OTTO-VON-GUERICKE-UNIVERSITÄT MAGDEBURG
Fakultät für Maschinenbau
Institut für Werkstoff- und Fügetechnik / Lehrstuhl Fügetechnik

Statusbericht

zum AiF-Forschungsprojekt:

Untersuchung des Einflusses der Morphologie der Wolframcarbide auf die Eigenschaften von Verschleißschichten am Beispiel des Plasmapulverauftragschweißens

AiF-Vorhaben-Nr.:	15.323 B
DVS-Nr.:	2.043
Laufzeit:	01.06.2007 - 31.05.2009
Berichtsdatum:	01.10.2007 - 31.01.2008

1. Durchgeführte Arbeiten im Berichtszeitraum (01.10.2007 - 31.01.2008)

- Ermittlung der physikalisch-chemischen Eigenschaften der Wolframcarbide und Auswertung der Untersuchungen:
  - Chemische Zusammensetzung mittels Röntgenfloureszenzanalyse
  - Fließverhalten nach DIN EN ISO 4490
  - Fülldichte gemäß DIN ISO 3923 / Teil 1
  - Mikrohärte der Carbide und einzelner Carbidphasen durch die Mikrohärteprüfung HV 0,1
  - Korngrößenverteilung anhand der Siebanalyse nach DIN ISO 4497
  - Beurteilung der Kornform und Kornoberfläche der pulverförmigen Wolframcarbide im Anlieferungszustand mittels Licht- und Rasterelektronenmikroskopie
  - Bestimmung der Mikrostruktur durch Lichtmikroskopie
- Überprüfung der Anwendungseignung des Linienschnittverfahrens zur Beschreibung der Mikrostruktur von blockigen Wolframschmelzcarbiden in der Praxis

2. Status

In dem o.g. Bearbeitungszeitraum wurden gemäß dem Arbeitsplan die physikalisch-chemischen Eigenschaften der ausgewählten pulverförmigen Wolframmono- (WC) und Wolframschmelzcarbide (WSC) untersucht. Vor der Bestimmung dieser Eigenschaften erfolgte eine Homogenisierung der Pulver, um einen Einfluss von Entmischungserscheinungen in den Pulvern auf die Untersuchungen auszuschließen. Danach wurde von jedem Pulver eine repräsentative Probenmenge aus der homogenisierten Durchschnittsprobe durch eine Pulverteilung entnommen.
Zunächst wurde die chemische Zusammensetzung aller Wolframcarbidpulver mittels der Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt (Tabelle 1). Alle untersuchten Pulver weisen in geringer Konzentration Eisen als metallisches Fremdelement auf. Bis auf Pulver BI-3 befindet sich der Gesamt-Kohlenstoffgehalt der WSC-Pulver mit 3,89-3,97 Masse-% im üblichen für diese Carbidart eutektischen Bereich. Pulver BI-3 zeigt dagegen mit 4,69 Masse-% einen höheren Gesamt-Kohlenstoffgehalt, was die Verschleißbeständigkeit beeinflussen könnte. Der Gesamt-Kohlenstoffgehalt der Pulver A-1 und A-2 liegt mit 6,1 Masse-% in der üblichen Größenordnung für diese Carbidart.
Um Aussagen über die Rieselfähigkeit der W-Carbidpulver in Abhängigkeit von ihrer Art und Herstellungsqualität im Hinblick auf das Förderverhalten dieser Pulver in den anschließenden Schweißversuchen zu erhalten, wurde das Fließverhalten aller Pulver mit dem Trichterverfahren bestimmt. Für jedes Pulver wurde eine Probemasse von 50 g verwendet, an der jeweils 5 Einzelmessungen der Fließzeit erfolgten. Die Fließzeiten unterschiedlicher blockiger W-Carbidpulver zeigen untereinander eine gute Übereinstimmung (Tabelle 1). Die Fließdauer des kugeligen WC-Pulvers BII-1 ist mit 6,14 s/50g deutlich geringer als die der blockigen Wolframcarbidpulver. Daraus lässt sich auf eine wesentlich bessere Rieselfähigkeit dieses Pulvers schlussfolgern, was sich positiv auf den Pulverfördermechanismus beim Plasmapulverauftragschweißen auswirken dürfte.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung, Fießverhalten und Fülldichten der W-Carbidpulver

Pulver	A-1	A-2	Bl-1	Bl-2	Bl-3	Bl-4	Bl-5	Bll-1
chemische Zusammensetzung [Masse %]								
$C_{-gesamt}$	6,140	6,140	3,950	3,960	4,690	3,970	3,940	3,890
C_{-frei}	0,008	0,007	0,022	0,026	0,006	0,024	0,027	0,030
Fe	0,168	0,158	0,185	0,111	0,082	0,108	0,151	0,337
O	0,008	0,007	0,022	0,026	0,006	0,024	0,027	0,030
W	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest
Fließverhalten [s/50g]								
Fließdauer	13,39	14,51	11,06	11,08	10,31	12,04	11,41	6,14
Streuung	0,15	0,74	0,22	2,50	0,84	0,26	0,21	0,09
Fülldichte [g/cm³]								
Fülldichte	6,95	6,93	8,10	7,85	7,27	7,68	7,97	9,67
Streuung	0,02	0,02	0,03	0,03	0,02	0,00	0,03	0,02

Pulver A - Wolframmonocarbid
Pulver B - Wolframschmelzcarbid

Die Fülldichte wurde für alle Pulver gemäß DIN EN ISO 3923 Teil 1 bestimmt. An jedem Pulver erfolgten 3 Einzelmessungen der Fülldichte. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 aufgeführt. Die Fülldichten der blockigen WSC- und WC-Pulver differieren nur gering. Für keines der untersuchten Pulver trat eine Streuung der Einzelmesswerte von mehr als 0,03 g/cm³ auf. Tendenziell sind die blockigen WSC-Pulver durch eine höhere Fülldichte als die blockigen WC-Pulver gekennzeichnet, was auf eine stärkere Zerklüftung der blockigen Wolframmonocarbide zurückzuführen ist. Bei dem kugeligen WSC-Pulver ließ sich erwartungsgemäß die höchste Fülldichte messen, da eine kugelige Form in einem Volumen immer die höchste Packungsdichte erzielt.
Die Zielsetzung der Mikrohärteuntersuchungen bestand zunächst in der Bestimmung der Mikrohärte von 4 blockigen WSC-Pulvern im Ausgangszustand. Durch das Setzen der Härteeindrücke in Pulverteilchen mit unterschiedlicher Struktur sollte der Zusammenhang zwischen der Morphologie der Wolframcarbide und ihrer Härte im Ausgangszustand aufgezeigt werden. Eine zweite Zielsetzung bestand in der Bewertung subjektiver Einflussfaktoren auf die Ergebnisse der Mikrohärtemessung. Da die Mikrohärte eines Pulverteilchens nicht nur von der Morphologie, sondern auch von der Einbettmethode, der Parallelität der Probenflächen, der mikroskopischen Vergrößerung des auszuwertenden Härteeindruckes und der subjektiv bedingten Markierung der Eckpunkte des Härteeindruckes beeinflusst wird, wurden an allen Pulvern umfangreiche Härtemessungen unter Variation der genannten Einflussfaktoren durchgeführt. So wurden 2 Einbettmethoden, 2 Vergrößerungen und auch 2 Belastungsstufen untersucht. Um den subjektiven Einfluss bei der Markierung der Eckpunkte des Härteeindruckes abschätzen zu können, wurde an 3 unterschiedlichen Pulvern jeder Härteeindruck dreimal vermessen. Die kugeligen und blockigen WSC-Pulver zeigten sowohl in einem Pulverkorn als auch in unterschiedlichen Pulverkörnern charakteristische Unterschiede in der Morphologie, die zunächst als sehr feine Ausbildung, als feine Ausbildung, als mittlere Ausbildung und als grobe Ausbildung der hell- und dunkelgrauen Phasen bezeichnet wurden. Ordnet man die Mittelwerte der Härtemessungen HV 0,1 an den einzelnen Pulvern diesen charakteristischen Strukturen zu (Tabelle 2) so können folgende Aussagen getroffen werden:

- Ein Wolframmonocarbid besitzt eine geringere Härte als ein Wolframschmelzcarbid.
- Ein Wolframschmelzcarbid besteht aus den Phasen WC und W_2C. Die gemessenen Härtewerte stellen überwiegend Mischhärten beider Strukturen dar, die in ihren Werten auch von der Einbettmethode beeinflusst werden.
- An blockigen WSC-Pulvern ist zweifelsfrei nachgewiesen worden, dass mit einer Vergröberung der Struktur der Carbidteilchen eine Verringerung ihrer Ausgangshärte einhergeht.
- Für die maximale Härte eines WSC-Kornes ist nicht seine geometrische Form (blockig oder kugelig) ausschlaggebend, sondern allein seine herstellungsbedingte Struktur.
- Die Einbettmasse (EBM) beeinflusst den Härtewert. Die in der warmaushärtenden Polymereinbettmasse (schwarze EBM) eingebetteten Pulver ergeben bei den rissfreien Proben höhere Härtewerte als die in Silberlot eingebetteten Proben.

Tabelle 2: Mittlere Mikrohärte HV 0,1 der Wolframcarbidpulver

Struktur		**Messposition**	**W-Carbidpulver**							
			A-1	A-2	BI-1	BI-2	BI-3	BI-4	BI-5	BII-1
einphasig	—	hellgraue Phase	2960	2942	—	—	—	—	—	—
mehrphasig	sehr fein	Mischphase aus hell- und dunkelgrauer Phase	—	—	—	3668	3832	3911	3935	3713
	fein		—	—	3188	3136	3151	—	—	—
	mittel		—	—	2966	—	—	—	—	—
	grob	hellgraue Phase	—	—	2784	2918	2799	—	—	—
		dunkelgraue Phase	—	—	2741	—	—	—	—	—

Die Bestimmung der Korngrößenverteilungen aller Wolframcarbidpulver ist durch manuelle Trockensiebungen realisiert worden. Die Fraktionierung der Carbide erfolgte vom Sieb mit der größten Maschenweite beginnend. Von jedem Pulver wurden die Masseanteile der Korngrößenbereiche für jeweils 100 g und 400 g Einwaagemasse bestimmt. In Tabelle 3 sind die Ergebnisse für eine Einwaagemasse von 100 g aufgelistet. Das Pulver BI-1 war das einzige Pulver ohne Carbide im Korngrößenbereich 45-63 µm. Carbide mit Korngrößen oberhalb von 180 µm ließen sich nur beim Pulver BI-4 nachweisen. Dieses Pulver wies mit 96,85 Masse % zugleich den geringsten Wert für den angestrebten Körnungsbereich 63-160 µm auf. Bei allen anderen Siebanalysen befand sich dieser Anteil zwischen 97,3 % und 99,5 %. Eine Beeinflussung der Masseanteile durch eine Erhöhung der Pulver-Einwaagemasse auf 400 g ließ sich nicht feststellen.

Tabelle 3: Korngrößen der Wolframcarbidpulver

Pulver Korngrößenklasse [µm]	A-1	A-2	BI-1	BI-2	BI-3	BI-4	BI-5	BII-1
	Masseanteil [%]							
250 - d_{max}	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
180 - 250	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,20	0,00	0,00
160 - 180	0,40	0,70	0,40	0,00	0,61	0,81	1,09	2,07
125 - 160	29,42	26,38	31,21	28,43	17,96	25,81	24,95	26,78
63 - 125	68,88	71,07	68,29	69,58	80,71	71,04	72,37	70,94
45 - 63	0,40	0,58	0,00	0,80	0,41	1,02	1,09	0,21
0 - 45	0,90	1,27	0,10	1,19	0,31	1,12	0,50	0,00
Masseanteil [%]: 63 < KG < 160 µm	98,30	97,45	99,50	98,01	98,67	96,85	97,32	97,72

KG: Korngröße, d_{max}: maximaler Korndurchmesser

Zur Beurteilung der Kornform und Kornoberfläche der Wolframcarbide im Anlieferungszustand erfolgten licht- und rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an allen Pulvern. Zur Veranschaulichung der unterschiedlichen Oberflächenmorphologien sind im Bild 1 die Carbidarten vergleichend dargestellt. Die untersuchten blockigen Wolframmonocarbide weisen herstellungsbedingt scharfe Konturen und ebene, durch Fehlstellen unterbrochene Sprödbruchflächen auf (Bild 1a). Die Oberflächenstruktur der blockigen Wolframschmelzcarbide ist größtenteils durch Spaltbruchflächen gekennzeichnet, die partiell durch Zähbruchgebiete unterbrochen sind (Bild 1b). Die Form dieser Carbide ist gekennzeichnet durch viele Ecken mit Bruchkanten in mehreren Abstufungsebenen. Die kugeligen Wolframschmelzcarbide haben eine glatte, homogen erschmolzene Oberflächenstruktur (Bild 1c), deren Form größtenteils nahezu ideal rund ist. Der polykristalline Aufbau der kugeligen Wolframschmelzcarbide wird teilweise durch die im REM-Bild gut sichtbaren Korngrenzenverläufe auf den Carbidoberflächen deutlich.

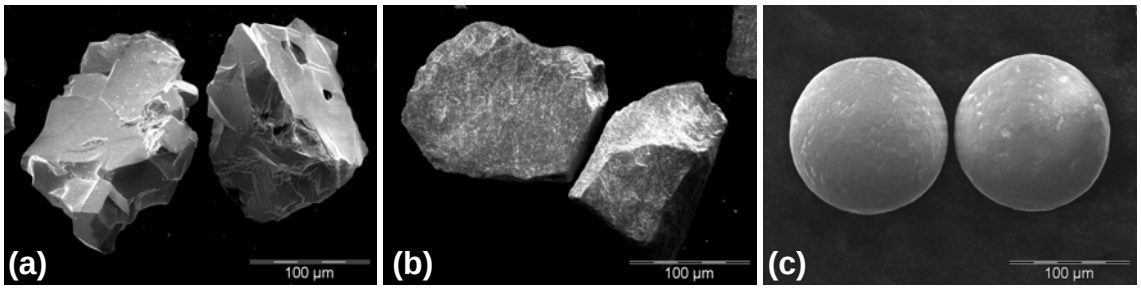

Bild 1: REM-Aufnahmen der Kornform und -oberfläche
(a) WC-blockig, (b) WSC-blockig, (c) WSC-kugelig

Im Mittelpunkt weiterer Arbeiten standen Fiedrigkeitsuntersuchungen an den blockigen Wolframschmelzcarbiden. Die entwickelte Linienschnittmethode war hinsichtlich ihrer Anwendungseignung in der Praxis zu überprüfen. Daher erfolgten in Abstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss Vergleichsmessungen an den in der Praxis zur Carbidabstufung genutzten lichtmikroskopischen Aufnahmen. Es wurde festgestellt, dass diese Methode, im Gegensatz zu der bislang rein subjektiven Carbidbewertung, eine objektivere Abstufung von unterschiedlichen Strukturen in blockigen Wolframschmelzcarbiden ermöglicht. Um die Praxistauglichkeit dieser Methode zu verbessern wird derzeit ein Verfahren erprobt, das eine Bewertung von mehreren Carbiden auf einer lichtmikroskopischen Aufnahme zulässt.
Laut Arbeits- und Zeitplan soll ausgehend von den Untersuchungsergebnissen eine Klassifizierung der Wolframcarbide nach ihren Eigenschaften erfolgen. Aufgrund von Verzögerungen bei der Pulverlieferung wurde dieser Arbeitspunkt noch nicht begonnen.

3. Ausblick auf die weiteren Arbeitsschritte

- Erarbeitung eines Konzeptes für die Klassifizierung der Wolframcarbide nach morphologischen Gesichtspunkten
- Versuche zur Prozessparameteroptimierung der hartstoffhaltigen Pulverlegierungen für das PPA-Schweißen
- Beginn der Schweißversuche mit unterschiedlichen Wolframcarbiden und deren Auswertung
- Fortführung der Messmethode zur Bestimmung der Fiedrigkeit von blockigen WSC-Pulverteilchen sowie Entwicklung einer entsprechenden Software zur Erhöhung der Anwendungs- und Bedienerfreundlichkeit dieser Messmethode