dargestellt.

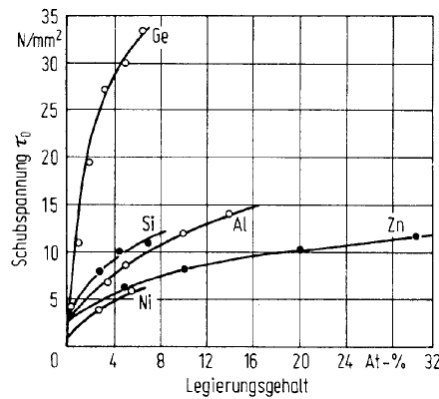


Abbildung 33: Verfestigungswirkung verschiedener Legierungsatome in Kupfer¹³⁰

Im Gegensatz zu Kristallgemischen (beispielsweise ein Eutektikum) befinden sich die Eigenschaftswerte von Mischkristallen nicht auf einer Geraden zwischen den beiden Einzelkomponenten. Aufgrund von Wechselwirkungen der verschiedenen Atome und der durch die Fremdatome verursachten Gitterverzerrungen weichen Mischkristalle sehr stark von dieser Geraden ab. Für das Cu-Ni-System sind in Abbildung 34 beispielhaft einige mechanische und elektrische Eigenschaftswerte für unterschiedliche Mischkristallzusammensetzungen ersichtlich.

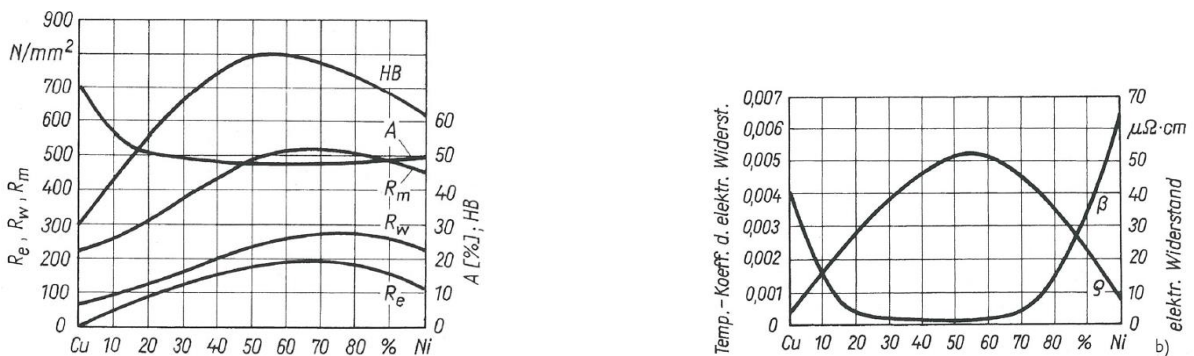


Abbildung 34: Eigenschaftsänderungen im Cu-Ni-System¹³¹

¹³⁰ Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012, S. 3–13

¹³¹ Oettel, H./Schumann, H., Metallografie, 2011, S. 371

Je nach Zusammensetzung des Mischkristalls weist der Werkstoff unterschiedliches magnetisches Verhalten auf (siehe Abbildung 35).

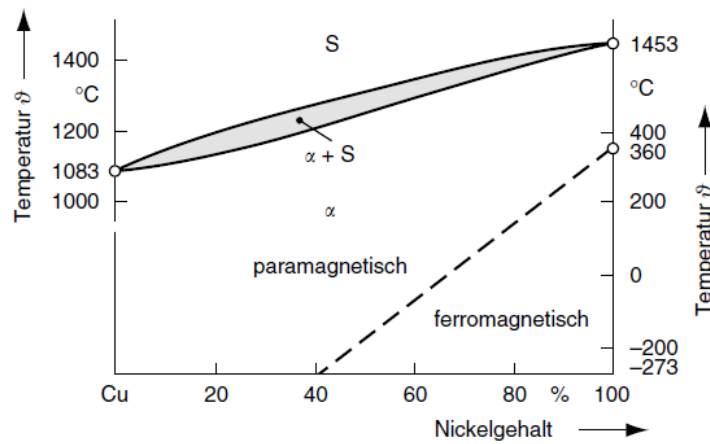


Abbildung 35: Cu-Ni Phasengleichgewichtsdiagramm nach Hansen¹³²

Das Gefüge von CuNi-Legierungen besteht, wie in Abbildung 35 ersichtlich, bei Raumtemperatur idealerweise aus einphasigen, homogenen α -Mischkristallen.

Im Cu-Ni-System herrscht aber auch eine Mischungslücke im festen Zustand vor, welche in Abbildung 36 dargestellt ist.

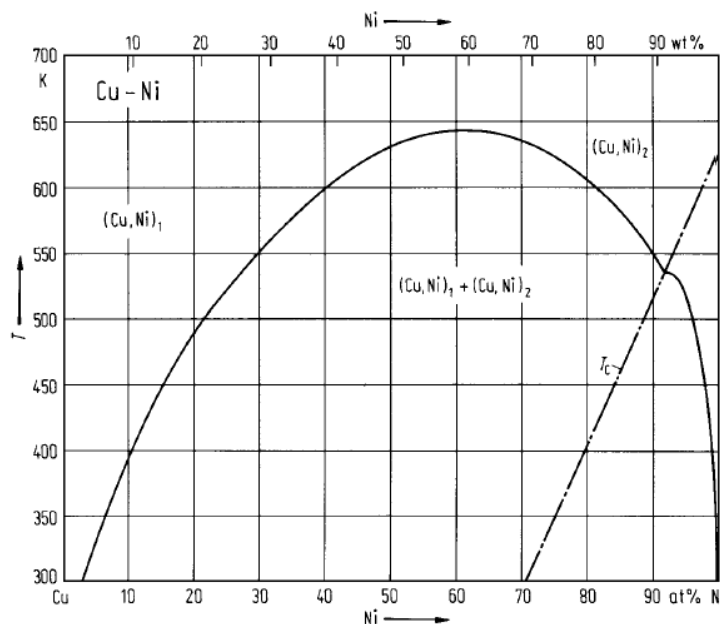


Abbildung 36: Mischungslücke für CuNi-Mischkristalle¹³³

¹³² Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 321

¹³³ O. Madelung, Cu-Ni (Copper-Nickel), 1994, S. 2

Innerhalb dieser Mischungslücke können Entmischungen auftreten ($\alpha \rightarrow \alpha_1 + \alpha_2$), so dass Mischkristalle mit unterschiedlicher Zusammensetzung gebildet werden, wodurch ein heterogenes, zweiphasiges Gefüge entsteht. Grund dafür ist, dass im thermodynamischen Gleichgewicht dieser Entmischungszustand ($\alpha_1 + \alpha_2$) eine geringere freie Enthalpie aufweist als der Ausgangszustand (α), der Entmischungsvorgang selbst findet durch Keimbildung statt. Auf ähnlichen Vorgängen beruht auch die Aushärtung von Metallen, dabei wird aus einem Mischkristall eine Überstruktur ($\alpha \rightarrow \alpha'$) oder eine intermediäre Phase ($\alpha \rightarrow \sigma$) gebildet.¹³⁴

Zur Bildung einer homogenen Schmelze ist eine Vermischung der Cu- und Ni-Atome erforderlich. Die dafür notwendige Mischungsenthalpie ist in Abbildung 37 ersichtlich, diese beschreibt die erforderliche Enthalpie zur Mischung im schmelzflüssigen Zustand bei 1480°C.

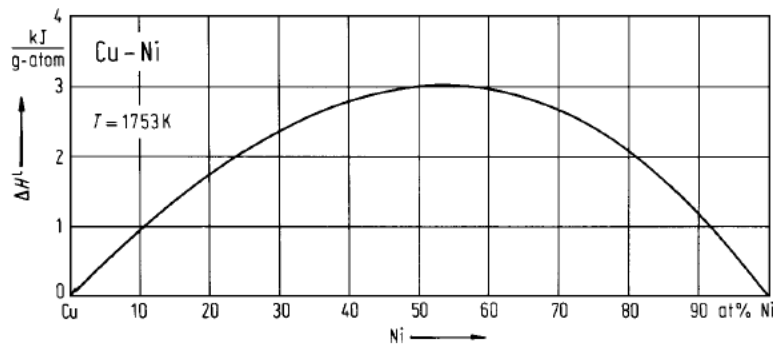


Abbildung 37: Mischungsenthalpie für flüssige Legierungen bei 1753K¹³⁵

Die sich einstellenden polyedrischen, kubisch-flächenzentrierten Kristalliten einer CuNi-Legierung sind dem Gefüge des reinen Kupfers und des reinen Nickels sehr ähnlich (siehe Abbildung 38), weswegen anhand des Gefügebildes nicht auf die Zusammensetzung des Mischkristalls geschlossen werden kann. In den Abbildungen der Reinmetalle sind des Weiteren Zwillingslamellen erkennbar, welche für kfz-Metalle mit kleiner Stapelfehlerenergie charakteristisch sind.¹³⁶

¹³⁴ vgl. *Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum*, 2012, S. 4-12/4-29

¹³⁵ O. Madelung, *Cu-Ni (Copper-Nickel)*, 1994, S. 4

¹³⁶ vgl. Oettel, H./Schumann, H., *Metallografie*, 2011, S. 369

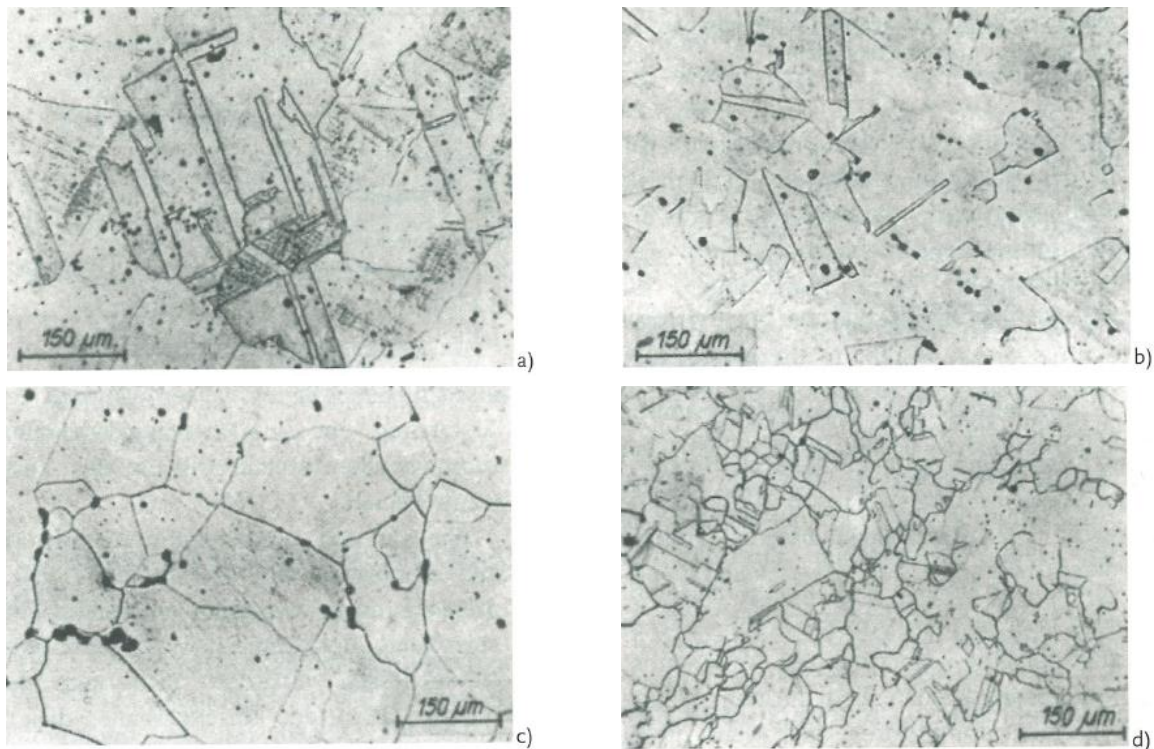


Abbildung 38: Gefüge von Cu, CuNi-Mischkristallen und von Ni: a) 100%Cu, b) 65%Cu+35%Ni, c) 35%Cu+65%Ni, d) 100%Ni¹³⁷

2.2.2.2 Binäres Cu-Ni-System

Im diesem Kapitel werden grundsätzliche Zusammenhänge im Cu-Ni-Phasendiagramm und wesentliche Zustandsänderungen einer Legierung bei Abkühlung aufgezeigt. Im Weiteren wird zwischen Abkühlung unter Gleichgewichtszustand (sehr langsame Abkühlung) und Abkühlung unter Ungleichgewichtszustand (schnellere Abkühlung) unterschieden.

2.2.2.2.1 Phasendiagramm

Die große Ähnlichkeit der beiden Reinelemente Kupfer und Nickel ermöglicht, wie in Kapitel 2.2.2.1 beschrieben, eine lückenlose Mischkristallbildung (Substitutionsmischkristalle), wodurch diese beiden Elemente wie in Abbildung 39 ersichtlich, ein System mit vollständiger Löslichkeit im flüssigen und festen Zustand bilden.

¹³⁷ Oettel, H./Schumann, H., Metallografie, 2011, S. 369

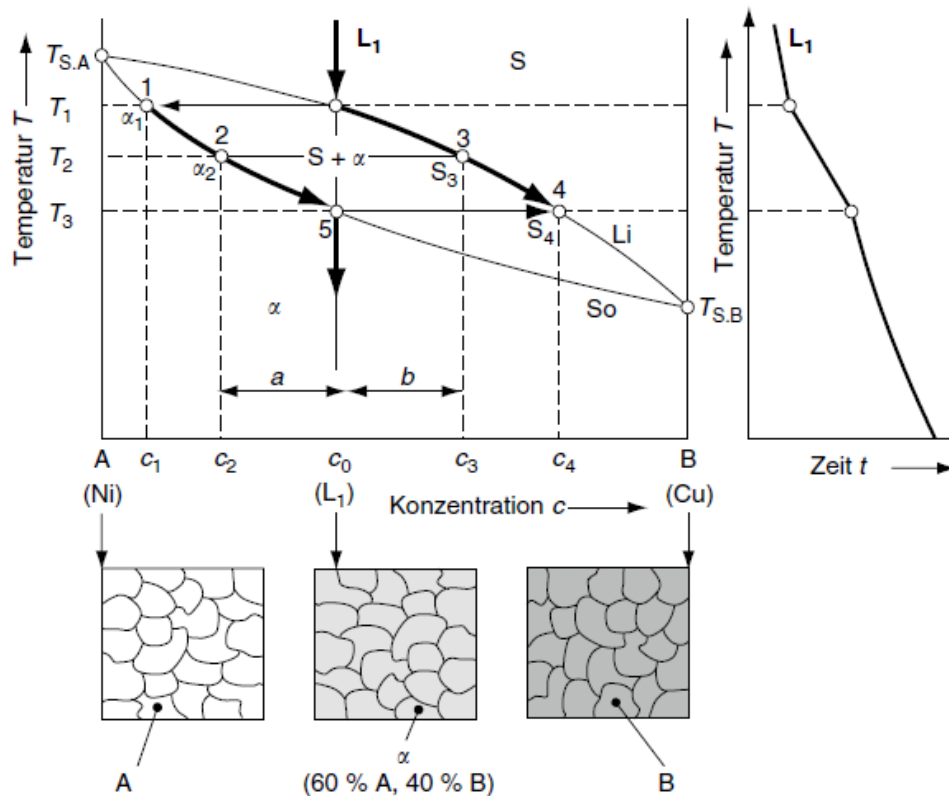


Abbildung 39: Phasengleichgewichtdiagramm Kupfer-Nickel¹³⁸

Aufgrund des Umstandes, dass sich das Minimum der freien Energie für Schmelze (S) und Mischkristall (MK) bei unterschiedlichen Konzentrationen befindet, weisen Gemische im Gegensatz zu Reinetallen ein Schmelzintervall auf.

Die Randpunkte des Schmelzintervalls werden durch die Schmelzpunkte der Reinelemente gebildet.

2.2.2.2 Abkühlung unter Gleichgewichtsbedingungen

Phasendiagramme wie in Abbildung 39 dargestellt, spiegeln Zusammenhänge unter Gleichgewichtsbedingungen wieder. Dieser Sachverhalt wird erfüllt, wenn durch sehr langsame Abkühlung ausreichend viel Zeit zur Verfügung steht, sodass sich durch ablaufende Diffusionsvorgänge bei jeder Temperatur thermodynamisches Gleichgewicht einstellen kann.

Diffusionsprozesse sind stark von der Temperatur abhängig, das Bestreben von Atomen Platzwechselfvorgänge durchzuführen wird durch den Diffusionskoeffizienten beschrieben (Werte für Cu und Ni siehe Tabelle 5, Seite 37). Der schmelzflüssige Zustand begünstigt die Diffusionsprozesse wesentlich, da im Vergleich zum festen Zustand keine dicht gepackte Kristallstruktur mehr vorherrscht.

¹³⁸ Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 49

Unter Gleichgewichtsbedingungen läuft die Abkühlung einer Cu-Ni-Legierung wie folgt ab:

- **Über Liquiduslinie (Li):**
homogene Schmelze, Einphasengebiet (S)
- **Zwischen Li und Soliduslinie (So):**
MK-Bildung, Zweiphasengebiet (S+ α -MK), Konzentration der Schmelze verändert sich entlang Li, Konzentration der α -MK entlang So
- **Unterhalb So:**
 α -MK mit Konzentration c_0 , Einphasengebiet (α -MK)

Bei Abkühlung einer Legierung unter Gleichgewichtsbedingungen erhält man eine homogene Zusammensetzung der Mikrostruktur (homogene α -MK innerhalb der Körner).

2.2.2.2.3 Abkühlung unter Ungleichgewichtsbedingungen

Wird eine Legierung schneller abgekühlt, wird kein Gleichgewichtszustand erreicht. Informationen für Ungleichgewichtszustände können allgemein nicht aus Phasengleichgewichtsdiagrammen entnommen werden, allerdings können anhand eines Solchen zu erwartende Werkstoffeigenschaften abgeschätzt werden.

Änderungen der Zusammensetzung von S und α -MK bei der Abkühlung beruhen auf Diffusionsprozessen, weshalb bei höheren Abkühlraten Erscheinungen auftreten, die als Kristallseigerungen bezeichnet werden. Aufgrund der niedrigeren Diffusionskoeffizienten der festen Phase (α -MK) im Vergleich zur flüssigen Phase (S) kommt es zu einer Verschleppung der Soliduslinie hin zu höheren Nickelgehalten, eine schematische Darstellung dieser Mikrostrukturentwicklung ist in Abbildung 40 ersichtlich.¹³⁹

¹³⁹ vgl. Callister, W. D./Rethwisch, D. G., Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, 2013, S. 270f.

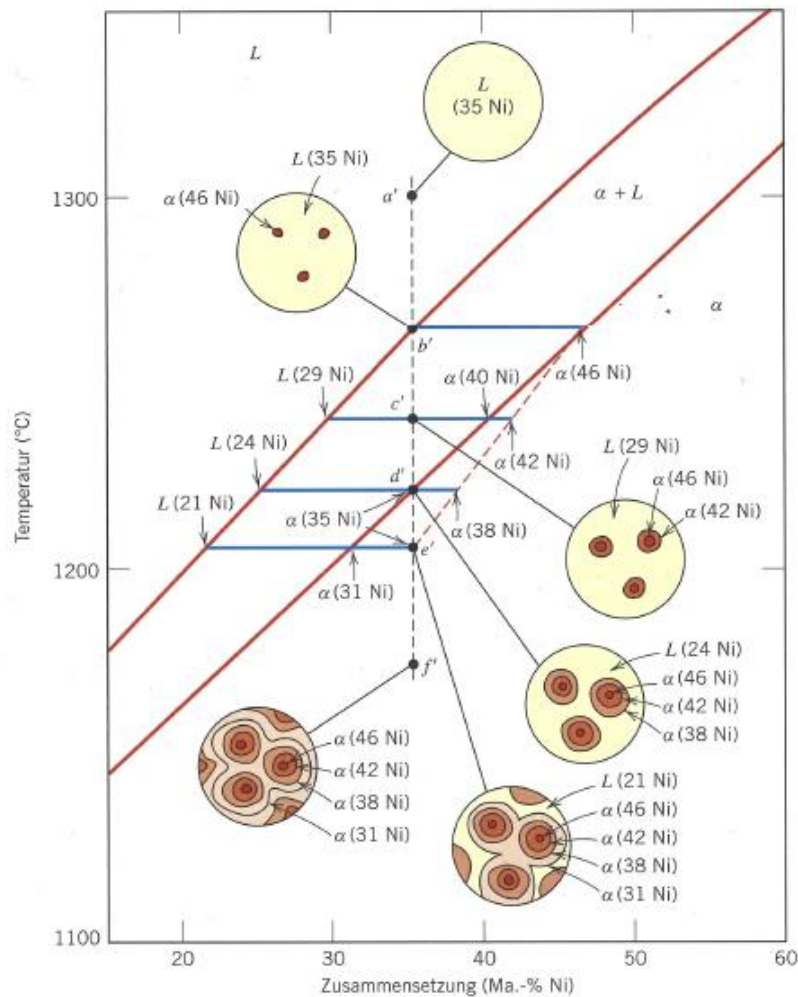


Abbildung 40: Schematische Darstellung der Mikrostrukturentwicklung während des Erstarrungsprozesses einer Cu-Ni-Legierung unter Ungleichgewichtsbedingungen¹⁴⁰

Bei Abkühlung der Schmelze mit 35% Ni beginnen sich in Punkt b' erste MK mit 46% Ni auszuscheiden. Bei weiterer Abkühlung bis Punkt c' würde sich unter Gleichgewichtsbedingungen die Konzentration der Schmelze von 35% Ni auf 29% Ni und die Konzentration der bereits gebildeten festen Phase von 46% Ni auf 40% Ni verändern. Durch die relativ geringe Diffusion innerhalb der festen Phase bleibt im Kern des zuvor in b' gebildeten 46%Ni-MK die Zusammensetzung nahezu konstant, da aufgrund der schnellen Abkühlung zu wenig Zeit für die Aufnahme von Cu und Abgabe von Ni zur Verfügung steht. Kristallisierende 40%Ni-MK legen sich schichtförmig um bereits gebildete 46%Ni-MK an, wodurch ein radialer Anstieg des Nickelgehalts bis hin zur Kornmitte resultiert. Dies führt zu einer mittleren Zusammensetzung der bereits gebildeten festen Phase, die über dem Wert des Gleichgewichtsdiagramm liegt, wodurch sich die Soliduslinie hin zu höheren Nickelgehalten verschiebt. Unter der vereinfachten Annahme, dass die Diffusionsraten in der Schmelze ausreichend hoch sind um den Gleichgewichtszustand aufrechtzuerhalten, verändert sich die Liquidus-

¹⁴⁰ Callister, W. D./Rethwisch, D. G., Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, 2013, S. 270

linie für den Ungleichgewichtszustand nicht. Durch Anwendung des Hebelgesetzes ist erkennbar, dass bei Ungleichgewichtsbedingungen ein größerer Anteil der flüssigen Phase vorliegt, ebenso bleibt die flüssige Phase bis zu tieferen Temperaturen bestehen. Infolgedessen kommt es bei Abkühlung einer Legierung unter Ungleichgewichtszuständen zu einer inhomogenen Zusammensetzung der Mikrostruktur (inhomogene α -MK innerhalb der Körner).¹⁴¹

Zur Homogenisierung der Legierung und damit zur Beseitigung der Seigerungserscheinungen kann eine Langzeitglühung knapp unterhalb der Solidustemperatur durchgeführt werden. Bei möglichen im Zuge der Werkstückherstellung durchgeführten Warmumformprozessen findet ebenso ein Konzentrationsausgleich statt.¹⁴²

2.2.3 Erstarrung von Metallschmelzen

In diesem Kapitel sind einige Erläuterungen hinsichtlich dem Erstarren von Metallschmelzen angeführt. Es wird auf den Zustand der Schmelze, den flüssig-kristallinen Übergang und die Kristallisation (Keimbildung und Kristallwachstum) eingegangen.

2.2.3.1 Zustand der Metallschmelze und flüssig-kristalliner Übergang

Die metallische Schmelze weist im Vergleich zum festen Zustand keine Kristallstruktur auf, wodurch die Packungsdichte der Atome geringer und das Gesamtvolumen größer ist. Diese Volumenzunahme ist am Beispiel von Kupfer in Abbildung 41 dargestellt, die Änderung des Volumens ist reversibel, bei Abkühlung wird sie als Erstarrungskontraktion bezeichnet.

Zum Schmelzen eines metallischen Werkstoffs muss die Schmelzwärme (oftmals auch als Schmelzenthalpie bezeichnet) aufgebracht werden. Im Zuge des Schmelzvorgangs wird die Schmelzwärme benötigt, um den Werkstoff vollständig in den flüssigen Zustand über zu führen, erst nach Abschluss des Schmelzvorgangs steigt die Temperatur weiter an (weitere Wärmezufuhr vorausgesetzt). Ähnliche Zusammenhänge finden auch bei Überführung des Aggregatzustandes von flüssig zu gasförmig statt. Um den Werkstoff vollständig in den Dampfzustand überzuführen ist die Verdampfungswärme erforderlich. Die beschriebene Unstetigkeit der Wärmemenge in Abhängigkeit der Temperatur treten ebenso beim Abkühlvorgang (Wärmeabfuhr) auf, hier wird Wärme in Form von Kondensations- und Erstarrungswärme freigesetzt.¹⁴³

¹⁴¹ vgl. Callister, W. D./Rethwisch, D. G., Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, 2013, S. 271

¹⁴² vgl. Oettel, H./Schumann, H., Metallografie, 2011, S. 369

¹⁴³ Ebda, S. 342f.

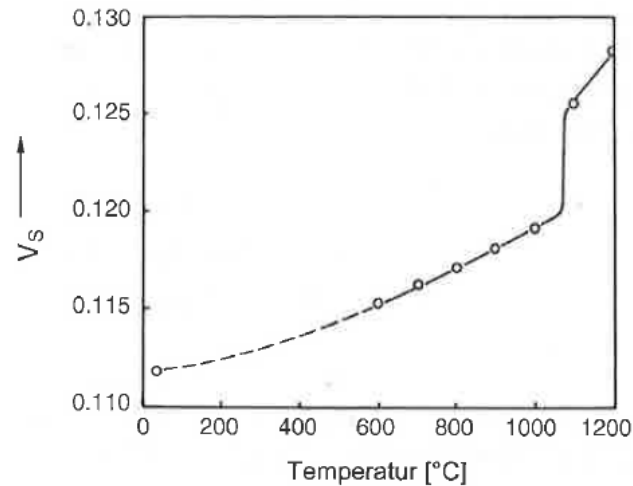


Abbildung 41: Volumenänderung bei Erwärmung von Kupfer¹⁴⁴

Aufgrund unterschiedlicher Bindungskräfte zwischen den Atomen schmelzen Metalle bei unterschiedlichen Temperaturen, beim Schmelzpunkt stehen flüssige und feste Phase im Gleichgewicht. Thermodynamisch werden diese Zustände mit Hilfe der freien Energie G (oftmals auch als Gibbs'sche Energie oder „Stabilitätsmaß“ bezeichnet) beschrieben, bei einem reinen Metall gilt bei der Gleichgewichtstemperatur T_{kf} folgende Bedingung:

Formel 6: Bedingung für thermisches Gleichgewicht (für Reinetalle)

$$\text{Freie Energie der kristallinen Phase } (G_k) = \text{Freie Energie der flüssigen Phase } (G_f)$$

Im thermodynamischen Gleichgewicht ist bei einer bestimmten Temperatur jeweils die Phase stabil, welche bei dieser Temperatur die niedrigste freie Energie aufweist (siehe Abbildung 42).

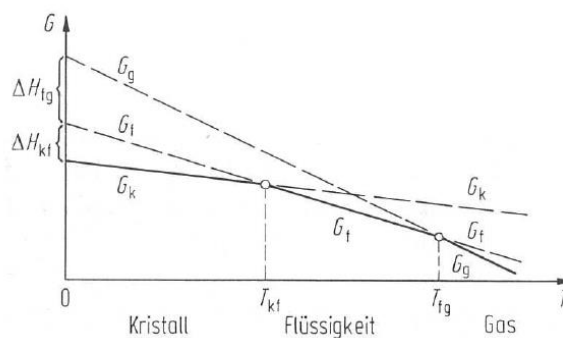


Abbildung 42: Schematische Darstellung der freien Energie in Abhängigkeit von der Temperatur für verschiedene Phasen¹⁴⁵

¹⁴⁴ Gottstein, G., Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 2014, S. 378

¹⁴⁵ Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012, S. 4–5

Aus Abbildung 42 kann des Weiteren abgelesen werden, dass der Unterschied der freien Energien ΔG mit zunehmendem Temperaturunterschied $\Delta T = T_{kf} - T$ ansteigt. Der Temperaturunterschied ΔT von der Gleichgewichtstemperatur T_{kf} ist ein Maß für die Unterkühlung der Schmelze, beziehungsweise im Falle einer Wärmezufuhr ein Maß für die Überhitzung der festen Phase.¹⁴⁶

2.2.3.2 Keimbildung

Unterhalb der Gleichgewichtstemperatur T_{kf} ist entsprechend Abbildung 42 aufgrund der niedrigeren freien Energie die feste Phase stabil. Experimente zeigten, dass die Kristallisation aus einer unterkühlten Flüssigkeit beginnt und nicht direkt bei der Gleichgewichtstemperatur. Aufgrund der Unterkühlung und der damit verbundenen Differenz der freien Energien (siehe Abbildung 42) wirkt eine treibende Kraft, die zur Änderung des Zustandes führt. Es werden Keime gebildet an denen die Erstarrung beginnt.¹⁴⁷

Der Prozess der Keimbildung wird durch zwei Energieterme beschrieben:

„Treibende“ Kraft:

Durch Umwandlung eines kleinen schmelzflüssigen Teilchens in den festen Zustand wird die freie Energie reduziert (negatives Vorzeichen der Energie). Diese treibende Kraft ist eine Funktion des Keimvolumens und steigt mit zunehmender Unterkühlung an.^{148 149}

„Rücktreibende“ Kraft

Für die Bildung einer Grenzfläche zwischen dem entstehenden Keim und der Schmelze muss Energie aufgebracht werden (positives Vorzeichen der Energie). Diese rücktreibende Kraft ist eine Funktion der Keimgrenzfläche.^{150 151}

Durch Überlagerung der beiden Energieterme stellt sich, wie in Abbildung 43 ersichtlich, ein kritischer Keimradius r_k ein. Infolge dessen ist ein Teilchen mit $r > r_k$ ein stabiler Keim, der unter Abnahme der freien Energie weiter wachsen kann. Allerdings

¹⁴⁶ vgl. *Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum*, 2012, S.4-4

¹⁴⁷ Ebda, S. 4-6

¹⁴⁸ Ebda, S. 4-7

¹⁴⁹ vgl. *Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde*, 2012, S. 23f.

¹⁵⁰ Ebda

¹⁵¹ vgl. *Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum*, 2012, S. 4-7

muss sich ein Teilchen mit $r < r_k$ trotz des Umstandes, dass es aus der stabileren festen Phase besteht, wieder auflösen.

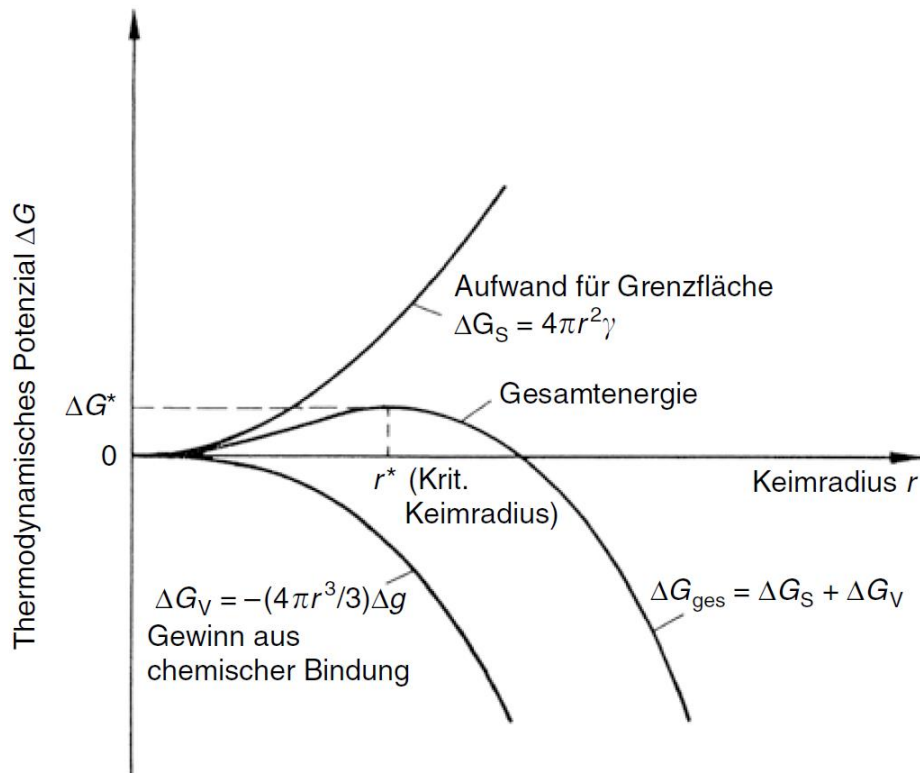


Abbildung 43: Thermodynamisches Potential als Funktion des Kugelradius bei homogener Keimbildung¹⁵²

Je nachdem in welcher Weise die Wirkung der Abnahme der freien Energie bei der Keimbildung erzielt wird, unterscheidet man zwischen homogener und heterogener Keimbildung (siehe Abbildung 44).

Bei homogener Keimbildung wird davon ausgegangen, dass die erforderliche Grenzflächenenergie durch die Umwandlungsenergie aufgebracht wird, die aufgrund einer unterkühlten Schmelze entsteht. Aufgrund der daraus resultierenden größtmöglichen Keimdichte kann die kleinstmögliche Korngröße eines Werkstoffes erzielt werden. Bei heterogener Keimbildung wird eine Reduzierung der Grenzflächenenergie angestrebt, dies kann beispielsweise durch Einbringen von Teilchen mit $r > r_k$ in die unterkühlte Schmelze erzielt werden, wodurch diese Teilchen sofort weiter wachsen können. Ebenso wirken angrenzende Oberflächen als Keimstellen an denen die Kristallisation einsetzt.¹⁵³

¹⁵² *Ilschner, B./Singer, R. F.*, Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik, 2010, S. 130

¹⁵³ vgl. *Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz*, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012, S. 4–6

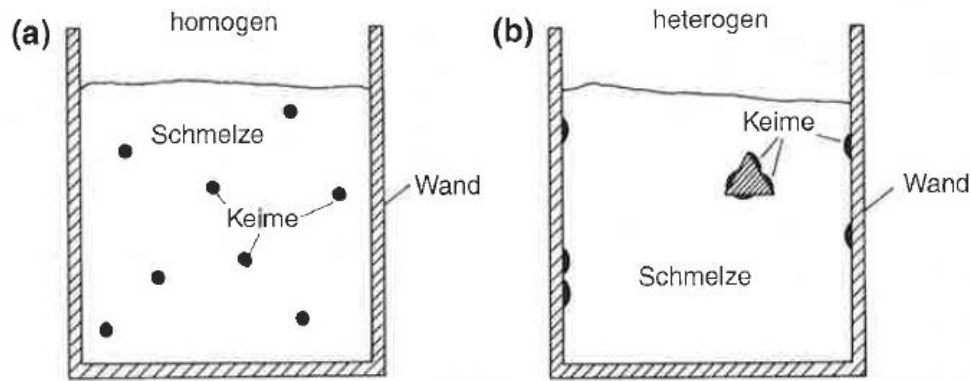


Abbildung 44: Schematische Darstellung von homogener (a) und heterogener Keimbildung (b) in einer Schmelze¹⁵⁴

Bei technischen metallischen Schmelzen findet nahezu immer heterogene Keimbildung statt, eine Unterkühlung der Schmelze von einigen Grad sind üblich. Für die Erzielung von homogener Keimbildung sind geeignete Maßnahmen zur Verhinderung heterogener Keimbildung zu treffen.¹⁵⁵

2.2.3.3 Kristallwachstum

Alle stabilen Teilchen ($r > r_k$) wachsen in der Schmelze so lange weiter bis sie zusammenstoßen, wobei niedrigschmelzende Bestandteile oder nicht lösliche Verbindungen vor der Kristallisationsfront hergeschoben werden. Wesentlichen Einfluss auf die Ausbildung der Körner haben die vorherrschenden Abkühlbedingungen, je nachdem wie schnell oder langsam der Kristall in welche Richtung wächst. Herrscht in alle Richtungen eine annähernd gleiche Wärmeabfuhr entstehen globulare Körner, kühlt die Schmelze ungleichmäßig ab, werden Stengelkristalle gebildet (siehe Abbildung 45). Bei kubisch erstarrenden Metallen bildet sich eine dendritische Struktur aus, da das Kristallwachstum in unterschiedliche Richtungen verschieden schnell erfolgt, Abbildung 45 zeigt eine typische dendritische Struktur.^{156 157}

¹⁵⁴ Gottstein, G., Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 2014, S. 384

¹⁵⁵ vgl. Gottstein, G., Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 2014, S. 385

¹⁵⁶ vgl. Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012, S. 4–7

¹⁵⁷ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 25

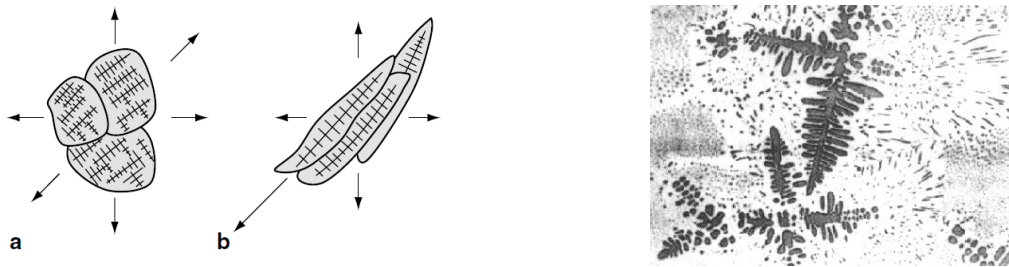


Abbildung 45: a) Schematische Darstellung globularer Körner und b) Stengelkristalle (links)¹⁵⁸ und Kupferoxiddendriten in Kupfergrundmasse, 100x (rechts)¹⁵⁹

Bei großer Unterkühlung werden viele Keime gebildet und es entsteht ein feinkörniges Gefüge, im Gegensatz dazu führt eine geringe Unterkühlung zu einer geringen Keimzahl, wodurch ein grobkörniges Gefüge entsteht (siehe Abbildung 46).¹⁶⁰

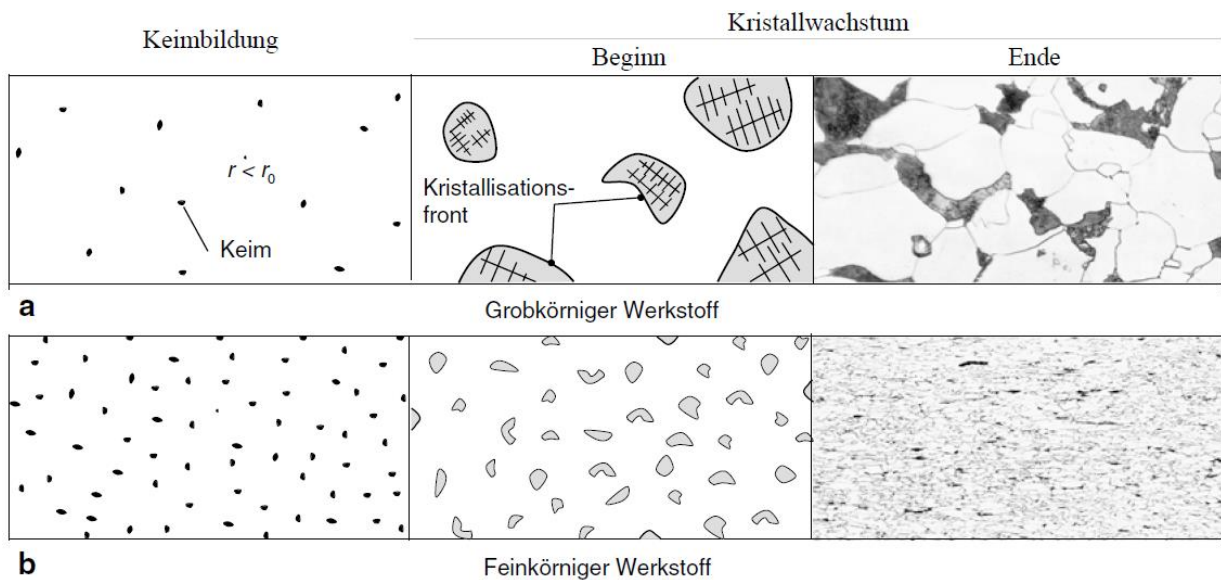


Abbildung 46: Schematische Übersicht des Ablaufs bei Erstarrungsvorgängen¹⁶¹

¹⁵⁸ Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 25

¹⁵⁹ Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz, Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012, S. 4–9

¹⁶⁰ vgl. Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 26

¹⁶¹ Bargel, H.-J./Schulze, G., Werkstoffkunde, 2012, S. 26

3. Aufschmelztiegel

Zur Herstellung kleiner Legierungsproben ist ein tiegelähnliches Bauteil erforderlich, in dem die Ausgangswerkstoffe aufgeschmolzen werden können. Dieses Bauteil muss folgende zwei Hauptkriterien erfüllen:

- Eignung für die angewendete Prozesstechnologie
- Positionierung der Ausgangswerkstoffe

In diesem Kapitel sind Überlegungen und Ausführungen betreffend der Gewährleistung der erwähnten Hauptkriterien angeführt, des Weiteren wird auf die Konstruktion und Fertigung der verwendeten Aufschmelztiegel eingegangen.

Als erstes Hauptkriterium muss der Tiegel, beziehungsweise der Tiegelwerkstoff, eine generelle Eignung für die Anwendung der Elektronenstrahltechnologie aufweisen. Dies umfasst einerseits prozesstechnische Erfordernisse wie beispielsweise die Notwendigkeit, dass der Werkstoff eine ausreichend elektrische Leitfähigkeit aufweist, oder die Eignung des Werkstoffs zur Anwendung im Hochvakuum. Andererseits muss der Tiegel auch dem hohen Energieeintrag des Elektronenstrahls widerstehen können, wobei Wechselwirkungen zwischen Tiegel und Probenmaterial vermieden werden sollen, sodass möglichst reine Proben hergestellt werden können.

Betreffend dem zweiten Hauptkriterium muss der Tiegel geometrisch so ausgeführt werden, dass die Ausgangswerkstoffe darin positioniert werden können. Dies umfasst eine definierte Positionierung sowie die Gewährleistung, dass diese Position bis zum Prozessstart aufrecht erhalten bleibt. Bezüglich der erwähnten Beibehaltung der definierten Position der Ausgangswerkstoffe werden Evakuierungs- und Flutungsversuche der Schweißkammer durchgeführt, Ergebnisse hierzu sind in Kapitel 4.3 beschrieben.

3.1 Konstruktion

Aufgrund der durchgeführten Literaturrecherche ist bekannt, dass für das Elektronenstrahlschmelzen und –verdampfen zumeist wassergekühlte Kupfertiegel Anwendung finden. Vereinzelt werden jedoch auch nicht gekühlte Tiegel, wie beispielsweise aus Molybdän, eingesetzt.

Da die im Zuge dieser Arbeit hergestellten Proben prozesstechnisch nur bedingt mit den in den Kapiteln 2.1.3, 2.1.4 und 2.1.5 angeführten Verfahren vergleichbar sind, werden möglichst einfach herstellbare Tiegel angestrebt, um Erfahrungen in der Herstellung der gewünschten Kleinstproben zu sammeln.

Aus der beabsichtigten, geringen Probenmasse resultiert eine, im Vergleich zu üblichen Elektronenstrahlanwendungen benötigte, geringe Energiezufuhr, wodurch auch die thermische Belastung des Tiegels wesentlich geringer ist.

Es ist zu erwarten, dass sich im Zuge des Aufschmelzprozesses eine Zwischenschicht mit großem Temperaturkoeffizienten zwischen Aufschmelzwerkstoff und Tiegel ausbildet (siehe Kapitel 2.1.3). Ohne genaue Einzelheiten dieser Zwischenschicht zu kennen kann aus diesem Umstand abgeleitet werden, dass sich auch Werkstoffe, die einen geringeren Schmelzpunkt als das Probenmaterial aufweisen, als Tiegelwerkstoff eignen können (auch ohne Wasserkühlung).

Eine Wasserkühlung des Tiegels ermöglicht eine zusätzliche Wärmeabfuhr durch Konvektion, wodurch die Abkühlrate der hergestellten Probe zusätzlich zur vorhandenen Wärmeleitung und -strahlung beeinflusst werden kann. Dies begünstigt eine relativ geringe Tiegeltemperatur, jedoch vermindert eine solche Realisierung auch den thermischen Wirkungsgrad des Prozesses, da deutlich mehr Energie für eine vergleichbare Aufschmelzung benötigt wird. Des Weiteren werden aufgrund der evakuierten Umgebung sehr hohe Anforderungen an die Dichtwirkung eines wassergekühlten Tiegels gestellt.

Nachfolgend sind Eigenschaften angeführt, die ein Werkstoff für den Einsatz als Aufschmelztiegel aufweisen soll:

- gute elektrische und thermische Leitfähigkeit
- hohe Schmelztemperatur
- geringer Sättigungsdampfdruck
- gute Temperaturwechselbeständigkeit
- geringe Diffusionsneigung zu den Ausgangswerkstoffen

Nicht unberücksichtigt bleiben dürfen auch Erfordernisse an die Beschaffung und Herstellung:

- gute Verfügbarkeit
- geringer Preis
- gute (vor allem spanende) Bearbeitbarkeit
- Fertigungsmöglichkeit

Eine generelle Eignung hinsichtlich der aufgezählten Eigenschaften stellt die Werkstoffgruppe der Metalle dar.

Als Hilfsmittel für die Werkstoffwahl wird *CES EduPack 2014* verwendet. Durch Einsatz dieser Software ist es möglich, geeignete Werkstoffe für den jeweiligen Anwen-

dungszweck auszuwählen, beziehungsweise spezifische Eigenschaften von Werkstoffen miteinander zu vergleichen.

In Abbildung 47 sind Schmelztemperaturen und thermische Leitfähigkeiten verschiedener Elemente abgebildet. Abbildung 48 zeigt ein Diagramm, in dem die Schmelztemperatur dem elektrischen Widerstand von Metallen gegenübergestellt ist.

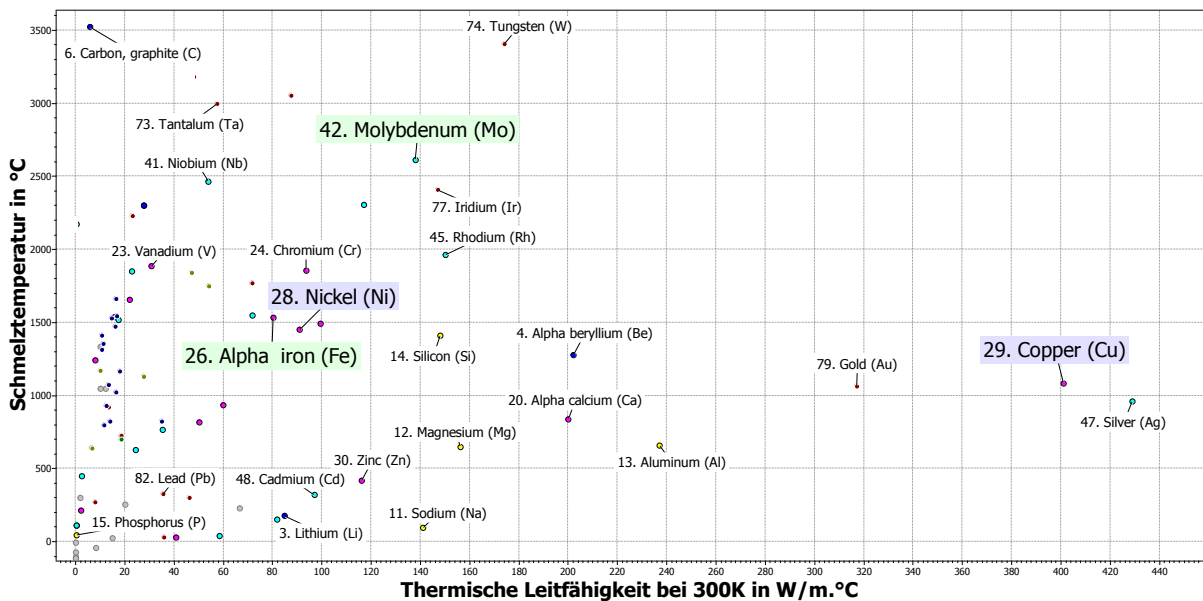


Abbildung 47: Vergleich von Schmelztemperatur und thermischer Leitfähigkeit der Elemente (erstellt mit CES EduPack 2014)

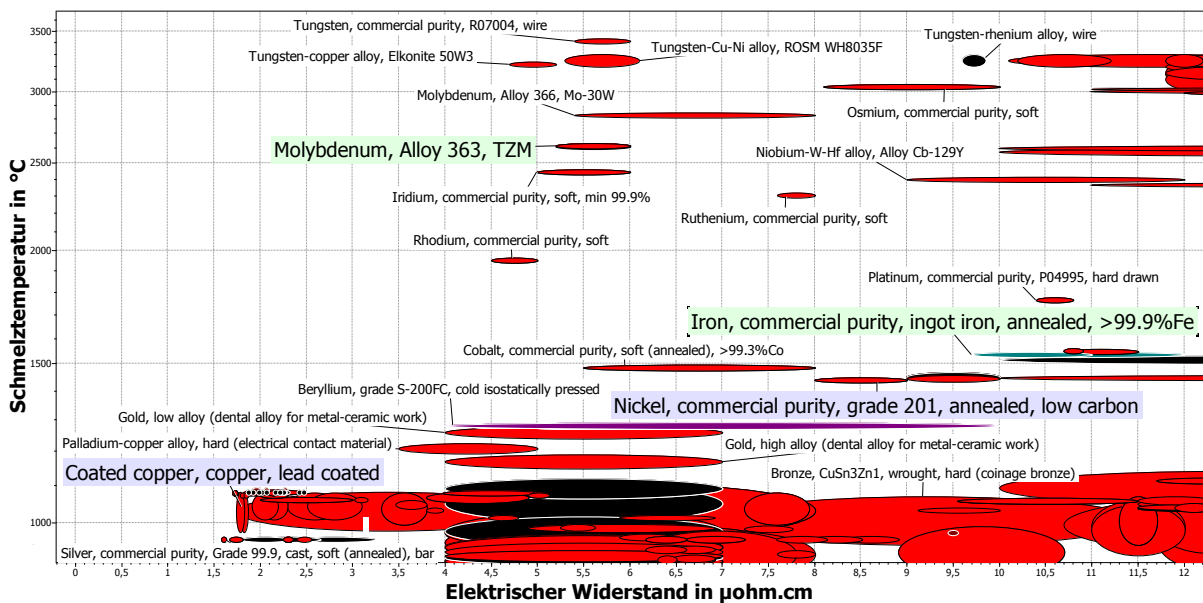


Abbildung 48: Schmelztemperaturen und elektrische Widerstände von Metallen (erstellt mit CES EduPack 2014)

Aufgrund der Umstände, dass Molybdän und Molybdänlegierungen die erforderlichen, definierten Eigenschaften gut erfüllen und der gegebenen Verfügbarkeit von Restmaterial einer TZM-Legierung (Titan-Zirkon-Molybdän-Legierung) wird dieser Werkstoff für den Tiegel verwendet. Durch die Begrenztheit des verfügbaren TZM-Restmaterials und der ausreichenden Eignung hinsichtlich der erforderlichen Eigenschaften, wird außerdem Stahl als Tiegelwerkstoff eingesetzt.

Eine sehr einfache Möglichkeit Ausgangsmaterialien in einer Vertiefung anzuordnen, stellt eine Bohrung dar. Entsprechend der Geometrie eines Spiralbohrers bildet sich eine Tiegelform aus, innerhalb derer sich die Ausgangswerkstoffe möglichst symmetrisch positionieren lassen. Für das Ausgangsmaterial stellt diese Positionierung innerhalb einer Bohrung außerdem eine Schutzwirkung hinsichtlich auftretender Strömungen während des Evakuierungsvorganges der Schweißkammer dar.

In Abbildung 49 sind drei Stahltiegel und ein TZM-Tiegel dargestellt, wie sie als Aufschmelztiegel verwendet werden. Die Fertigungszeichnung des TZM-Tiegels ist dem Anhang A (Seite 119) beigelegt, die Geometrie der Stahltiegel ist jener des TZM-Tiegels angepasst.



Abbildung 49: Verwendete Stahltiegel (links oben) und TZM-Tiegel (links unten) nach Positionierung der Ausgangswerkstoffe, ungebrauchter TZM-Tiegel (rechts)

Um eine bessere Wärmeableitung (ohne Wasserkühlung) des Tiegels zu erzielen, kann der Tiegel auf einem dafür geeigneten Bauteil positioniert werden. Hauptkriterium hinsichtlich physikalischer Werkstoffeigenschaften für solch eine Unterlage stellt die Wärmeleitfähigkeit dar. Kupfer und Silber weisen von allen Elementen im Periodensystem die höchste Wärmeleitfähigkeit auf (siehe Abbildung 47). Aus wirtschaftlichen Gründen sowie aufgrund der Zugänglichkeit zu Cu-ETP wird dieser Werkstoff

zur Herstellung einer Unterlage verwendet. Abbildung 55 zeigt einen Stahlriegel, der im Zuge einer Temperaturmessung auf einer Kupferunterlage positioniert ist.

Zur Gewährleistung der Beibehaltung der Positionierung der Ausgangswerkstoffe während des Evakuierungsvorgangs wird ein Schutzblech eingesetzt (siehe Beschreibungen in Kapitel 4.3). Dieses wird in der Schweißkammer auf Seite der Verrohrung zur Vakuumpumpe hin positioniert und dient als Abschirmung hinsichtlich der im Zuge der Evakuierung der Kammer auftretenden Luftströmung. Um den Elektronenstrahl durch das Blech, beziehungsweise sein Magnetfeld, nicht zu beeinflussen, wird hierfür ein austenitisches Stahlblech verwendet.

Durch Überlagern von vorrätigem Positioniermaterial aus austenitischem Stahl wird, wie in Abbildung 49 ersichtlich, die Lage der Tiegel in Horizontalebene vorgegeben.

3.2 Fertigung

Die beabsichtigte Tiegelgeometrie kann durch die Anwendung materialtrennender Fertigungsverfahren hergestellt werden.

TZM-Tiegel:

Die Fertigung umfasst die Teilschritte Plan- und Längsdrehen des Rohmaterials, Vorbohren auf Durchmesser 18mm und Ausdrehen auf Fertigmaß 20mm. Das Ablängen zur Erzielung der gewünschten Höhe von 19mm erfolgt durch Einsatz einer geeigneten Trennscheibe.

Aufgrund der hohen Festigkeit und damit verbundenen hohen Härte sind Molybdän und Molybdänlegierungen erschwert spanend bearbeitbar, weshalb die im Werkstoffdatenblatt¹⁶² empfohlenen Bearbeitungsparameter nicht überschritten werden sollen. Im Zuge der Fertigung werden nicht exakt die im Datenblatt empfohlenen Spezialwerkzeuge verwendet, sondern verfügbare Werkzeuge die den Empfohlenen hinsichtlich Schneidengeometrie und -werkstoff möglichst nahe kommen.

Stahlriegel:

Als Rohmaterial dient Flachstahl der Dimension 70x20mm aus Werkstoff S235JR, welcher durch Einsatz der Bandsäge auf eine quadratische Form abgesägt wird. Mittig dieses Quadrates wird ein an die Geometrie der TZM-Tiegelbohrung angelehntes Loch gebohrt, durch Schleifen der oberen und unteren Außenfläche wird die vorhandene Zunderschicht entfernt. Die Bearbeitung des relativ weichen Baustahls funktioniert sehr gut.

¹⁶² vgl. *plansee GROUP*, Molybdän Werkstoffeigenschaften und Anwendungen, S. 25

4. Versuchsparmeter

In diesem Kapitel werden Themen behandelt, welche für die Durchführung der Schmelzversuche relevant sind. Es werden verwendete Ausgangswerkstoffe angeführt, des Weiteren werden grundlegende Untersuchungen an der EBW-Anlage und durchgeführte Evakuierungs- und Flutungsversuche der Schweißkammer beschrieben.

4.1 Ausgangswerkstoffe

Als Ausgangswerkstoffe zur Legierungsherstellung dienen, wie bereits in Kapitel 2.2.1 erwähnt, die beiden Reinetalle Kupfer und Nickel. Diese werden in Form von Kupfer- und Nickel shots seitens FELMI zur Verfügung gestellt (siehe Abbildung 50). Detaillierte Herstellerangaben betreffend der beiden Ausgangswerkstoffe sind in Tabelle 6 angeführt.



Abbildung 50: Ausgangswerkstoffe Cu (links) und Ni (rechts)

Tabelle 6: Detaillierte Angaben zu den Ausgangswerkstoffen

Bezeichnung	Durchmesser in mm	Reinheit in %	Hersteller	Artikel-Nr.	LOT
Copper shot	0,8-2	99,5	Alfa Aeser	44213	B10X021
Nickel shot	3-25	99,95+	Alfa Aeser	10251	F27Z046

Zusätzlich zu den beiden zur Verfügung gestellten Ausgangswerkstoffen wird für erste Aufschmelzversuche Cu-DHP (siehe Kapitel 2.2.1.1) verwendet. Grund für den Einsatz dieses Materials ist in erster Linie eine große Menge an verfügbarem Restbestand und der begrenzte Bestand an technisch reinen Cu shots.

Cu-DHP weist aufgrund der Desoxidierung mit Phosphor zwar einen begrenzt hohen Phosphorgehalt auf, verfügt aber auch über einen Reinheitsgrad von mindestens 99,9%.¹⁶³

Um die Reinheit möglichst nicht zu beeinflussen, werden mit der Metallsäge aus dem vorrätigen Halbzeug per Hand kleine quaderförmige Stückchen mit einem Gewicht von 2-5g herausgesägt.

4.2 Grundlegende Versuche an der EBW-Anlage

Da die EBW-Anlage des IWS prinzipiell für das Schweißen von Werkstoffen konzipiert ist und hauptsächlich auch als solche verwendet wird, werden spezifische grundlegende Untersuchungen hinsichtlich der EBW-Anlage durchgeführt. Darunter zu verstehen sind das Implementieren neuer Ablenkfiguren, die Anwendung unterschiedlicher Parameter innerhalb eines Prozesses und Temperaturmessungen mittels Thermoelementen. Nachfolgend wird auf diese genannten Punkte, sowie auf allgemeine Prozessparameter, näher eingegangen.

4.2.1 EB-Prozessparameter

In Tabelle 7 sind EB-Parameter angeführt, die an der IWS-Elektronenstrahl-Schweißanlage für eine Anwendung bei stillstehendem Maschinentisch definiert werden müssen (erfolgreiches Aufheizen der Kathode und Strahleinrichtung vorausgesetzt).

Tabelle 7: Übersicht EB-Parameter

Benennung	Einheit	Kurzzeichen	Bezeichnung im CNC-Programm
Beschleunigungsspannung	kV	U_B	_HV
Strahlstrom	mA	I_B	_SQ
Einwirkdauer	s	t_B	_F
Linsenstrom	mA	I_L	_SL
Linsenstrom für den Einrichtvorgang	mA	I_{Lo}	_SLo
Ablenkfigur	-	-	_FIG
Amplitude	mm	A	_SWX und _SWY
Kalibrierwert	-	K	_KALWERT
Pendelfrequenz	Hz	f	_FRQ

Die Beschleunigungsspannung bildet gemeinsam mit dem Strahlstrom die Strahlleistung ($P_B=U_B \cdot I_B$). Durch Miteinbeziehung der Einwirkdauer kann über die Strahlleistung die bereitgestellte Strahlenergie berechnet werden ($E_B=P_B \cdot t$).

¹⁶³ vgl. *Deutsches Kupferinstitut Berufsverband e. V.*, Cu-DHP (Werkstoffdatenblatt), 2005, S. 2

Die Fokussierung des Elektronenstrahls erfolgt über Vorgabe des Linsenstroms. Wenn unterschiedliche Strahlstromwerte während eines Prozessablaufs zum Einsatz kommen und diese alle auf derselben Horizontalebene fokussiert werden sollen, muss für jeden einzelnen Strahlstrom der passende Linsenstrom definiert werden. Aufgrund dessen ist es für beabsichtigte Strahlstromwerte im Prozess erforderlich, vorab die dazugehörigen Linsenstromwerte zu ermitteln.

Zur genauen Positionierung des Werkstücks zum Elektronenstrahl wird der Maschinentisch, auf dem sich das Werkstück befindet, in die gewünschte Position innerhalb der Horizontalebene manövriert. Als Hilfsmittel für diesen Positioniervorgang dient die Visualisierung des Elektronenstrahlmittelpunktes anhand eines Fadenkreuzes auf einem EB-Livebild, welches durch die Auswertung rückgestreuter Elektronen eines vordefinierten Strahlstroms von 1mA zustande kommt. Damit dieses EB-Livebild in der gewünschten Horizontalebene scharf dargestellt wird, muss ein dafür passender Linsenstrom für den Einrichtvorgang definiert werden.

Die Ablenkfigur wird anhand von Punktkoordinaten definiert, die geometrische Abmessung der Figur in X- und Y-Koordinatenrichtung (Horizontalebene) wird durch die Amplitude vorgegeben.

Um zu gewährleisten, dass beispielsweise ein auf eine bestimmte Horizontalebene fokussierter Elektronenstrahl in genau dieser Ebene die vorgegebenen Amplituden ordnungsgemäß übernimmt, muss der Elektronenstrahl kalibriert werden. Im CNC-Programm wird diese vorab durchgeführte Kalibrierung durch Definition eines Kalibrierfaktors berücksichtigt.

Die Pendelfrequenz beschreibt die Anzahl der Ablenkfigur-Wiederholungen pro Sekunde.

4.2.2 Ablenkfiguren

An der EBW-Anlage kann der Elektronenstrahl entsprechend einer vorgegebenen Figur abgelenkt werden. Diese Ablenkfigur muss gemäß dem vorgegebenen Inkrementalfeld der Anlagensteuerung programmiert werden, sodass die Figur ordnungsgemäß von der Steuerungssoftware übernommen wird.

Für Ablenkfiguren mit einer Punkteanzahl von exakt 1000- oder 10000-Punkten sind vordefinierte Speicherplätze (Nr. 0 bis 19 für 1000-Punkte- und Nr. 20 bis 39 für 10000-Punkte-Figuren) seitens der Maschine angelegt, die bereits über eine Grundfrequenz von 1000Hz beziehungsweise 10000Hz verfügen. Dadurch wird gewährleistet, dass bei Verwendung einer solchen Ablenkfigur bei Vorgabe einer Pendelfrequenz von einem Hertz die Ablenkfigur genau einmal pro Sekunde durchlaufen wird. Des Weiteren sind vom Maschinenhersteller einfache 1000-Punkte-Standard-

Ablenkguren wie beispielsweise Dreieck, Rechteck, Kreis oder fischähnliche Formen in der Steuerungssoftware hinterlegt. Für Figuren, die aus den Speicherplätzen 0 bis 39 aufgerufen werden, kann eine Pendelfrequenz von 1 bis 65535Hz definiert werden.¹⁶⁴

Hinsichtlich möglichst gleichmäßiger, rotationssymmetrischer Wärmeeinbringung wird eine neue Ablenkgur, die sogenannte Wurzelspirale, erstellt (siehe Abbildung 51).

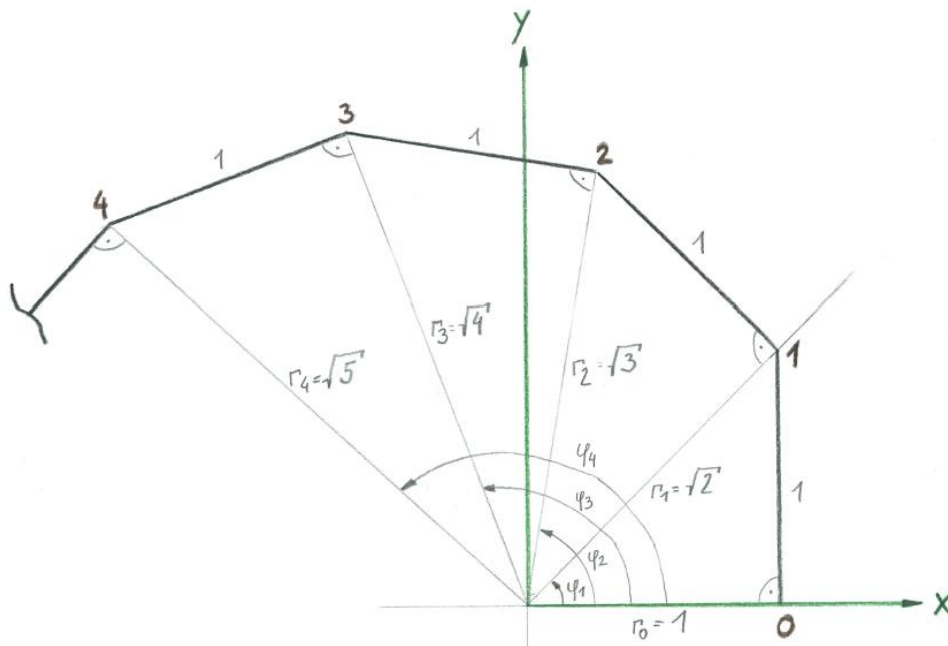


Abbildung 51: Geometrie einer Wurzelspirale

In Microsoft Excel wird diese Figur mathematisch in Polarkoordinaten formuliert, in kartesische Koordinaten transformiert (siehe Formel 7 und Formel 8) und entsprechend den Erfordernissen der EBW-Anlage angepasst.

Formel 7: Mathematische Formulierung der Wurzelspirale

$$r_i = \sqrt{i+1} \quad ; \quad \varphi_i = \varphi_{i-1} + \arctan\left(\frac{1}{r_{i-1}}\right) \quad \text{mit } i = 1, 2, \dots, n \quad ; \quad r_0 = 1 \quad ; \quad \varphi_0 = 0$$

Formel 8: Transformation der Polarkoordinaten in kartesische Koordinaten

$$x_j = \cos(\varphi) \cdot r \quad ; \quad y_j = \sin(\varphi) \cdot r \quad \text{mit } \varphi = \varphi_0 \dots \varphi_n \quad ; \quad r = r_0 \dots r_n \quad ; \quad j = 0 \dots n$$

Im Zuge dieser Arbeit werden drei unterschiedliche Ablenkguren auf Basis einer Wurzelspirale erstellt: Spirale10000, Spirale1000 und Spirale1000_umruehr.

Bei den beiden Erstgenannten wird eine möglichst gleichmäßige, rotationssymmetrische Wärmeeinbringung angestrebt. Dies wird durch einen möglichst gleichmäßigen

¹⁶⁴ vgl. *pro-beam AG & Co. KGaA*, CNC Programmieranleitung, 2011, S. 20/39

Abstand zwischen den Punkten erreicht, infolge dessen wird nur jeder dritte Punkt der Wurzelspirale verwendet. Die Ablenkfigur Spirale1000_umruehr dient für einen möglichen Umrührprozess, wodurch für diese Ablenkfigur jeder Punkt der Wurzelspirale herangezogen wird.

Nachfolgende Abbildung zeigt die Visualisierungen der erstellten und an das Inkrementalfeld der EBW-Anlage angepassten Ablenkfiguren.

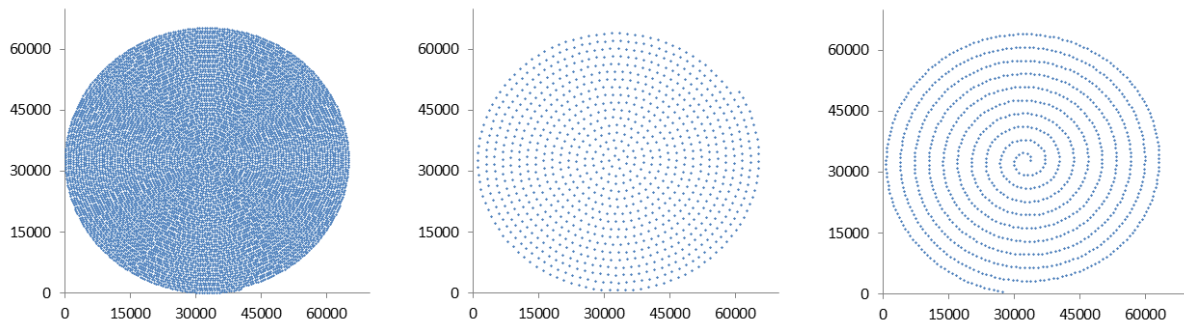


Abbildung 52: Ablenkfigur Spirale10000 (links), Spirale1000 (mittig) und Spirale1000_umruehr (rechts)

Die erstellten Ablenkfiguren werden auf austenitischen Stahlblechstreifen getestet, um die korrekte Übernahme der Figur seitens der EBW-Anlage vor allem hinsichtlich vorgegebener Amplitude und Pendelfrequenz zu überprüfen. Das Durchlaufen der vorgegebenen Ablenkfigur-Punkte durch den Elektronenstrahl führt zur Erwärmung des Werkstoffs. Dies kann je nach vorgegebenen EB-Parametern zu örtlichem Aufschmelzen und Verdampfen des Materials führen, wodurch Figuren-„Abdrücke“ auf der Oberfläche entstehen können.

In Abbildung 53 sind zwei solcher Figuren-„Abdrücke“ dargestellt.



Abbildung 53: Figuren-„Abdrücke“ zweier Ablenkfigur-Tests auf austenitischem Stahlblech von Spirale1000 (links) und Spirale1000_umruehr (rechts), jeweils mit den Parametern $I_B=5\text{mA}$, $U_B=120\text{kV}$, $A=12\text{mm}$, $t_B=5\text{s}$, $f=50\text{Hz}$, fokussiert auf die Blechoberfläche

Durch Anwendung unterschiedlicher Pendelfrequenzen kann die Wärmeeinbringung in den Werkstoff innerhalb der vorgegebenen Amplituden beeinflusst werden.

Durchgeführte Versuche zeigen, dass sich die Wärmeeinbringung mit steigender Pendelfrequenz vergleichmäßigiert. Dieser Umstand kann aus der Beobachtung des Prozessablaufs via CCD-Kamera und aus dem an der Blechoberfläche einstellenden Figuren-„Abdruck“ abgeleitet werden. Eine ansteigende Pendelfrequenz verursacht eine Verminderung der Verweilzeit des Elektronenstrahls an einem einzelnen Punkt, wodurch die eingebrachte Energie im Bauteil besser abgeleitet werden kann und der Anteil des aufgeschmolzenen Materials an der Oberfläche abnimmt. Dies reduziert örtliches Aufschmelzen beziehungsweise Verdampfen des Werkstoffs an der Oberfläche.

Die in Abbildung 54 dargestellten Figuren-„Abdrücke“ spiegeln diesen dargelegten Sachverhalt betreffend einer gleichmäßigeren Wärmeeinbringung mit steigender Pendelfrequenz wieder.



Abbildung 54: Figuren-„Abdrücke“ auf austenitischem Stahlblech von Ablenkfigur Spirale 10000 mit den Parametern $I_B=5\text{mA}$, $U_B=120\text{kV}$, $A=12\text{mm}$, $t_B=5\text{s}$, $f=1/10/50/100\text{Hz}$, fokussiert auf die Blechoberfläche

Einzelne Ablenkfigur-Punkte wie in Abbildung 53 dargestellt, sind bei einer 10000-Punkte-Figur aufgrund des sehr geringen Punktabstandes bei einer Amplitude von 12mm (siehe Abbildung 54), nicht mehr zu erkennen.

Ebenso ist ersichtlich, dass die erzeugten „Abdrücke“ nicht rotationssymmetrisch ausgebildet sind. Dieser Umstand wird auf die ungleiche Wärmeableitung der einzelnen Werkstückbereiche innerhalb der Amplitude der Ablenkfigur zurückgeführt, der aufgrund der Bauteilgeometrie (Blechform) vorherrscht. Demzufolge herrscht im Zentrum der Ablenkfigur eine höhere Temperatur als im Randbereich.

4.2.3 CNC-Steuerung

Die Steuerung der EBW-Anlage erfolgt via CNC (**C**omputerized **N**umerical **C**ontrol) durch Sinumerik 840D. Seitens des Anlagenherstellers sind grundlegende Programme wie Kathode Ausheizen, Strahl Justieren und Kalibrieren der Strahlablenkung bereits verfügbar, die angewählt werden können. Neben der Betriebsart AUTOMATIK, in der ein gewünschtes CNC-Programm automatisch abgefahren wird, kann auch ein manueller Modus genutzt werden, in welchem die Parameter per Hand verändert werden können. Diese Betriebsart MANUELL wird unter anderem dafür genutzt, um

zu einem angewählten Strahlstrom den passenden Linsenstrom zu finden, sodass der Elektronenstrahl in der gewählten Horizontalebene fokussiert ist.

Die in Kapitel 4.2.1 beschriebenen Prozessparameter werden innerhalb eines Hauptprogramms durch eine .MPF-Datei (**M**ain **P**rogram **F**ile) vorgegeben, ebenso wird der Programmablauf selbst in dieser Datei beschrieben. Die Erstellung und Abänderung dieses Hauptprogramms kann maschinennah oder –fern erfolgen. Als Basis wird ein vom Hersteller verfügbares Hauptprogramm (PUNKT.MPF) verwendet, das entsprechend den Erfordernissen dieser Arbeit angepasst wird.

Die grundsätzliche Struktur des verwendeten Hauptprogramms ist wie folgt:

1. Definitionen

Festlegung welche der in 3b) beschriebenen Programme ausgeführt werden sollen (durch boolesche Variablen)

2. Parameter

Definition aller Prozessparameter, es können für jedes der in 3b) angeführten Programme unterschiedliche Parameter vordefiniert werden

3. Hauptprogramm

Der erste Abschnitt a) beschreibt die Einrichtung des Werkstücks (dieser Prozess findet immer statt), der zweite Abschnitt b) umfasst den Ablauf der Programme selbst

a. Werkstückpositionierung

Werkstück muss durch Verfahren der Grundplatte eingerichtet werden, Bildgebung erfolgt dabei durch ein EB-Livebild, eingestellte Position wird übernommen

b. Programme

Beschreibung dreier Programme (HEFTEN, SCHWEISSEN, GLAETTEN), die wie in 1) vermerkt, durch boolesche Variablen an- und abgewählt werden können. Innerhalb eines Programms werden Festwerte definiert und übertragen, wofür sämtliche Prozessparameter (auch von anderen Programmen) verwendet werden können. Dadurch wird es ermöglicht, dass innerhalb eines Prozesses zwischen verschiedenen EB-Parametern (Strahlstrom, Ablenkfigur, Amplitude etc.) gewechselt werden kann, wodurch Prozessschritte wie Nachwärmen oder Umrühren realisiert werden können. Im Zuge dieser Arbeit findet lediglich das Programm SCHWEISSEN Anwendung, sämtliche Festwertvorgaben und Parameterwechsel werden innerhalb dieses Programms vorgegeben.

Das Hauptprogramm wird vor dem Programmstart in die CNC geladen, durch Anwahl der Taste CYCLE START an der CNC-Maschinensteuertafel wird es automatisch abgefahren. Ein exemplarisches, vollständiges CNC-Hauptprogramm ist in Anhang B (Seite 120) angeführt.

4.2.4 Temperaturmessung

An der EBW-Anlage sind bereits Messleitungen in die Arbeitskammer geführt, was eine Temperaturmessung mittels Thermoelementen ermöglicht. Im Zuge dieser Arbeit werden Temperaturmessungen am Stahlriegel durchgeführt, um zu evaluieren, ob aussagekräftige Messwerte während des Elektronenstrahlprozesses aufgenommen werden können.

Dazu werden Thermoelemente vom Typ K durch Punktschweißung mit dem Stahlriegel verbunden. Das erste Thermoelement ist möglichst in Symmetrieachse der Bohrung an der Unterseite des Tiegels angeordnet, ein weiteres Thermoelement ist an der Oberseite möglichst nahe der vorhandenen Bohrung des Tiegels befestigt. Der Stahlriegel wird, wie in Abbildung 55 ersichtlich, auf einer genuteten Grundplatte aus Cu-ETP aufgelegt. Zur besseren Abschirmung werden die Messleitungen durch eine keramische Hülse geführt und abschließend mit Aluminiumfolie abgedeckt.

Vor dem Versuchsstart werden die Thermoelemente überprüft, es werden Abweichungen im Bereich von 1°C zum Kalibrierwert bei den Temperaturen 100°C , 500°C und 1000°C detektiert. Die Messfrequenz wird mit 5Hz definiert, eine Visualisierung der aufgenommenen Messwerte zeigt Abbildung 55 in Form eines Diagramms.

Als zu erwärmender Werkstoff dient eine im Zuge von Vorversuchen hergestellte CuNi-Probe mit einem Gewicht von 4,9g. Als EB-Parameter werden $I_B=3,1\text{mA}$, $U_B=120\text{kV}$, $A=10\text{mm}$ und $t_B=15\text{s}$ verwendet, Ablenfigur wird keine vorgegeben.

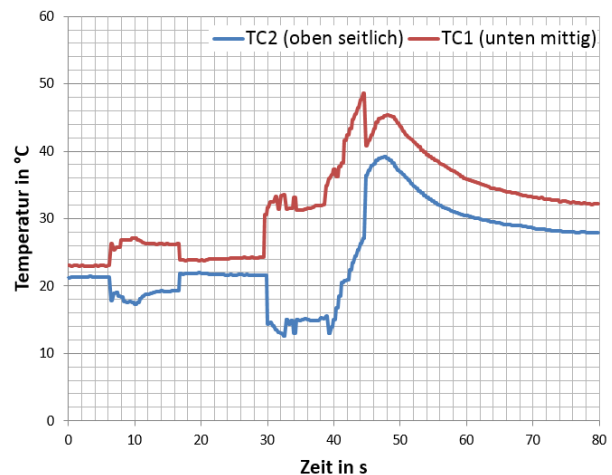
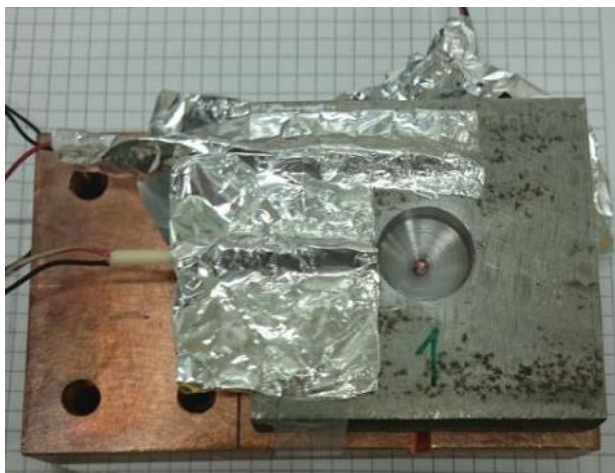


Abbildung 55: Messaufbau (links) und Messauswertung (rechts) einer Temperaturmessung

Die Auswertung der Messwerte (Abbildung 55 rechts) zeigt bereits während des Positioniervorgangs der Probe von $t=6...17\text{s}$ ($I_B=1\text{mA}$, $U_B=120\text{kV}$) eine sprunghafte Veränderung auf ein vom Ausgangswert abweichendes Temperaturniveau. Es scheint, dass der Elektronenstrahl trotz der angewendeten Abschirmungsmaßnahmen bereits bei sehr geringen Strahlströmen einen wesentlichen Einfluss auf die Messspannung und damit auf die Messwerte hat. Diese Wechselwirkung zwischen den Thermoelementen und dem Elektronenstrahl äußert sich optisch beim Positioniervorgang durch unterschiedliches Aufflackern der Messleitungen (der Positioniervorgang erfolgt wie in Kapitel 4.2.1 beschrieben anhand eines durch Rückstrahlelektronen erhaltenen EB-Livebildes).

Während des eigentlichen Prozesses von $t=30...45\text{s}$ ergeben die Messwerte einen teils un stetigen Temperaturverlauf, es ist jedoch erkennbar, dass die Tiegeltemperaturen erst nach einer gewissen Zeitdauer (in diesem Versuch nach etwa 8s) zu steigen beginnen. Nach Ende des Prozesses kühlt der Tiegel bis zum Ende der Messung bei $t=80\text{s}$ kontinuierlich ab.

Die durchgeführten Temperaturmessungen zeigen, dass es generell möglich ist, innerhalb der evakuierten Arbeitskammer aussagekräftige Bauteiltemperaturen auf zu zeichnen. Die Messung mittels Thermoelementen eignet sich gut für die Zeitabschnitte vor und nach dem Elektronenstrahlprozess. In welchem Umfang der Elektronenstrahl die Messwerte beeinflusst und weitere Möglichkeiten zur Minimierung dieser Wechselwirkungen werden nicht näher untersucht, weswegen die aufgezeichneten Messwerte während des Prozesses kritisch hinterfragt werden müssen.

4.3 Evakuierungs- und Flutungsversuche Schweißkammer

Aufgrund der Evakuierung der Schweißkammer kommt es zu Strömungen im gesamten eingeschlossenen Bereich, wodurch das positionierte Probenmaterial Gefahr läuft, aus der gewünschten Position entfernt zu werden. Ein ähnlicher Zustand würde sich bei Flutung der Kammer ergeben, wenn nicht das gesamte Probenmaterial mit dem Elektronenstrahl aufgeschmolzen wird. Da diese Umstände zu einer unnötigen Verunreinigung der Probenkammer führen würden und eine negative Auswirkung auf den eigentlichen Prozess hätten, gilt es diese im Vorhinein zu unterbinden.

Aufgrund dessen werden Evakuierungs- und Flutungsversuche der Schweißkammer durchgeführt, um die Auswirkungen der Strömung auf das in der Schweißkammer positionierte Probenmaterial zu untersuchen.

Für den ersten Versuchsaufbau wird in eine exemplarische Tiegeleinheit aus Stahl, welche drei Sacklochbohrungen aufweist, jeweils eine Stahlkugel mit Durchmesser

3mm in eine Bohrung gelegt. Des Weiteren wird eine Art "Fahnenmast" in der Kammer positioniert, an dem Wollfäden in unterschiedlichen Höhen befestigt sind.

Für den ersten Testversuch werden die exemplarische Tiegeleinheit und der „Fahnenmast“ ohne jegliche Abschirmung auf der Montageplatte der Schweißkammer positioniert. In Tabelle 8 sind die mit der CCD-Kamera beobachteten Ergebnisse des ersten Testversuchs aufgelistet.

Tabelle 8: Ergebnisse Evakuierungs- und Flutungsversuch 1

	Evakuierung	Flutung
Wollfäden	Leichte Bewegungen erkennbar	Starke Bewegungen erkennbar
Stahlkugeln	Keine Bewegungen erkennbar	Leichte Bewegungen erkennbar

Wegen der Ergebnisse aus Testversuch 1 und der einfachen Gegebenheit, auf Seite der Verrohrung zur Vakuumpumpe ein Schutzblech anzubringen, wird in Testversuch 2 ein solches Schutzblech zur Abschirmung vor der Saugleitung verbaut. Des Weiteren werden die Bohrungen des exemplarischen Tiegels anstatt mit einer Stahlkugel mit Cu-Ausgangsmaterial befüllt. Die Ergebnisse des zweiten Testversuchs sind in Tabelle 9 aufgelistet.

Tabelle 9: Ergebnisse Evakuierungs- und Flutungsversuch 2

	Evakuierung	Flutung
Cu-Ausgangsmaterial	Keine Bewegungen erkennbar	Keine Bewegungen erkennbar

Aufgrund der Ergebnisse von Testversuch 2 kann abgeleitet werden, dass ein Schutzblech auf Seite der Verrohrung zur Vakuumpumpe ein einfaches Hilfsmittel darstellt, um das in einem Tiegel positionierte Probenmaterial während des Evakuierungs- und Flutungsvorgangs in Position zu halten.

Als abschließender Testversuch wird der exemplarische Tiegel durch eine handelsübliche Kaffee-Untertasse ersetzt, auf der im mittlerem Bereich etwas Cu-Ausgangsmaterial verteilt wird. Das eingesetzte Schutzblech aus Testversuch 2 bleibt auch bei Testversuch 3 verbaut, beobachtete Ergebnisse sind in Tabelle 10 aufgelistet.

Tabelle 10: Ergebnisse Evakuierungs- und Flutungsversuch 3

	Evakuierung	Flutung
Cu-Ausgangsmaterial	Keine Bewegungen erkennbar	Langsame Bewegungen erkennbar

Zur besseren Veranschaulichung sind in Abbildung 56 der Ausgangs- und der Endzustand von Testversuch 3 dargestellt.

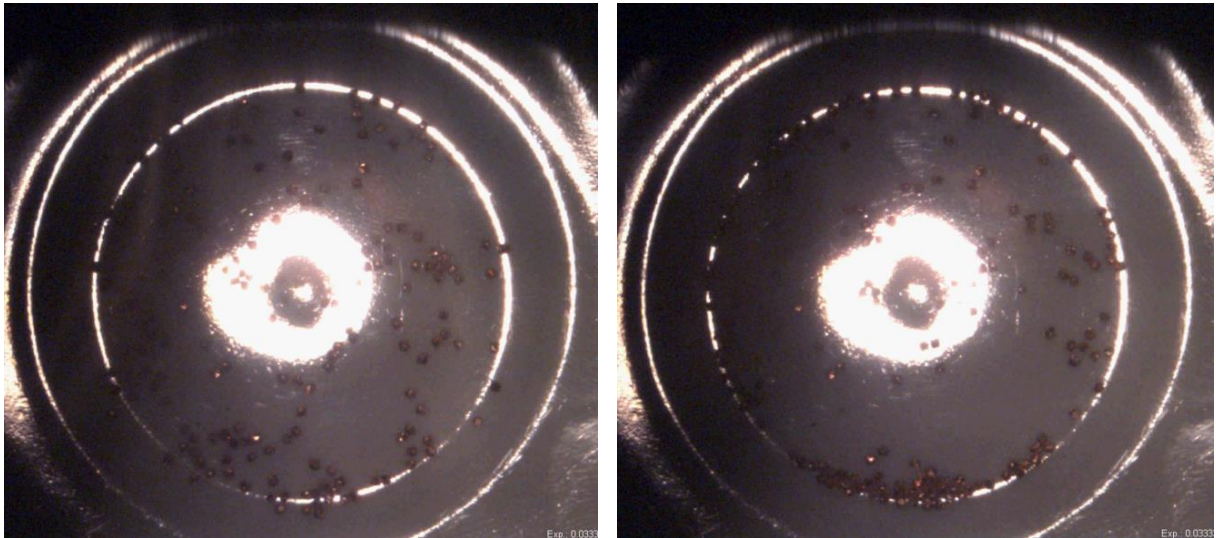


Abbildung 56: Ausgangszustand und Zustand nach Evakuierung (links), Zustand nach Flutung (rechts)

Aufgrund der Ergebnisse der durchgeführten Evakuierungs- und Flutungsversuche bleibt das Probenmaterial bei Vorhandensein eines Schutzblechs auf Seite der Verrohrung der Vakuumpumpe beim Evakuierungsvorgang in Ruhe, beim Flutungsvorgang erfährt es maximal eine langsame Bewegung.

Da durch den Aufschmelzprozess das gesamte positionierte Probenmaterial aufgeschmolzen werden soll, sind vor allem die Ergebnisse betreffend dem Evakuierungsvorgang relevant. Durch Anbringung eines Schutzbleches auf Seite der Verrohrung zur Vakuumpumpe kann jedenfalls sichergestellt werden, dass während des Evakuierungsvorganges der Schweißkammer das Probenmaterial an einem definierten Ort behalten wird.

5. Versuchsdurchführung

In diesem Kapitel sind Ausführungen betreffend der durchgeführten Versuche beschrieben, die Gliederung erfolgt in Aufschmelzversuche der Ausgangswerkstoffe (Cu und Ni), Aufschmelzversuche zur Herstellung von CuNi-Legierungen, Erkenntnisse aus durchgeführten Aufschmelzversuchen und der Erstellung eines Ablaufplans.

Die Aufschmelzversuche der Reinmetalle erfolgen in erster Linie aufgrund der Abwesenheit von Erfahrungswerten betreffend dem allgemeinen Prozessverhalten des Aufschmelzens kleiner Probenvolumina. Außerdem konnte bei ersten durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuchen sehr starke Spritzerbildung, unzureichende Aufschmelzung der Ausgangswerkstoffe und Verschmelzung der Probe mit dem Tiegel beobachtet werden.

Die aus den Aufschmelzversuchen der Reinmetalle abgeleiteten Erkenntnisse sollen in weiterer Folge als Hilfestellung für die CuNi-Legierungsherstellung dienen.

5.1 Aufschmelzversuche

Sämtliche im Zuge dieser Arbeit durchgeführten Aufschmelzversuche werden mit der in Kapitel 2.1.6 beschriebenen EBW-Anlage des IWS realisiert. Die Aufschmelzversuche erfolgen durch Erwärmung der Ausgangswerkstoffe in Stahl- und Molybdäntiegel (siehe Kapitel 3 und 4.1), eine Beschreibung der zu definierenden EB-Parameter für die Durchführung der Versuche sind in Kapitel 4 erläutert.

Der erforderliche Energiebedarf für die Erwärmung eines Werkstoffs auf eine bestimmte Temperatur im flüssigen Zustand kann anhand der spezifischen Wärmekapazität und der Schmelzwärme berechnet werden.

Formel 9: Energiebedarf für die Erwärmung eines festen Werkstoffs bis zu einer bestimmten Temperatur T im flüssigen Zustand

$$E_{erf} = m \cdot \left(\int_{T_0}^{T_S} c_{p,k}(T) \cdot dT + H_s + \int_{T_S}^T c_{p,f}(T) \cdot dT \right)$$

Durch Verknüpfung der Masse des zu erwärmenden Materials m in kg mit der spezifischen Wärmekapazität $c_p(T)$ in J/(kg*K) für den festen (kristallinen) und flüssigen Zustand mit der Temperaturänderung in K und dem Wert für die Schmelzwärme H_s in J/kg, kann der erforderliche Energiebedarf E_{erf} in J gemäß Formel 9 bestimmt werden. Auftretende Verluste infolge Wärmeeinbringung, Wärmeableitung oder Ähnlichem bleiben in der angeführten Formel unberücksichtigt.

In Tabelle 11 sind berechnete Werte für die Aufschmelzenergie ($T=T_S$) und den Energiebedarf für die Erwärmung der Ausgangswerkstoffe Cu und Ni auf $T=1200^\circ\text{C}$ und 1500°C angeführt. Bei der Berechnung werden für die spezifische Wärmekapazität Mittelwerte aus jenen Werten verwendet, die durch lineares Verbinden die in Abbildung 30 links (Seite 36) dargestellten Verläufe ergeben. Zahlenwerte betreffend der Schmelzwärme werden aus Tabelle 5 übernommen.

Die dadurch erhaltenen Werte liegen im Bereich der in Tabelle 3 angeführten Aufschmelzleistungen, für Kupfer unterscheidet sich der angeführte Wert vom Berechneten um 6,6%, für Nickel um 2,2%.

Tabelle 11: Berechnete Werte hinsichtlich Energiebedarf bei Werkstoff Erwärmung

	Energiebedarf für Erwärmung bis $T=T_S$ in J/g	Energiebedarf für Erwärmung bis $T=1200^\circ\text{C}$ in J/g	Energiebedarf für Erwärmung bis $T=1500^\circ\text{C}$ in J/g
Kupfer	655	713	862
Nickel	1092	639	1121

Den Zusammenhang zwischen der erforderlichen Energie für die Erwärmung des Werkstoffs (E_{erf}) und den EB-Parametern (U_B, I_B, t_B) zeigt Formel 10.

Formel 10: Zusammenhang zwischen EB-Strahlleistung und erforderlicher Energie für Werkstoff erwärmung

$$P_B = U_B \cdot I_B = \frac{E_{\text{erf}}}{t_B}$$

Die unterschiedlichen Probenmassen der vorhandenen Ausgangswerkstoffe erschweren die Vergleichbarkeit einzelner Versuche. Die durch den Elektronenstrahl auf die Probe einstrahlende Energie wird entsprechend der vorhandenen Probenmasse ermittelt (siehe Formel 9), wodurch für unterschiedliche Probenmassen dieselbe spezifische Energieeinbringung vorgegeben werden kann. Geometrische Unterschiede bleiben bei der Wahl der EB-Parameter größtenteils unberücksichtigt, zur Kompensation erfolgt gegebenenfalls eine Anpassung der Amplitude.

Der Bedarf hinsichtlich der erforderlichen Energie orientiert sich an den in Tabelle 11 angeführten Werten, aus Gründen betreffend Tiegelverschleiß und –verschmelzung erfolgt ein vorsichtiges Herantasten an höhere Energie- und Leistungswerte.

Allen durchgeführten Versuchen gemein ist die verwendete Beschleunigungsspannung von $U_B=120\text{kV}$ und die Fokussierung des Elektronenstrahls im Bereich der Oberfläche der herzustellenden Probe, beziehungsweise knapp darüber.

5.1.1 Versuchsvorbereitung

Aufgrund der ferromagnetischen Werkstoffe der Tiegel werden diese vor dem Prozessstart entmagnetisiert. Dieser Vorgang kann durch Anwendung des Entmagnetisiergeräts des IWS realisiert werden.

Verwendetes Entmagnetisiergerät: wagner magnete 211-17/40 S-1

Je nach Bedarf werden die Tiegelbohrungen mit einer Drahtbürste von Verunreinigungen befreit, mit Druckluft und Ethylalkohol gereinigt und abschließend mit einem Heißluftfön getrocknet und erneut mit Druckluft ausgeblasen.

Die Cu- und Ni-Ausgangswerkstoffe durchlaufen vorab einen Ultraschall-Reinigungsprozess in einem mit Ethylalkohol gefüllten Behälter, gefolgt von einem Trocknungsvorgang mittels Heißluftfön. Eine Zwischenreinigung bereits aufgeschmolzener Proben wird nicht durchgeführt. Unerwünschte Reaktionen der Werkstoffe mit Sauerstoff, Wasserstoff oder Schwefel (siehe Kapitel 2.2.1) während des Prozesses sind aufgrund des evakuierten Umgebungszustandes innerhalb der Schweißkammer nicht zu erwarten.

Im Falle des Aufschmelzens von Ni wird der Ausgangswerkstoff aufgrund seines ferromagnetischen Verhaltens auch entmagnetisiert. Vor dem Prozessstart und zwischen verschiedenen Aufschmelzdurchgängen wird das Gewicht der Ausgangswerkstoffe, beziehungsweise der bereits umgeschmolzenen Proben, mittels einer Waage gemessen.

Verwendete Waage: Denver Instrument MXX-612

Aufgrund der einfacheren Herstellung und der wesentlich besseren Verfügbarkeit von Stahltiegeln im Vergleich zum hergestellten TZM-Tiegel werden diese im Zuge der Versuchsdurchführung bevorzugt eingesetzt um erste Erfahrungen zu sammeln. Der hergestellte TZM-Tiegel wird (zusätzlich zu verwendeten Stahltiegeln) bei der Aufschmelzung von Nickel und der Herstellung von CuNi-Legierungen (siehe Kapitel 5.1.5) eingesetzt.

Eine Beschreibung der Vorgehensweise im Zuge eines CuNi-Aufschmelzversuchs (Versuchsparameter, Probenvorbereitung, Vorbereitungen EBW-Anlage, Aufschmelzzyklus) ist in Kapitel 5.1.7 in Form eines Ablaufplans beschrieben.

5.1.2 Aufschmelzversuche Cu

Für die Aufschmelzversuche von Kupfer wird als Ausgangswerkstoff das in Kapitel 4.1 erwähnte, in kleine Stückchen zersägte Cu-DHP eingesetzt. Dabei werden auf beziehungsweise umgeschmolzene Proben für darauffolgende Versuche erneut verwendet.

Als Ablenkfiguren werden verschiedene, bereits in der Steuerungssoftware integrierte Figuren verwendet, des Weiteren wird die in Kapitel 4.2.2 definierte Figur Spirale1000 eingesetzt. Die in Tabelle 11 berechneten Werte betreffend des Energiebedarfs bei Werkstoffwärmerung E_{erf} werden als Richtwert für die Strahlenergie E_B herangezogen (beispielsweise $E_B=1,2 \cdot E_{erf}$ mit $E_B=P_B \cdot t_B=U_B \cdot I_B \cdot t_B$). Die Einwirkdauer t_B wird vorgegeben, wodurch sich der entsprechende Wert für den Strahlstrom I_B ergibt. Die Pendelfrequenz f sowie die Amplitude A der Ablenkfigur werden zu Beginn ebenso intuitiv vorgegeben.

Um die Auswirkungen von Parameterveränderungen auf das Prozessverhalten und das erzielte Ergebnis abschätzen zu können, werden in weiterer Folge einzelne EB-Parameter experimentell variiert.

Exemplarisch sind nachfolgend in Abbildung 57 Bildfolgen ausgewählter Cu-Aufschmelzversuche dargestellt (zeilenweise jeweils von links nach rechts). Es sei erwähnt, dass in jeder Zeile das ganz linke Bild den Ausgangszustand repräsentiert und das ganz rechte Bild die umgeschmolzene Probe nach dem Prozess zeigt. Der zeitliche Prozessverlauf wird anhand der dazwischenliegenden fünf Bilder dargestellt, wobei die Bilder der verschiedenen Versuche nicht zueinander synchronisiert sind.

Die angewendeten EB-Parameter der in Abbildung 57 dargestellten, neun Aufschmelzversuche, sind in Tabelle 12 angeführt.

Tabelle 12: EB-Parameter ausgewählter Cu-Aufschmelzversuche

	Ablenk-figur	m in g	A in mm	f in Hz	I_B in mA	U_B in kV	t_B in s	P_B in W	P_{Bspez} in W/g	E_B in J	E_{Bspez} in J/g
1	Punkt	3,05	-	-	4,7	120	5,0	564	185	2820	925
2	Kreis	3,10	2,5	2	8,1			972	314	4860	1568
3		2,43		6,4	768			316	3840	1580	
4		2,38		10	12,6		1512	635	3780	1609	
5		2,65		3,9	468		176	3744	1412		
6	Spirale 1000	3,50	8,0	50	4,4		8,0	528	151	4224	1207
7				1	3,4			408	152	3264	1213
8		2,69		500	3,4			408	152	3264	1213
9				20	3,4			408	152	3264	1213

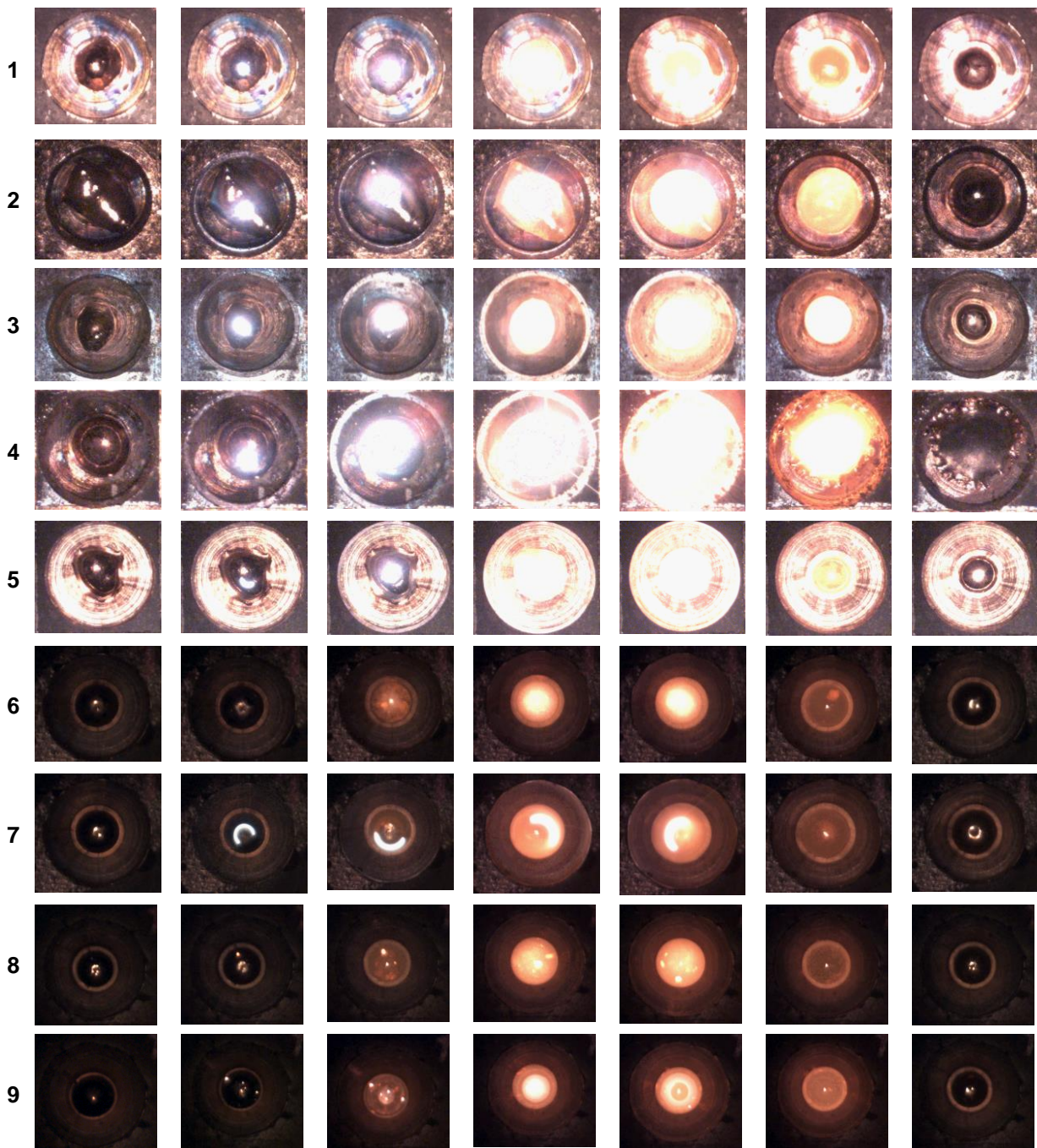


Abbildung 57: Bildfolgen ausgewählter Cu-Aufschmelzversuche (Versuche jeweils von links nach rechts dargestellt, Versuchsnummerierung von oben nach unten 1-9)

Durch Beobachtungen der durchgeführten Versuche und Auswertung der erhaltenen Proben können die nachfolgend angeführten, grundlegenden Erkenntnisse bezüglich der Elektronenstrahlaufschmelzung von Cu abgeleitet werden:

- es scheint, dass die Oberflächengeometrie der Probe aufgrund der vorherrschenden Oberflächenspannung eine kugelhähnliche Form anstrebt
- bei zu schneller Energieeinbringung kann Spritzerbildung beobachtet werden (vermutlich infolge örtlicher Werkstoffüberhitzung), des Weiteren verändert

sich die Geometrie der hergestellten Probe und es kommt zum Verschmelzen mit dem Tiegel

- durch gleichmäßigere Wärmeeinbringung (Ablenfigur, Frequenz) scheint die aufgebrachte Energie effizienter in der Probe umgesetzt zu werden
- Veränderungen der EB-Parameter zeigen relativ wenig Auswirkungen auf die Geometrie der hergestellten Probe (ausgenommen hohe Leistungswerte)
- bei niedriger Frequenz scheint die Schmelze deutlich mehr zu zirkulieren
- auch bei höherem Energieeintrag ist wenig beziehungsweise keine Spritzerbildung zu beobachten (bei angepasster Leistungseinbringung)

Vor allem aufgrund der hohen Wärmeleitfähigkeit von Cu und der damit verbundenen, nahezu gleichmäßigen Erwärmung des gesamten Probenvolumens, ist eine relativ problemlose Erwärmung dieses Werkstoffs durch den Elektronenstrahl möglich.

5.1.3 Aufschmelzversuche Ni

Ähnliche Versuche wie für Cu werden auch für Ni durchgeführt, als Ausgangswerkstoffe für die Aufschmelzversuche von Ni dienen die in Kapitel 4.1 beschriebenen Nickel shots. Bereits auf- beziehungsweise umgeschmolzene Proben werden für weitere Aufschmelzversuche erneut verwendet.

Aufgrund der Erkenntnisse aus den erfolgten Cu-Aufschmelzversuchen und den aufgrund wesentlich geringerer Wärmeleitfähigkeit von Ni ($\lambda_{Cu} \sim 4,5 \cdot \lambda_{Ni}$) zu erwartenden anspruchsvollerem Prozessverhalten, werden lediglich zwei Ablenfiguren vorgegeben. Hinsichtlich einer möglichst gleichmäßigen Wärmeeinbringung wird Spirale10000, und für einen drastischen Vergleich dazu, die bereits in der Steuerungssoftware integrierte Figur Punkt angewendet. Des Weiteren werden im Zuge der Ni-Aufschmelzversuche erstmals Versuche hinsichtlich der Änderung von EB-Parametern innerhalb eines Aufschmelzprozesses (siehe Kapitel 4.2.3) im Zuge einer diskontinuierlichen Wärmezufuhr und einer Proben-Nachwärmung realisiert.

Nachfolgende Abbildung 58 zeigt zeilenweise jeweils von links nach rechts Bildfolgen ausgewählter Ni-Aufschmelzversuche. Es sei auch an dieser Stelle erwähnt, dass in jeder Zeile das ganz linke Bild den Ausgangszustand repräsentiert und das ganz rechte Bild die umgeschmolzene Probe nach dem Prozess zeigt. Der zeitliche Prozessverlauf wird anhand der dazwischenliegenden fünf Bilder dargestellt, Bilder der verschiedenen Versuche sind nicht zueinander synchronisiert.

Die angewendeten EB-Parameter der in Abbildung 58 dargestellten, fünf Aufschmelzversuche, sind in Tabelle 13 angeführt.

Unter der am Anfang dieses Kapitels erwähnten diskontinuierlichen Wärmezufuhr ist zu verstehen, dass der einwirkende Elektronenstrahl während des Prozesses ein- und ausgeschaltet wird (dies erfolgt durch eine entsprechende Vorgabe im CNC-Programm). Konkret wird diese Umsetzung beim zweiten dargestellten Versuch realisiert (3s EIN - 0,4s AUS - 3s EIN - 0,4s AUS - 3s EIN - 0,4s AUS - 3s EIN - 0,4s AUS - 3s EIN).

Die zuvor erwähnte Proben-Nachwärmung wird für die Versuche drei bis fünf angewendet, die Probe wird dabei mit verminderten Strahlstrom und ansonsten gleichen EB-Parametern nachgewärmt, wodurch eine deutliche Verlangsamung der Abkühlung der Probenoberfläche beobachtet werden kann (3: 1,5mA für 10s und 1mA für 5s ; 4-5: 1,5mA für 10s und 1mA für 10s).

Die Umsetzung einer diskontinuierlichen Wärmezufuhr sowie einer Nachwärmung durch Änderung von Parametern innerhalb des CNC-Programms funktioniert einwandfrei.

Die Versuche vier und fünf zeigen Aufschmelzversuche derselben Probe, in Versuch vier handelt es sich um die erste Aufschmelzung, in Versuch fünf um die fünfte Aufschmelzung dieser Probe.

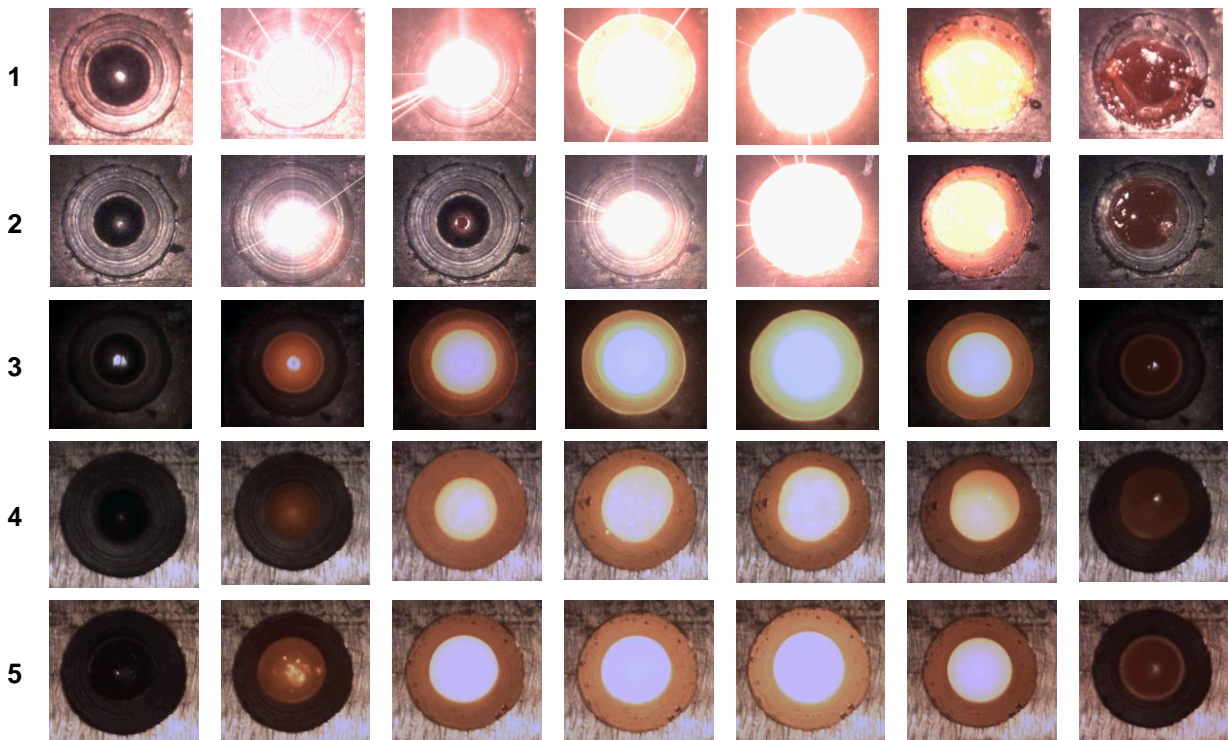


Abbildung 58: Bildfolgen ausgewählter Ni-Aufschmelzversuche (Versuche jeweils von links nach rechts dargestellt, Versuchsnummerierung von oben nach unten 1-5)

Tabelle 13: EB-Parameter ausgewählter Ni-Aufschmelzversuche

	Ablenk- figur	m in g	A in mm	f in Hz	I_B in mA	U_B in kV	t_B in s	P_B in W	P_{Bspez} in W/g	E_B in J	E_{Bspez} in J/g
1	Punkt	7,66	-	-	8,9	120	10	1068	139	10680	1394
2		5,66			4,6		15	552	98	8280	1463
3	Spirale 10000	5,35	11	500	3,1		32	372	70	11904	2225
4		5,08	10		2,3		52	276	54	14352	2825
5		4,78			2,2			264	55	13728	2872

Bei der in Abbildung 58 dargestellten Nickelkugel ist im dritten Bild von links des zweiten Versuchs die Ausbildung einer, für das Elektronenstrahlschweißen erwünschten Dampfkapillare, zu erkennen. Die Vermutung liegt nahe, dass bei unzureichender Gleichmäßigkeit der Wärmeeinbringung Bereiche des Werkstoffs auf eine derart hohe Temperatur erhitzt werden, sodass diese in den dampfförmigen Zustand übergehen.

In Abbildung 59 sind Fotografien einer bereits aufgeschmolzenen Nickelprobe vor und nach einem erneuten Aufschmelzversuch dargestellt. Die Abbildung zeigt links als Sichtfläche die Unterseite der davor durchgeführten Aufschmelzung, die Probe wird im Vergleich zum Vorversuch um die Horizontalebene gespiegelt eingelegt (Unterseite → Oberseite), rechts sind die Ober- und Unterseite der Probe nach erfolgtem Aufschmelzversuch dargestellt.



Abbildung 59: Fotografien einer Nickelumschmelzung – Ausgangsprobe (links) und erhaltene Proben nach erfolgtem Umschmelzvorgang (rechts)

Einen exakten Rückschluss auf das tatsächlich aufgeschmolzene Volumen ist weder bei den durchgeführten Cu- noch bei den durchgeführten Ni-Aufschmelzversuchen möglich, da die unterste Schicht der erwärmten Probe nicht beziehungsweise unvollständig aufgeschmolzen wird (siehe Abbildung 59). Grund hierfür könnte die sich ausbildende, in Kapitel 2.1.3 beschriebene, Zwischenschicht mit einem großen Temperaturkoeffizienten sein. Weiterführende diesbezügliche Untersuchungen werden nicht durchgeführt.

Bezüglich der Elektronenstrahlauflschmelzung von Ni werden basierend auf den durchgeführten Versuchen folgende, grundlegende Erkenntnisse abgeleitet:

- es scheint, dass die Oberflächengeometrie der Probe die kugelhähnliche Ausgangsform aufgrund der vorherrschenden Oberflächenspannung beibehalten möchte beziehungsweise eine solche anstrebt
- viel Spritzerbildung und Ausbildung einer unförmigen Probengeometrie bei ungleichmäßiger Wärmeeinbringung und gleichzeitig hohem Leistungseintrag
- eine asymmetrische Probenform beeinflusst die Temperaturverteilung innerhalb der Probe während des Prozesses und bei der Abkühlung wesentlich
- gleichmäßige Wärmeeinbringung ermöglicht das Aufschmelzen ohne nennenswerte Spritzerbildung
- es scheint, dass aufgrund mehrmaliger Aufschmelzungen der Prozessablauf stabiler wird (vermutlich aufgrund vermehrter Verdampfungserscheinungen von Elementen, Verunreinigungen oder Verbindungen mit hohem Sättigungsdampfdruck im ersten Aufschmelzprozess, die im Ausgangszustand in größerem Umfang im Werkstoff vorherrschen und in weiterer Folge stets abnehmen)
- Nachwärmen scheint sich positiv auf die Oberflächengüte auszuwirken

Als Schlussfolgerung der durchgeführten Aufschmelzversuche von Ni kann die wesentlich stärkere Neigung zur Spritzerbildung und Materialverdampfung infolge ungleichmäßiger Wärmeeinbringung im Vergleich zu Cu angeführt werden. Durch Wahl geeigneter EB-Parameter kann das Auftreten dieser unerwünschten Erscheinungen jedoch weitgehend vermieden werden.

5.1.4 Erkenntnisse aus Cu- und Ni-Aufschmelzversuche

Zusammenfassend der bereits in den Kapiteln 5.1.2 und 5.1.3 angeführten Erkenntnisse können folgende Aussagen betreffend der Erwärmung von Cu- und Ni-Werkstoffen getroffen werden:

- eine kugelhähnliche Probenform wird bei Anwendung geeigneter Parameter beibehalten beziehungsweise stellt sich im Zuge mehrmaliger Aufschmelzungen ein
- bei einer gleichmäßigen Wärmeeinbringung und zugleich limitiert hoher Leistungseinbringung scheint die einstrahlende Energie effizienter im Werkstoff umgesetzt zu werden, wodurch Spritzerbildung größtenteils unterbunden werden kann (hierbei ist zu beobachten dass Nickel wesentlich empfindlicher auf Änderungen von EB-Parametern reagiert als Kupfer)
- durch Wahl geeigneter Ablenkfiguren und gleichzeitiger Anwendung niedriger Frequenzen kann eine gezielte Zirkulation der Schmelze erzielt werden

- mehrmaliges Aufschmelzen derselben Probe scheinen das Prozessverhalten positiv zu beeinflussen → dadurch kann schlussgefolgert werden, dass das Prozessverhalten nicht nur eine Funktion der angewendeten EB-Parameter ist

Die durchgeführten Untersuchungen hinsichtlich des Aufschmelzverhaltens von Cu- und Ni dienen prinzipiell dazu erste Erfahrungen zu sammeln, um ein mögliches Parameterfenster für die nachfolgenden CuNi-Aufschmelzversuche zu erhalten. Eine genaue Untersuchung des Einflusses einzelner Parameter auf das Prozessverhalten oder des Ergebnisses war nicht Ziel dieser durchgeführten Vorversuche.

5.1.5 Aufschmelzversuche CuNi

In diesem Kapitel werden ausgewählte CuNi-Aufschmelzversuche beschrieben. Angewendete EB-Parameter und andere wichtige Informationen (wie beispielsweise der auftretende Gewichtsverlust), welche nicht in diesen Kapiteln angeführt sind, können dem Anhang C (Seite 124) entnommen werden. Die Auswertung durchgeführter CuNi-Aufschmelzversuche wird in Kapitel 6 behandelt.

5.1.5.1 Anfängliche CuNi-Aufschmelzversuche

In Abbildung 60 ist eine Bildfolge von einem der ersten durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuche dargestellt. Man kann erkennen, dass die gewählten EB-Parameter aufgrund der starken Spritzerbildung, der unzureichenden Aufschmelzung der positionierten Ausgangswerkstoffe, der sehr asymmetrischen Endform und des Umstandes der Verschmelzung mit dem Tiegel sich nur sehr bedingt für diesen Anwendungszweck eignen.



Abbildung 60: Bildfolge von einem der ersten durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuche ($m_{Ni}=2,15g$, $m_{Cu}=0,65g$, Kreis, $A=5mm$, $f=10Hz$, $I_B=9,4mA$, $U_B=120kV$, $t_B=5s$, Ni zentral über Cu positioniert)

Aufgrund des unerwünschten Prozessverhaltens anfänglicher CuNi-Aufschmelzversuche (siehe Abbildung 60) werden die EB-Parameter entsprechend den abgeleiteten Erkenntnissen aus den Cu- und Ni-Aufschmelzversuchen angepasst.

Zur Gewährleistung einer möglichst gleichmäßigen Wärmeeinbringung wird in weiterer Folge die Ablenkfigur Spirale10000 genutzt. Der Energieeintrag wird anhand des

theoretisch erforderlichen Energiebedarfs zur Erwärmung der Ausgangswerkstoffe auf 1500°C festgelegt, wobei ein Mehrfaches dieses erforderlichen Wertes gemäß Tabelle 11 angewendet wird (beispielsweise $E_B=1,5 \cdot E_{\text{erf}}$).

Aus zu hohem Leistungseintrag resultieren vermehrte Verdampfungserscheinungen beziehungsweise Spritzerbildung infolge örtlicher Werkstoffüberhitzung, zu niedriger Leistungseintrag hat zur Folge, dass aufgrund von Wärmeleitung in den Tiegel zu wenig Energie im Werkstoff umgesetzt wird um die Probe aufzuschmelzen (jeweils bei gleicher Energie). Aus diesem Grund muss ein Kompromiss zwischen hohem und niedrigem Leistungseintrag gefunden werden.

Der Leistungseintrag in die Probe orientiert sich in weiterer Folge an Parametern die im Zuge der Ni-Aufschmelzversuche gute Ergebnisse zeigten. Um Wechselwirkungen zwischen Probe und Tiegel möglichst zu vermeiden, wird die gewählte einstrahlende Energie E_B bezogen auf E_{erf} nur in Maßen erhöht, um die Tiegeltemperatur möglichst gering zu halten und damit etwaigen ablaufenden Diffusionsprozessen entgegen zu wirken.

Zusätzlich zu dem in Kapitel 5.1.3 erwähnten Nachwärmprozess wird bei CuNi-Aufschmelzversuchen erstmals auch die Strahlfigur und Frequenz innerhalb eines Prozesses verändert, um dadurch die CuNi-Materialdurchmischung zu beeinflussen.

Einen Versuch bei dem eine, bereits mehrmals aufgeschmolzene, CuNi-Probe eine Art Umrührprozess durchläuft, ist in Abbildung 61 dargestellt. Dabei wird durch Vorgabe im CNC-Programm nach einer Prozessdauer von 25s die Ablenkfigur Spirale1000 mit einer Frequenz von 1Hz für eine Zeitdauer von 5s vorgegeben (andere EB-Parameter bleiben dieselben), gefolgt von einer Nachwärmung von 1,5mA über 10s bei ansonsten, dem Anfangszustand identen, EB-Parametern.



Abbildung 61: Bildfolge des achten Aufschmelzversuchs von Probe V1_TR6_02.01. mit realisiertem "Umrührprozess", $m_{\text{Ni}} \sim 4,18\text{g}$, $m_{\text{Cu}} \sim 4,74\text{g}$, Spirale10000/Spirale1000, $A=12\text{mm}$, $f=500\text{Hz}/1\text{Hz}$, $I_B=4,3\text{mA}$, $U_B=120\text{kV}$, $t_B=25\text{s}/5\text{s}$, Nachwärmung 1,5mA über 10s

Man kann erkennen, dass die zu Anfang asymmetrische Probe eine symmetrische, kugelförmähnliche Form anstrebt (ähnlich wie bei den durchgeführten Cu- und Ni-Aufschmelzversuchen). Nach dem vierten Bild von links hat die zuvor erwähnte Ablenkfigur- und Frequenzänderung bereits stattgefunden, was zu einer erneuten Geo-

metrieveränderung führt. Es scheint, dass Material infolge der relativ langsamen, spiralförmigen Bewegung des Elektronenstrahls (infolge der Vorgabe von 1Hz) von innen nach außen verdrängt wird. Diese in Abbildung 61 dargestellte Probe wird in Summe 14 mal aufgeschmolzen.

Den Aufschmelzprozess einer bereits vorab aufgeschmolzenen Nickelprobe und darunter positioniertem Cu-Ausgangsmaterial ist in Abbildung 62 dargestellt. Dabei wird die Amplitude so vorgegeben, dass der Elektronenstrahl lediglich die Nickelprobe erwärmt. Die angewendeten EB-Parameter sind wiederum an jene der Ni-Aufschmelzversuche, welche gute Ergebnisse zeigten, angelehnt.

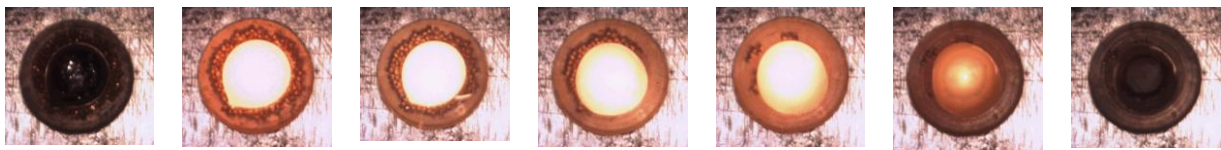


Abbildung 62: Bildfolge des ersten Aufschmelzversuchs von Probe V2_TR4_05.01., $m_{Ni}=5,23g$, $m_{Cu}=1,89g$, Spirale10000, $A=10mm$, $f=500Hz$, $I_B=2,2mA$, $U_B=120kV$, $t_B=57s$, Nachwärmung $1,5mA$ über $10s$ und $1mA$ über $10s$

Es ist erkennbar, dass nahezu das gesamte Cu von der Ni-Kugel aufgenommen wird, während dessen sind vereinzelt Spritzer zu beobachten. Es kommt zu einer asymmetrischen Probenform, welche die Temperaturverteilung innerhalb der Probe aufgrund des nun vorherrschenden, ungleichmäßigen Tiegelkontaktes wesentlich beeinflusst. Vergleichbare Versuche, bei denen das Cu rundum der Nickel-Kugel platziert wird (anstatt wie in Abbildung 62 zentral auf das positionierte Cu aufgelegt) zeigen eine wesentlich unvollständigere Cu-Aufnahme.

Die in Abbildung 62 gezeigte Probe wird insgesamt fünf Mal aufgeschmolzen, der Ausgangszustand sowie der Zustand nach jedem einzelnen Aufschmelzyklus sind in Abbildung 63 ersichtlich.



Abbildung 63: Fotografien der Probe V2_TR4_05.01. im Ausgangszustand und nach jedem Aufschmelzzyklus

Vor dem fünften Aufschmelzvorgang wird die Probe um die Horizontalachse gespiegelt (Oberseite → Unterseite) positioniert. Eine Bildfolge dieses fünften Aufschmelz-

vorgangs ist in Abbildung 64 dargestellt. Anhand dieser Bilder ist erkennbar, dass sich erneut eine kugelähnliche Form einstellt, Spritzer treten keine auf. Im zweiten Bild von links ist erkennbar, dass kleine Bereiche an der Oberfläche frühzeitig aufzuschmelzen beginnen. Dieser Umstand lässt vermuten, dass sich im Zuge eines Aufschmelzprozesses an der Unterseite niedrigschmelzende Bereiche ansammeln, welche anscheinend nur durch ein Wenden der Probe beeinflusst werden können (siehe auch vorherrschende Zwischenschicht mit großem Temperaturkoeffizienten in Kapitel 2.1.3). Demzufolge erscheint ein Wenden der Probe zur Erzielung einer besseren Vermischung der Ausgangswerkstoffe als sinnvoll.

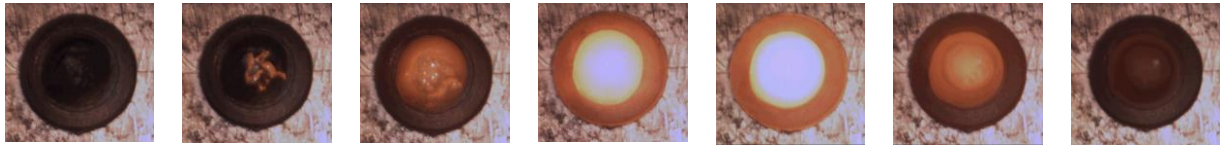


Abbildung 64: Bildfolge des fünften Aufschmelzversuchs von Probe V2_TR4_05.01., $m_{Ni} \sim 5,23g$, $m_{Cu} \sim 1,77g$, Spirale10000, $A=12mm$, $f=500Hz$, $I_B=3,4mA$, $U_B=120kV$, $t_B=46s$, Nachwärmung $1,5mA$ über $10s$ und $1mA$ über $10s$

Weitere Informationen betreffend dieser Versuche sind in Anhang C (Seite 124) unter der Probenbezeichnung V1_TR6_02.01. und V2_TR4_05.01. angeführt. Eine Auswertung durchgeführter Untersuchungen dieser hergestellten Proben sind in Kapitel 6.1.1 beschrieben.

Nachfolgend werden weitere CuNi-Aufschmelzversuche beschrieben, wobei die abgeleiteten Erkenntnisse aus den Cu- und Ni-Aufschmelzversuchen (siehe Kapitel 5.1.2 bis 5.1.4) sowie die Erfahrungen aus den bisher durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuchen mit einfließen.

5.1.5.2 Anwendung mehrmaliger Aufschmelzzyklen

Aufgrund des relativ guten Prozessverhaltens, das bei der Herstellung von Probe V2_TR4_05.01. beobachtet werden konnte, und der sehr bescheidenen Auswertung der Ergebnisse dieser Probe hinsichtlich der vorhandenen CuNi-Vermischung, wird versucht durch Anwendung mehrerer aufeinanderfolgender Aufschmelzzyklen eine bessere Durchmischung des Werkstoffs zu erzielen. Dabei werden die Proben mehrmals umgedreht.

Als Alternative zur Anwendung wiederholter Aufschmelzzyklen wären eine Erhöhung der zugeführten Energie oder eine Anpassung der Energieeinbringung (Ablenfigur, Amplitude, Frequenz) innerhalb eines Zyklus denkbar. Da in den bisher hergestellten CuNi-Proben aber keine Kontaminierungen seitens des Stahltiegels festgestellt wer-

den konnten, werden auch in weiteren Versuchen ähnliche EBW-Parameter angewendet, um diesen Zustand beizubehalten.

Hierzu werden zwei betreffend dem Ausgangsgewicht sehr ähnliche Nickelmaterialien verwendet, die des Weiteren dem Ausgangsgewicht der hergestellten V2_TR4_05.01.-Probe möglichst nahe kommen.

Als Ausgangswerkstoffe werden die in Kapitel 4.1 beschriebenen Cu- und Ni-Ausgangswerkstoffe verwendet (für Probe V1_TR6_15.01.), zusätzlich wird ein bereits vorab mehrmals aufgeschmolzenes, asymmetrisches Ni-Stück eingesetzt (für Probe V2_TR6_15.01.).

Im Vergleich zum ersten Aufschmelzschritt von Probe V2_TR4_05.01. werden hierbei Amplituden gewählt, die etwas größer als das positionierte Ni-Material sind. Dadurch wird ein Teil des Cu-Ausgangswerkstoffes schon bereits vor der Absorption durch den Nickelwerkstoff vorgewärmt beziehungsweise aufgeschmolzen. Zwei Bildfolgen der ersten Aufschmelzversuche sind in Abbildung 65 und Abbildung 66 ersichtlich.



Abbildung 65: Bildfolge des ersten Aufschmelzversuchs von Probe V1_TR6_15.01. , $m_{Ni}=4,70g$, $m_{Cu}\sim 2,01g$, Spirale10000, $A=12mm$, $f=500Hz$, $I_B=2,9mA$, $U_B=120kV$, $t_B=46s$, Nachwärmung $1,5mA$ über $10s$ und $1mA$ über $10s$

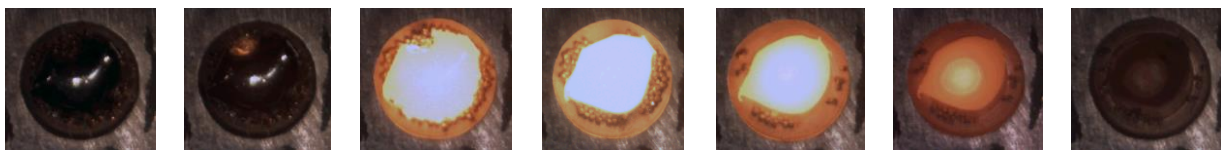


Abbildung 66: Bildfolge des ersten Aufschmelzversuchs von Probe V2_TR6_15.01. , $m_{Ni}=5,11g$, $m_{Cu}=2,19g$, Spirale10000, $A=14mm$, $f=500Hz$, $I_B=3,2mA$, $U_B=120kV$, $t_B=46s$, Nachwärmung $1,5mA$ über $10s$ und $1mA$ über $10s$

Eine Vorwärmung des positionierten Cu-Materials durch Vorgabe einer etwas größeren Amplitude als das Ni-Material zeigt eine etwas unvollständigere Cu-Absorption. Nach dem darauffolgenden zweiten Aufschmelzversuch ist jedoch (wie auch beim ersten Aufschmelzschritt von Probe V2_TR4_05.01.) bereits das gesamte, zu Beginn positionierte Ausgangsmaterial, zu einer gemeinsamen Einheit verschmolzen.

Die Proben V1&V2_TR6_15.01. durchlaufen 17 Aufschmelzzyklen, dabei werden die Proben mehrmals gewendet. Je nach vorhandener, ausgebildeter Probengeometrie

werden die Amplituden entsprechend angepasst, des Weiteren werden teils verschiedene Frequenzwerte vorgegeben um etwaige mögliche Auswirkungen beobachten zu können.

Die nachfolgende Abbildung zeigt Fotos der Proben nach verschiedenen Aufschmelzversuchen.

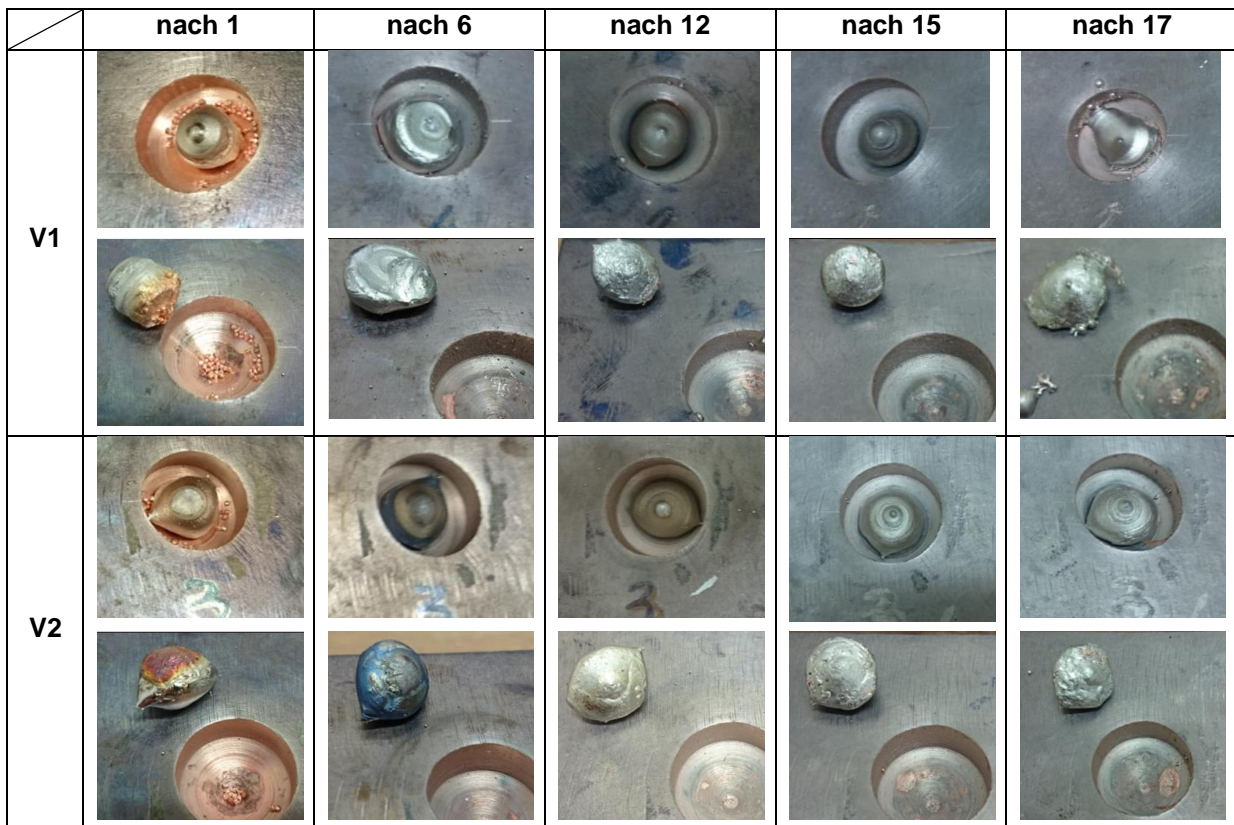


Abbildung 67: Fotografien der Proben V1&V2_TR6_15.01. nach den Aufschmelzzyklen 1, 6, 12, 15 und 17

Man kann erkennen, dass die Probengeometrie sich im Zuge der insgesamt 17 Aufschmelzzyklen teils sehr stark verändert. Des Weiteren sind vor allem bei anfänglichen Aufschmelzzyklen an der Unterseite der Proben Bereiche mit blauen und/oder rostbraunen Verfärbungen erkennbar, welche sich aber mit zunehmender Zyklanzahl auflösen beziehungsweise verflüchtigen. Ebenso zeigen Prozessbeobachtungen dieser Versuche, dass infolge mehrfacher Aufschmelzzyklen die auftretende Spritzerbildung nicht mehr beziehungsweise nur mehr untergeordnet vorherrscht.

Oftmals ist eine unvorhersehbare und sehr unerwünschte, starke Spritzerbildung zu beobachten, welche aufgrund ihres explosionsartigen Erscheinens zu einem Verspritzen und Verschleudern von Probenmaterial, zur Ausbildung einer sehr asymmetrischen Probenform und dadurch auch zu einer wesentlichen Beeinflussung der

Wärmeleitung in den Tiegel führt. Ein solcher Prozess kann beispielsweise beim 16. Aufschmelzdurchgang von Probe V1_TR6_15.01. beobachtet werden, eine Bildfolge davon ist in Abbildung 68 dargestellt, die erwähnte starke Spritzerbildung selbst ist im dritten und vierten Bild von links erkennbar.

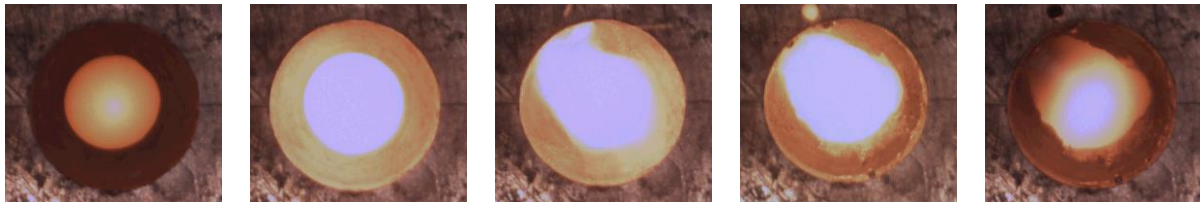


Abbildung 68: Bildfolge des 16. Aufschmelzversuchs von Probe V1_TR6_15.01. mit erkennbarer Spritzerbildung, $m_{Ni} \sim 3,87g$, $m_{Cu} \sim 1,13g$, Spirale10000, $A=11mm$, $f=500Hz$, $I_B=2,3mA$, $U_B=120kV$, $t_B=50s$, Nachwärmung $1,5mA$ über $10s$ und $1mA$ über $10s$

Es wird vermutet, dass das Entweichen von in der Probe enthaltenen Einschlüssen (beispielsweise Poren), diesen unerwünschten Prozess verursachen. Dieses explosionsartige Verspritzen infolge des Überdrucks in Bezug auf die evakuierte Umgebung innerhalb der Schweißkammer, beeinflusst zusätzlich zu den auftretenden Verdampfungs- und Reinigungsprozessen das Gesamtprozessverhalten und nimmt damit auch wesentlichen Einfluss auf den resultierenden Gewichtsverlust.

Eine Untersuchung betreffend dem Aufbau der vorhandenen Ni-shots ist in Kapitel 5.1.5.4, Seite 87 beschrieben.

Die Auswertung durchgeführter Untersuchungen dieser Proben (siehe Kapitel 6.1.2) ergab prinzipiell gute Ergebnisse hinsichtlich der Vermischung der Cu- und Ni-Ausgangswerkstoffe, wodurch die Machbarkeit der CuNi-Probenherstellung aus den zur Verfügung gestellten Ausgangsmaterialien durch einen Elektronenstrahl nachgewiesen werden konnte. Eine Kontaminierung seitens des Tiegels konnte auch bei den im Zuge dieser Versuche hergestellten Proben nicht festgestellt werden.

Als wesentlichster Unterschied zwischen V1 und V2 kann der sehr voneinander abweichende Gesamt-Gewichtsverlust der beiden Proben angeführt werden (24,8% bei V1, 10,8% bei V2; jeweils auf das Ausgangsgewicht bezogen). Als möglicher Grund hierfür wird das bereits vorab aufgeschmolzene Ni-Ausgangsmaterial vermutet. Des Weiteren wird durch Beobachtung von teilweise sehr unterschiedlichen Prozessverhalten bei Anwendung ähnlicher EB-Parameter auf einen großen Einfluss der Ausgangswerkstoffe und/oder der stattfindenden Legierungsbildung auf das Endergebnis geschlossen.

Weitere Informationen betreffend dieser durchgeführten Versuche sind in Anhang C (Seite 124) unter der Probenbezeichnung V1&V2_TR6_15.01. angeführt, Auswertungen durchgeführter Untersuchungen sind in Kapitel 6.1.2 angeführt.

In weiterer Folge werden ähnliche Versuche mit vorgeschmolzenen Ni-Ausgangswerkstoffen durchgeführt, um weitere Erfahrungen zu sammeln.

5.1.5.3 Aufschmelzversuche mit vorgeschmolzenem Ni-Ausgangsmaterial

Vor den eigentlichen CuNi-Aufschmelzversuchen werden Ni-Ausgangswerkstoffe vorab aufgeschmolzen, um etwaige Verunreinigungen und Ähnliches aus dem Werkstoff zu entfernen. Zwei Bildfolgen solcher Ni-Aufschmelzzyklen sind in den Versuchen vier und fünf in Abbildung 58 dargestellt. Dabei werden die Ni-Proben mehrmals aufgeschmolzen bis eine möglichst symmetrische Endform erhalten wird. Bereits bei diesen Aufschmelzversuchen kann teilweise starke Spritzerbildung beobachtet werden, wodurch sich der Verdacht des starken Einflusses des Ausgangswerkstoffs auf das Prozessverhalten erhärtet.

Die Vereinigung der Ausgangswerkstoffe zu einer gemeinsamen Einheit im ersten Aufschmelzzyklus erfolgt in ähnlicher Weise wie in den vorigen Kapiteln beschrieben. Bei einer Vorgabe einer wesentlich größeren Amplitude im Vergleich zum Durchmesser der Ni-Kugel (zum Zweck der Aufschmelzung des gesamten positionierten Cu-Ausgangsmaterials vor der stattfindenden Cu-Aufnahme durch die Ni-Kugel) erfolgt bei diesen Versuchen nach einer gewissen verstrichenen Zeitdauer von 10 beziehungsweise 15s eine Minimierung der Amplitude auf einen kleineren Wert. Dadurch werden ähnliche Ergebnisse erzielt wie in Abbildung 62, Abbildung 65 und Abbildung 66 dargestellt, eine vollständige Aufnahme wird jedenfalls wieder nach dem zweiten Aufschmelzzyklus erreicht.

Alle verwendeten EB-Parameter werden möglichst ähnlich gewählt, wobei in den letzten Aufschmelzzyklen veränderte Ablenkfiguren und Pendelfrequenzen angewendet werden, um etwaige resultierende Unterschiede ableiten zu können. Aus Gründen einer möglichen Vergleichbarkeit werden alle Proben nur einmal umgedreht, das Wenden erfolgt jeweils nach dem dritten Aufschmelzvorgang.

Im Zuge dieser Untersuchungen werden des Weiteren die Auswirkungen einer langsameren Abkühlung durch Anwendung geänderter Nachwärmparameter (zur Ermöglichung etwaiger Entgasungsprozesse) und eines Umrührprozesses durch Anwendung der Ablenkfigur Spirale1000_umruehr und zugleich niedriger Frequenz (zur Erzielung einer besseren Werkstoff-Vermischung) beobachtet. Ein solcher Umrührprozess wird im 11. und 12. Aufschmelzzyklus der Probe V2_TR5_23.01. realisiert, auch

hier kann ähnlich dem Prozess aus Abbildung 61 eine radiale Verdrängung des Werkstoffes nach außen infolge der abgeänderten Parameter beobachtet werden.

Die Bildfolge eines erwähnten, abgeänderten Nachwärmprozesses ist in Abbildung 69 dargestellt. Dabei können stattfindende Entgasungsprozesse im Zuge der Abkühlung der Probe beobachtet werden. Dieser Umstand wird hauptsächlich auf das längere Vorherrschen der flüssigen Phase zurückgeführt, wodurch mehr Zeit für eine Entweichung zur Verfügung steht.

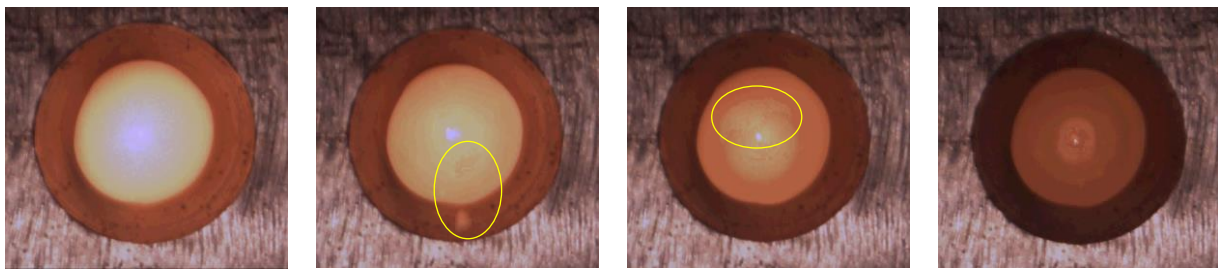


Abbildung 69: Bildfolge des sechsten Aufschmelzversuchs von Probe V1_TR5_23.01. mit erkennbarem Entgasungen im Zuge des Nachwärmprozesses, $m_{Ni} \sim 4,52g$, $m_{Cu} \sim 1,90g$, Spirale10000, $A=13mm$, $f=500Hz$, $I_B=3,1mA$, $U_B=120kV$, $t_B=45s$, Nachwärmung 2mA über 20s/1,5mA über 15s/ 1mA über 10s

Das erhoffte, stabilere Prozessverhalten infolge der vorab mehrmals aufgeschmolzenen Ni-Kugeln kann anhand der durchgeführten Versuche nicht bestätigt werden. Es tritt immer noch teils starke Spritzerbildung auf.

Untersuchungen der Proben infolge der in diesem Kapitel beschriebenen Versuche zeigen jeweils voneinander stark abweichende, aber stets eine unvollständige Vermischung der Ausgangswerkstoffe (siehe Kapitel 6.1.3). Außerdem sind große Poren innerhalb der hergestellten Proben ersichtlich.

Weitere Informationen betreffend dieser durchgeführten Versuche sind in Anhang C (Seite 124) unter der Probenbezeichnung V1&V2_TR5_23.01. und V3&V4_TR3_23.01. angeführt.

Eine konkrete Aussage betreffend der Einflusswirkung aufgrund einer Abänderung bestimmter EB-Parameter auf das Prozessergebnis kann nicht abgeleitet werden, da die Anwendung gleicher, beziehungsweise nahezu gleicher, EB-Parameter bereits teils stark abweichende Auswirkungen auf das Prozessverhalten und das Endergebnis zeigen. Dieses Verhalten bestärkt die Vermutung des großen Einflusses der Ausgangswerkstoffe auf die durchgeführten Versuche, weswegen für die abschließend durchgeführten Versuche veränderte Nickel-Ausgangsmaterialien eingesetzt werden.

5.1.5.4 Aufschmelzversuche mit verändertem Ni-Ausgangsmaterial

Durch die bisher beschriebenen CuNi-Aufschmelzversuche konnte gezeigt werden, dass kleine Probenvolumina mit teils zufriedenstellenden Ergebnissen hinsichtlich Homogenität und Reinheit hergestellt werden können (siehe Kapitel 6). Eine gute Reproduzierbarkeit bereits hergestellter Proben erscheint jedoch sehr fraglich.

Im Zuge der bisher durchgeführten Versuche wurden einige verschiedene Varianten der Prozessbeeinflussung (Nachwärmen, Umrühren) realisiert und immer wieder einzelne EB-Parameter abgeändert. Daraus resultierende konkrete Auswirkungen auf das Prozessverhalten und das –ergebnis können jedoch aufgrund der Komplexität des Prozesses zum jetzigen Zeitpunkt noch nicht ausformuliert werden. Die sehr unterschiedlichen Geometrien einzelner Nickel shots kommen erschwerend hinzu.

Abweichend zu allen bisher durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuchen werden die Nickel shots vor dem Aufschmelzen in eine andere geometrische Form gebracht. Hauptgrund hierfür ist die Ermöglichung einer guten Vergleichbarkeit der Versuche durch ein nahezu identes Ausgangsgewicht, ein weiterer Grund für die Umsetzung dieser Maßnahme ist im nachfolgenden Absatz erläutert. Ebenso abweichend zu bisherigen Aufschmelzversuchen werden dieselben EB-Parameter für jeden Umschmelzvorgang erneut angewendet (ausgenommen einer etwaigen erforderlichen Anpassung von I_B und t_B an das jeweilig vorherrschende Probengewicht, sodass die bereitgestellte spezifische Leistung und spezifische Energie möglichst konstant bleiben).

Die Orientierung hinsichtlich der festzulegenden Parameter erfolgt an bisher angewendeten Parameterwerten jener Versuche, anhand derer bisher gute Ergebnisse erzielt werden konnten (siehe Tabelle 14). Die Proben werden insgesamt 11 mal aufgeschmolzen, wobei sie jeweils zweimal umgedreht werden (nach Aufschmelzversuch fünf und acht). Aus Gründen einer möglichen zusätzlichen Beeinflussung wird keine Nachwärmung der Probe realisiert. Die genaue Vorgehensweise dieser Versuche ist in Kapitel 5.1.7 in Form eines Ablaufplans beschrieben.

Tabelle 14: Angewendete Versuchsparameter für Aufschmelzversuche mit verändertem Ni-Ausgangsmaterial

Ablenkfigur	m in g	A in mm	f in Hz	U_B in kV	P_{Bspez} in W/g	E_B in % von E _{erf}
Spirale10000	6,6	12	500	120	52	250

Es wird vermutet, dass Einschlüsse (Poren oder Ähnliches) in den vorhandenen Nickel shots hauptverantwortlich für die unerwünschte und unvorhersehbare Spitzerbildung sind.

In Abbildung 70 sind makroskopische Aufnahmen mehrerer eingebetteter, zerteilter Nickel shots im Ausgangszustand dargestellt. Man kann einen schichtweisen kugelförmigen Aufbau erkennen, des Weiteren ist an einigen Fehlstellen eine Werkstoffteilung ersichtlich. Dieser Umstand könnte dafür verantwortlich sein, dass verschiedene eingesetzte Ni-Materialien unterschiedliche Verhalten während des Aufschmelzvorgangs aufweisen.

Detaillierte Informationen hinsichtlich des Herstellungsprozesses dieser Nickel shots konnten nicht in Erfahrung gebracht werden.

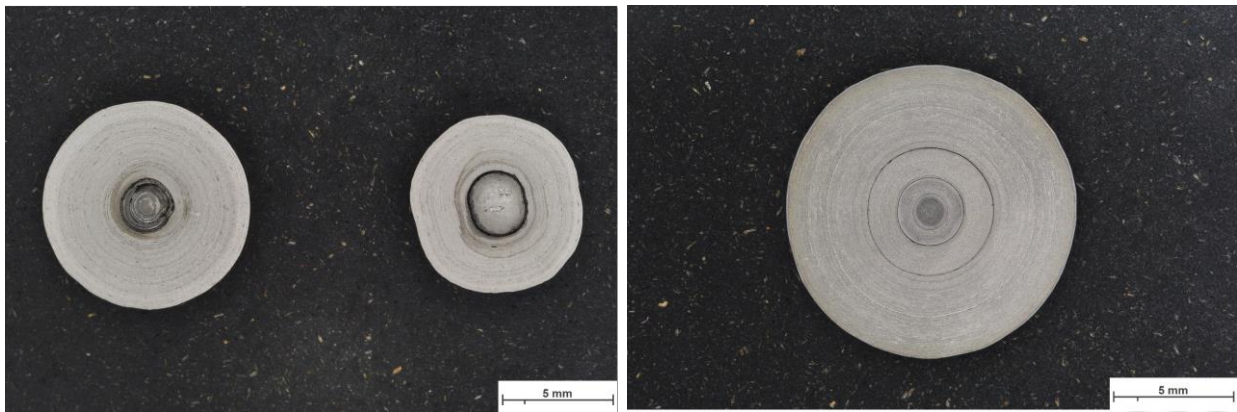


Abbildung 70: Makroskopische Aufnahmen zerteilter Nickel shots im Ausgangszustand (geätzt mit NiM1, Einwirkdauer 25min)

Durch einen vorab durchgeführten Bearbeitungsschritt an vorhandenen Nickel shots werden diese in eine andere geometrische Form gebracht.

Durch hydraulisches Pressen der kugelförmigen Nickel shots in eine flache Scheibe und nachfolgendem Stanzen werden kleinere Nickelstücke mit einem Gewicht von weniger als 0,3g hergestellt (siehe Abbildung 71). Es wird vermutet, dass durch diesen Bearbeitungsprozess im Material vorhandene Fehlstellen (beispielsweise Hohlräume) aus dem Material entweichen können.



Abbildung 71: Cu shots und die durch hydraulisches Pressen und Stanzen veränderten Nickel shots

Der Bearbeitungsprozess findet bei Raumtemperatur statt. Als Auflagematerial für das Pressen dienen gesäuberte Platten aus Panzerstahl, als Stanzwerkzeug wird ein handelsüblicher Meißel aus Werkzeugstahl verwendet.

Eine möglichst homogene Vermischung der Ausgangswerkstoffe erweist sich aufgrund der nun zwar verminderten, aber immer noch vorherrschenden, unterschiedlichen Cu- und Ni-Geometrien als schwierig. Daher werden die Nickelstücke, wie auch schon bei den bisher durchgeführten Versuchen, oberhalb der positionierten Cu shots angeordnet.

Aufgrund der verwendeten kleinen Nickelstücke nimmt das im Tiegel positionierte Ausgangsmaterial wesentlich mehr Volumen in Anspruch als eine vergleichbare Versuchsanordnung mit einem einzelnen Ni shot. Dadurch erscheint die Tiegelbohrung optisch wesentlich besser gefüllt, außerdem berühren die Ausgangswerkstoffe oftmals die Mantelfläche der Tiegelbohrung, was bei den bisher durchgeführten Versuchen nicht der Fall gewesen ist.

Es wird bereits vorab vermutet, dass die ersten Aufschmelzprozesse betreffend der Vereinigung der Ausgangswerkstoffe zu einer Einheit sehr stark zu allen bisher beobachteten Verhalten abweichen werden. Als hauptsächliche Gründe können die wesentlich veränderte Geometrie, die dadurch verursachten sehr unterschiedlichen Kontaktflächen innerhalb des positionierten Ausgangsmaterials und die in Bezug auf die Tiegelbohrung relativ kleine Amplitude genannt werden. Nichtsdestotrotz werden unabhängig des gezeigten Prozessverhaltens und der erhaltenen Probengeometrie im Zuge dieser Untersuchung stets dieselben Parameter angewendet.

Die nachfolgend dargestellte Bildfolge zeigt Fotos des Ausgangszustandes und des Zustandes nach verschiedenen Aufschmelzversuchen.

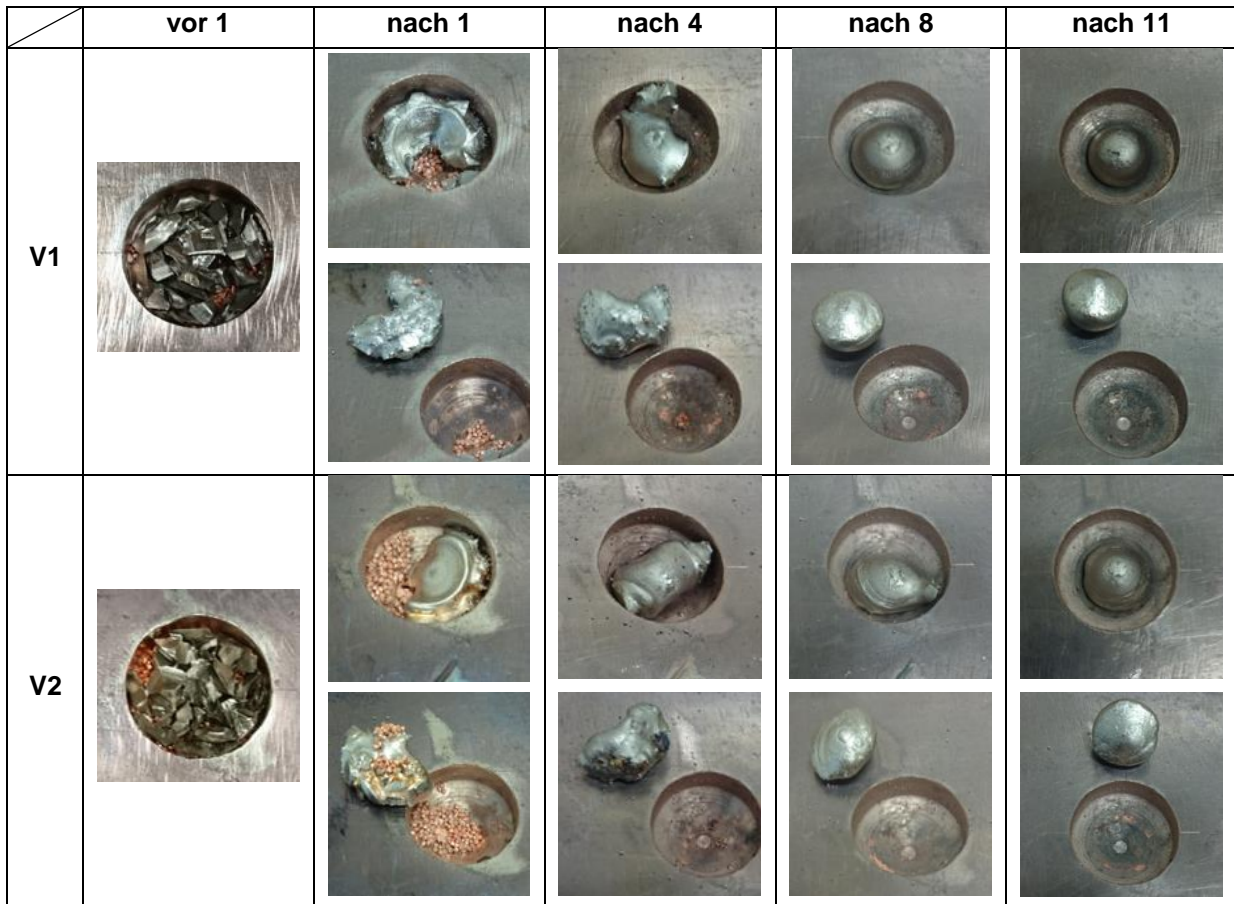


Abbildung 72: Fotografien der Proben V1&V2_TR5_20.03. im Ausgangszustand und nach den Aufschmelzyklen 1, 4, 8, und 11

Es ist erkennbar, dass trotz eines möglichst gleichen Ausgangszustandes und Anwendung derselben EB-Parameter sehr unterschiedliche Probengeometrien resultieren. Den Proben gemein ist jedoch die Tendenz zur Änderung in eine kugelförmige Geometrie, die je nach gut oder schlecht ablaufender Vereinigung der Ausgangswerkstoffe früher oder später einsetzt. Eine Anpassung der EB-Parameter für den ersten Aufschmelzversuch erscheint für zukünftige Versuche sinnvoll.

Eine Bildabfolge, in der die Tendenz zur Ausformung einer kugelförmigen Geometrie beobachtet werden kann, ist in Abbildung 73 dargestellt.

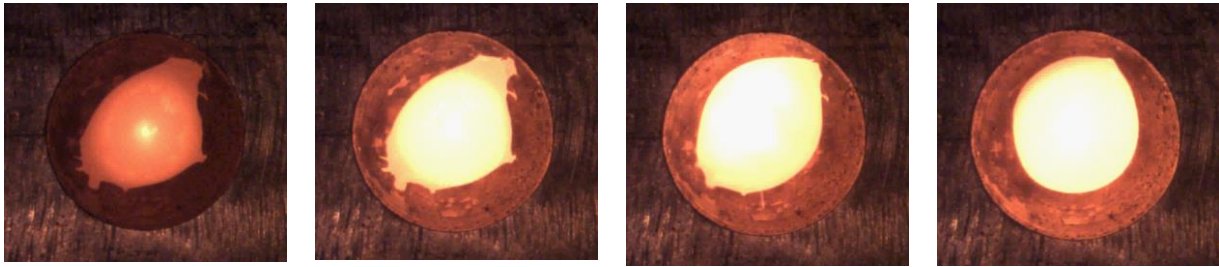


Abbildung 73: Bildfolge des siebten Aufschmelzversuchs von Probe V1_TR5_20.03., $m_{Ni}=4,24g$, $m_{Cu}=1,71g$, Spirale10000, $A=12mm$, $f=500Hz$, $I_B=2,6mA$, $U_B=120kV$, $t_B=50s$, ohne Nachwärmung

Bei einer asymmetrischen Probenform wird eine sehr ungleichmäßige Temperaturverteilung innerhalb der Probe erreicht (dies kann anhand der Beobachtung unterschiedlicher Prozessverhalten abgeleitet werden), wodurch Werkstückbereiche, die vom Elektronenstrahl erreicht werden, eine wesentlich höhere Temperatur aufweisen. Die sich einstellende Kontaktfläche der Probe zum Tiegel scheint ein großer Einflussfaktor auf den sich einstellenden Prozessablauf und die sich ausbildende Probengeometrie zu haben.

Bei den durchgeführten Versuchen ist vereinzelt leichte Spritzerbildung zu beobachten. Eine starke Spritzerbildung, die zu einem explosionsartigem Verspritzen des Werkstoffs führt, tritt nicht auf.

Durchgeführte Untersuchungen der hergestellten Proben zeigen zwar nicht idente, aber sehr ähnliche Ergebnisse (siehe 6.1.4). Bei V1 wird lediglich ein kleiner Ni-Bereich detektiert, bei V2 ist der Anteil an Ni etwas größer. Dies könnte darin begründet sein, dass V2 wesentlich länger eine asymmetrische Form im Zuge der wiederholten Aufschmelzzyklen aufweist, wodurch erst später das gesamte Probenmaterial ausreichend gleichmäßig erwärmt wird.

Trotz der im Vergleich zu Vorversuchen schlechter ablaufende Vereinigung der Ausgangswerkstoffe, sowie Anwendung einer ähnlichen beziehungsweise geringeren Anzahl von Aufschmelzzyklen, konnten gute Ergebnisse erzielt werden. In der Probe enthaltene, große Poren, wie sie bei bisherigen Versuchen sehr oft aufgetreten sind, werden hier nicht gefunden.

Weitere Informationen betreffend dieser durchgeführten Versuche sind in Anhang C (Seite 124) unter der Probenbezeichnung V1&V2_TR5_20.03. angeführt.

5.1.6 Erkenntnisse aus CuNi-Aufschmelzversuche

Zusammenfassend aus den durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuche können folgende Aussagen getroffen werden:

- eine vollständige Vereinigung der Ausgangswerkstoffe zu einer Einheit herrscht bei Einsatz der Cu-Ausgangswerkstoffe und einem Ni shot nach dem zweiten erfolgten Aufschmelzvorgang vor, wobei dieser Vorgang reproduzierbar erscheint
- bezüglich einer vollständigen Vereinigung der Ausgangswerkstoffe zu einer Einheit bei Einsatz der Cu-Ausgangswerkstoffe und kleinen Nickelstücken ist zur Verbesserung und Reproduzierbarkeit des Prozesses eine Optimierung der anfänglichen EB-Parameter empfehlenswert
- eine asymmetrische Probenform führt zu einer ungleichmäßigen Kontaktfläche zwischen Probe und Tiegel, wodurch die Wärmeleitung und infolgedessen auch die Energieumsetzung in der Probe beeinflusst wird
- die Anwendung mehrfacher Aufschmelzzyklen und homogenerer Ausgangswerkstoffe scheinen sich positiv auf das Prozessverhalten und -ergebnis auszuwirken
- eine gleichmäßige Wärmeeinbringung bei limitierter Leistungseinbringung ermöglicht geringe Verdampfungsverluste
- Aufbau und Geometrie der Ausgangswerkstoffe scheinen einen sehr großen Einfluss auf das Prozessverhalten aufzuweisen
- konkrete Auswirkungen von Änderungen einzelner EB-Parameter auf das Prozessverhalten- und -ergebnis sind nicht vollständig reproduzierbar
- eine gute Durchmischung der Ausgangswerkstoffe ist auch durch Anwendung einer sehr gleichmäßigen Wärmeeinbringung (Spirale10000, 500Hz) möglich, wodurch ein Umrührprozess oder Ähnliches nicht unbedingt erforderlich erscheint (möglicherweise begünstigt ein solcher aber die Legierungsbildung in einem optimierten Aufschmelzprozess)
- trotz der vielen vorhandenen Einflussparameter (Ausgangswerkstoffe, EB-Parameter etc.) und Schwierigkeiten hinsichtlich der Reproduzierbarkeit konnte die Machbarkeit der Herstellung von CuNi-Kleinstproben mit teils guten Ergebnissen hinsichtlich Homogenität und Reinheit nachgewiesen werden

5.1.7 Ablaufplan

Um einen ersten Schritt in Richtung einer systematischen Parameteruntersuchung (DoE) zu unternehmen, ist in diesem Kapitel ein Ablaufplan enthalten, anhand dessen der Herstellungsprozess der Proben V1_TR5_20.03. und V2_TR5_20.03. Schritt für Schritt nachvollzogen werden kann (als Erweiterung zu der in Kapitel 5.1.5.4 beschriebenen Versuchsdurchführung).

Des Weiteren stellt dieser Ablaufplan eine potentielle Methode zur Herstellung zukünftiger CuNi-Kleinstproben aus den zur Verfügung gestellten Ausgangswerkstoffen mittels der Elektronenstrahltechnologie dar.

Nachfolgende Abbildung zeigt einen Überblick betreffend dem Inhalt des Ablaufplans, welcher die Prozessschritte *Parameter festlegen*, *Proben-* und *EBW-Vorbereitung*, *Versuchsdurchführung* und *Auswertung* beinhaltet.

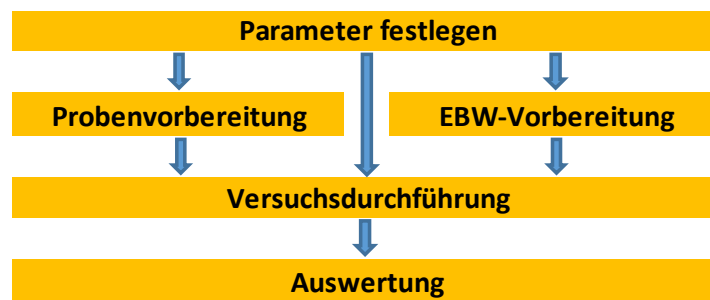


Abbildung 74: Ablaufplan (Überblick)

Im ersten Schritt sind die anzuwendenden Parameter (Ausgangswerkstoffe, EB-Parameter) zu definieren. Diese werden in weiterer Folge in den Aufschmelzversuchen (*Versuchsdurchführung*) angewendet, des Weiteren werden sie für die Durchführung der Prozessschritte *Proben-* und *EBW-Vorbereitung* benötigt.

Die einzelnen Prozessschritte sind in Abbildung 75 und Abbildung 76 näher beschrieben.

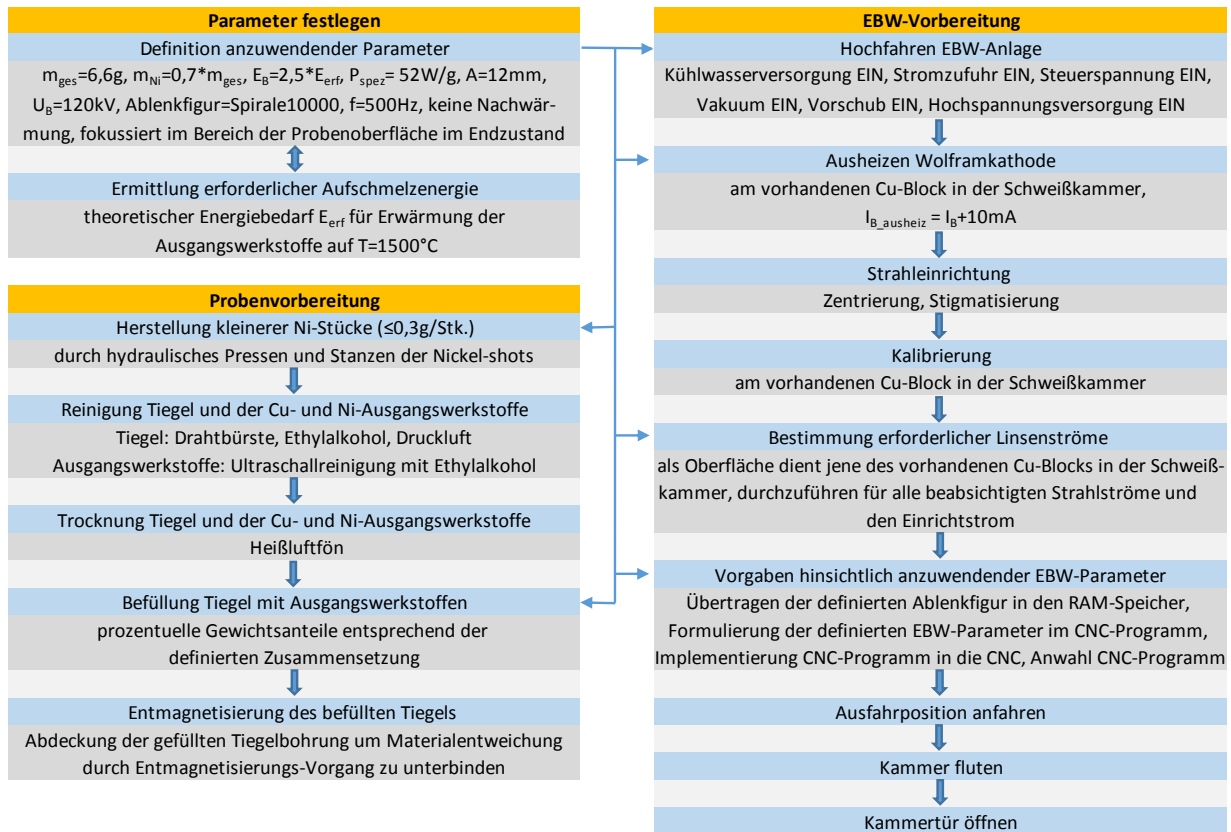


Abbildung 75: Ablaufplan-Prozessschritte *Parameter festlegen*, *Proben-* und *EBW-Vorbereitung*

Sind die in Abbildung 75 dargestellten Abläufe erfolgt, kann der Prozessschritt *Versuchsdurchführung* angewendet werden, gefolgt von der *Auswertung* der Proben (siehe Abbildung 76).

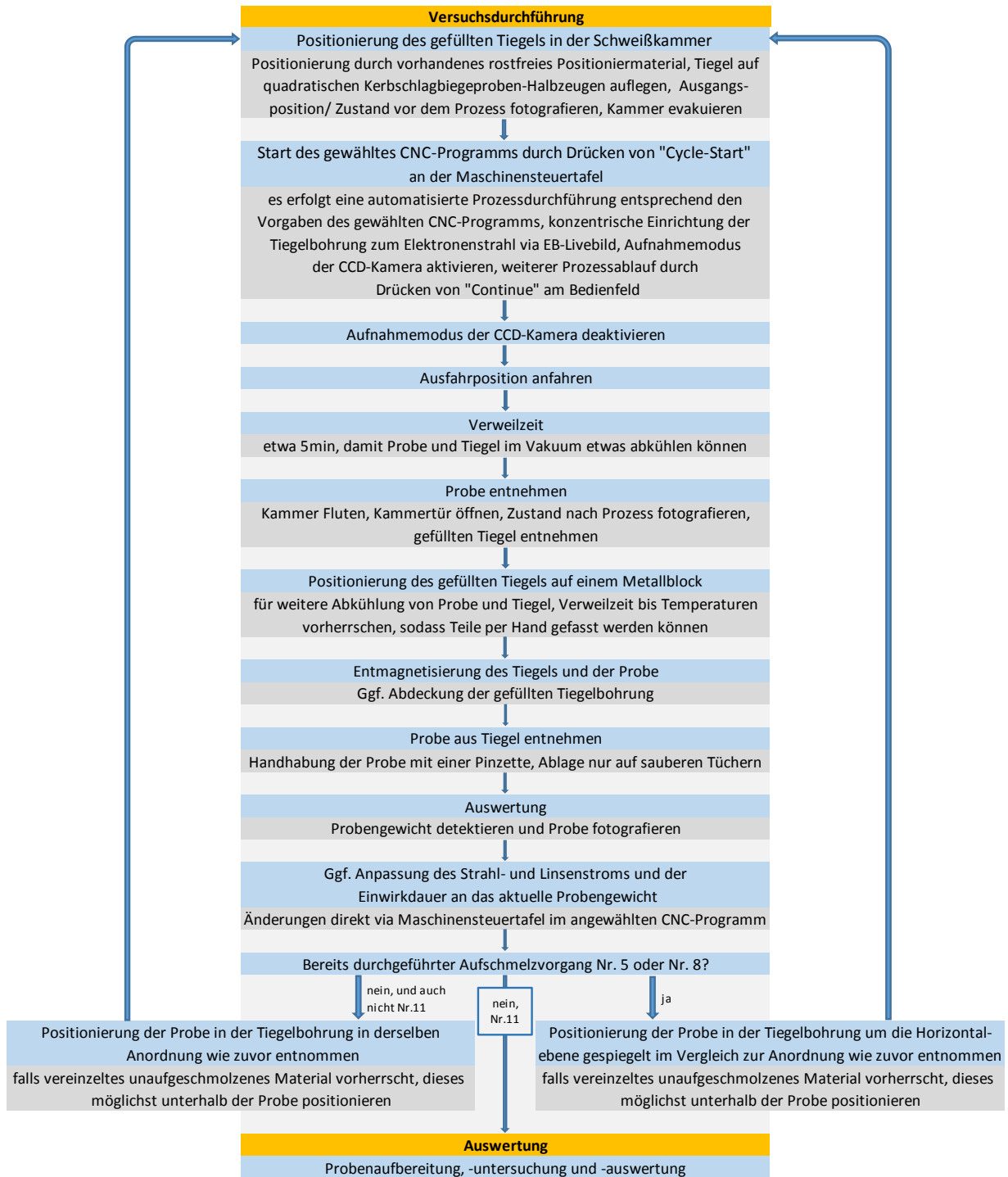


Abbildung 76: Ablaufplan-Prozessschritte Versuchsdurchführung und Auswertung

6. Ergebnisse und Auswertung hergestellter Legierungen

In diesem Kapitel werden Ergebnisse aus durchgeführten CuNi-Aufschmelzversuchen erläutert. Die Ausführungen betreffend der angewendeten Untersuchungsmethoden werden in diesem Kapitel kurz gehalten, es werden lediglich die einzelnen Untersuchungsmethoden aufgezählt und deren Zweck erläutert. Zusätzliche Informationen können einschlägiger Fachliteratur entnommen werden.

Alle hergestellten Proben werden vertikal möglichst mittig zersägt und anschließend eingebettet. Zur weiteren Untersuchung durchlaufen die eingebetteten Probenstücke eine in der Metallografie übliche Probenvorbereitung durch Schleifen, Polieren und gegebenenfalls Ätzen (verwendete Ätzmittel NiM1¹⁶⁵ und Nim1¹⁶⁶).

Zur ersten Beurteilung der Güte der hergestellten Proben hinsichtlich der vorherrschenden Phasen, möglichen Seigerungen, Lunkern und Einschlüssen, werden die aufbereiteten Probenstücke makroskopisch untersucht (MAKRO).

Zur mikroskopischen Untersuchung der hergestellten Proben wird das Lichtmikroskop (LIMI) und das Rasterelektronenmikroskop (REM) verwendet. Das REM eignet sich beispielsweise zur Bestimmung der Materialzusammensetzung (EDX), außerdem können Topographiekontraste (SE) und Materialkontraste (BSE) untersucht werden.

Des Weiteren werden Härtemessungen durchgeführt (HÄRTE), als Härteprüfverfahren wird die Härteprüfung nach Vickers angewendet.

Verwendete Prüfgeräte FELMI:

REM	Zeiss Gemini DSM982
EDX	Noran Voyager

Verwendete Prüf- und Aufnahmegeräte IWS:

REM	Zeiss Leo 1450VP
EDX	Bruker Quantax 400
LIMI	Zeiss AXIO Observer.Z1m mit AxioCam MRc5
MAKRO	Nikon D90 mit AF-S MICRO NIKKOR 105mm 1:2,8G ED
HÄRTE	emcoTEST M1C 010

¹⁶⁵ Petzow, G., Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen, 2006, S. 148

¹⁶⁶ Ebda, S. 149

6.1.1 Anfängliche CuNi-Aufschmelzversuche

In Abbildung 77 sind makroskopische Aufnahmen gezeigt. Man kann mehrere unterschiedliche Bereiche erkennen, wodurch die hergestellten Proben eine recht bescheidene Homogenität aufweisen. Des Weiteren sind im Inneren der Probe V1_TR6_02.01. makroskopische Poren erkennbar.

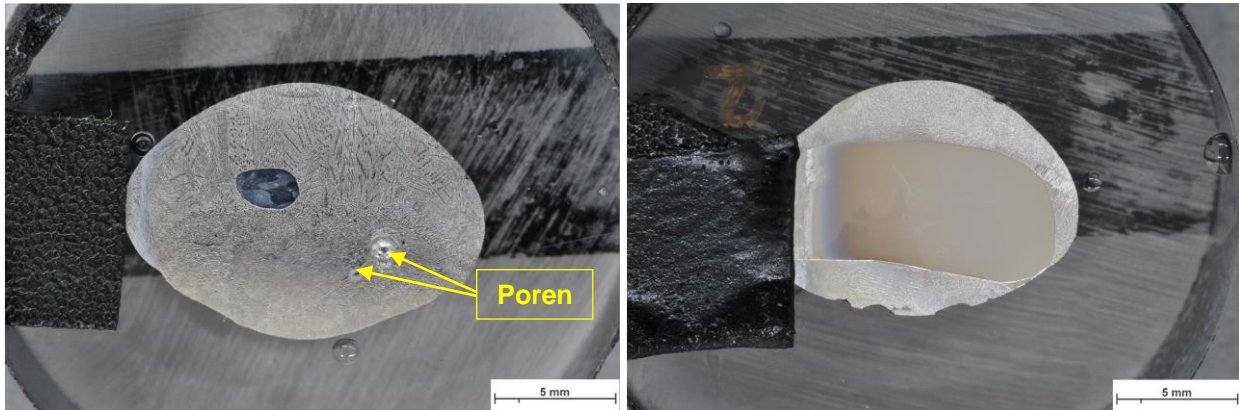


Abbildung 77: Makroskopische Aufnahmen der Proben V1_TR6_02.01. (links) und V2_TR4_05.01. (rechts), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 20s

Untersuchungen der Probe mittels EDX zeigen, dass die unterschiedlichen Bereiche verschiedene Phasen darstellen. Der erkennbare, bläuliche Bereich in Probe V1_TR6_02.01. und der glänzende Mittenbereich in Probe V2_TR4_05.01. bestehen aus 100%Ni.

Weitere Untersuchungen gewählter, kleiner Bereiche (_30 bis _33) zeigen, dass der Rest der Probe aus CuNi-Mischkristallen unterschiedlicher Zusammensetzung besteht. Die Lage dieser erwähnten Bereiche auf der Schnittfläche der Probe sind in Abbildung 78 ersichtlich. Ebenso ist eine Gefügaufnahme von Bereich _32 dargestellt, worauf einzelne CuNi-Körner und vereinzelte Mikro-Poren erkennbar sind.

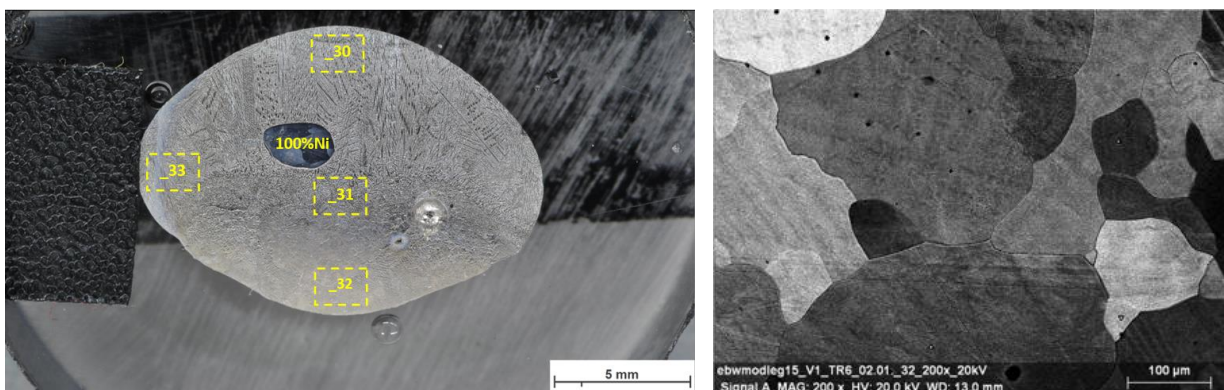


Abbildung 78: Makroskopische Aufnahme der Probe V1_TR6_02.01. mit eingezeichneten untersuchten Bereichen (links) und Darstellung des Bereichs _32 (rechts), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 20s

Eine qualitative EDX-Übersichtsanalyse betreffend dem Bereich _32 wird in Abbildung 79 gezeigt, die quantitative Auswertung dieses Bereichs sowie die Auswertungen der übrigen untersuchten Bereiche sind in Tabelle 15 angeführt.

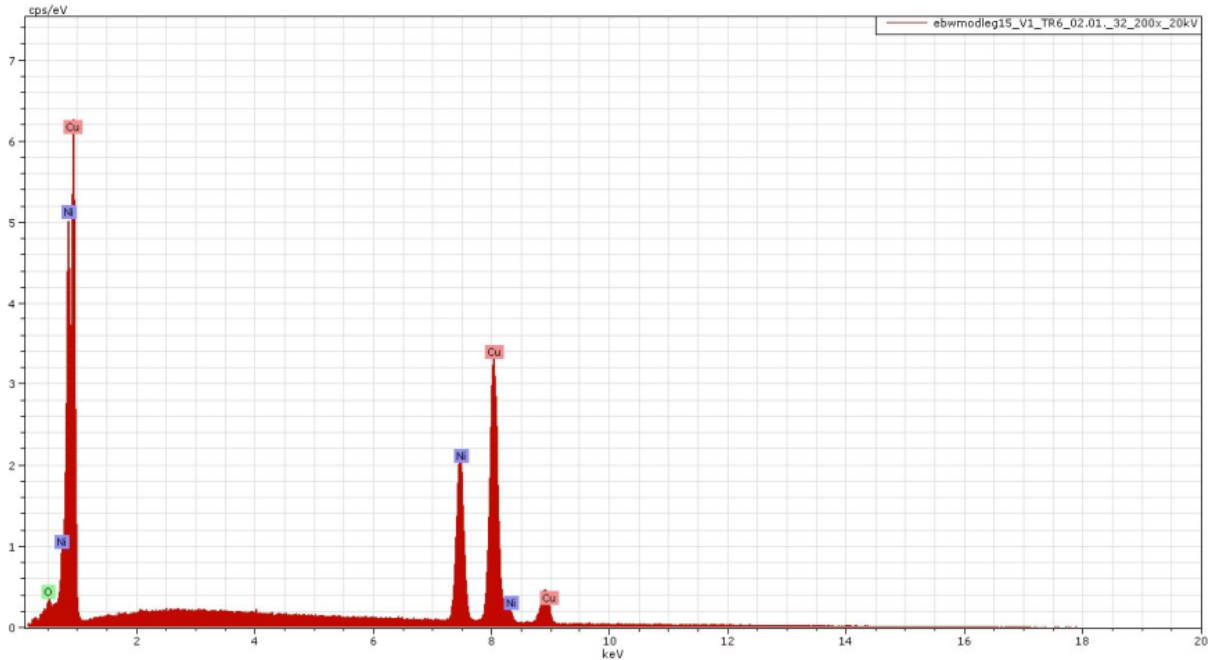


Abbildung 79: EDX-Übersichtsanalyse von Bereich _32

Der in Abbildung 79 erkennbare, sehr geringe Sauerstoffgehalt muss nicht zwingenderweise Bestandteil des Probenwerkstoffs sein, sondern kann ebenso infolge der Probenvorbereitung im Oberflächenbereich vorherrschen (vergleichbare Ausschläge werden auch bei anderen Untersuchungsbereichen detektiert).

Tabelle 15: Auswertungen untersuchter Bereiche von Probe V1_TR6_02.01.

Bereich	Gew. % Ni	Gew. % Cu
_30	48	52
_31	50	50
_32	31	69
_33	51	49
nominell (Ausgangsmaterial)	49	51

Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung der Probe V1_TR6_02.01. ohne vorhergehende Ätzung sind in Abbildung 80 gezeigt. Es sind eine Aufnahme und die dazugehörige EDX-Übersichtsanalyse eines Bereichs in unmittelbarer Umgebung der großen Makro-Pore ersichtlich. Eine Quantifizierung zur EDX-Übersichtsanalyse in Abbildung 80 ergibt in etwa 53 Gew.% Ni und 47% Gew.

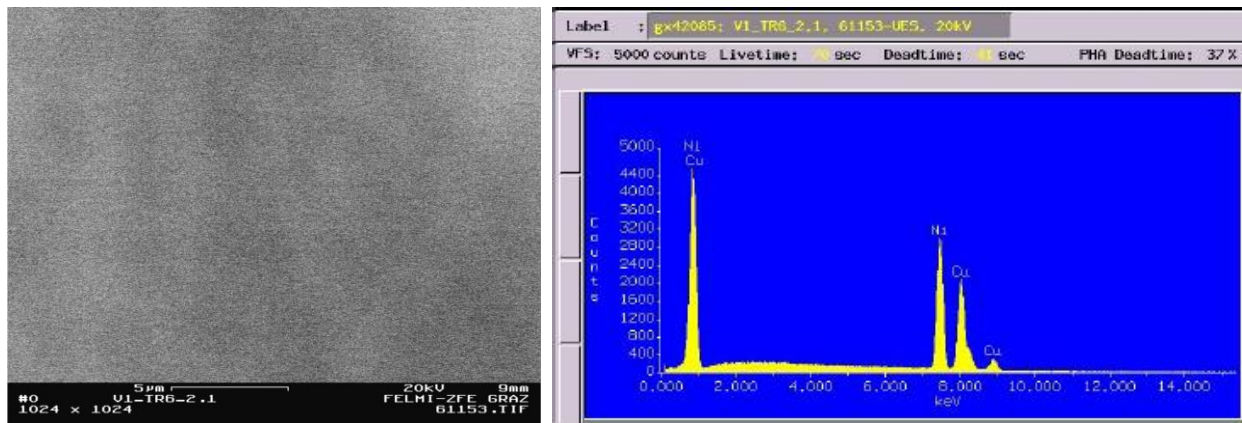


Abbildung 80: BSE-Aufnahme eines Bereichs in unmittelbarer Umgebung der großen Makro-Pore von Probe V1_TR6_02.01. (ungeätzt) mit eingezeichneten Unterbereichen (links) und EDX-Übersichtsanalyse des gezeigten Aufnahmebereichs (rechts)

Anhand der Ergebnisse der Probe V2_TR4_05.01. kann abgeleitet werden, dass ein gut ablaufender Prozess im Zuge der Herstellung und ein durchaus vielversprechendes, äußerliches Aussehen der Probe nicht stellvertretend für gute Ergebnisse sein müssen. Aufgrund des sehr großen vorhandenen Nickelbereichs scheint die Probe unvollständig aufgeschmolzen zu sein, sodass nicht das gesamte Probenmaterial flüssig war. Eine andere Möglichkeit wäre, dass das Cu- und Ni-Probenmaterial zwar den flüssigen Zustand erreicht hat, jedoch zu wenig Zeit für eine ausreichende Durchmischung zur Verfügung stand.

Ergebnisse der Probe V1_TR6_02.01. zeigen eine über größere Bereiche innerhalb der Probe gleichmäßige CuNi-Mischkristallbildung. Dabei scheint auch in sehr kleinen Bereichen eine gute CuNi-Vermischung vorzuherrschen (siehe Abbildung 80). Der wesentlich kleinere Anteil an reinen Nickelbereichen im Vergleich zu Probe V2_TR4_05.01. könnte infolge der wesentlich höheren Anzahl an Aufschmelzzyklen vorherrschen.

Eine Kontaminierung der hergestellten Proben durch den Tiegel konnte in keinem der untersuchten Bereiche der Proben festgestellt werden.

6.1.2 Anwendung mehrmaliger Aufschmelzzyklen

Makroskopische Aufnahmen der hergestellten Proben sind in Abbildung 81 dargestellt. Es ist erkennbar, dass durch Anwendung mehrfacher Aufschmelzzyklen die Herstellung von CuNi-Proben ohne vorherrschende Ni-Bereiche möglich ist. Bei Probe V2_TR6_15.01. sind einige große Makro-Poren erkennbar, eine gute Homogenität scheint vor allem bei V1_TR6_15.01. vorzuherrschen.

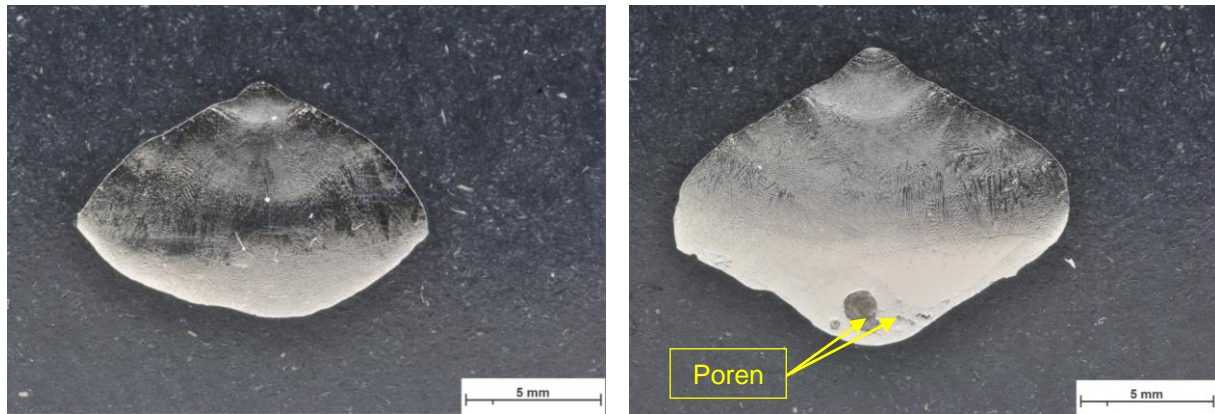


Abbildung 81: Makroskopische Aufnahmen der Proben V1_TR6_15.01. (links) und V2_TR6_15.01. (rechts), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 20s

Durchgeführte Untersuchungen gewählter, kleiner Bereiche (_30 bis _34) der Probe V1_TR6_15.01. zeigen, dass diese aus CuNi-Mischkristallen mit sehr ähnlicher Zusammensetzung bestehen. Die Lage dieser erwähnten Bereiche der Probe sind in Abbildung 82 ersichtlich, des Weiteren ist eine Gefüeaufnahme von Bereich _32 dargestellt.

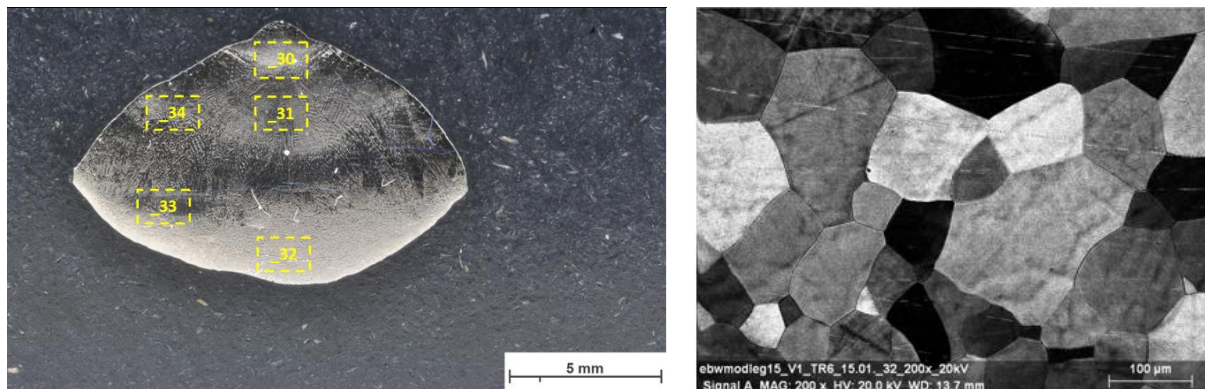


Abbildung 82: Makroskopische Aufnahme der Probe V1_TR6_15.01. mit eingezeichneten untersuchten Bereichen (links) und Darstellung des Bereichs _32 (rechts), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 20s

Tabelle 16: Auswertungen untersuchter Bereiche von Probe V1_TR6_15.01.

Bereich	Gew. % Ni	Gew. % Cu
_30	78	22
_31	80	20
_32	76	24
_33	79	21
_34	80	20
nominell (Ausgangsmaterial)	70	30

Die hohe Anzahl der angewendeten Aufschmelzzyklen begünstigt zwar anscheinend die Legierungsbildung, jedoch verursacht diese auch eine wesentliche Abweichung der Materialzusammensetzung vom Ausgangszustand von 70 Gew. % Ni und 30 Gew. % Cu. Dieser Umstand ist durch die stärkere Verdampfungsneigung von Cu im Vergleich zu Ni aufgrund des höheren Sättigungsdampfdruckes und den vielen wiederholenden Aufschmelzungen erklärbar. Der auftretende Gewichtsverlust infolge der insgesamt 17 Aufschmelzzyklen beträgt bei Probe V1_TR6_15.01., bezogen auf das Ausgangsgewicht, 24,8%.

In Abbildung 83 sind BSE-Gefügaufnahmen der Probe V1_TR6_15.01. gezeigt, es ist erkennbar, dass innerhalb der Probe die Körner teils sehr unterschiedliche Größen aufweisen und auch unterschiedlich orientiert sind. Aufgrund dessen kann schlussgefolgert werden, dass beim Abkühlvorgang innerhalb der Probe sehr unterschiedliche Unterkühlungswerte und eine ungleichmäßige Wärmeabführung in verschiedene Richtungen vorherrschen.

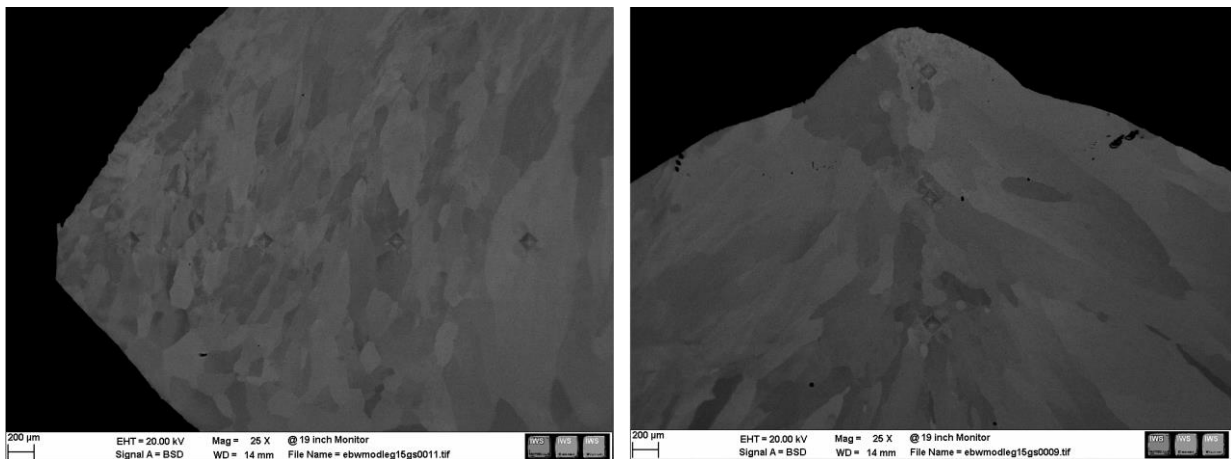


Abbildung 83: BSE Aufnahmen der Probe V1_TR6_15.01. vom linken Bereich (links) und oberen Bereich (rechts), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 5s

Eine Härtemessung ist in Abbildung 84 dargestellt. Bei allen durchgeführten Härtemessungen wird jeweils eine horizontale und eine vertikale Härtereihe gemessen, der Abstand zwischen den einzelnen Härtepunkten beträgt 1mm, als Einwirkdauer werden 20s vorgegeben.

Anhand von Härtemessungen können ebenso Rückschlüsse betreffend der Werkstoffzusammensetzung gezogen werden (siehe auch Abbildung 90, Seite 106).

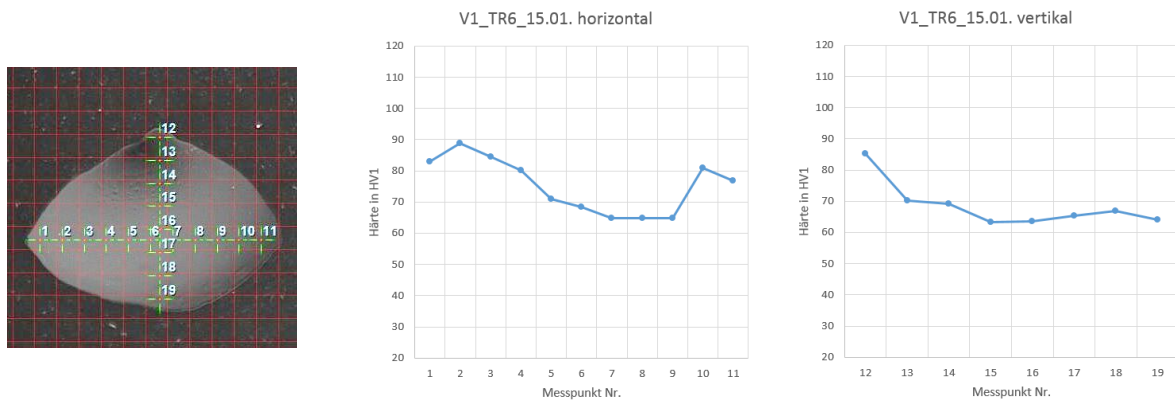


Abbildung 84: Härtewerte Probe V1_TR6_15.01.

Mögliche Kontaminierungserscheinungen der Probe durch den Tiegel konnten im Zuge der Untersuchungen nicht festgestellt werden.

6.1.3 Aufschmelzversuche mit vorgeschmolzenem Ni-Ausgangsmaterial

In Abbildung 85 sind makroskopische Aufnahmen der hergestellten Proben mit vorgeschmolzenem Ni-Ausgangsmaterial dargestellt.

Es sind unterschiedliche Bereiche erkennbar, alle Proben weisen eine sehr unterschiedliche Anordnung dieser Bereiche auf. Allen Proben gemein ist eine schlechte Homogenität, des Weiteren sind bei drei der vier gezeigten makroskopischen Aufnahmen eine Vielzahl von Makro-Poren ersichtlich.

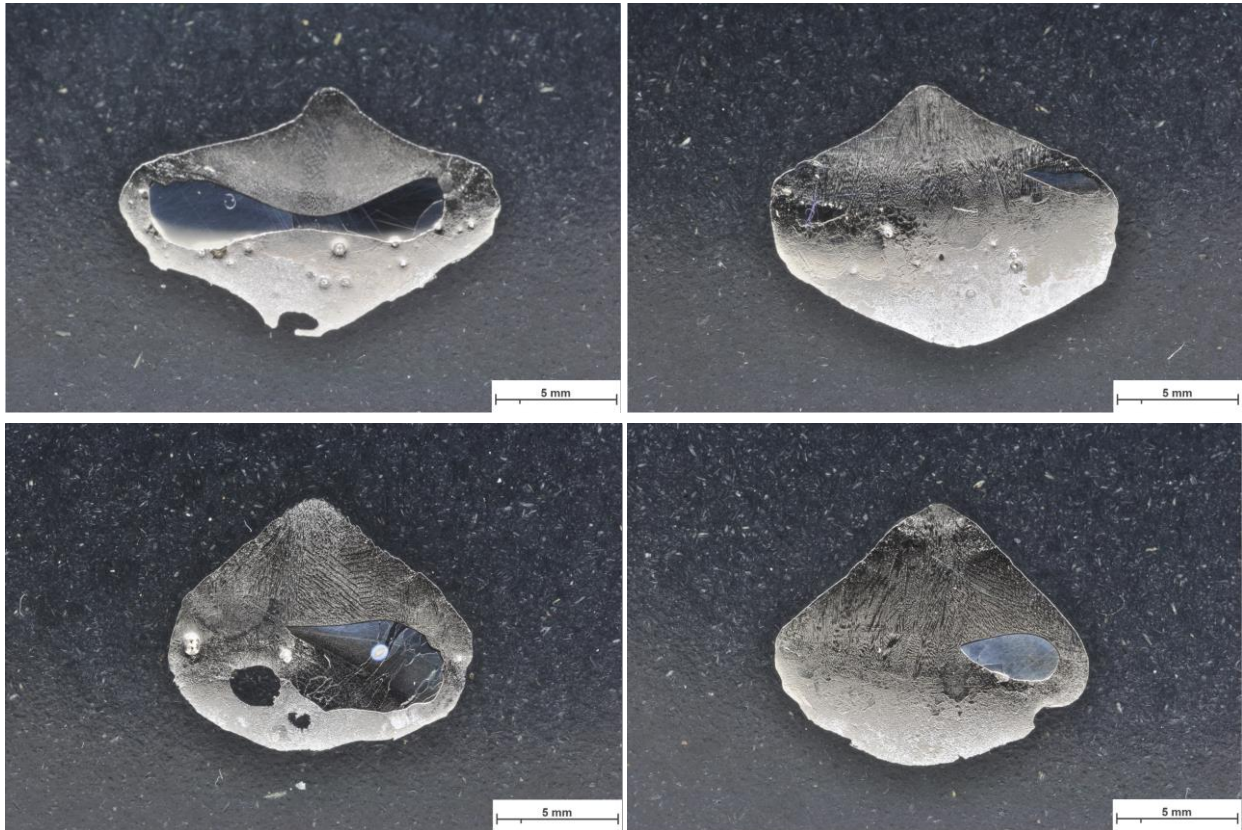


Abbildung 85: Makroskopische Aufnahmen der Proben V1_TR5_23.01. (links oben), V2_TR5_23.01. (rechts oben), V3_TR3_23.01. (links unten) und V4_TR3_23.01. (rechts unten), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 20s

Eine elektronenmikroskopische Untersuchung der Probe V4_TR3_23.01. bestätigte die Vermutung, dass die blau erscheinenden Bereiche eine Materialzusammensetzung von 100%Ni aufweisen, die übrigen Bereiche widerspiegeln unterschiedliche Zusammensetzungen von CuNi-Mischkristallen.

Eine Kontaminierung durch den Tiegelwerkstoff konnte auch im Zuge dieser Untersuchungen nicht festgestellt werden, aufgrund der eindeutig vorhandenen, schlechten Homogenität dieser Proben wird nicht auf weitere Untersuchungen eingegangen.

6.1.4 Aufschmelzversuche mit verändertem Nickel-Ausgangsmaterial

Makroskopische Aufnahmen der hergestellten Proben sind in Abbildung 86 dargestellt. Es ist erkennbar, dass bei Probe V1_TR5_20.03. ein sehr kleiner Bereich vom übrigen Werkstoffaussehen abweicht. Bei Probe V2_TR5_20.03. sind zwei solcher abweichender Bereiche zu erkennen, zudem sind diese etwas größer. Abgesehen von den erwähnten, abweichenden Bereichen scheinen die übrigen Probenbereiche eine gute Homogenität aufzuweisen, makroskopische Poren können keine festgestellt werden.

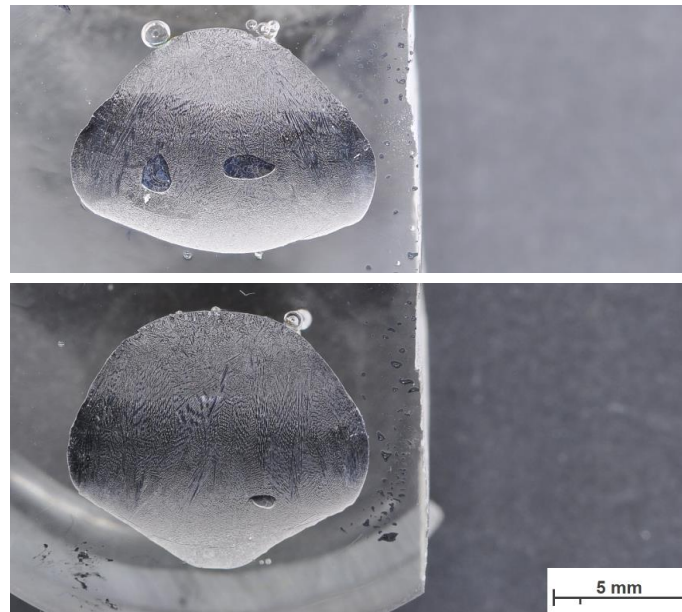


Abbildung 86: Makroskopische Aufnahmen der Proben V2_TR5_20.03. (oben) und V1_TR5_20.03. (unten), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 5s

Im Zuge elektronenmikroskopischer Untersuchungen werden vier Bereiche innerhalb der Probe V1_TR5_20.03. ausgewertet, die Lage dieser Bereiche 1 bis 4 sind in Abbildung 87 dargestellt. Des Weiteren ist eine Gefügaufnahme des Bereiches 1 ersichtlich, in welcher Mikro-Poren detektiert werden können (kleine schwarze Punkte).

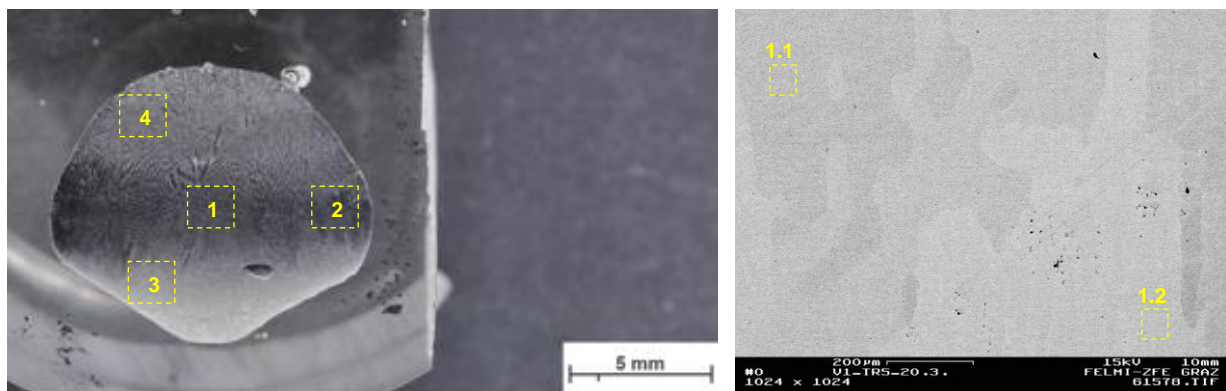


Abbildung 87: Makroskopische Aufnahme der Probe V1_TR5_20.03. (geätzt) mit eingezeichneten untersuchten Bereichen (links) und BSE-Aufnahme des ersten Bereiches in ungeätztem Zustand (rechts)

Des Weiteren werden die in Abbildung 87 rechts ersichtlichen Bereiche (1.1 und 1.2) unterschiedlicher Helligkeit näher untersucht. BSE-Aufnahmen dienen grundsätzlich zur Untersuchung des Materialkontrastes, eine höhere Kernladungszahl verursacht mehr Helligkeit.

Tabelle 17: Auswertungen untersuchter Bereiche von Probe V1_TR5_20.03.

Bereich	Gew. % Ni	Gew. % Cu
1	76	24
2	75	25
3	76	24
4	75	25
1.1	76	24
1.2	74	26
nominell (Ausgangsmaterial)	70	30

Die quantitativen Auswertungen der durchgeführten EDX-Flächenscans zeigen eine ausgesprochen gleichmäßige Materialzusammensetzung innerhalb der hergestellten Probe V1_TR5_20.03. Weitere durchgeführte Untersuchungen mit größer gewählten Bereichen (Vergrößerung 25x und 60x) zeigen sehr ähnliche Ergebnisse. Eine Veränderung der Materialzusammensetzung infolge der wiederholten Aufschmelzzyklen ist auch hier zu beobachten, jedoch findet diese im Vergleich zur Probe V1_TR6_15.01. in einem wesentlich geringeren Ausmaß statt. Eine Kontaminierung der Probe durch den Tiegel kann in keinem der untersuchten Bereiche festgestellt werden.

Die Auswertung des eingangs erwähnten, kleinen abweichenden Bereichs im rechten unteren Viertel der Probe V1_TR5_20.03. ergab nahezu 100% Ni. Nachfolgende Abbildung zeigt ein Mapping eines Bereichs der Probe V1_TR5_20.03., der den vorhandenen Ni-Bereich beinhaltet. Detektierte Cu-Atome werden darin in blauer Farbe dargestellt, Ni-Atome in roter Farbe.

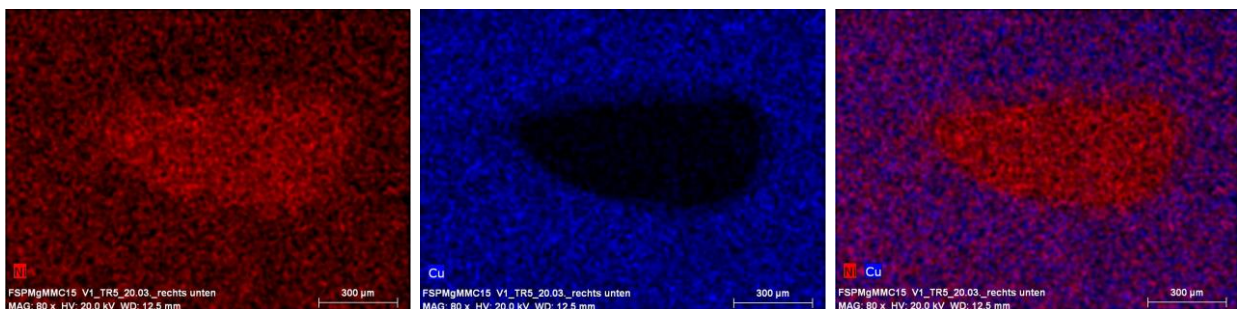


Abbildung 88: Verschiedene Mapping-Aufnahmen eines Bereichs der Probe V1_TR5_20.03. (geätzt), der den in der Probe vorhandenen Ni-Bereich beinhaltet

In Abbildung 88 ist der Bereich mit nahezu 100%-Nickel gut erkennbar, des Weiteren scheinen die umliegenden Bereiche sehr homogene CuNi-Mischkristalle aufzuweisen.

In Abbildung 89 sind BSE-Gefügebildungen der Probe V1_TR5_20.03. gezeigt, es ist erkennbar, dass auch innerhalb dieser Probe die Körner teils sehr unterschiedliche Größen aufweisen und auch unterschiedlich orientiert sind. Des Weiteren sind am oberen Ende der Probe schwarze Bereiche erkennbar, welche vermutlich Heißrisse darstellen dürften.

Jedenfalls scheint die verwendete Temperaturführung (vor allem die Nachwärmung) einen großen Einfluss auf die resultierende Gefügestruktur zu haben.

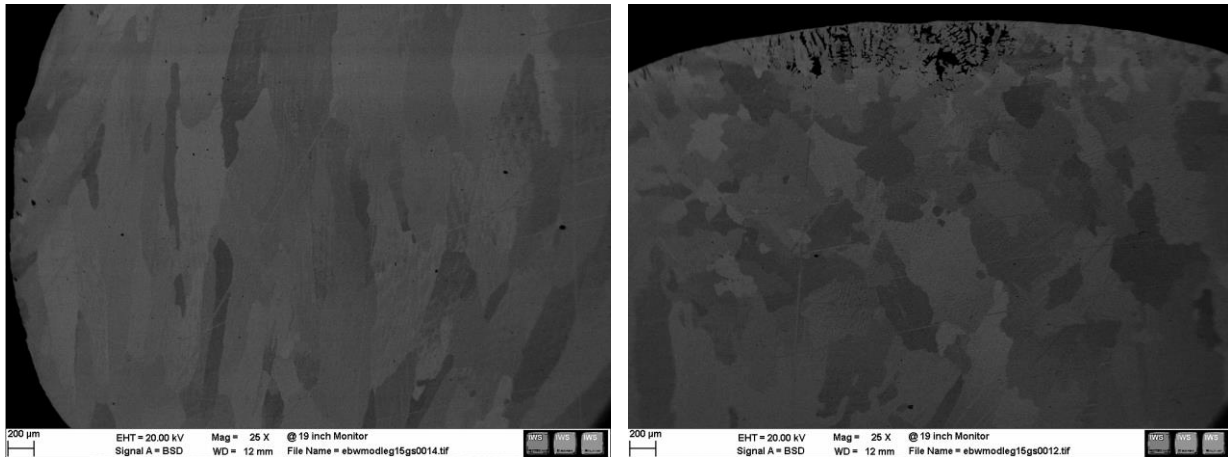


Abbildung 89: BSE Aufnahmen der Probe V1_TR5_20.03. vom linken Bereich (links) und oberen Bereich (rechts), geätzt mit Nim1, Einwirkdauer 5s

Durchgeführte elektronenmikroskopische Untersuchungen der Probe V2_TR5_20.03. zeigen sehr ähnliche Ergebnisse.

Nachfolgend sind die Auswertungen der Härtemessungen der Proben angeführt. In der horizontalen Härtereihe der Probe ist gut erkennbar, dass der Härtewert in vorhandenen Ni-Bereichen (Messpunkte 4, 7 und 8) deutlich niedriger ist als im Bereich der CuNi-Mischkristalle (infolge Mischkristallverfestigung).

Weitere einzelne Härtepunkte, die gezielt in Ni-Bereiche gesetzt werden, weisen Härtewerte in der Größenordnung 50HV1 auf.

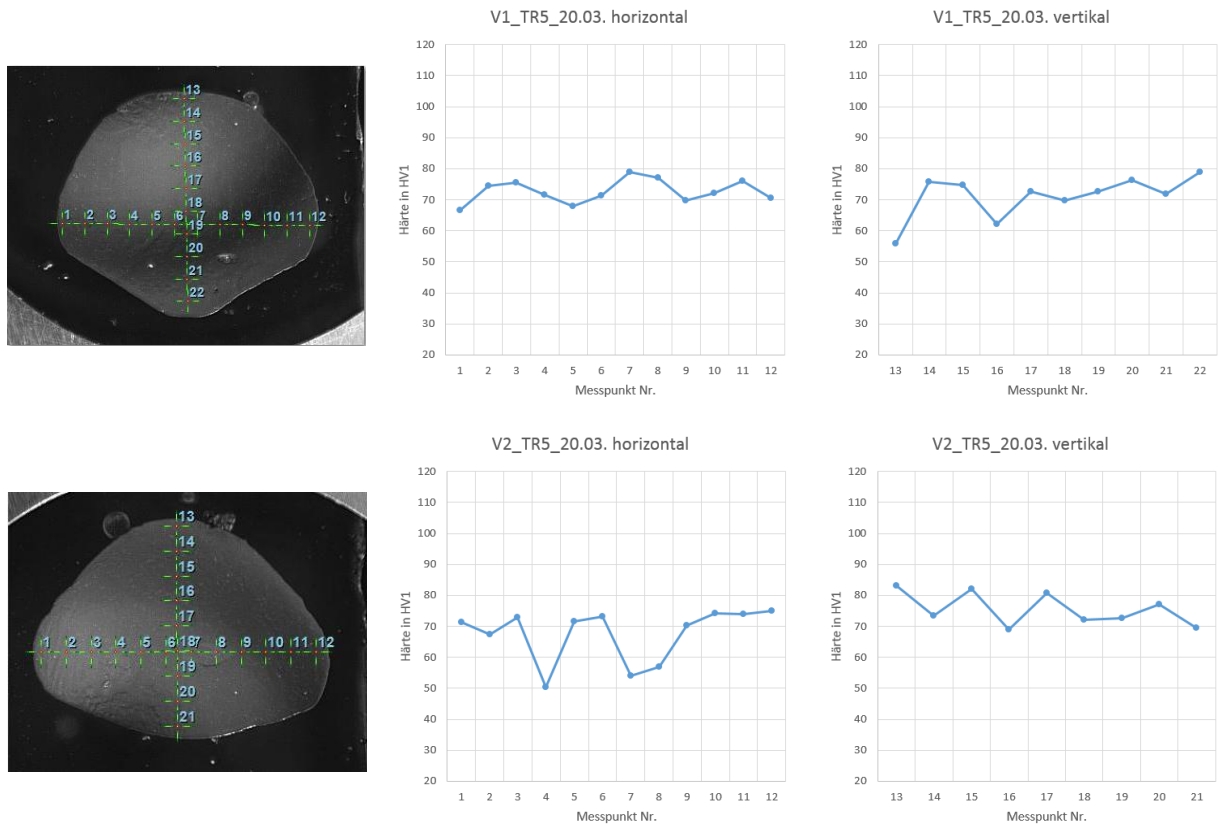


Abbildung 90: Härtewerte Probe V1_TR5_20.03. (oben) und Probe V2_TR5_20.03. (unten)

Bis auf wenige unzufriedenstellende Sachverhalte wie das Vorhandensein kleiner Ni-Bereiche und dem Auftreten möglicher Heißrisse im obersten Bereich der Proben, zeigen die in diesem Kapitel beschriebenen Proben die besten Ergebnisse aller hergestellten Proben.

Durch Abhilfemaßnahmen wie beispielsweise einer Optimierung der Vereinigung der Ausgangswerkstoffe im ersten Aufschmelzschritt oder einer weiteren Anhebung der Anzahl der Aufschmelzzyklen könnte der Umstand betreffend der vorherrschenden Ni-Bereiche eliminiert werden (außerdem würde die Reproduzierbarkeit dadurch auch verbessert werden). Betreffend der möglichen Heißrisse scheint die Anwendung eines geeigneten Nachwärmprozesses vielversprechend.

7. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Ziel dieser Arbeit war es, Kleinproben einer CuNi-Legierung durch Anwendung des Elektronenstrahlprozesses herzustellen. Als Ausgangswerkstoffe wurden Cu- und Ni-shots unterschiedlicher Geometrien mit einer Reinheit größer 99,5% von FELMI zur Verfügung gestellt, der Prozess selbst konnte an der Elektronenstrahlschweißanlage des IWS realisiert werden.

Da keine detaillierten Informationen betreffend der geplanten Anwendung in der Literatur gefunden werden konnten, wurden zusätzlich zu Aufschmelzversuchen mit dem Ziel einer Legierungsherstellung auch Versuche an den Reinwerkstoffen durchgeführt. Dabei wird der Prozessablauf anhand von empirischen Untersuchungen erforscht, um ein für die Herstellung der erforderlichen Proben passendes Parameterfenster zu finden.

Im Zuge dessen fanden grundlegende Untersuchungen an der EBW-Anlage betreffend den CNC-Steuerungsmöglichkeiten, einer möglichen Temperaturmessung durch Thermoelemente und diverse Evakuierungs- und Flutungsversuche statt. Des Weiteren wurden neue Ablenksfiguren mit dem Hauptziel einer möglichst gleichmäßigen Wärmeeinbringung erstellt und getestet, welche für nachfolgende Aufschmelzversuche zum Einsatz gekommen sind.

Die für eine Aufschmelzung von Werkstoffen notwendigen Schmelztiegel wurden nach erfolgter Festlegung konkreter Erfordernisse und darauffolgender Werkstoffwahl möglichst einfach konstruiert und hergestellt.

Gestellte Herausforderungen wie beispielsweise die Legierungsherstellung aus Elementen mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften, die Produktion eines möglichst homogenen Werkstoffs oder die Erschmelzung der Werkstoffe ohne die Gefäßwand des Tiegels aufzuschmelzen, konnten im Zuge dieser Arbeit gemeistert werden. Im Zuge durchgeführter Aufschmelzversuche wurden die EB-Parameter variiert, um mögliche Änderungen auf das Prozessverhalten und das –ergebnis ableiten zu können, des Weiteren wurden einzelne Prozessschritte wie Umrühren oder Nachwärmen realisiert. Durch die Vielzahl vorhandener Parameter (Ausgangswerkstoffe, EB-Parameter) und Schwierigkeiten betreffend der Reproduzierbarkeit konnten jedoch keine detaillierten Zusammenhänge gefunden werden. Aufgrund des scheinbar großen Einflusses der Ausgangswerkstoffe wurden diese in weiteren Versuchen vorab aufgeschmolzen beziehungsweise in eine andere Form gebracht. Deren starke Einflusswirkung konnte anhand durchgeführter Untersuchungen bestätigt werden.

Zur Beurteilung der hergestellten Proben wurden makroskopische, elektronenmikroskopische Untersuchungen und Härtemessungen durchgeführt.

Die Machbarkeit der Herstellung von CuNi-Kleinstproben durch Einwirkung eines Elektronenstrahls auf die vorhandenen Reinwerkstoffe konnte mit teils guten Ergebnissen hinsichtlich Reinheit und Homogenität nachgewiesen werden.

Infolge der durchgeführten Experimente können folgende Erkenntnisse abgeleitet werden:

- eine gleichmäßige, limitierte Wärmeeinbringung vermindert auftretende Verdampfungserscheinungen
- bei Herstellung von CuNi-Kleinstproben konnte auch bei Anwendung wiederholter Aufschmelzzyklen keine Kontaminierung der Probe durch den Tiegelwerkstoff festgestellt werden
- eine gute Vermischung der Ausgangsmaterialien kann auch bei gleichmäßiger Wärmeeinbringung erzielt werden (ein Umrührprozess scheint nicht zwingend erforderlich, jedoch könnte ein solcher die Legierungsbildung in einem optimierten Aufschmelzprozess positiv beeinflussen)
- homogenere Ausgangsmaterialien begünstigen ein stabileres Prozessverhalten und fördern die Legierungsbildung

Eine Legierungsherstellung aus den zur Verfügung gestellten Cu- und Ni-Ausgangswerkstoffen mit einem Elektronenstrahl in evakuierter Umgebung, scheint sehr viele Herausforderungen mit sich zu bringen. Zu den erwähnten Ausgangsparametern (Zustand der Ausgangswerkstoffe und anzuwendende EB-Parameter) kommen noch weitere hinzu. Beispielsweise hat die Ausbildung der Probengeometrie wesentliche Auswirkungen auf die Wärmeleitung zwischen Probe und Tiegel, wodurch auch die Energieumsetzung innerhalb der Probe stark beeinflusst wird. Die ständige Änderung der Werkstoffzusammensetzung und -verteilung im Zuge von aufeinanderfolgenden Aufschmelzzyklen beeinflusst das Prozessverhalten aufgrund der daraus resultierenden, sehr abweichenden physikalischen Eigenschaften unterschiedlicher Probenbereiche, ebenso.

Um das Gesamt-Prozessverhalten zukünftig besser verstehen zu können ist es erforderlich, genauere Erkenntnisse betreffend einzelner, vorhandener Herausforderungen, wie vorab erwähnt, zu generieren.

8. Ausblick

- **Systematische Untersuchung operativer Parameter (DoE)**

Die Machbarkeit der Herstellung von CuNi-Proben konnte anhand der durchgeführten Aufschmelzversuche erbracht werden, die Vielzahl an vorhandenen Einflussparametern und Schwierigkeiten bezüglich der Reproduzierbarkeit machen zukünftig eine systematische Untersuchung der operativen Parameter erforderlich.

- **Einsatz geeigneter Simulationssoftware**

Für ein besseres Prozessverständnis ist der Einsatz von geeigneter Simulationssoftware vorstellbar, beispielsweise zur Abschätzung der stattfindenden Legierungsbildung innerhalb der Probe, den Auswirkungen infolge unterschiedlicher Kontaktflächen zwischen Probe und Tiegel oder der Temperaturverteilung innerhalb der Probe.

- **Zukünftige Probenherstellung und –untersuchung**

Vielversprechende Ergebnisse können vor allem von zukünftig hergestellten Proben mit optimierten Ausgangswerkstoffen erwartet werden, weiterführende Untersuchungen hergestellter Proben via Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM) wären ebenso vorstellbar.

9. Abbildungsverzeichnis

ABBILDUNG 1: ERSTE ELEKTRONENSTRAHLSCHWEIßMASCHINE ZUM TIEFSCHWEIßEN (1958), $U_A=55kV$, $I_B=20mA$	3
ABBILDUNG 2: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DES AUSTRETENS FREIER ELEKTRONEN NACH ERWÄRMUNG EINES METALLS (LINKS) UND WIRKENDE COULOMB-KRAFT F AUF EIN ELEKTRON e^- IN EINEM ELEKTRISCHEN FELD E (RECHTS)	4
ABBILDUNG 3: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER BESCHLEUNIGUNG THERMISCH EMITTIERTER ELEKTRONEN IM DIODENSYSTEM	5
ABBILDUNG 4: STRAHLQUELLE MIT TRIODENSYSTEM IM QUERSCHNITT (LINKS) UND SCHEMATISCHER POTENTIALVERLAUF VON KATHODE ZU ANODE (RECHTS)	6
ABBILDUNG 5: WIRKENDE LORENTZ-KRAFT F AUF EIN ELEKTRON e^- IN EINEM MAGNETISCHEN FELD B (LINKS) UND SPULENANORDNUNG ZUR ABLENKUNG EINES ELEKTRONENSTRAHLS QUER ZUR STRAHLRICHTUNG (RECHTS)	7
ABBILDUNG 6: SPULENANORDNUNG ZUR STRAHLFORMUNG (LINKS) UND SCHEMATISCHE DARSTELLUNG EINER ELEKTROMAGNETISCHEN LINSE ZUM FOKUSSIEREN DES ELEKTRONENSTRAHLS (RECHTS)	8
ABBILDUNG 7: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG EINES ELEKTRONENSTRAHLGENERATORS	9
ABBILDUNG 8: ABHÄNGIGKEIT DER ELEKTRONENGESCHWINDIGKEIT VON DER BESCHLEUNIGUNGSGESCHWINDIGKEIT (LINKS), BERECHNETE REICHWEITE DER ELEKTRONEN, DIE MIT $U_A=150kV$ AUF VERSCHIEDENE WERKSTOFFE TREFFEN UND ETWA 99% IHRER KINETISCHEN ENERGIE ABGEGEBEN HABEN(RECHTS)	10
ABBILDUNG 9: REFLEXIONSVORGÄNGE BEIM AUFTREFFEN DES ELEKTRONENSTRAHLS AUF DIE WERKSTÜCKOBERFLÄCHE	11
ABBILDUNG 10: PRINZIP DES ELEKTRONENSTRAHLSCHMELZEN	14
ABBILDUNG 11: LEISTUNGSBILANZ BEIM ELEKTRONENSTRAHLSCHMELZEN	15
ABBILDUNG 12: LEISTUNGSVERLUSTE DURCH WÄRMESTRAHLUNG UND DURCH DEN WÄRMESTROM DES DAMPFES IN DER UMGEBUNG DER CHARAKTERISTISCHEN TEMPERATUR T_{VS} VON $1cm^2$ FLÄCHE	16
ABBILDUNG 13: PRINZIP DER ELEKTRONENSTRAHLVERDAMPFUNG.....	20
ABBILDUNG 14: SÄTTIGUNGSDAMPFDROCK p_s VERSCHIEDENER METALLE	21
ABBILDUNG 15: FLÄCHENBEZOGENE VERDAMPFUNGSRATE A_{v1} EINIGER ELEMENTE VON 400 BIS 4000K	22
ABBILDUNG 16: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DES KNOPFPROBENSCHMELZEN	23
ABBILDUNG 17: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER TRENNUNG DER EINSCHLÜSSE DURCH GERICHTETE ERSTARRUNG UND FLOTATION (LINKE ZWEI BILDER) UND MAKROSKOPISCHE AUFNAHMEN EINES SCHMELZKNOPFES EINER NIBAS-LEGIERUNG MIT ETWA 0,7KG (RECHTE ZWEI BILDER).....	24
ABBILDUNG 18: TA-KNOPFPROBEN NACH ZWEI- (LINKS), VIER- (MITTIG) UND SECHS UMSCHMELZUNGEN (RECHTS).....	25
ABBILDUNG 19: AUSGANGSSITUATION VOR EB-AUFSCHMELZUNG VON SI-GRANULAT (LINKS) UND AUSSEHEN DER HERGESTELLTEN PROBENOBERVERSEITE UND -UNTERSEITE (RECHTE ZWEI BILDER).....	26
ABBILDUNG 20: AUSGANGSSITUATION (A) UND ENDPRODUKT (B) BEI EBCM EINES SILZIUMBLOCKS	27
ABBILDUNG 21: UNTERSCHIEDLICHEN ABLENKFIGUREN UND STELLVERTRETEND EINIGE DARAUS RESULTIERENDE UNTERSCHIEDE	27
ABBILDUNG 22: HOCHGESCHWINDIGKEITS-AUFNAHMEN DES FEHLERBILDES PULVERVERBLASEN	29
ABBILDUNG 23: GESAMTANSICHT DER EBW-ANLAGE DES IWS	31
ABBILDUNG 24: BLICK IN DIE GEÖFFNETE ARBEITSKAMMER DER EBW-ANLAGE DES IWS.....	31
ABBILDUNG 25: EINFLUSS VON BEIMENGENGEN AUF DIE LEITFÄHIGKEIT VON KUPFER	32
ABBILDUNG 26: ZUSTANDSSCHAUBILD $Cu-Cu_2O$ NACH HEYN (LINKS) UND GEFÜGE VON KUPFER MIT $Cu-Cu_2O$ -EUTEKTIKUM AN DEN KORNGRENZEN (RECHTS)	33
ABBILDUNG 27: EIGENSCHAFTEN VON NICKEL IN ABHÄNGIGKEIT DER TEMPERATUR.....	34
ABBILDUNG 28: ZUSTANDSDIAGRAMM $Ni-S$ (LINKS)	35
ABBILDUNG 29: LÖSLICHKEIT VON WASSERSTOFF IN Cu , Ni UND $CuNi30$ IN ABHÄNGIGKEIT DER TEMPERATUR	36
ABBILDUNG 30: VERLAUF DER SPEZIFISCHEN WÄRMESPEICHERKAPAZITÄT OHNE BEIHALTUNG DER SCHMELZWÄRME (LINKS) UND DES ELEKTRISCHEN WIDERSTANDS (RECHTS), JEWEILS ÜBER DIE TEMPERATUR	36

ABBILDUNG 31: VERLAUF DER VISKOSITÄT (LINKS) UND DER OBERFLÄCHENSpannung (RECHTS), JEWEILS ÜBER DIE TEMPERATUR ...	37
ABBILDUNG 32: MÖGLICHE ATOMANORDNUNGEN IN EINEM SUBSTITUTIONSMISCHKRYSTALL: A) STATISTISCH VERTEILT B) ÜBERSTRUKTUR (FERNORDNUNG) C) NAHORDNUNG D) EINPHASIGE ENTMISCHUNG (ZONENBILDUNG).....	38
ABBILDUNG 33: VERFESTIGUNGSWIRKUNG VERSCHIEDENER LEGIERUNGSATOME IN KUPFER	39
ABBILDUNG 34: EIGENSCHAFTSÄNDERUNGEN IM CU-NI-SYSTEM.....	39
ABBILDUNG 35: CU-NI PHASENGLEICHGEWICHTSDIAGRAMM NACH HANSEN	40
ABBILDUNG 36: MISCUNGSLÜCKE FÜR CUNI-MISCHKRYSTALLE	40
ABBILDUNG 37: MISCUNGSENTHALPIE FÜR FLÜSSIGE LEGIERUNGEN BEI 1753K.....	41
ABBILDUNG 38: GEFÜGE VON CU, CUNI-MISCHKRYSTALLEN UND VON NI: A) 100%CU, B) 65%CU+35%Ni, C) 35%CU+65%Ni, D) 100%Ni.....	42
ABBILDUNG 39: PHASENGLEICHGEWICHTSDIAGRAMM KUPFER-NICKEL	43
ABBILDUNG 40: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER MIKROSTRUKTURENTWICKLUNG WÄHREND DES ERSTARRUNGSPROZESSES EINER CU-NI-LEGIERUNG UNTER UNGLEICHGEWICHTSBEDINGUNGEN	45
ABBILDUNG 41: VOLUMENÄNDERUNG BEI ERWÄRMUNG VON KUPFER	47
ABBILDUNG 42: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG DER FREIEN ENERGIE IN ABHÄNGIGKEIT VON DER TEMPERATUR FÜR VERSCHIEDENE PHASEN.....	47
ABBILDUNG 43: THERMODYNAMISCHES POTENTIAL ALS FUNKTION DES KUGELRADIUS BEI HOMOGENER KEIMBILDUNG	49
ABBILDUNG 44: SCHEMATISCHE DARSTELLUNG VON HOMOGENER (A) UND HETEROGENER KEIMBILDUNG (B) IN EINER SCHMELZE....	50
ABBILDUNG 45: A) SCHEMATISCHE DARSTELLUNG GLOBULARER KÖRNER UND B) STENDELKRYSTALLE (LINKS) UND KUPFEROXIDENDRITEN IN KUPFERGRUNDMASSE, 100X (RECHTS)	51
ABBILDUNG 46: SCHEMATISCHE ÜBERSICHT DES ABLAUFES BEI ERSTARRUNGSVORGÄNGEN	51
ABBILDUNG 47: VERGLEICH VON SCHMELZTEMPERATUR UND THERMISCHER LEITFÄHIGKEIT DER ELEMENTE (ERSTELLT MIT CES EDUPACK 2014)	54
ABBILDUNG 48: SCHMELZTEMPERATUREN UND ELEKTRISCHE WIDERSTÄNDE VON METALLEN (ERSTELLT MIT CES EDUPACK 2014) ..	54
ABBILDUNG 49: VERWENDETE STAHLTIEGEL (LINKS OBEN) UND TZM-TIEGEL (LINKS UNTEN) NACH POSITIONIERUNG DER AUSGANGSWERKSTOFFE, UNGEBRAUCHTER TZM-TIEGEL (RECHTS)	55
ABBILDUNG 50: AUSGANGSWERKSTOFFE CU (LINKS) UND NI (RECHTS).....	57
ABBILDUNG 51: GEOMETRIE EINER WURZELSPIRALE	60
ABBILDUNG 52: ABLENKFIGUR SPIRALE10000 (LINKS), SPIRALE1000 (MITTIG) UND SPIRALE1000_UMRUEHR (RECHTS).....	61
ABBILDUNG 53: FIGUREN-„ABDRÜCKE“ ZWEIER ABLENKFIGUR-TESTS AUF AUSTENITISCHEM STAHLBLECH VON SPIRALE1000 (LINKS) UND SPIRALE1000_UMRUEHR (RECHTS), JEWEILS MIT DEN PARAMETERN $I_B=5\text{MA}$, $U_B=120\text{KV}$, $A=12\text{MM}$, $T_B=5\text{S}$, $F=50\text{HZ}$, FOKUSSIERT AUF DIE BLECHOBERFLÄCHE	61
ABBILDUNG 54: FIGUREN-„ABDRÜCKE“ AUF AUSTENITISCHEM STAHLBLECH VON ABLENKFIGUR SPIRALE10000 MIT DEN PARAMETERN $I_B=5\text{MA}$, $U_B=120\text{KV}$, $A=12\text{MM}$, $T_B=5\text{S}$, $F=1/10/50/100\text{HZ}$, FOKUSSIERT AUF DIE BLECHOBERFLÄCHE	62
ABBILDUNG 55: MESSAUFBAU (LINKS) UND MESSAUSWERTUNG (RECHTS) EINER TEMPERATURMESSUNG	64
ABBILDUNG 56: AUSGANGSZUSTAND UND ZUSTAND NACH EVAKUIERUNG (LINKS), ZUSTAND NACH FLUTUNG (RECHTS)	67
ABBILDUNG 57: BILDFOLGEN AUSGEWÄHLTER CU-AUFSCHMELZVERSUCHE (VERSUCHE JEWEILS VON LINKS NACH RECHTS DARGESTELLT, VERSUCHSNUMMERIERUNG VON OBEN NACH UNTEN 1-9)	72
ABBILDUNG 58: BILDFOLGEN AUSGEWÄHLTER NI-AUFSCHMELZVERSUCHE (VERSUCHE JEWEILS VON LINKS NACH RECHTS DARGESTELLT, VERSUCHSNUMMERIERUNG VON OBEN NACH UNTEN 1-5)	74
ABBILDUNG 59: FOTOGRAFIE EINER NICKELUMSCHMELZUNG – AUSGANGSPROBE (LINKS) UND ERHALTENE PROBEN NACH ERFOLGTEM UMSCHMELZVORGANG (RECHTS)	75
ABBILDUNG 60: BILDFOLGE VON EINEM DER ERSTEN DURCHFÜHRTEN CUNI-AUFSCHMELZVERSUCHE ($M_{Ni}=2,15\text{G}$, $M_{Cu}=0,65\text{G}$, KREIS, $A=5\text{MM}$, $F=10\text{HZ}$, $I_B=9,4\text{MA}$, $U_B=120\text{KV}$, $T_B=5\text{S}$, NI ZENTRAL ÜBER CU POSITIONIERT)	77

ABBILDUNG 61: BILDFOLGE DES ACHTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V1_TR6_02.01. MIT REALISIERTEM
 "UMRÜHRPROZESS", $M_{Ni} \sim 4,18G$, $M_{Cu} \sim 4,74G$, SPIRALE10000/SPIRALE1000, $A=12MM$, $F=500HZ/1HZ$, $I_B=4,3MA$,
 $U_B=120KV$, $T_B=25S/5S$, NACHWÄRMUNG 1,5MA ÜBER 10S 78

ABBILDUNG 62: BILDFOLGE DES ERSTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V2_TR4_05.01., $M_{Ni} \sim 5,23G$, $M_{Cu} \sim 1,89G$,
 SPIRALE10000, $A=10MM$, $F=500HZ$, $I_B=2,2MA$, $U_B=120KV$, $T_B=57S$, NACHWÄRMUNG 1,5MA ÜBER 10S UND 1MA ÜBER
 10S 79

ABBILDUNG 63: FOTOGRAFIEEN DER PROBE V2_TR4_05.01. IM AUSGANGSZUSTAND UND NACH JEDEM AUFSCHELMELZZYKLUS 79

ABBILDUNG 64: BILDFOLGE DES FÜNFTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V2_TR4_05.01., $M_{Ni} \sim 5,23G$, $M_{Cu} \sim 1,77G$,
 SPIRALE10000, $A=12MM$, $F=500HZ$, $I_B=3,4MA$, $U_B=120KV$, $T_B=46S$, NACHWÄRMUNG 1,5MA ÜBER 10S UND 1MA ÜBER
 10S 80

ABBILDUNG 65: BILDFOLGE DES ERSTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V1_TR6_15.01. , $M_{Ni} \sim 4,70G$, $M_{Cu} \sim 2,01G$,
 SPIRALE10000, $A=12MM$, $F=500HZ$, $I_B=2,9MA$, $U_B=120KV$, $T_B=46S$, NACHWÄRMUNG 1,5MA ÜBER 10S UND 1MA ÜBER
 10S 81

ABBILDUNG 66: BILDFOLGE DES ERSTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V2_TR6_15.01. , $M_{Ni} \sim 5,11G$, $M_{Cu} \sim 2,19G$,
 SPIRALE10000, $A=14MM$, $F=500HZ$, $I_B=3,2MA$, $U_B=120KV$, $T_B=46S$, NACHWÄRMUNG 1,5MA ÜBER 10S UND 1MA ÜBER
 10S 81

ABBILDUNG 67: FOTOGRAFIEEN DER PROBEN V1&V2_TR6_15.01. NACH DEN AUFSCHELMELZZYKLEN 1, 6, 12, 15 UND 17 82

ABBILDUNG 68: BILDFOLGE DES 16.AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V1_TR6_15.01. MIT ERKENNBARER SPRITZERBILDUNG,
 $M_{Ni} \sim 3,87G$, $M_{Cu} \sim 1,13G$, SPIRALE10000, $A=11MM$, $F=500HZ$, $I_B=2,3MA$, $U_B=120KV$, $T_B=50S$, NACHWÄRMUNG 1,5MA
 ÜBER 10S UND 1MA ÜBER 10S 83

ABBILDUNG 69: BILDFOLGE DES SECHSTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V1_TR5_23.01. MIT ERKENNBAREM ENTGASUNGEN
 IM ZUGE DES NACHWÄRMPROZESSES, $M_{Ni} \sim 4,52G$, $M_{Cu} \sim 1,90G$, SPIRALE10000, $A=13MM$, $F=500HZ$, $I_B=3,1MA$,
 $U_B=120KV$, $T_B=45S$, NACHWÄRMUNG 2MA ÜBER 20S/1,5MA ÜBER 15S/ 1MA ÜBER 10S..... 85

ABBILDUNG 70: MAKROSKOPISCHE AUFNAHMEN ZERTEILTER NICKEL SHOTS IM AUSGANGSZUSTAND (GEÄTZT MIT NIM1,
 EINWIRKDAUER 25MIN) 87

ABBILDUNG 71: CU SHOTS UND DIE DURCH HYDRAULISCHES PRESSEN UND STANZEN VERÄNDERTEN NICKEL SHOTS 88

ABBILDUNG 72: FOTOGRAFIEEN DER PROBEN V1&V2_TR5_20.03. IM AUSGANGSZUSTAND UND NACH DEN AUFSCHELMELZZYKLEN 1,
 4, 8, UND 11 89

ABBILDUNG 73: BILDFOLGE DES SIEBTEN AUFSCHELMELZVERSUCHS VON PROBE V1_TR5_20.03., $M_{Ni} \sim 4,24G$, $M_{Cu} \sim 1,71G$,
 SPIRALE10000, $A=12MM$, $F=500HZ$, $I_B=2,6MA$, $U_B=120KV$, $T_B=50S$, OHNE NACHWÄRMUNG..... 90

ABBILDUNG 74: ABLAUFPLAN (ÜBERBLICK) 92

ABBILDUNG 75: ABLAUFPLAN-PROZESSSCHRIFFE *PARAMETER FESTLEGEN, PROBEN- UND EBW-VORBEREITUNG* 93

ABBILDUNG 76: ABLAUFPLAN-PROZESSSCHRIFFE *VERSUCHSDURCHFÜHRUNG UND AUSWERTUNG*..... 94

ABBILDUNG 77: MAKROSKOPISCHE AUFNAHMEN DER PROBEN V1_TR6_02.01. (LINKS) UND V2_TR4_05.01. (RECHTS), GEÄTZT
 MIT NIM1, EINWIRKDAUER 20S..... 96

ABBILDUNG 78: MAKROSKOPISCHE AUFNAHME DER PROBE V1_TR6_02.01. MIT EINGEZEICHNETEN UNTERSUCHTEN BEREICHEN
 (LINKS) UND DARSTELLUNG DES BEREICHS _32 (RECHTS), GEÄTZT MIT NIM1, EINWIRKDAUER 20S..... 96

ABBILDUNG 79: EDX-ÜBERSICHTSANALYSE VON BEREICH _32 97

ABBILDUNG 80: BSE-AUFNAHME EINES BEREICHS IN UNMITTELBARER UMGEBUNG DER GROßEN MAKRO-PORE VON PROBE
 V1_TR6_02.01. (UNGEÄTZT) MIT EINGEZEICHNETEN UNTERBEREICHEN (LINKS) UND EDX-ÜBERSICHTSANALYSE DES
 GEZEIGTEN AUFNAHMEBEREICHS (RECHTS) 98

ABBILDUNG 81: MAKROSKOPISCHE AUFNAHMEN DER PROBEN V1_TR6_15.01. (LINKS) UND V2_TR6_15.01. (RECHTS), GEÄTZT
 MIT NIM1, EINWIRKDAUER 20S..... 99

ABBILDUNG 82: MAKROSKOPISCHE AUFNAHME DER PROBE V1_TR6_15.01. MIT EINGEZEICHNETEN UNTERSUCHTEN BEREICHEN
 (LINKS) UND DARSTELLUNG DES BEREICHS _32 (RECHTS), GEÄTZT MIT NIM1, EINWIRKDAUER 20S..... 99

ABBILDUNG 83: BSE AUFNAHMEN DER PROBE V1_TR6_15.01. VOM LINKEN BEREICH (LINKS) UND OBEREN BEREICH (RECHTS), GEÄTZT MIT NIM1, EINWIRKDAUER 5s	100
ABBILDUNG 84: HÄRTEWERTE PROBE V1_TR6_15.01.	101
ABBILDUNG 85: MAKROSKOPISCHE AUFNAHMEN DER PROBEN V1_TR5_23.01. (LINKS OBEN), V2_TR5_23.01. (RECHTS OBEN), V3_TR3_23.01. (LINKS UNTEN) UND V4_TR3_23.01. (RECHTS UNTEN), GEÄTZT MIT NIM1, EINWIRKDAUER 20s.....	102
ABBILDUNG 86: MAKROSKOPISCHE AUFNAHMEN DER PROBEN V2_TR5_20.03. (OBEN) UND V1_TR5_20.03. (UNTEN), GEÄTZT MIT NIM1, EINWIRKDAUER 5s	103
ABBILDUNG 87: MAKROSKOPISCHE AUFNAHME DER PROBE V1_TR5_20.03. (GEÄTZT) MIT EINGEZEICHNETEN UNTERSUCHTEN BEREICHEN (LINKS) UND BSE-AUFNAHME DES ERSTEN BEREICHES IN UNGEÄTZTEM ZUSTAND (RECHTS)	103
ABBILDUNG 88: VERSCHIEDENE MAPPING-AUFNAHMEN EINES BEREICHES DER PROBE V1_TR5_20.03. (GEÄTZT), DER DEN IN DER PROBE VORHANDENEN Ni-BEREICH BEINHÄLTET	104
ABBILDUNG 89: BSE AUFNAHMEN DER PROBE V1_TR5_20.03. VOM LINKEN BEREICH (LINKS) UND OBEREN BEREICH (RECHTS), GEÄTZT MIT NIM1, EINWIRKDAUER 5s	105
ABBILDUNG 90: HÄRTEWERTE PROBE V1_TR5_20.03. (OBEN) UND PROBE V2_TR5_20.03. (UNTEN)	106

10. Tabellenverzeichnis

TABELLE 1: ÄNDERUNG DER ANTEILE WICHTIGER LEGIERUNGS- UND BEGLEITELEMENTE BEIM UMSCHMELZEN VON STÄHLEN IN ELEKTRONENSTRAHLÖFEN, BEZOGEN AUF DEN AUSGANGSWERT 14

TABELLE 2: SCHMELZTEMPERATUR T_S UND CHARAKTERISTISCHE TEMPERATUR T_{V5} EINIGER ELEMENTE 17

TABELLE 3: SPEZIFISCHE AUFSCHMELZLEISTUNG $(P_{11}+P_{22})/Q$ UND THERMISCHER WIRKUNGSGRAD H_T FÜR VERSCHIEDENE WERKSTOFFE 17

TABELLE 4: TECHNISCHE ECKDATEN DER EBW-ANLAGE DES IWS 30

TABELLE 5: AUSGEWÄHLTE EIGENSCHAFTEN VON CU UND NI IM VERGLEICH 37

TABELLE 6: DETAILLIERTE ANGABEN ZU DEN AUSGANGSWERKSTOFFEN 57

TABELLE 7: ÜBERSICHT EB-PARAMETER 58

TABELLE 8: ERGEBNISSE EVAKUIERUNGS- UND FLUTUNGSVERSUCH 1 66

TABELLE 9: ERGEBNISSE EVAKUIERUNGS- UND FLUTUNGSVERSUCH 2 66

TABELLE 10: ERGEBNISSE EVAKUIERUNGS- UND FLUTUNGSVERSUCH 3 66

TABELLE 11: BERECHNETE WERTE HINSICHTLICH ENERGIEBEDARF BEI WERKSTOFFERWÄRMUNG 69

TABELLE 12: EB-PARAMETER AUSGEWÄHLTER CU-AUFSCHMELZVERSUCHE 71

TABELLE 13: EB-PARAMETER AUSGEWÄHLTER NI-AUFSCHMELZVERSUCHE 75

TABELLE 14: ANGEWENDETE VERSUCHSPARAMETER FÜR AUFSCHMELZVERSUCHE MIT VERÄNDERTEM NI-AUSGANGSMATERIAL 86

TABELLE 15: AUSWERTUNGEN UNTERSUCHTER BEREICHE VON PROBE V1_TR6_02.01 97

TABELLE 16: AUSWERTUNGEN UNTERSUCHTER BEREICHE VON PROBE V1_TR6_15.01 99

TABELLE 17: AUSWERTUNGEN UNTERSUCHTER BEREICHE VON PROBE V1_TR5_20.03 104

11. Formelverzeichnis

FORMEL 1: FOURIER'SCHE WÄRMELEITUNGSGLEICHUNG (STATIONÄRER ZUSTAND) 18

FORMEL 2: NEWTON'SCHES ABKÜHLUNGSGESETZ (ERZWUNGENE KONVEKTION) 18

FORMEL 3: STEFAN-BOLTZMANN'SCHES STRAHLUNGSGESETZ 19

FORMEL 4: FLÄCHENBEZOGENE VERDAMPFUNGSRATE NACH LANGMUIR 20

FORMEL 5: SÄTTIGUNGSDAMPFDROCK IN ABHÄNGIGKEIT VON DER TEMPERATUR 21

FORMEL 6: BEDINGUNG FÜR THERMISCHES GLEICHGEWICHT (FÜR REINMETALLE) 47

FORMEL 7: MATHEMATISCHE FORMULIERUNG DER WURZELSPIRALE 60

FORMEL 8: TRANSFORMATION DER POLARKOORDINATEN IN KARTESISCHE KOORDINATEN 60

FORMEL 9: ENERGIEBEDARF FÜR DIE ERWÄRMUNG EINES FESTEN WERKSTOFFS BIS ZU EINER BESTIMMTEN TEMPERATUR T IM
FLÜSSIGEN ZUSTAND 68

FORMEL 10: ZUSAMMENHANG ZWISCHEN EB-STRALLEISTUNG UND ERFORDERLICHER ENERGIE FÜR WERKSTOFFERWÄRMUNG 69

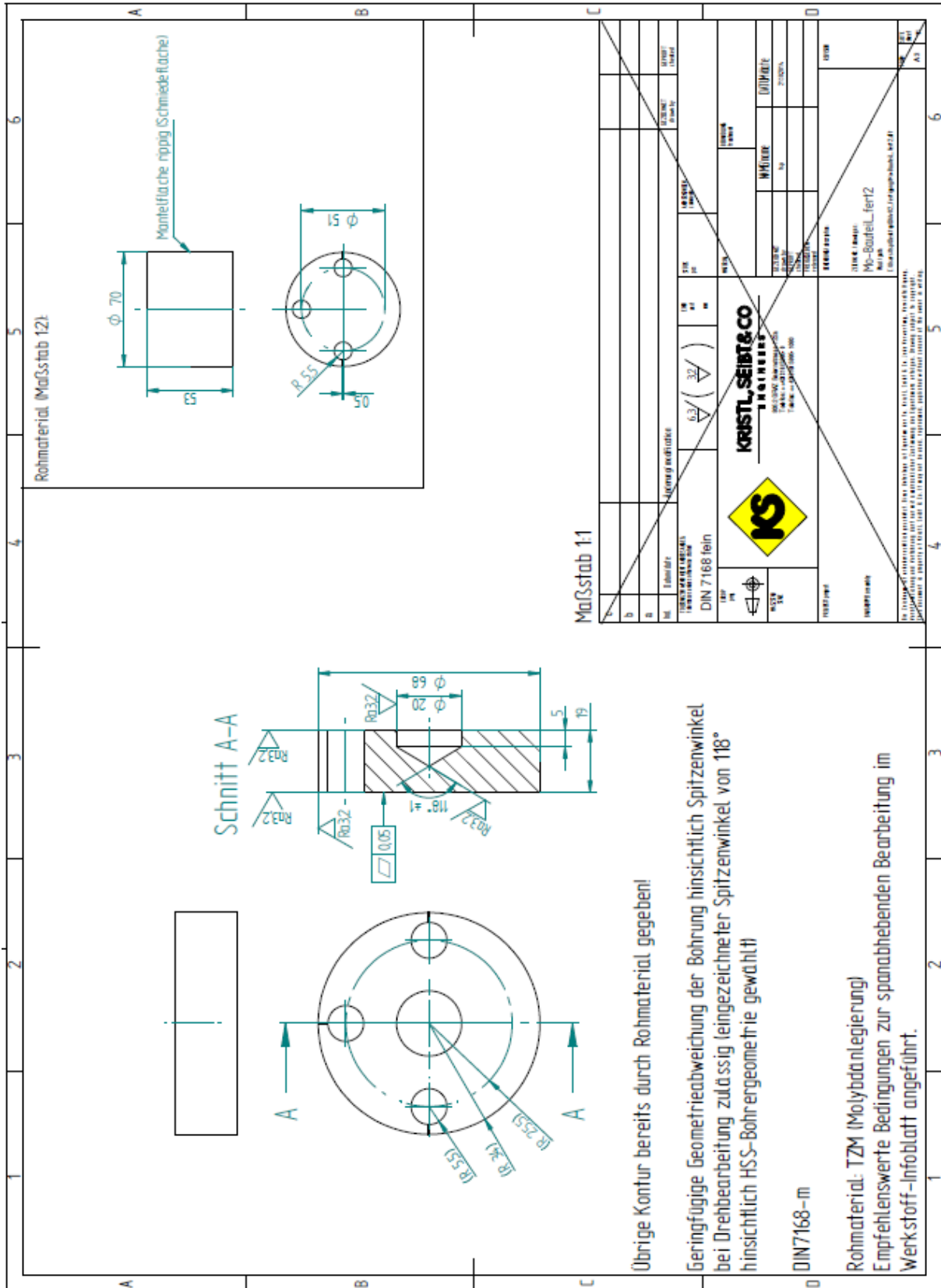
12. Literaturverzeichnis

- Adam, Volker* u. a. [2011]: Elektronenstrahlschweißen: Grundlagen einer faszinierenden Technik: Eigendruck im Selbstverlag (pro-beam AG & Co. KGaA), 2011
- ASM International* (Hrsg.) [2008]: ASM Handbook: Volume 15 Casting, 2008
- Bargel, Hans-Jürgen/Schulze, Günter* [2012]: Werkstoffkunde, 11. Auflage, Berlin, Heidelberg: Springer, 2012
- Böhm, S.* (Hrsg.) [2014]: Der Elektronenstrahl als Werkzeug für die Fügetechnik: Studie zum DVS-Forschungsseminar am 20. Februar 2014 in Halle (Saale), Bd. 299, Düsseldorf: DVS Media, 2014
- Callister, William D./Rethwisch, David G.* [2013]: Materialwissenschaften und Werkstofftechnik: Eine Einführung, Weinheim: Wiley-VCH, 2013
- Choi, G.-S.* u. a. [2009]: Preparation of 5N grade tantalum by electron beam melting, in: Journal of Alloys and Compounds 2009, Heft 469, S. 298–303
- Choi, S.-H.* u. a. [2013]: Effects of electron beam patterns on melting and refining of silicon for photovoltaic applications, in: Renewable Energy 2013, Heft 54, S. 40–45
- Choudhury, Alok/Hengsberger, Eckart* [1992]: Electron Beam Melting and Refining of Metals and Alloys, Review, in: ISIJ International 32 (1992), S. 673–681
- Deutscher Verband für Schweißtechnik e. V.* [1995]: Wirkungsgrade beim Elektronenstrahl- und Laserstrahlschweißen, Mai 1995, Düsseldorf: Deutscher Verlag für Schweißtechnik DVS-Verlag, 1995
- Deutsches Kupferinstitut Berufsverband e. V.* [2005]: Cu-DHP (Werkstoffdatenblatt) (2005),
https://www.kupferinstitut.de/fileadmin/user_upload/kupferinstitut.de/de/Documents/Shop/Verlag/Downloads/Werkstoffe/Datenblaetter/Kupfer/Cu-DHP.pdf (Zugriff: 2015-05-04)
- [2012]: Niedriglegierte Kupferwerkstoffe: Eigenschaften Verarbeitung Verwendung (2012),
https://www.kupferinstitut.de/fileadmin/user_upload/kupferinstitut.de/de/Documents/Shop/Verlag/Downloads/Werkstoffe/i008.pdf (Zugriff: 2015-05-04)
- Gottstein, Günter* [2014]: Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen, 4. Auflage, Berlin: Springer Vieweg, 2014
- Hauner, F./Stephan, H./Stumpp, H.* [1986]: Ergebnisse beim Elektronenstrahlschmelzen von gerichtet erstarrten Knopfproben zur Identifizierung von nichtmetallischen Einschlüssen in hochreinen Ni-Superlegierungen, in: METALL 40 (1986), S. 124–130
- Ilchner, B./Singer, R. F.* [2010]: Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien, 5. Auflage, Berlin: Springer, 2010

- Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik - TU Graz*: Elektronenstrahl- Kammeranlage EBG 45-150 K14,
http://portal.tugraz.at/portal/page/portal/Files/i3030/files/Downloads/120704_Flyer_TU_Graz_26032013.pdf (Zugriff: 2015-05-03)
- [2012]: Werkstoffkunde - Vorlesungsskriptum, 2012
- [2014]: Schweißen von Kunststoffen und Nichteisenmetallen - Vorlesungsskriptum, 2014
- Jiang, D. C. u. a.* [2011]: Research on new method of electron beam candle melting used for removal of P from molten Si, in: *Materials Research Innovations* 15 (2011), S. 406–409
- Jousten, Karl* (Hrsg.) [2013]: *Wutz Handbuch Vakuumtechnik*, 11. Auflage, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2013
- Kerfoot, D. G. E.* [2000]: *Nickel: Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry*, Weinheim: Wiley-VCH, 2000
- Lutzmann, S.* [2010]: *Beitrag zur Prozessbeherrschung des Elektronenstrahlschmelzens*, Dissertation, München, Technische Universität München, 2010
- Marek, Rudi/Nitsche, Klaus* [2012]: *Praxis der Wärmeübertragung: Grundlagen - Anwendungen - Übungsaufgaben*, 3. Auflage, München: Carl Hanser, 2012
- Milberg, S./Sigl, M.* [2008]: Electron beam sintering of metal powder, in: *Production Engineering Research and Development* 2008, Heft 2, S. 117–122
- O. Madelung* (Hrsg.) [1994]: *Cu-Ni (Copper-Nickel): Landolt-Börnstein - Group IV Physical Chemistry*, 5d: Springer Berlin Heidelberg, 1994
- Oettel, Heinrich/Schumann, Hermann* (Hrsg.) [2011]: *Metallografie: Mit einer Einführung in die Keramografie*, 15. Auflage, Weinheim: Wiley-VCH, 2011
- Oh, J.-M. u. a.* [2013]: Preparation of ultrahigh purity cylindrical tantalum ingot by electron beam drip melting without sintering process, in: *Materials Science and Technology* 29 (2013), S. 542–546
- Petzow, Günter* [2006]: *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*, Bd. 1, 6. Auflage, Berlin, Stuttgart: Gebrüder Borntraeger, 2006
- Pires, J.C.S. u. a.* [2005]: The purification of metallurgical grade silicon by electron beam melting, in: *Journal of Materials Processing Technology* 2005, Heft 169, S. 16–20
- plansee GROUP*: Heiß und sauber. Verdampferschiffchen aus starken Metallen., <http://www.plansee.com/de/Produkte-Anlagenbauteile-und-zubehoer-Beschichtungsanlagen-Verdampferschiffchen-100.htm> (Zugriff: 2015-05-03)
- : *Molybdän Werkstoffeigenschaften und Anwendungen*, www.plansee.com/lib/Molybdenum.pdf (Zugriff: 2015-05-10)
- pro-beam AG & Co. KGaA* [2011]: *CNC Programmieranleitung: Revision 7.0*, 2011

- Qi, H./Yang, L.* [2010]: Powder Blowing and Preheating Experiments in Electron Beam Selective Melting, in: 2nd International Conference on Computer Engineering and Technology 5 (2010), S. 540–543
- Qi, H. B. u. a.* [2006]: Direct metal part forming of 316L stainless steel powder by electron beam selective melting, in: Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture 220 (2006), S. 1845–1853
- Schiller, Siegfried/Heisig, Ullrich/Panzer, Siegfried* [1976]: Elektronenstrahltechnologie, Berlin: VEB Verlag Technik, 1976
- Schultz, Helmut* (Hrsg.) [2000]: Elektronenstrahlschweißen, Bd. 93, 2. Auflage, Düsseldorf: Verlag für Schweißen und verwandte Verfahren DVS-Verlag, 2000
- Sigl, M.* [2008]: Ein Beitrag zur Entwicklung des Elektronenstrahlsinterns, Dissertation, München, Technische Universität München, 2008
- Smithells, C. J.* [1992]: Smithells Metals Reference Book, hrsg. von E. A. Brandes, G. B. Brook, 7. Aufl., London u.a.: Butterworth-Heinemann, 1992
- Steiner, Helfried* [2011]: Höhere Strömungslehre und Wärmeübertragung - Vorlesungsskriptum, TU Graz, 2011
- Yingming, Z. u. a.* [2008]: An Investigation on Electron Beam Cold Hearth Melting of Ti64 Alloy, in: Rare Metal Materials and Engineering 37 (2008), S. 1973–1977

13. Anhang A (Fertigungszeichnung TZM-Tiegel)



14. Anhang B (exemplarisches CNC-Programm)

```

;***** DEFINITIONEN *****
DEF BOOL POSVORG=0      ;1=FESTE STARTPOSITION ANFAHREN
DEF BOOL _HEFTEN=0     ;HEFTEN "0"-AUS "1"-EIN
DEF BOOL _SCHWEISSEN=1 ;SCHWEISSEN "0"-AUS "1"-EIN
DEF BOOL _GLAETTEN=0   ;GLAETTEN "0" AUS "1" EIN
DEF BOOL _VIDEO=0     ;VIDEOAUFNAHME "0"-AUS "1"-EIN
DEF REAL _WEG
DEF REAL _SQb, _AUFF
INITIAL                ;INITIAL..-ROUTINE (NOTWENDIG!)
    
```

```

;***** PARAMETER *****
_KALWERT=5929          ;"SW" WERT
_HV=120                ;HOCHSPANNUNG
_SLo=2582              ;"0" FOKUS
_STRTPOSX=221          ;STARTWERT X
_STRTPOSY=310.3        ;STARTWERT Y
    
```

```

;----- HEFTEN -----
_SLh=_SLo              ;FOKUS
_SQh=2                 ;STRAHLSTROM HEFTEN
_Fh=10                 ;GESCHWINDIGKEIT HEFTEN
_FIGh=16               ;ABLENKUNG
_SWXh=0                ;AMPLITUDE X
_SWYh=3                ;AMPLITUDE Y
_FRQh=1                ;FREQUENZ
    
```

```

;----- SCHWEISSEN -----
_SLs=2605              ;FOKUS
_SQs=2.94              ;STRAHLSTROM SCHWEISSEN
_Fs=20                 ;Schweißdauer (s)
_FIGs=21               ;ABLENKUNG
_SWXs=12.5             ;AMPLITUDE X
_SWYs=12.5             ;AMPLITUDE Y
_FRQs=500              ;FREQUENZ
    
```

```

;----- GLAETTEN -----
_SLk=_SLo              ;FOKUS
_SQk=2                 ;STRAHLSTROM GLAETTEN
_Fk=15                 ;GESCHWINDIGKEIT GLAETTEN
_FIGk=1                ;ABLENKUNG
_SWXk=0                ;AMPLITUDE X
_SWYk=2                ;AMPLITUDE Y
_FRQk=200              ;FREQUENZ
    
```

```

;----- BEOBACHTUNG ELO -----
_SLb=_SLo                ;Linsenstrom Startwert
_SQb=1                   ;Strahlstrom beobachten
_SWXp=86                 ;Bildweite X
_SWYp=86                 ;Bildweite Y
_AUFF=2

;***** HAUPTPROGRAMM *****
WRT (S_HV,_HV)           ;HOCHSPANNUNG
SNS
KALWERT(_KALWERT)        ;Kalibrierwert

IF POSVORG==1
  G1 G53 x=AC(_strtpox) Y=AC(_strtpoy) F1000
ENDIF

;----- NAHT EINRICHTEN -----
WRT(B_SWX,_SWXp,B_SWY,_SWYp,AUFF,_AUFF)
SNS
Copy_SW (B_SWX,B_SWY)

G0 SL _SLb)
HDW_O (B_SWX,20)
HDW_x (AUFF,0)
HDW_SL_EIN

ELO_EIN (21,180)
G0 SQ _SQb)

MSG("Strahl ein am Pult und Anfangspunkt suchen")
SQ_EIN_M0

STOPRE
R121=$AA_IM[X]          ;ANFANGSPUNKT X-ISTWERÜBERNAHME
R122=$AA_IM[Y]          ;ANFANGSPUNKT Y-ISTWERÜBERNAHME

SQ_EIN_M0
M00

HDW_O (0)
HDW_X (0)
Copy_SW(AUS)
HDW_SL_AUS

G0 SQ 0)
ELO_AUS
;-----EINRICHTEN BEENDET

```



```
;----- HEFTEN -----
IF _HEFTEN==1
G1 G53 SQ 0) SL _SLo) F1000 ;Strahl ein
MSG("Cycle-Start-->BEGINN HEFTEN")

WRT(S_SWX,_SWXh,S_SWY,_SWYh,S_FIG,_FIGh,S_FRQ,_FRQh)
SNS
;----SLOPE EIN
G1 G53 G64 X=AC(R123) Y=AC(R124) SQ _SQh) SL _SLh) Fms _Fh
;----HEFTEN
X=AC(R125) Y=AC(R126)
;----SLOPE AUS
X=AC(R127) Y=AC(R128) SQ 0) SL _SLo)
G4 F1
;----ZURUECK ZUM STARTPUNKT
X=AC(R121) Y=AC(R122) Fms 50
ENDIF
;----- SCHWEISSEN -----
IF _SCHWEISSEN==1
G1 G53 SQ 0) SL _SLo) F1000 ;Strahl ein
CCD_EIN (1)
MSG("Cycle-Start-->BEGINN SCHWEISSEN")

WRT(S_SWX,_SWXs,S_SWY,_SWYs,S_FIG,_FIGs,S_FRQ,_FRQs)
SNS
M0

;----Strahl EIN
G1 G53 SQ _SQs) SL _SLs)
G4 F15

WRT(S_SWX,_SWXs,S_SWY,_SWYs,S_FIG,_FIGh,S_FRQ,_FRQh)
SNS

;----Strahl EIN
G1 G53 SQ _SQs) SL _SLs)
G4 F5

;----Strahl AUS
SQ 0) SL _SLo)
G4 F1
ENDIF
;----- GLAETTEN -----
IF _Glaetten==1
G1 G53 SQ 0) SL _SLo) F1000 ;Strahl ein
MSG("Cycle-Start-->BEGINN GLAETTEN")
```

```
WRT(S_swx,_swxk,S_swy,_swyk,S_fig,_figk,S_frq,_frqk)
SNS
;-----SLOPE EIN
G1 G53 G64 X=AC(R123) Y=AC(R124) SQ _SQk) SL _SLk) Fms _Fk
;-----GLAETTEN
X=AC(R125) Y=AC(R126)
;-----SLOPE AUS
X=AC(R127) Y=AC(R128) SQ 0) SL _SLo)
G4 F1
;-----ZURUECK ZUM STARTPUNKT
X=AC(R121) Y=AC(R122) F3000
ENDIF
VEKTOR_AUS
IF _VIDEO==1
VR_AUS
ENDIF

hdw_X(0)
hdw_Y(0)
M02
```

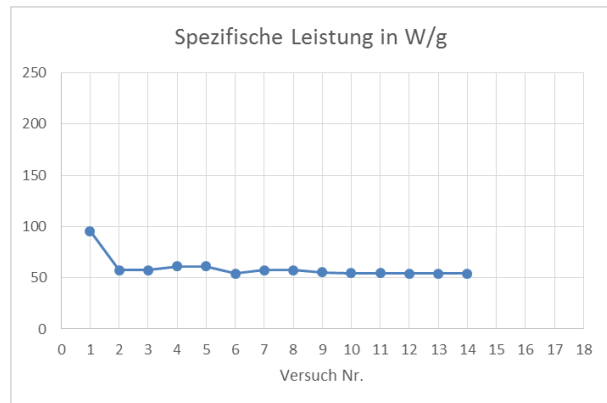
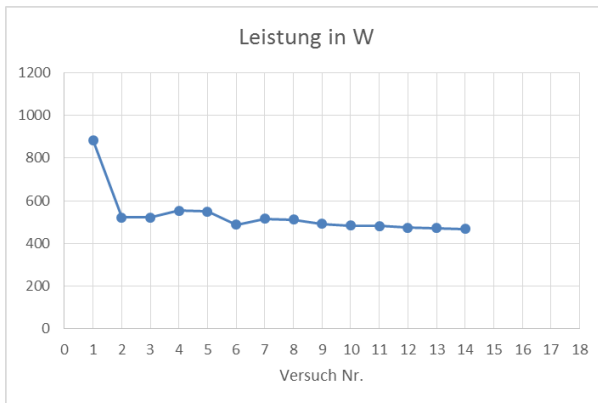
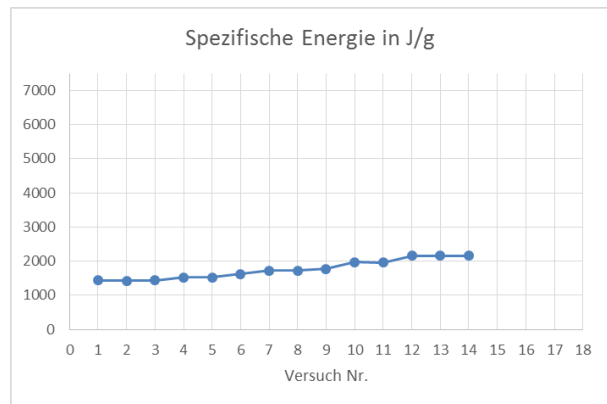
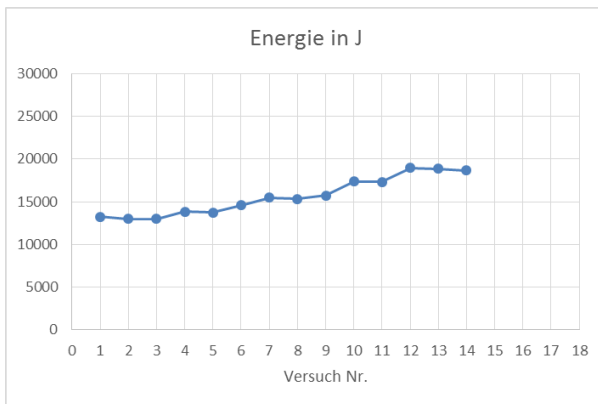
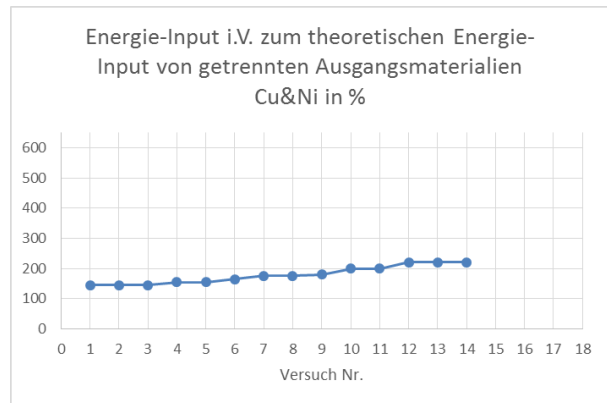
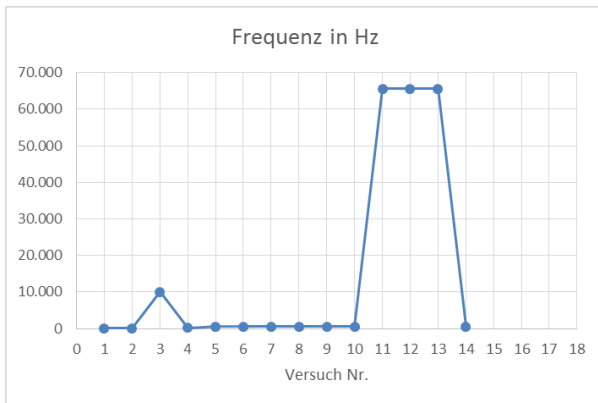
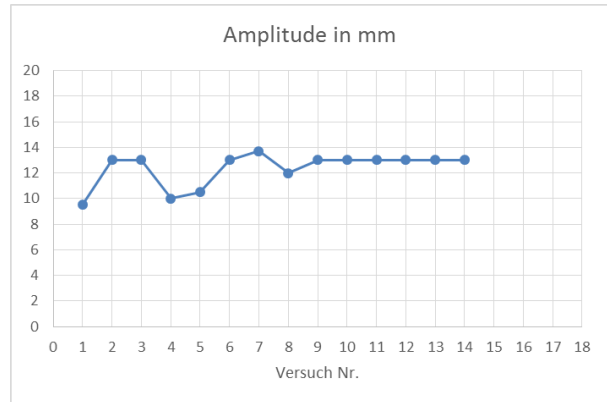
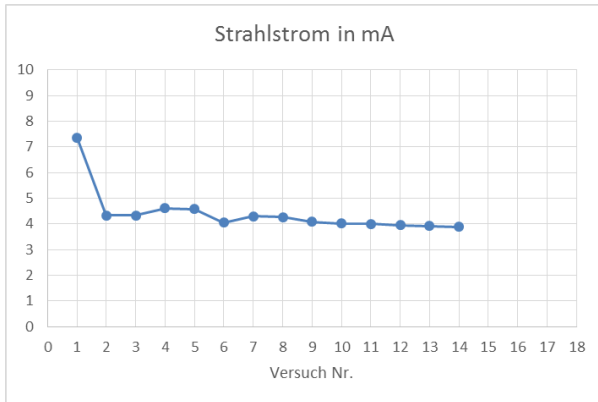
15. Anhang C (angewendete EB-Parameter)

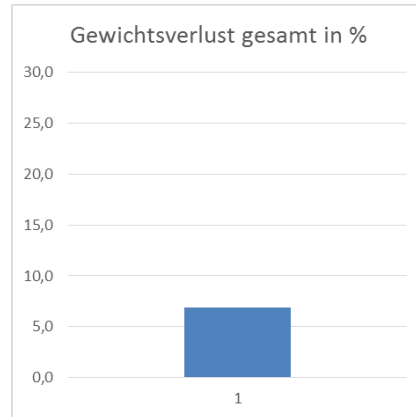
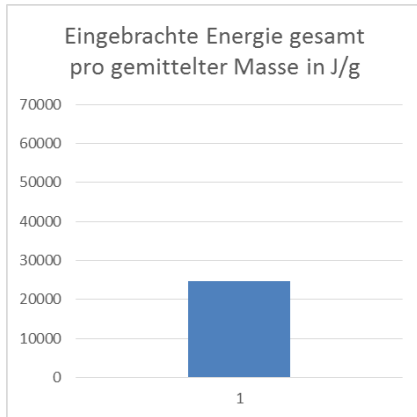
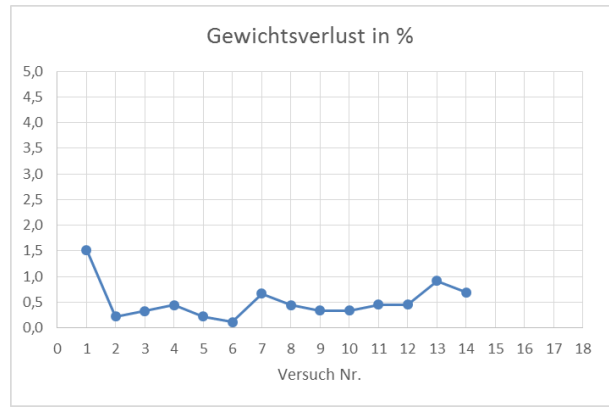
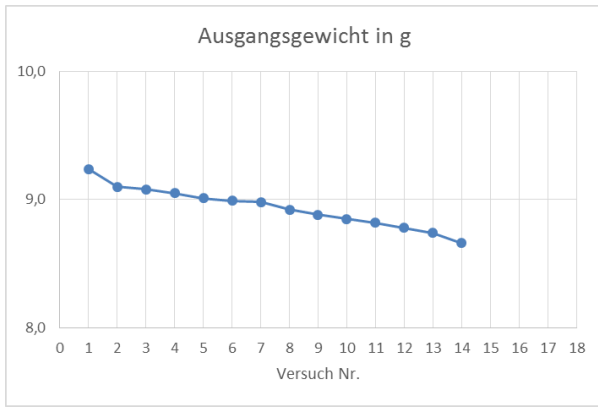
Die nachfolgend angeführten Diagramme bieten einen Überblick vorgegebener EB-Parameter von durchgeführten Aufschmelzversuchen.

Darauffolgend sind detaillierte Angaben der EB-Parameter in tabellarischer Form ersichtlich.

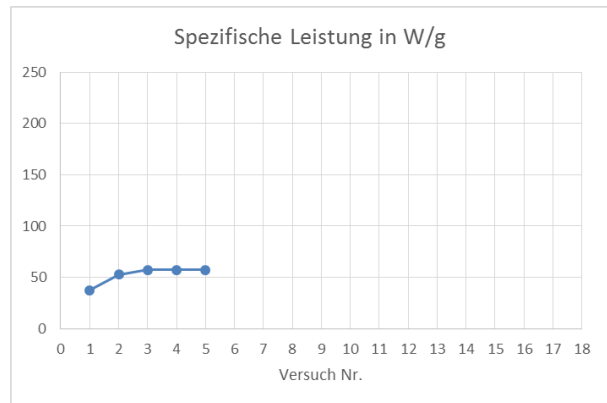
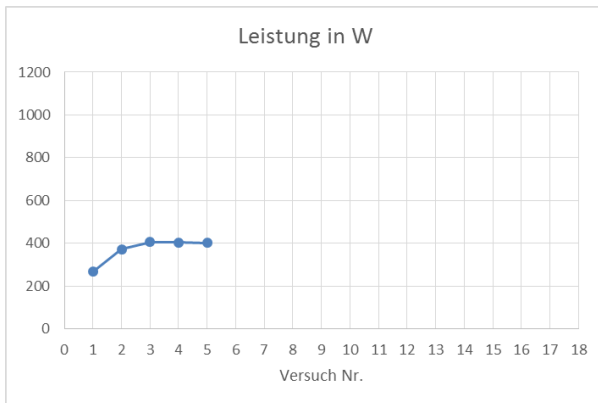
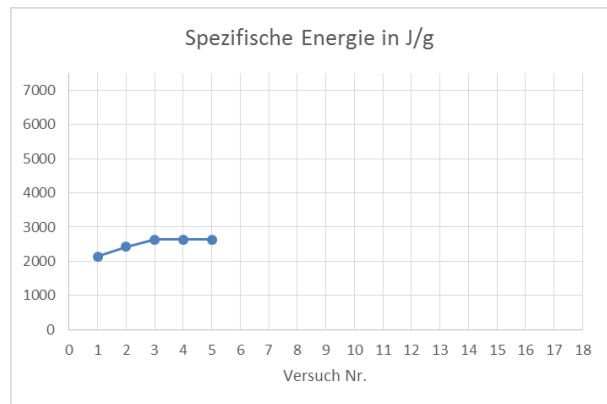
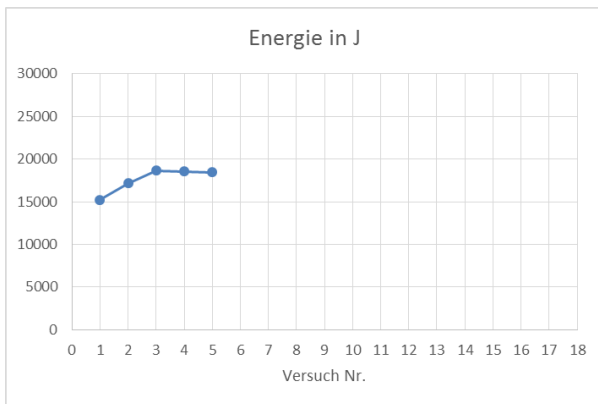
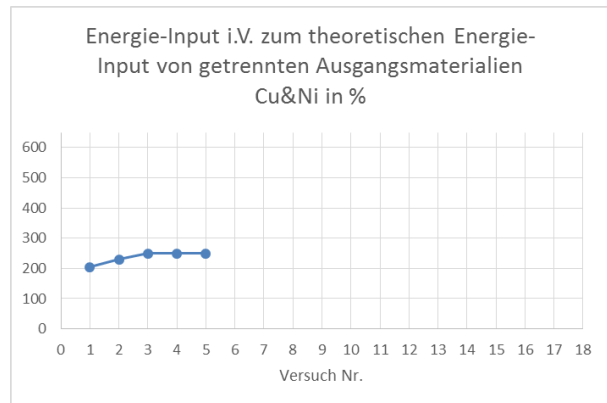
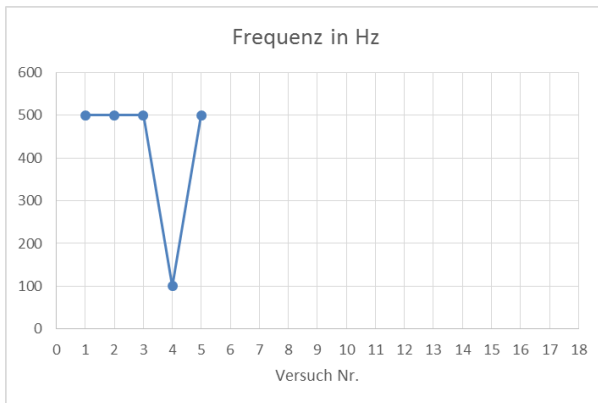
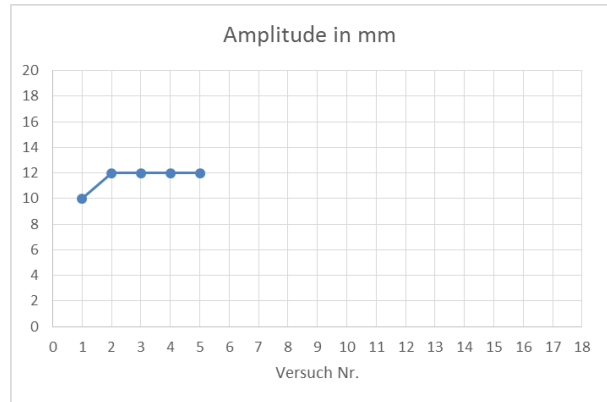
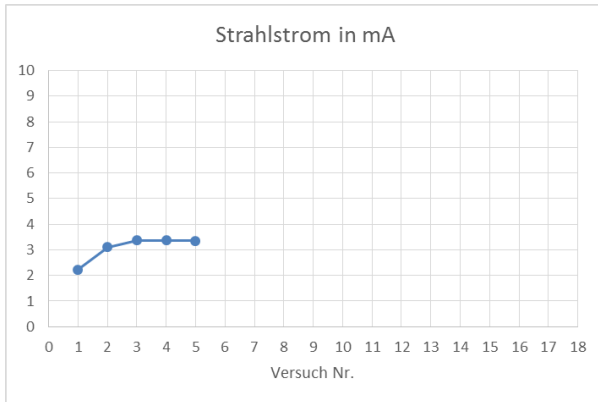
Die Anordnung ist an die Abfolge der genannten Versuche im Text angelehnt.

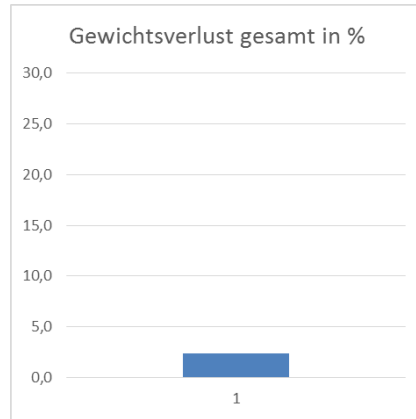
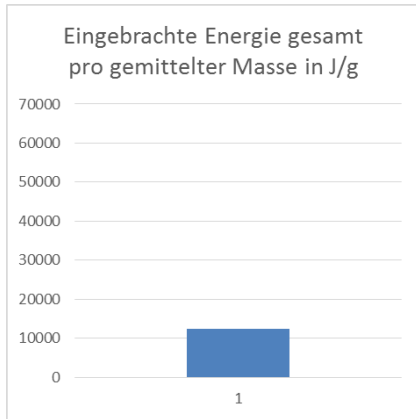
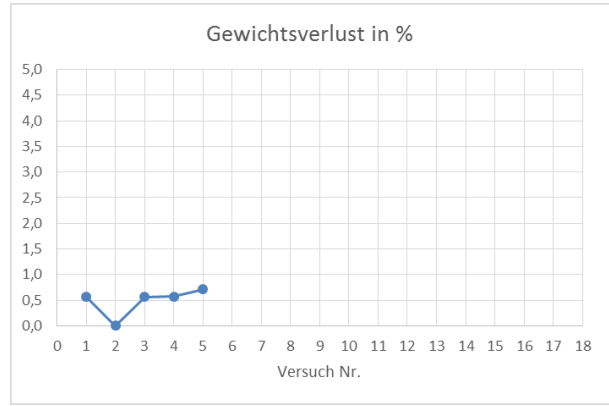
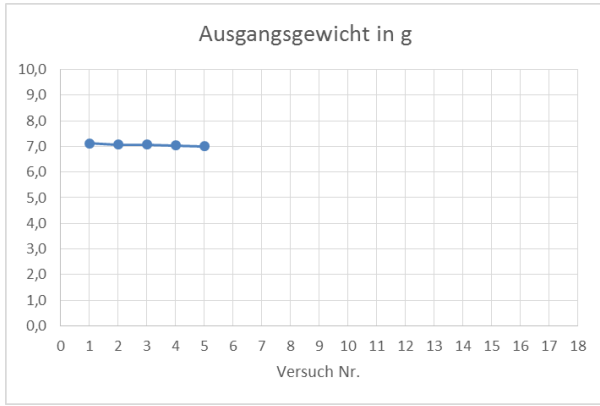
V1_TR6_02.01.:



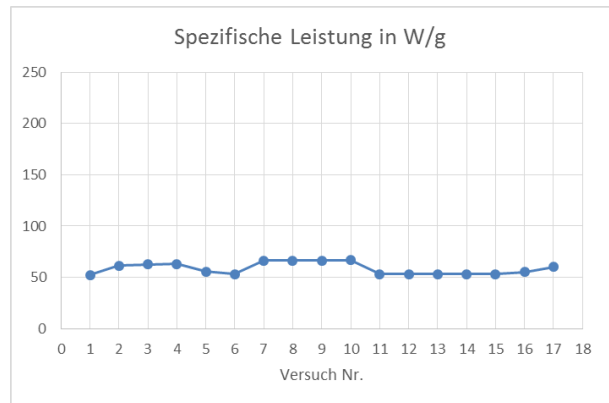
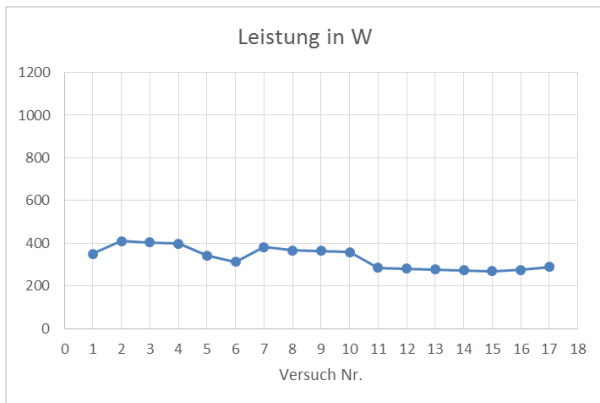
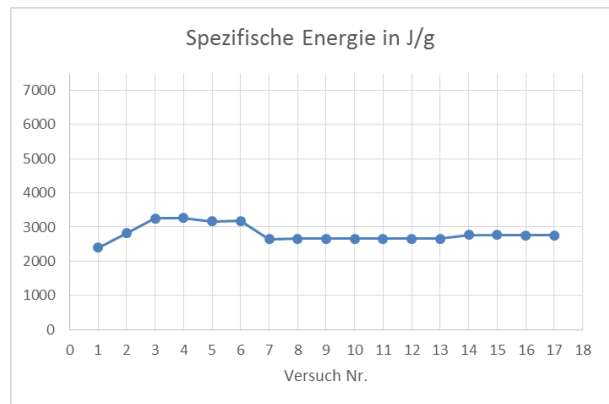
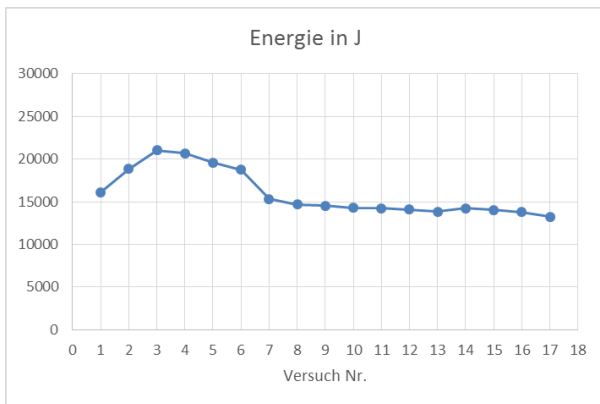
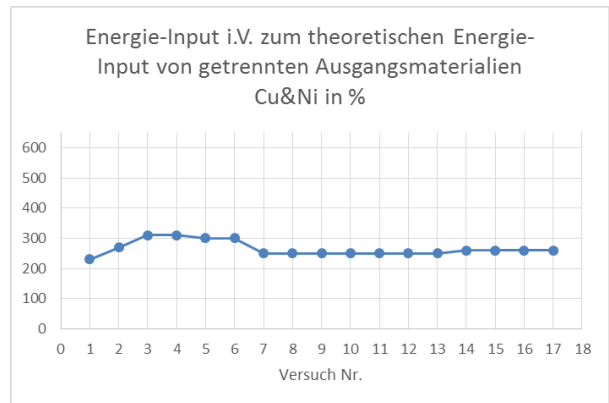
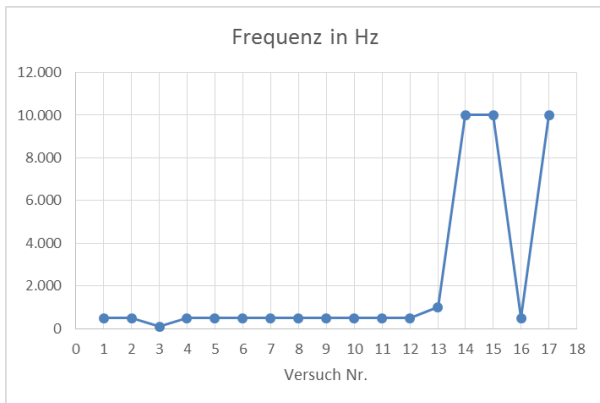
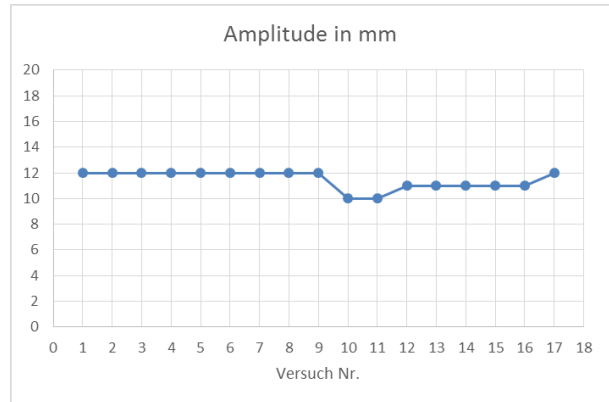
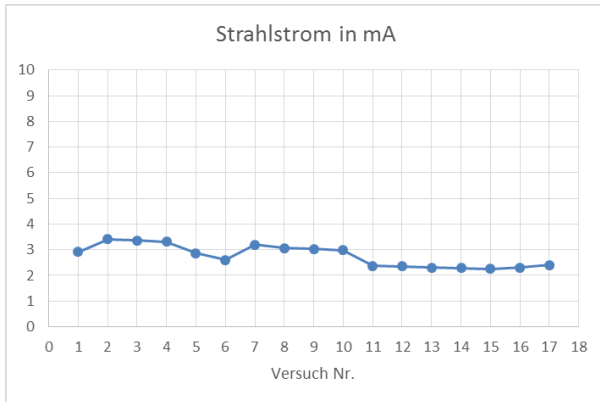


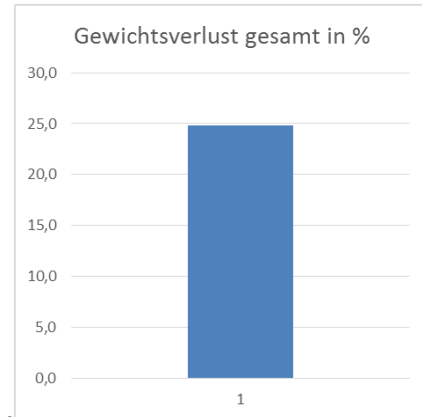
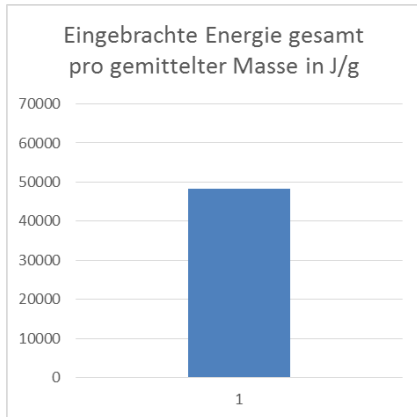
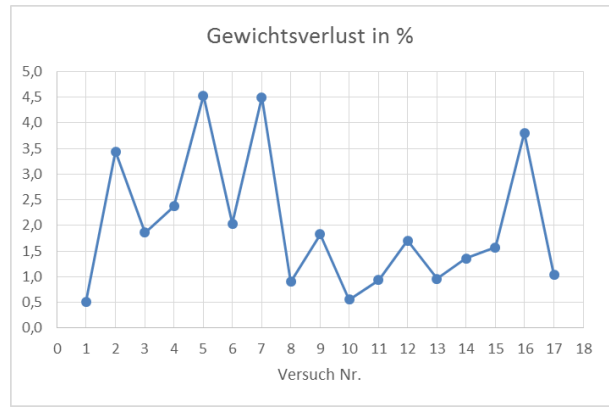
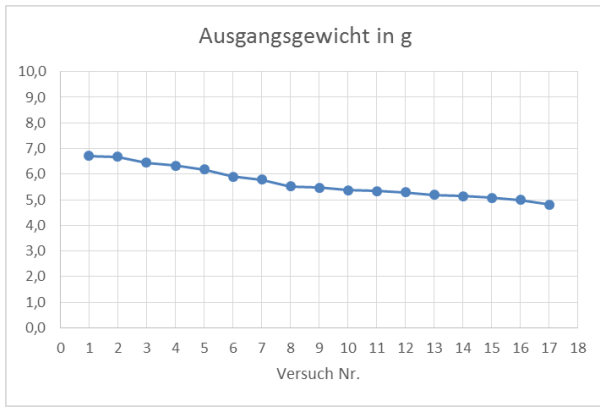
V2_TR4_05.01.:



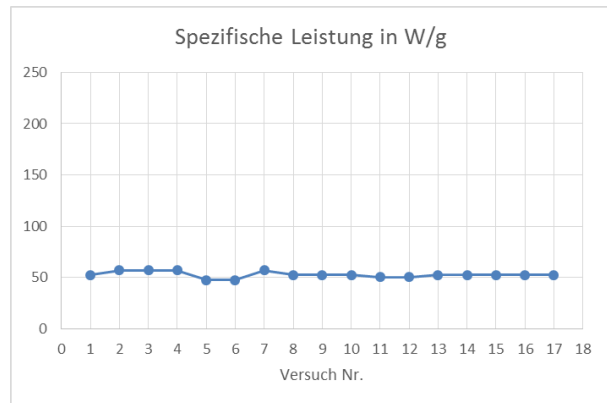
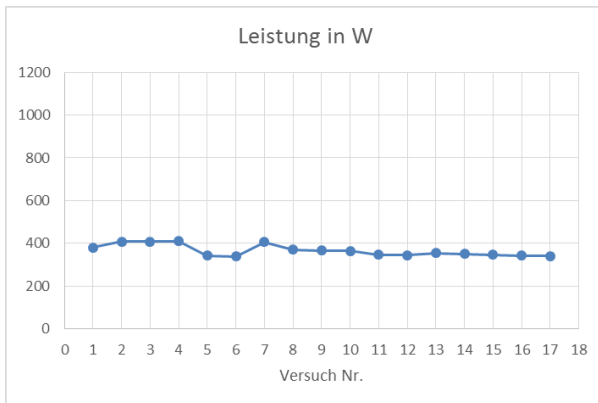
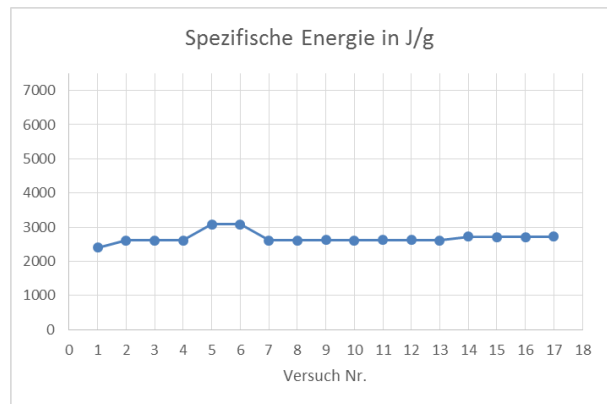
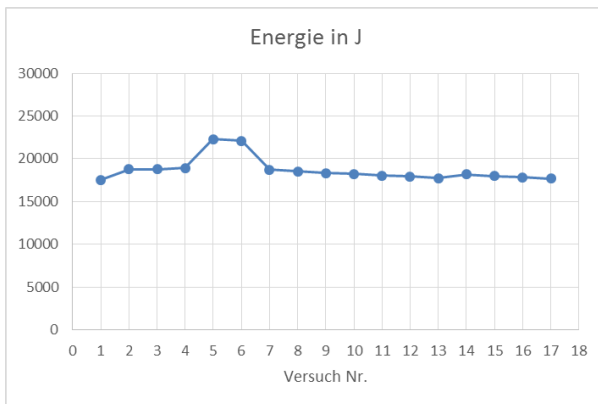
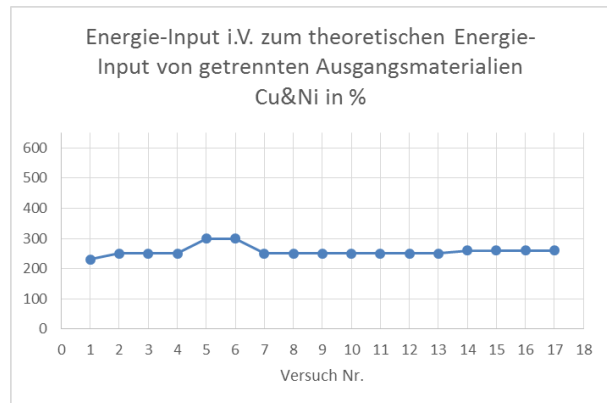
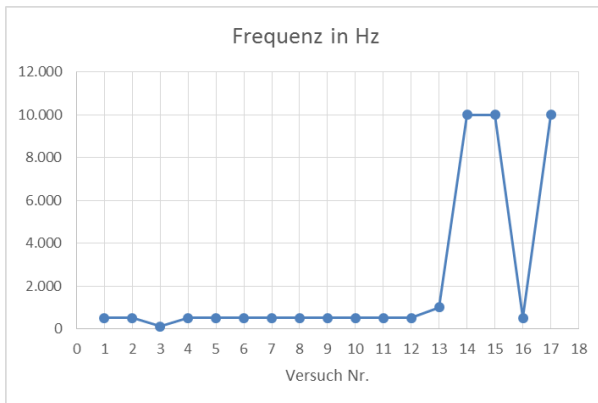
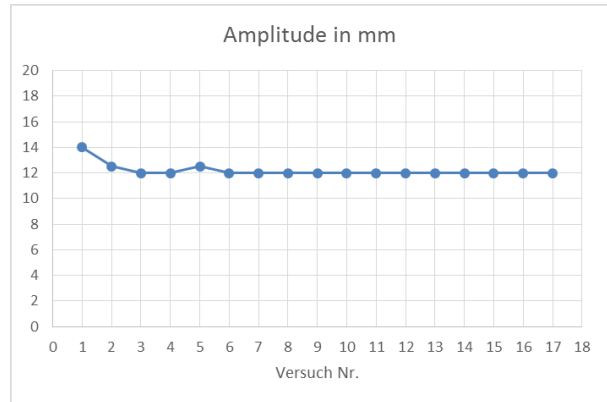
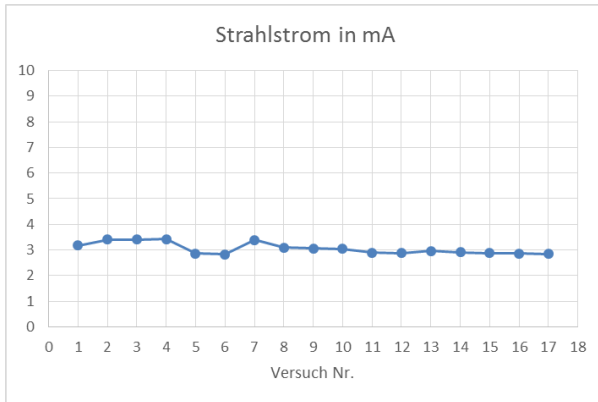


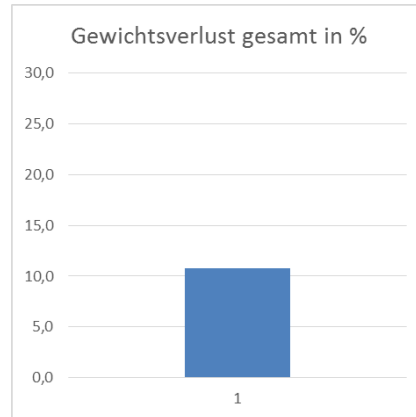
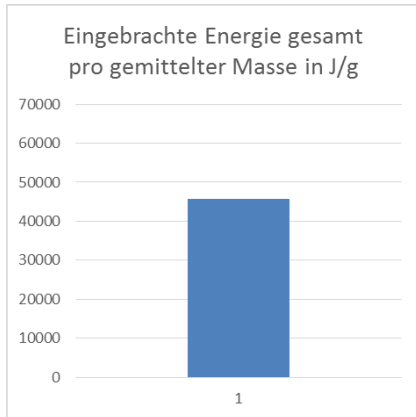
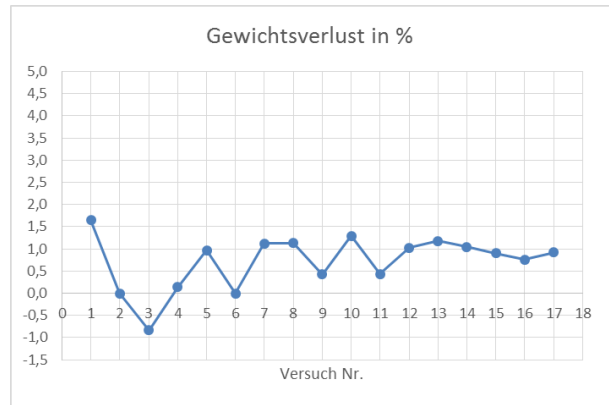
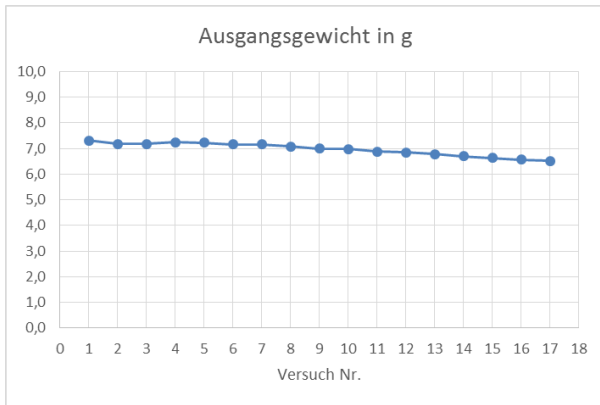
V1_TR6_15.01.:



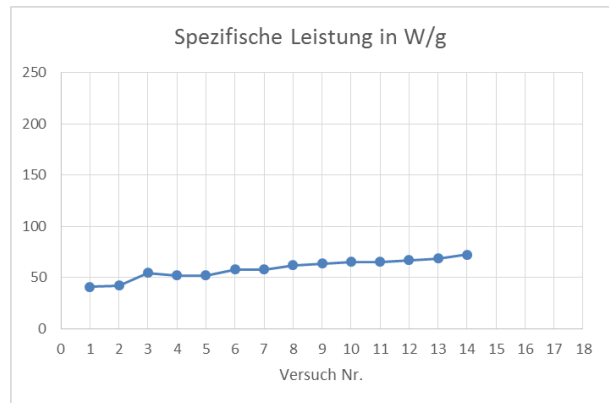
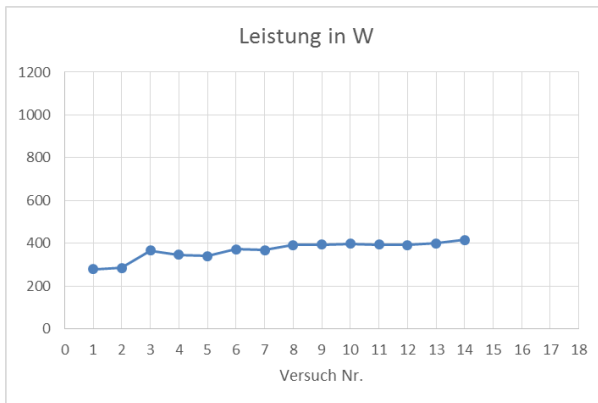
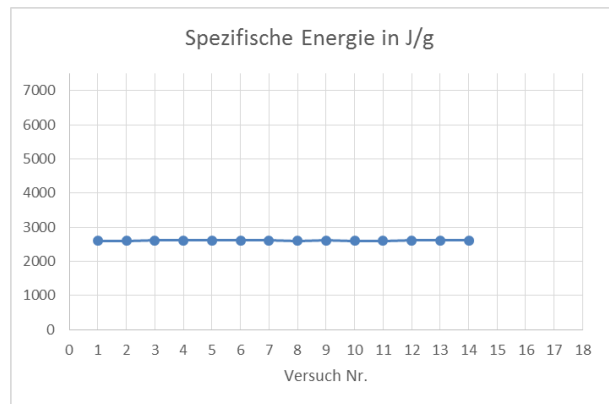
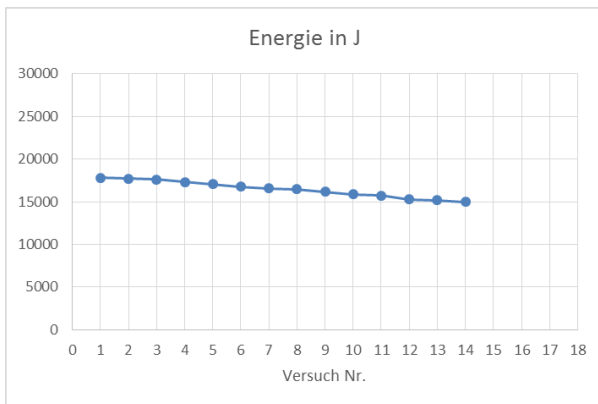
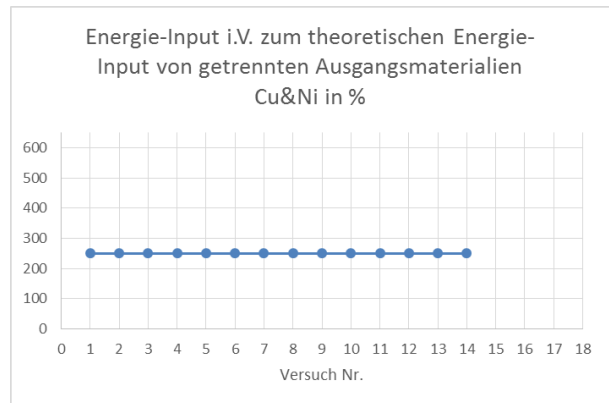
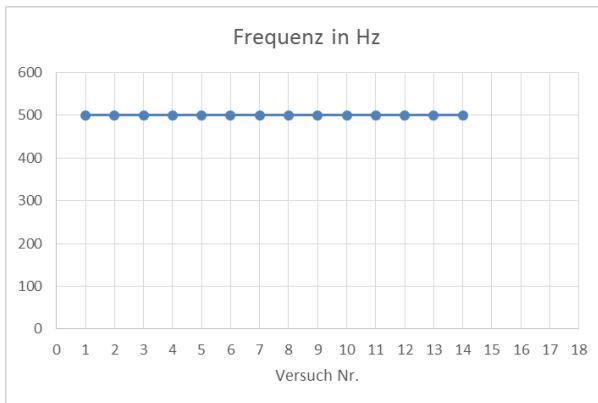
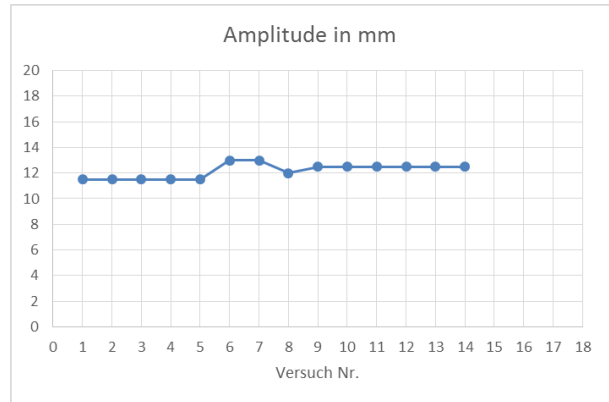
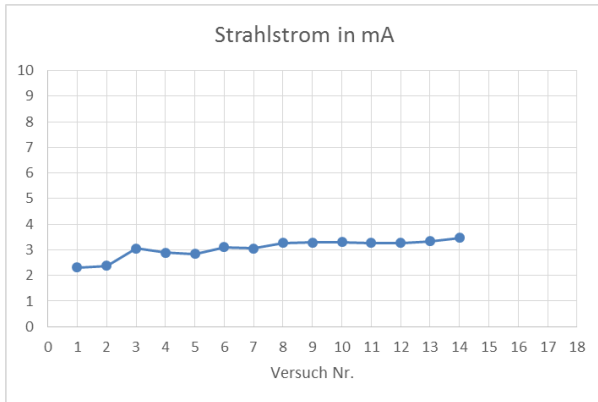


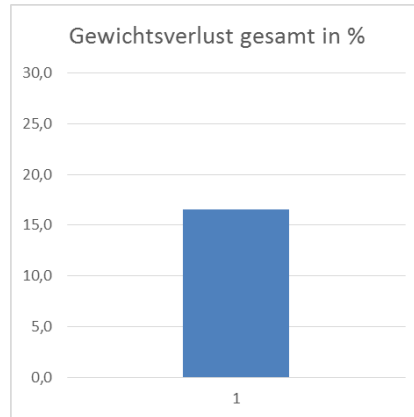
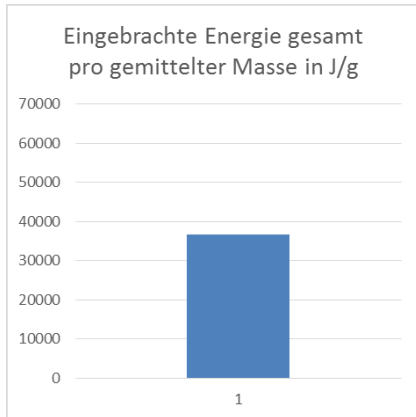
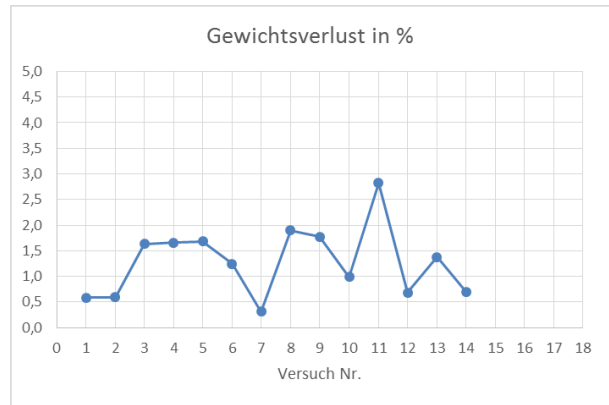
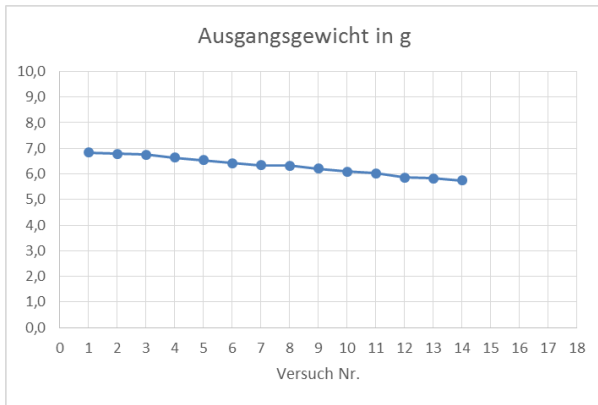
V2_TR6_15.01.:



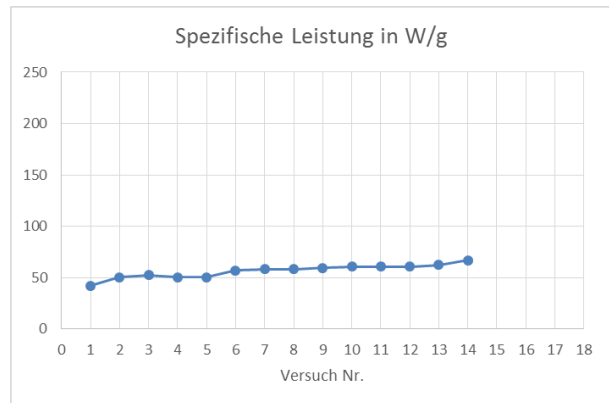
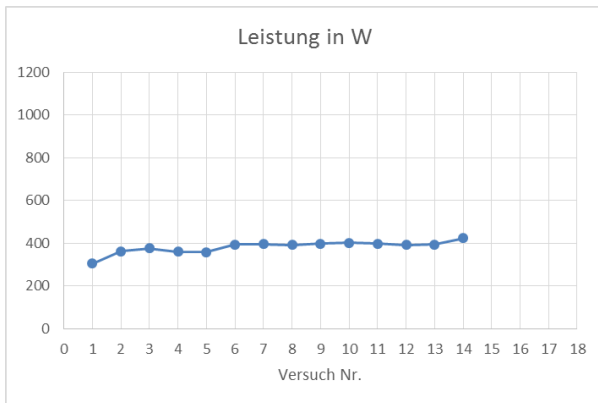
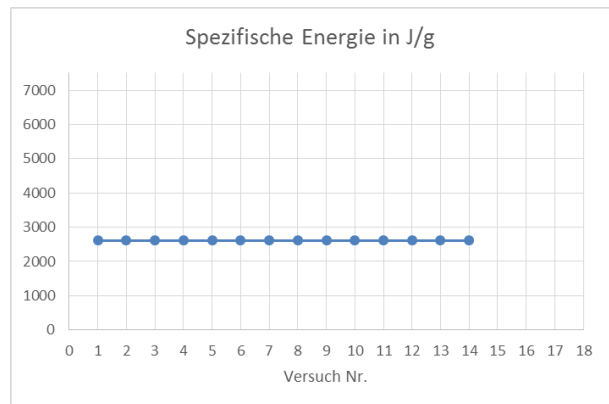
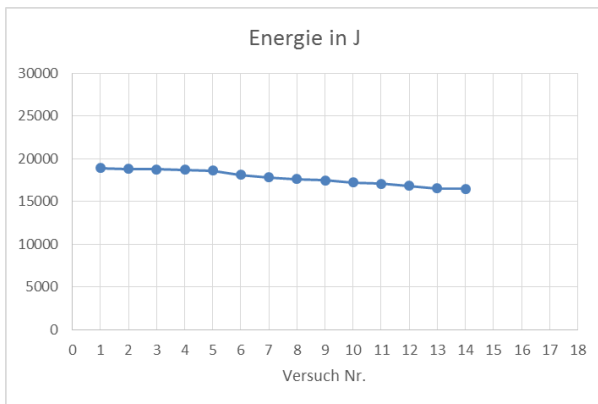
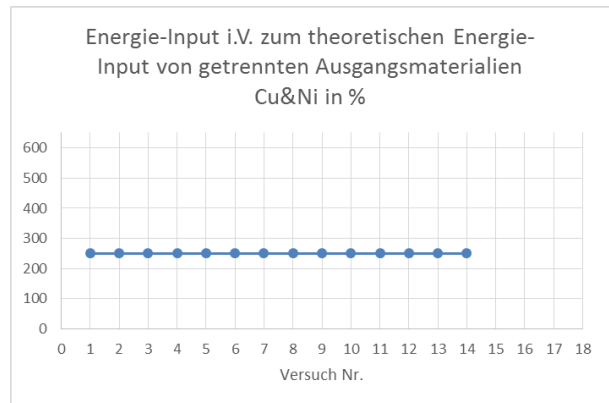
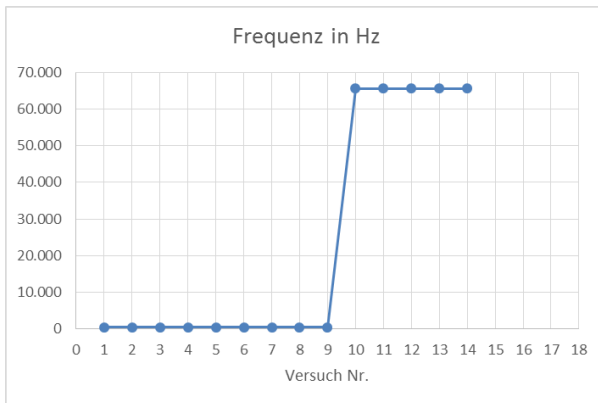
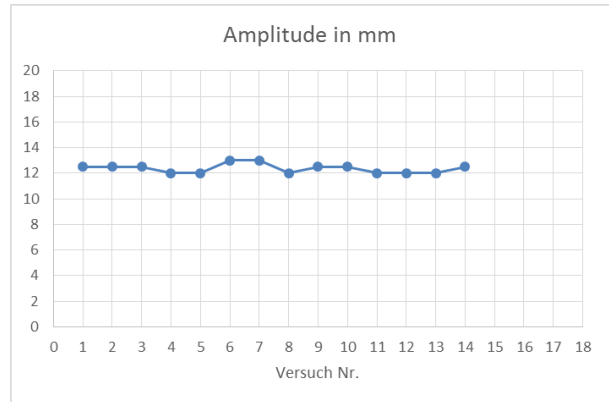
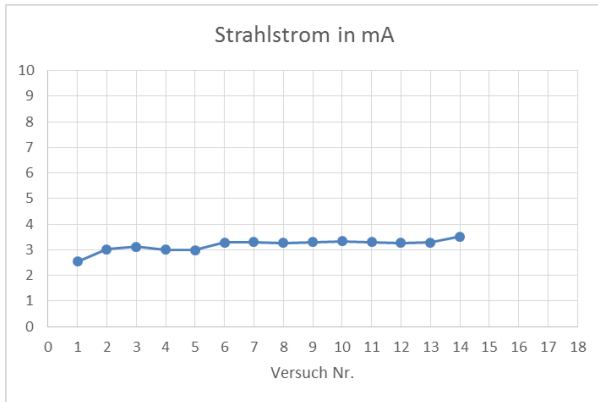


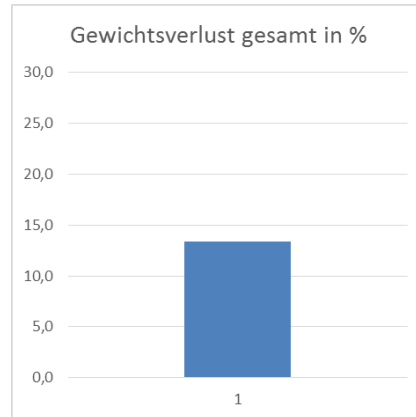
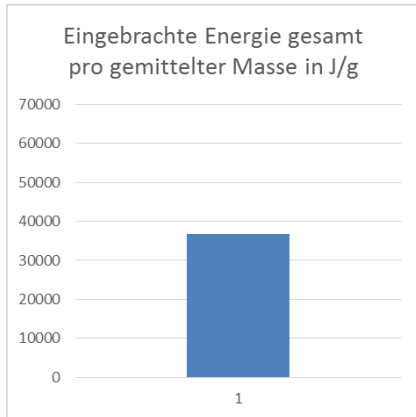
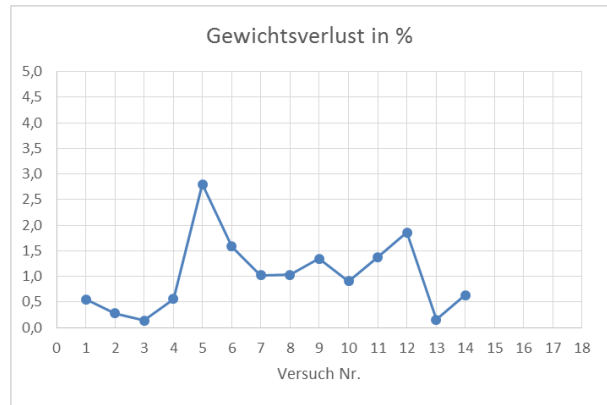
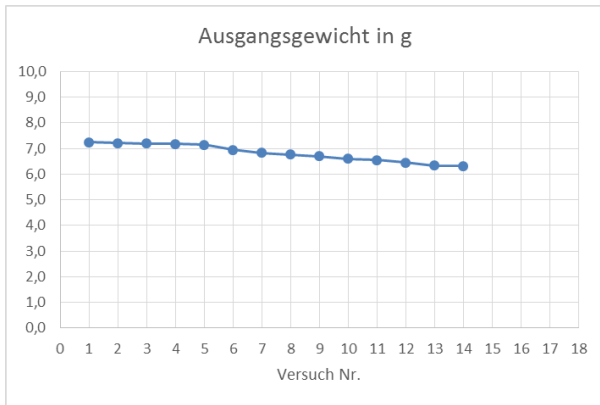
V1_TR5_23.01.:



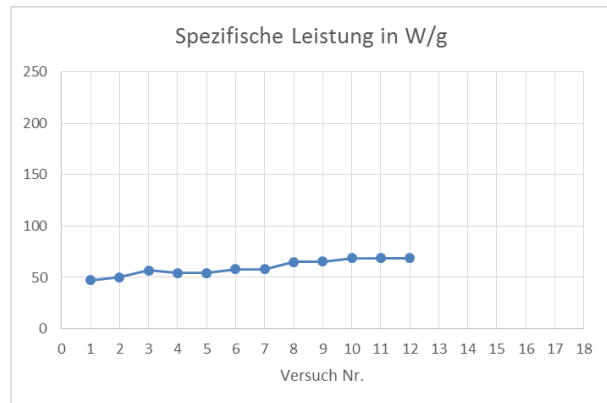
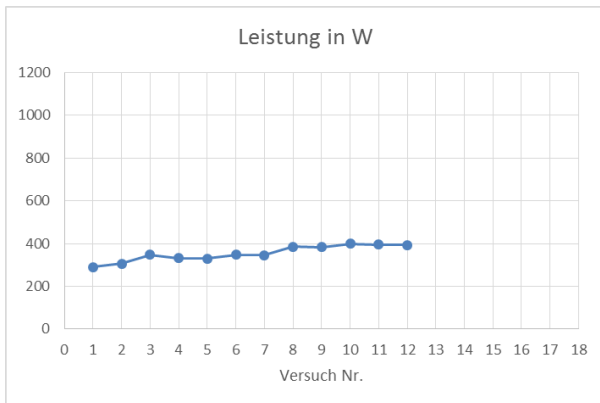
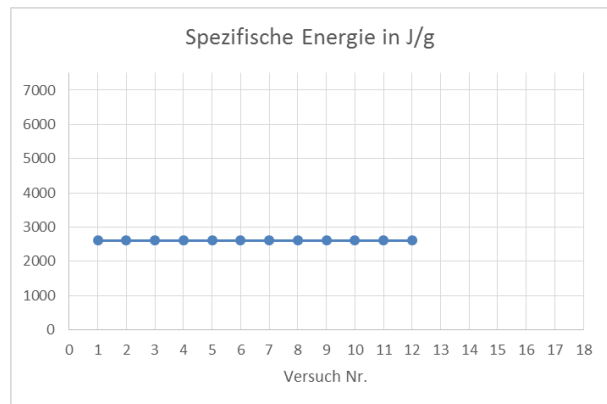
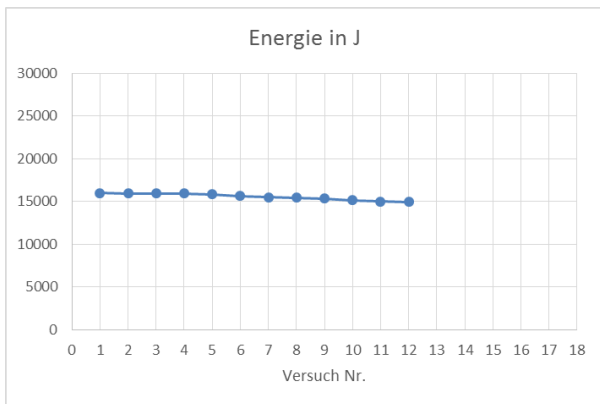
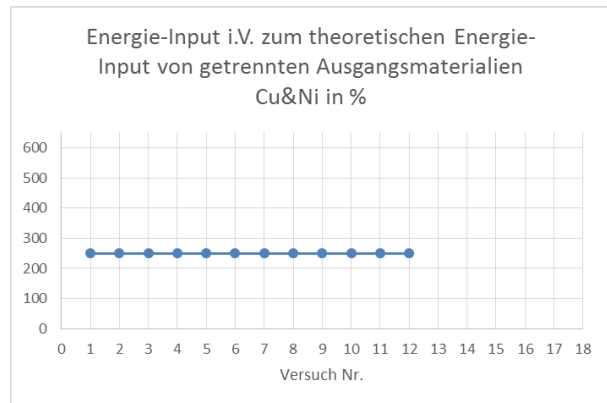
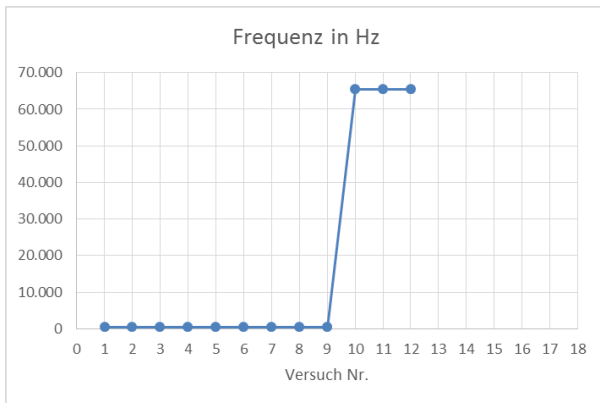
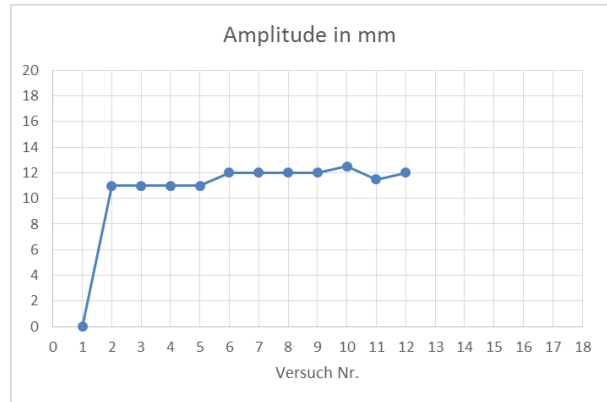
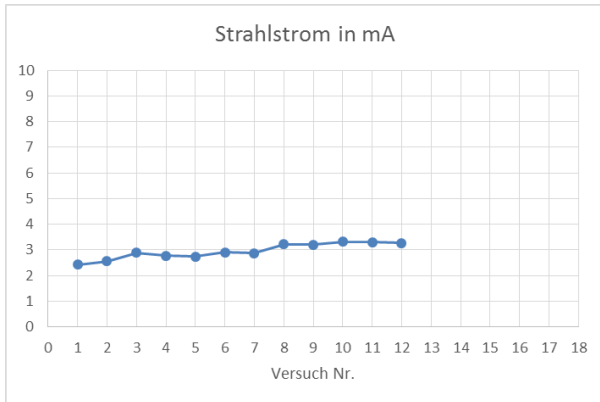


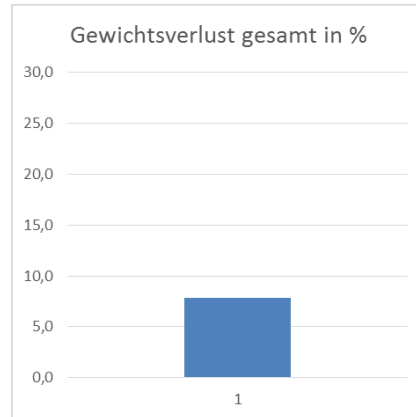
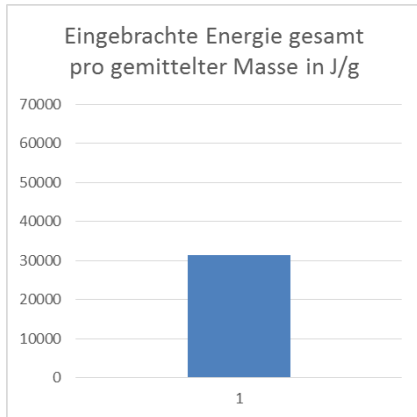
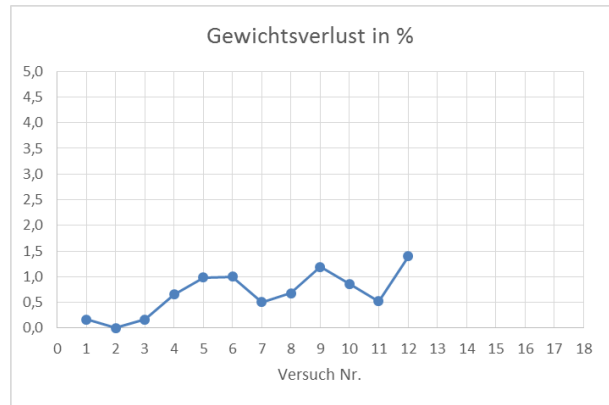
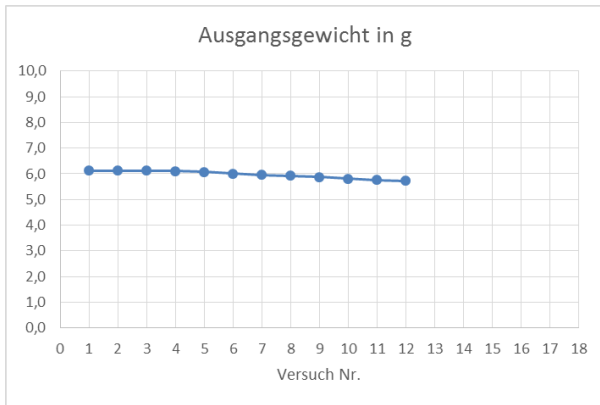
V2_TR5_23.01.:



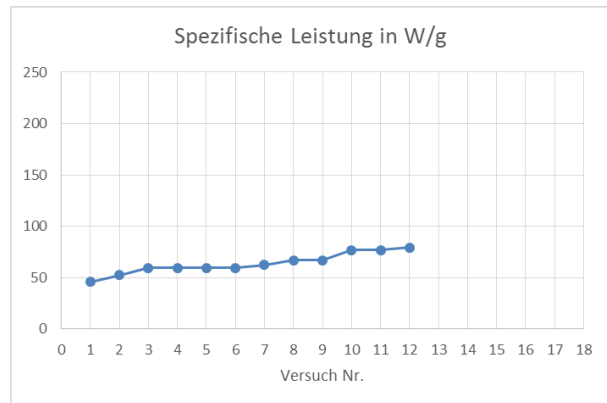
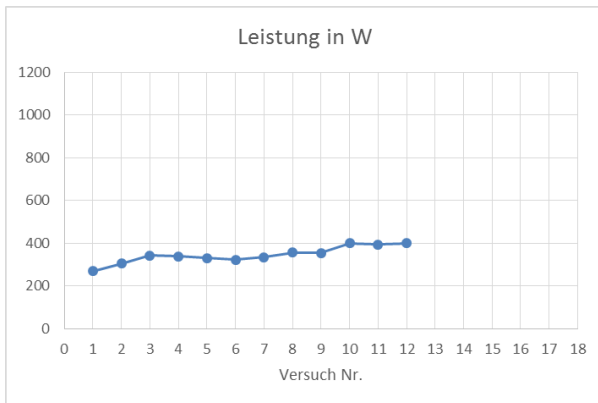
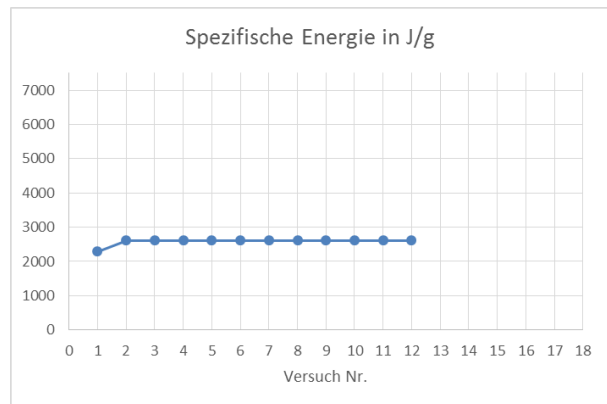
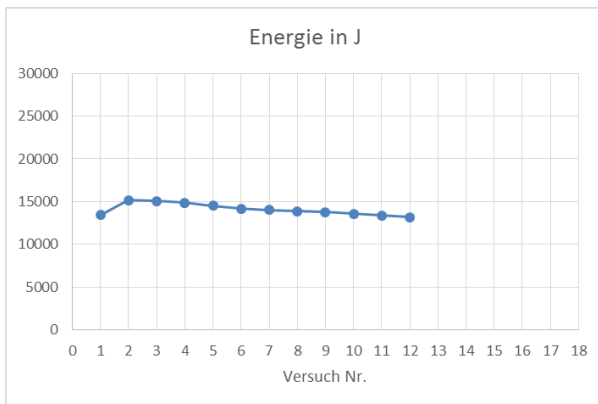
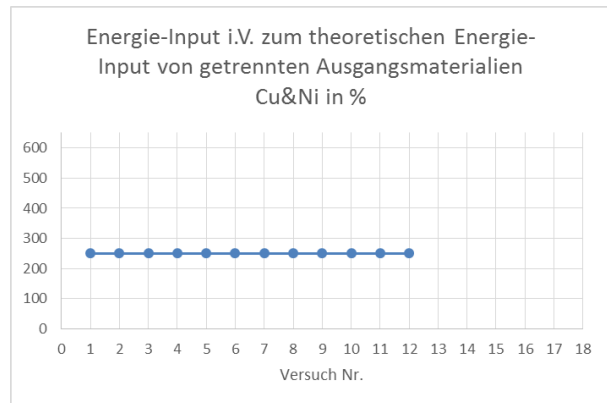
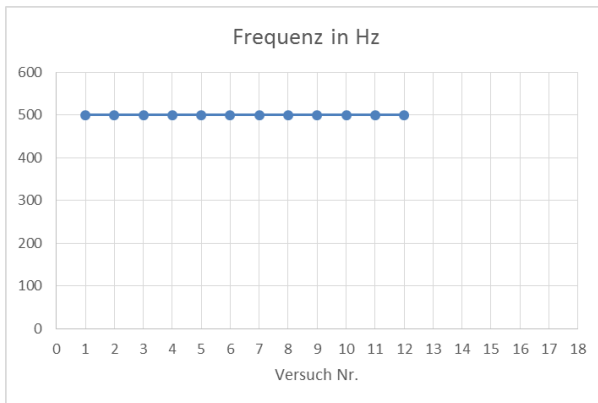
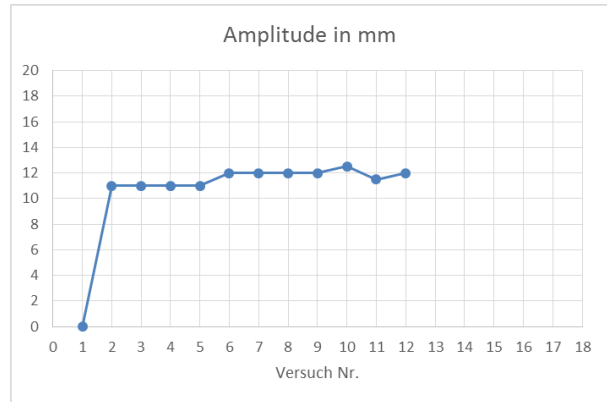
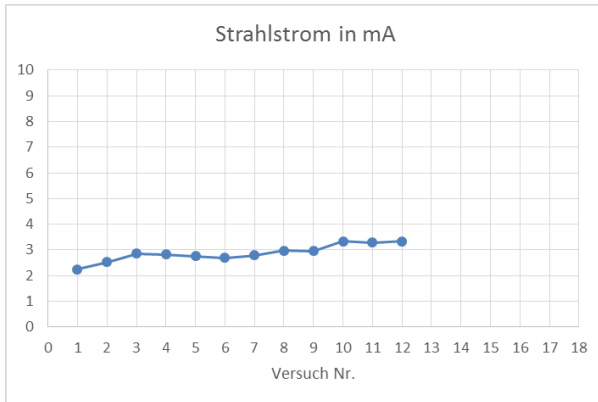


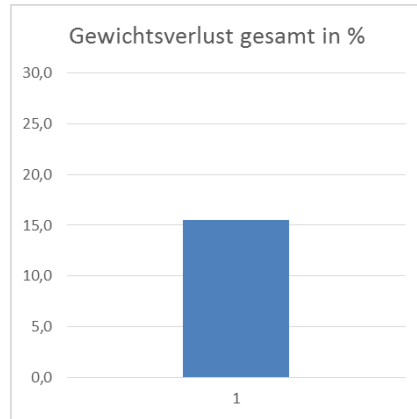
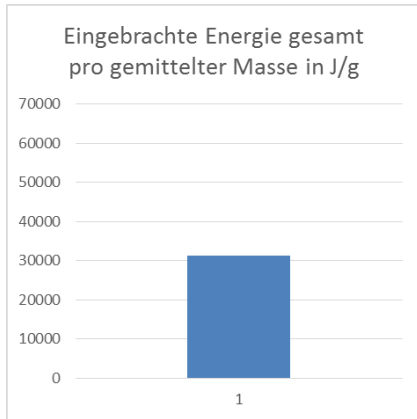
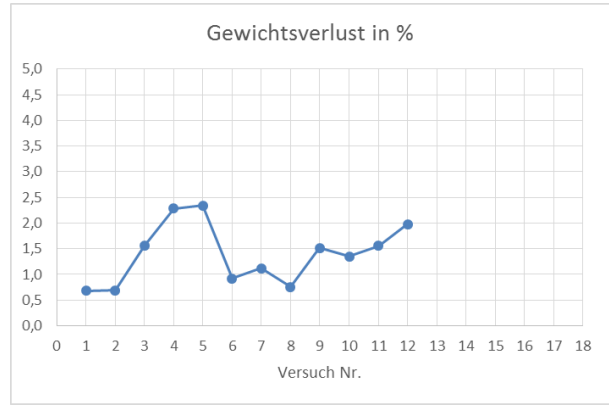
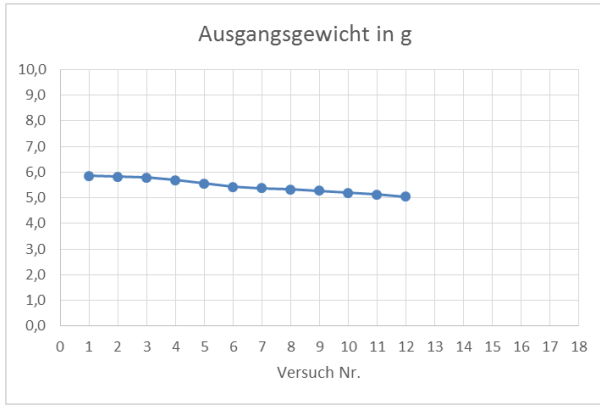
V3_TR3_23.01.:



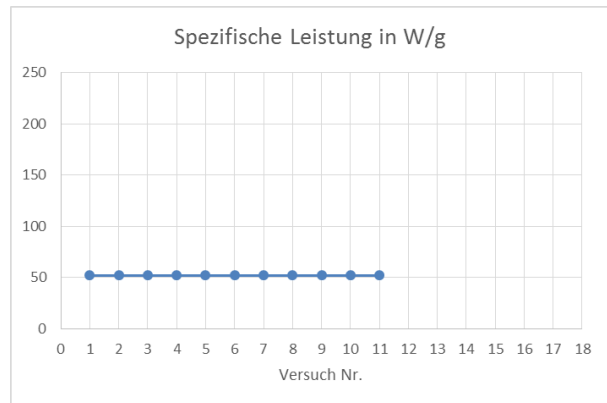
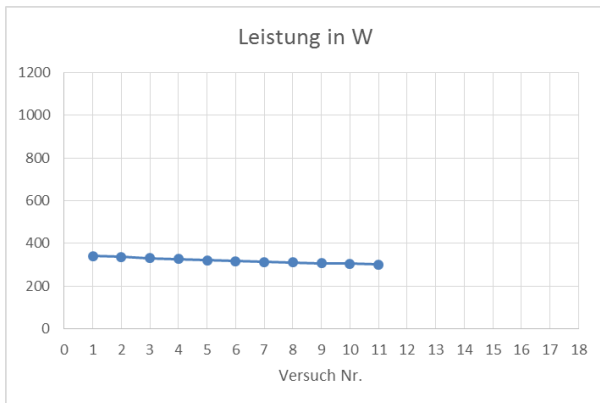
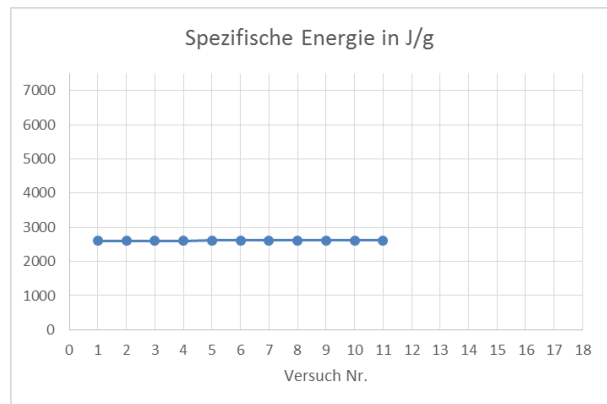
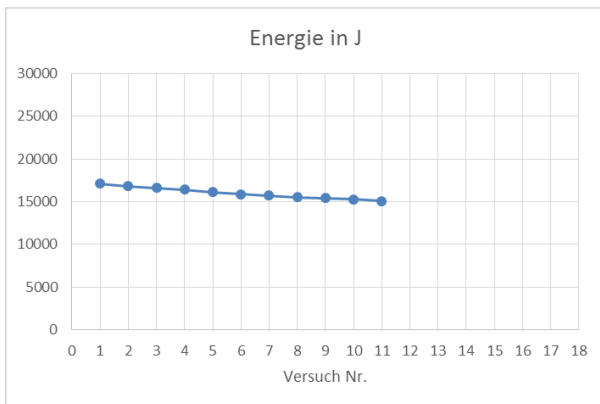
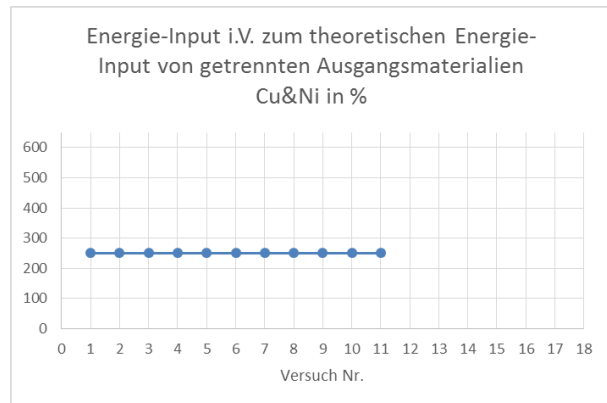
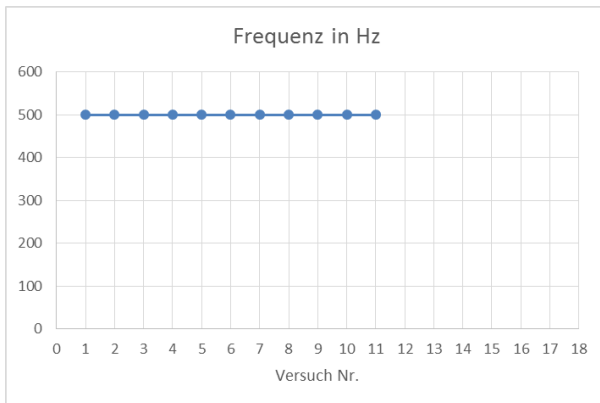
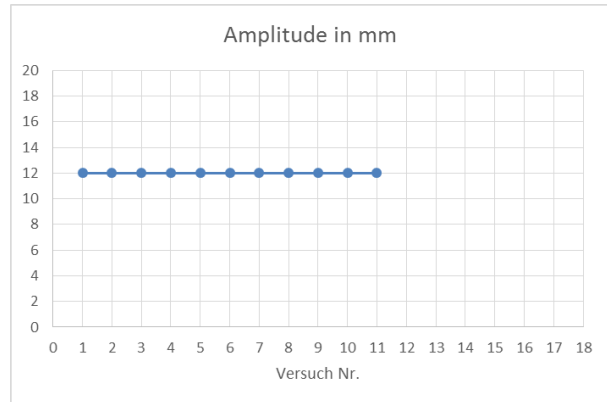
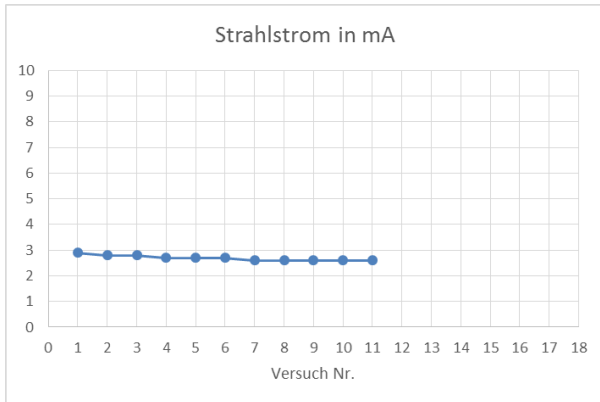


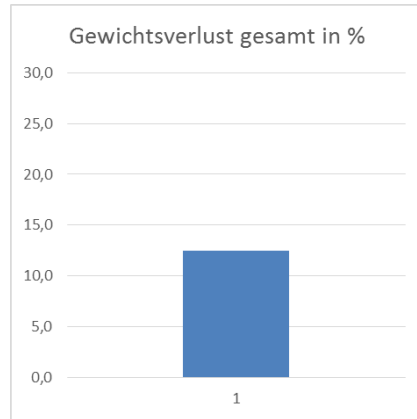
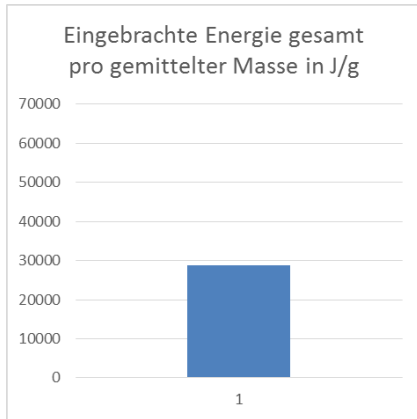
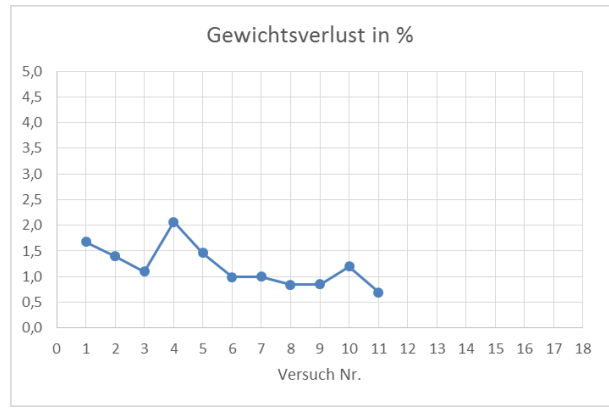
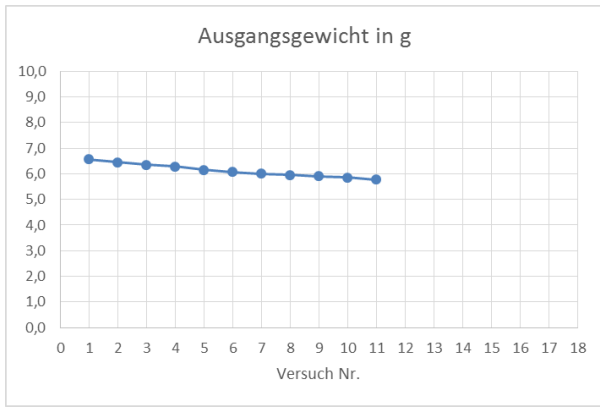
V4_TR3_23.01.:



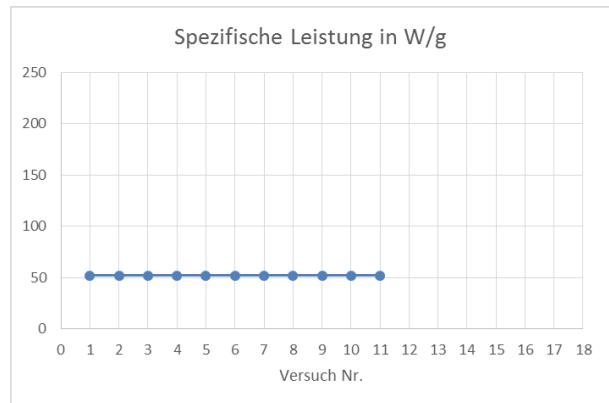
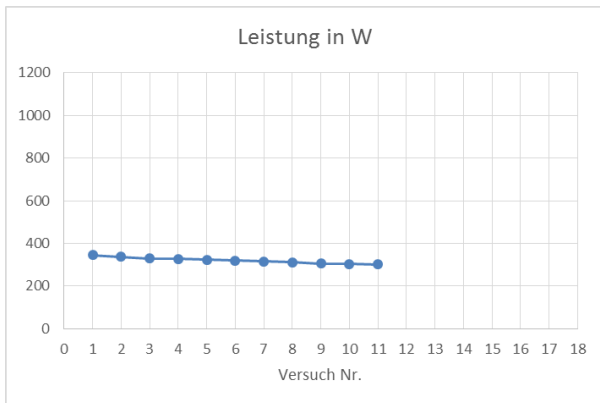
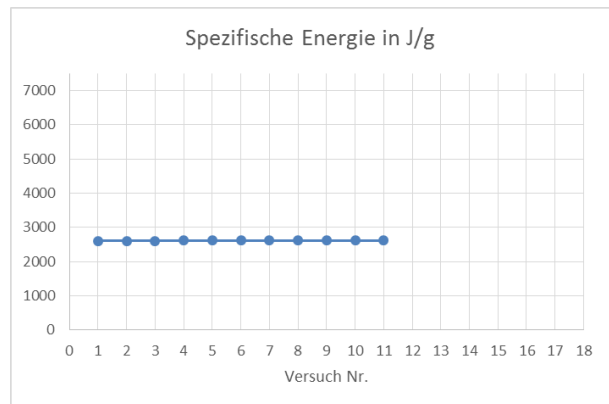
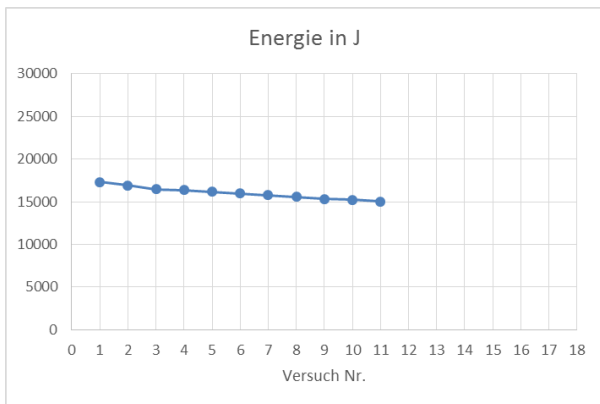
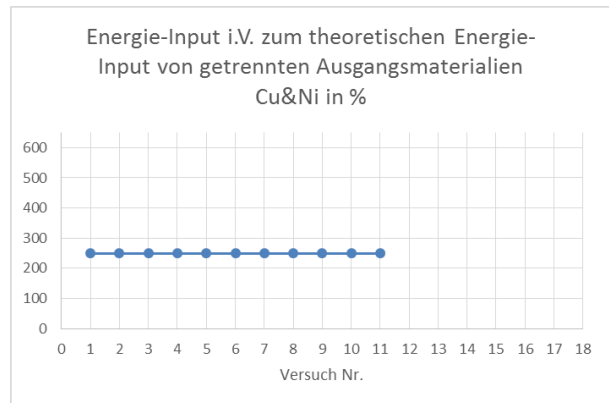
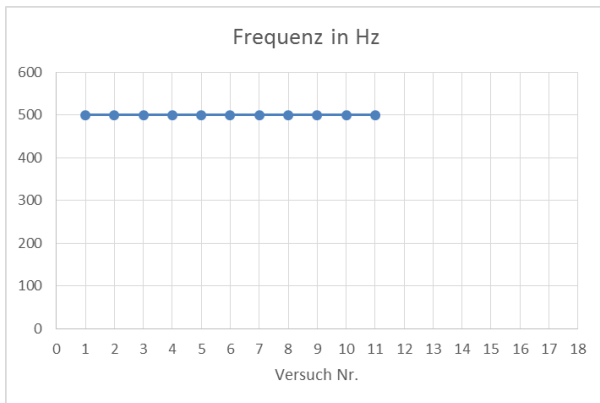
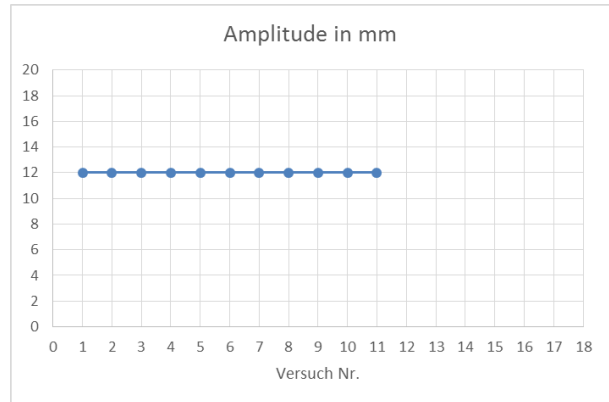
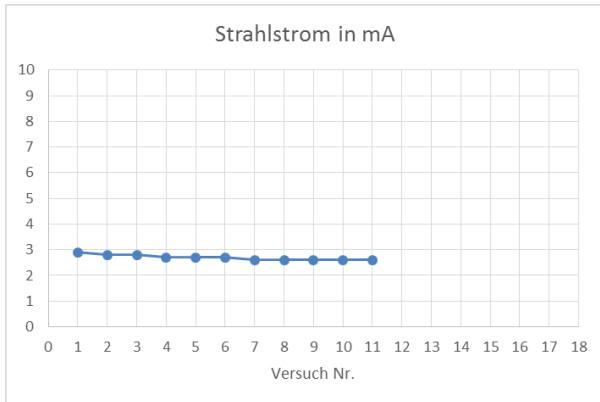


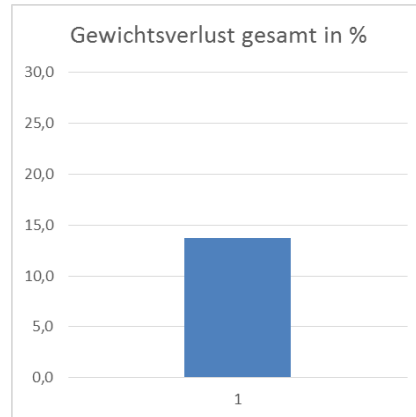
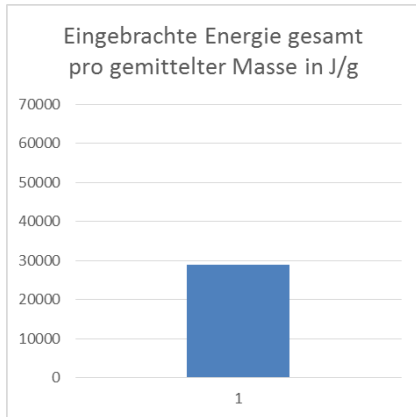
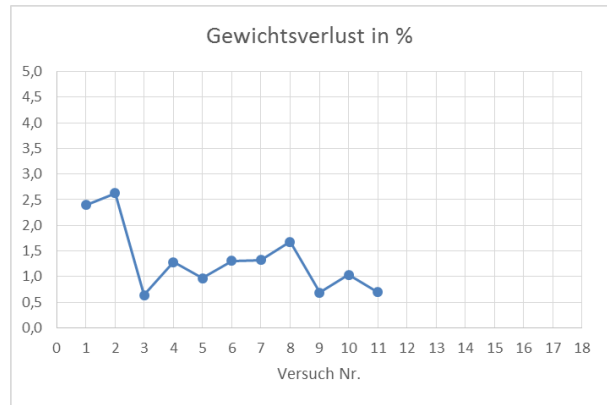
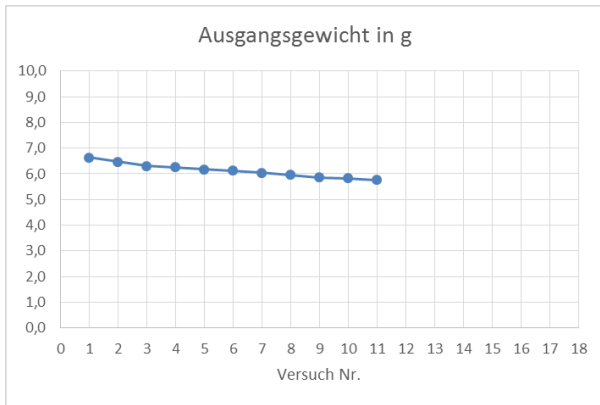
V1_TR5_20.03.:





V2_TR5_20.03.:





V1_TR6_02.01.																		
Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		9,24																
1	2	9,10	0,14	1,5	11	Spirale10000	9,5	100	0	7,4	120	15	883	13239	3/0,15/3/0,15/3/0,15/3/0,15/3	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingelesen
2	2	9,08	0,02	0,2	14	Spirale1000	13	100	0	4,3	120	25	520	13011	-	05	mit Schraubenzieher entfernbar	
3	2	9,05	0,03	0,3	14	Spirale1000	13	10000	0	4,3	120	25	520	13011	-	05	mit Schraubenzieher entfernbar	
4	2	9,01	0,04	0,4	11	Spirale1000	10	250	0	4,6	120	25	553	13822	-	02 oder 03	sehr gut	
5	2	8,99	0,02	0,2	11,5	Spirale1000	10,5	500	0	4,6	120	25	550	13752	-	02 oder 03	sehr gut	
6	4	8,98	0,01	0,1	14	Spirale10000	13	500	0	4,1	120	30	487	14603	25s lang Erwärmen 5s "Umrühren" mit identen Parametern ausgenommen Spirale1000 mit 1Hz	05	sehr gut	
7	4	8,92	0,06	0,7	14,7	Spirale10000	13,7	500	0	4,3	120	30	516	15468	25s lang Erwärmen 5s "Umrühren" mit identen Parametern ausgenommen Spirale1000 mit 1Hz	05	mit Schraubenzieher leicht entfernbar	
8	1	8,88	0,04	0,4	13	Spirale10000	12	500	0	4,3	120	30	512	15350	25s lang Erwärmen 5s "Umrühren" mit identen Parametern ausgenommen Spirale1000 mit 1Hz Nachwärmen 1,5mA über 10s	02 oder 03	sehr gut	
9	1	8,85	0,03	0,3	14	Spirale10000	13	500	0	4,1	120	32	491	15708	32s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
10	1	8,82	0,03	0,3	14	Spirale10000	13	500	0	4,0	120	36	483	17386	36s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
11	1	8,78	0,04	0,5	14	Spirale10000	13	65535	0	4,0	120	36	481	17319	36s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
12	1	8,74	0,04	0,5	14	Spirale10000	13	65535	0	3,9	120	40	474	18952	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
13	1	8,66	0,08	0,9	14	Spirale10000	13	65535	0	3,9	120	40	471	18854	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
14	1	8,60	0,06	0,7	14	Spirale10000	13	500	0	3,9	120	40	467	18679	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

V2_TR4_05.01.																		
Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		7,12																
1	4	7,08	0,04	0,6	11	Spirale10000	10	500	0	2,2	120	57	267	15242	57s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
2	2	7,08	0,00	0,0	12	Spirale10000	12	500	0	3,1	120	46	373	17152	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

3	2	7,04	0,04	0,6	12	Spirale10000	12	500	0	3,4	120	46	405	18644	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
4	2	7,00	0,04	0,6	12	Spirale10000	12	100	0	3,4	120	46	403	18558	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
5	2	6,95	0,05	0,7	12	Spirale10000	12	500	0	3,3	120	46	402	18471	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet

V1_TR6_15.01.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		6,71																
1	4	6,68	0,03	0,5	12	Spirale10000	12	500	0	2,9188	120	46	350	16112	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
2	4	6,45	0,23	3,4	12	Spirale10000	12	500	0	3,4119	120	46	409	18834	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
3	4	6,33	0,12	1,9	12	Spirale10000	12	100	0	3,3669	120	52	404	21009	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
4	4	6,18	0,15	2,4	12	Spirale10000	12	500	0	3,3	120	52	398	20689	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
5	4	5,90	0,28	4,5	12	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	57	343	19579	57s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
6	4	5,78	0,12	2,0	13	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	60	312	18746	60s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
7	4	5,52	0,26	4,5	14	Spirale10000	12	500	0	3,2	120	40	383	15324	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
8	4	5,47	0,05	0,9	14	Spirale10000	12	500	0	3,1	120	40	367	14680	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
9	4	5,37	0,10	1,8	14	Spirale10000	12	500	0	3,0	120	40	364	14553	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
10	4	5,34	0,03	0,6	10	Spirale10000	10	500	0	3,0	120	40	358	14305	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
11	4	5,29	0,05	0,9	10	Spirale10000	10	500	0	2,4	120	50	284	14221	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
12	2	5,20	0,09	1,7	11	Spirale10000	11	500	0	2,3	120	50	282	14094	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

13	2	5,15	0,05	1,0	11	Spirale10000	11	1000	0	2,3	120	50	277	13841	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
14	2	5,08	0,07	1,4	11	Spirale10000	11	10000	0	2,3	120	52	274	14249	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingelefen
15	2	5,00	0,08	1,6	11	Spirale10000	11	10000	0	2,3	120	52	270	14045	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingelefen
16	2	4,81	0,19	3,8	11	Spirale10000	11	500	0	2,3	120	50	276	13812	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
17	2	4,76	0,05	1,0	11	Spirale10000	12	10000	0	2,4	120	46	288	13258	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingelefen

V2_TR6_15.01.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		7,30																
1	3	7,18	0,12	1,6	14	Spirale10000	14	500	0	3,1734	120	46	381	17517	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
2	3	7,18	0,00	0,0	12,5	Spirale10000	12,5	500	0	3,4025	120	46	408	18782	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
3	3	7,24	-0,06	-0,8	12	Spirale10000	12	100	0	3,4025	120	46	408	18782	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
4	3	7,23	0,01	0,1	12	Spirale10000	12	500	0	3,4	120	46	411	18911	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
5	3	7,16	0,07	1,0	12,5	Spirale10000	12,5	500	0	2,9	120	65	343	22276	65s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
6	3	7,16	0,00	0,0	12,5	Spirale10000	12	500	0	2,8	120	65	340	22079	65s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
7	3	7,08	0,08	1,1	13	Spirale10000	12	500	0	3,4	120	46	407	18719	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
8	3	7,00	0,08	1,1	13	Spirale10000	12	500	0	3,1	120	50	370	18521	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
9	3	6,97	0,03	0,4	13	Spirale10000	12	500	0	3,1	120	50	366	18323	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
10	3	6,88	0,09	1,3	12	Spirale10000	12	500	0	3,0	120	50	365	18238	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

11	3	6,85	0,03	0,4	12	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	52	346	18012	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
12	3	6,78	0,07	1,0	12	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	52	345	17928	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
13	3	6,70	0,08	1,2	12	Spirale10000	12	1000	0	3,0	120	50	355	17732	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
14	3	6,63	0,07	1,0	12	Spirale10000	12	10000	0	2,9	120	52	350	18208	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingeleesen
15	3	6,57	0,06	0,9	12	Spirale10000	12	10000	0	2,9	120	52	346	18004	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingeleesen
16	3	6,52	0,05	0,8	12	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	52	343	17829	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
17	3	6,46	0,06	0,9	12	Spirale10000	12	10000	0	2,8	120	52	341	17710	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	Ablenfigur möglicherweise nicht ordnungsgemäß eingeleesen

V1_TR5_23.01.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		6,83																
1	1	6,79	0,04	0,6	-	Spirale10000	11,5	500	0	2,3	120	64	278	17814	64s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
2	1	6,75	0,04	0,6	-	Spirale10000	11,5	500	0	2,4	120	62	286	17715	62s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
3	1	6,64	0,11	1,6	-	Spirale10000	11,5	500	0	3,1	120	48	367	17615	48s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
4	1	6,53	0,11	1,7	-	Spirale10000	11,5	500	0	2,9	120	50	347	17333	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
5	1	6,42	0,11	1,7	-	Spirale10000	11,5	500	0	2,8	120	50	341	17051	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 2mA über 15s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
6	1	6,34	0,08	1,2	-	Spirale10000	13	500	0	3,1	120	45	372	16762	45s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

7	1	6,32	0,02	0,3	-	Spirale10000	13	500	0	3,1	120	45	368	16544	45s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
8	1	6,20	0,12	1,9	-	Spirale10000	12	500	0	3,3	120	42	393	16488	42s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
9	1	6,09	0,11	1,8	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	41	395	16178	41s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
10	1	6,03	0,06	1,0	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	40	397	15889	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
11	1	5,86	0,17	2,8	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	40	393	15727	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
12	1	5,82	0,04	0,7	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	39	392	15296	39s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
13	1	5,74	0,08	1,4	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	38	400	15190	38s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
14	1	5,70	0,04	0,7	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,5	120	36	416	14979	36s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

V2_TR5_23.01.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		7,25																
1	3	7,21	0,04	0,6	-	Spirale10000	12,5	500	0	2,5	120	62	305	18907	62s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
2	3	7,19	0,02	0,3	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,0	120	52	362	18807	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
3	3	7,18	0,01	0,1	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,1	120	50	375	18758	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

4	3	7,14	0,04	0,6	-	Spirale10000	12	500	0	3,0	120	52	360	18730	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
5	3	6,94	0,20	2,8	-	Spirale10000	12	500	0	3,0	120	52	358	18624	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 15s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
6	3	6,83	0,11	1,6	-	Spirale10000	13	500	0	3,3	120	46	394	18116	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
7	3	6,76	0,07	1,0	-	Spirale10000	13	500	0	3,3	120	45	396	17827	45s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
8	3	6,69	0,07	1,0	-	Spirale10000	12	500	0	3,3	120	45	392	17643	45s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
9	3	6,60	0,09	1,3	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	44	397	17467	44s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
10	3	6,54	0,06	0,9	-	Spirale10000	12,5	65535	0	3,3	120	43	401	17234	43s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
11	3	6,45	0,09	1,4	-	Spirale10000	12	65535	0	3,3	120	43	397	17066	43s erwärmen nach 33s umrühren mit Spirale1000_umruehr mit 1Hz für 10s Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
12	3	6,33	0,12	1,9	-	Spirale10000	12	65535	0	3,3	120	43	391	16826	43s erwärmen nach 33s umrühren mit Spirale1000_umruehr mit 1Hz für 10s Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
13	3	6,32	0,01	0,2	-	Spirale10000	12	65535	0	3,3	120	42	393	16516	42s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

14	3	6,28	0,04	0,6	-	Spirale10000	12,5	65535	0	3,5	120	39	423	16488	39s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
----	---	------	------	-----	---	--------------	------	-------	---	-----	-----	----	-----	-------	--	----	----------	--

V3_TR3_23.01.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		6,13																
1	4	6,12	0,01	0,2	-	Spirale10000	15 bzw. 11	500	0	2,4	120	55	291	15981	10s erwärmen mit A=15mm, Rest von 45s mit A=11mm (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
2	4	6,12	0,00	0,0	-	Spirale10000	11	500	0	2,6	120	52	307	15960	52s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
3	4	6,11	0,01	0,2	-	Spirale10000	11	500	0	2,9	120	46	347	15960	46s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
4	4	6,07	0,04	0,7	-	Spirale10000	11	500	0	2,8	120	48	332	15932	48s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
5	4	6,01	0,06	1,0	-	Spirale10000	11	500	0	2,7	120	48	330	15826	48s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 15s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
6	4	5,95	0,06	1,0	-	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	45	348	15671	45s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
7	4	5,92	0,03	0,5	-	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	45	345	15522	45s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
8	4	5,88	0,04	0,7	-	Spirale10000	12	500	0	3,2	120	40	386	15445	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
9	4	5,81	0,07	1,2	-	Spirale10000	12	500	0	3,2	120	40	384	15346	40s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
10	4	5,76	0,05	0,9	-	Spirale10000	12,5	65535	0	3,3	120	38	399	15162	38s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

11	4	5,73	0,03	0,5	-	Spirale10000	11,5	65535	0	3,3	120	38	395	15022	38s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	
12	4	5,65	0,08	1,4	-	Spirale10000	12	65535	0	3,3	120	38	393	14945	38s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	05	sehr gut	

V4_TR3_23.01.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		5,86																
1	TZM	5,82	0,04	0,7	-	Spirale10000	15 bzw. 11	500	0	2,2	120	50	268	13406	15s erwärmen mit A=15mm, Rest von 35s mit A=11mm (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
2	TZM	5,78	0,04	0,7	-	Spirale10000	11	500	0	2,5	120	50	304	15184	50s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
3	TZM	5,69	0,09	1,6	-	Spirale10000	11	500	0	2,9	120	44	343	15085	44s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
4	TZM	5,56	0,13	2,3	-	Spirale10000	11	500	0	2,8	120	44	338	14852	44s erwärmen (KEIN umrühren) Nachwärmen 1,5mA über 10s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
5	TZM	5,43	0,13	2,3	-	Spirale10000	11	500	0	2,7	120	44	330	14514	44s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 15s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
6	TZM	5,38	0,05	0,9	-	Spirale10000	11	500	0	2,7	120	44	322	14182	44s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
7	TZM	5,32	0,06	1,1	-	Spirale10000	12	500	0	2,8	120	42	334	14048	42s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
8	TZM	5,28	0,04	0,8	-	Spirale10000	12	500	0	3,0	120	39	356	13893	39s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
9	TZM	5,20	0,08	1,5	-	Spirale10000	12,5	500	0	2,9	120	39	354	13787	39s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	

10	TZM	5,13	0,07	1,3	-	Spirale10000	12,5	500	0	3,3	120	34	399	13569	34s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
11	TZM	5,05	0,08	1,6	-	Spirale10000	12	500	0	3,3	120	34	394	13386	34s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	
12	TZM	4,95	0,10	2,0	-	Spirale10000	12	500	0	3,3	120	33	399	13175	33s erwärmen (KEIN umrühren) Nach wärmen 2mA über 20s Nachwärmen 1,5mA über 15s Nachwärmen 1mA über 10s	TZM	sehr gut	

V1_TR5_20.03.

Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahlfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.
0		6,56																
1	1	6,45	0,11	1,7	-	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	50	342	17109	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
2	1	6,36	0,09	1,4	-	Spirale10000	12	500	0	2,8	120	50	337	16826	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
3	1	6,29	0,07	1,1	-	Spirale10000	12	500	0	2,8	120	50	332	16594	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
4	1	6,16	0,13	2,1	-	Spirale10000	12	500	0	2,7	120	50	328	16417	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
5	1	6,07	0,09	1,5	-	Spirale10000	12	500	0	2,7	120	50	322	16098	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
6	1	6,01	0,06	1,0	-	Spirale10000	12	500	0	2,7	120	50	317	15865	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
7	1	5,95	0,06	1,0	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	314	15697	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
8	1	5,90	0,05	0,8	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	311	15542	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
9	1	5,85	0,05	0,8	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	308	15408	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet
10	1	5,78	0,07	1,2	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	305	15274	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	
11	1	5,74	0,04	0,7	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	302	15091	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	

V2_TR5_20.03																			
Versuch-Nr.:	Tiegelloch- bzw. Tiegel-Nr.:	Gewicht nachher in g	delta in g	delta in %	Durchmesser der Probe min. in mm	Strahligfigur	Amplitude in mm	Frequenz in Hz	Fokus	I_B in mA	U_B in kV	Zeit in s	Leistung in W	Arbeit in J	Prozessablauf (EIN/AUS/.../Nachwärmen/...)	Versuchsaufbau	Entfernbarkeit aus Vorrichtung	Bemerkung allg.	
0		6,63																	
1	4	6,47	0,16	2,4	-	Spirale10000	12	500	0	2,9	120	50	346	17289	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
2	4	6,30	0,17	2,6	-	Spirale10000	12	500	0	2,8	120	50	338	16889	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
3	4	6,26	0,04	0,6	-	Spirale10000	12	500	0	2,8	120	50	329	16451	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
4	4	6,18	0,08	1,3	-	Spirale10000	12	500	0	2,7	120	50	327	16352	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
5	4	6,12	0,06	1,0	-	Spirale10000	12	500	0	2,7	120	50	323	16147	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
6	4	6,04	0,08	1,3	-	Spirale10000	12	500	0	2,7	120	50	320	15992	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet	
7	4	5,96	0,08	1,3	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	316	15781	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
8	4	5,86	0,10	1,7	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	311	15570	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
9	4	5,82	0,04	0,7	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	306	15315	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut	vor diesem Aufschmelzvorgang wird die Probe gewendet	
10	4	5,76	0,06	1,0	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	304	15210	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		
11	4	5,72	0,04	0,7	-	Spirale10000	12	500	0	2,6	120	50	301	15048	50s erwärmen (KEIN umrühren) Kein nachwärmen	05	sehr gut		

Versuchsaufbau	Beschreibung
02 & 03	Flachstahl 70x20mm (S235JR) mit diversen D=20mm-Bohrungen, an Unterseite Zunder abgeschliffen, so gut wie möglich mit Kupferplatten unterlegt
05	Flachstahl 70x20mm (S235JR) mit zentraler D=20mm-Bohrung, Abmessungen möglichst ähnlich TzM-Tiegel, an Ober- und Unterseite Zunder abgeschliffen, aufgelegt auf 2Stk. austenitischen Kerbschlagbiegeproben
TzM	TzM-Tiegel lt. Fertigungszeichnung, aufgelegt auf 2 Stk. austenitischen Kerbschlagbiegeproben