

# Application Report

## Kontaktwinkelmessung bei Hochtemperatur

Application report: AR238d  
Industry section: Metallurgy  
Author: CBK  
Date: 12/2003

Method:



Keywords: High temperature, slag melts, contact angle



Drop Shape Analysis System  
DSA10HT

## Kontaktwinkelmessung bei Hochtemperatur

Messung der Kontaktwinkel von Schlackeschmelzen auf Graphit- und Aluminiumoxid-Trägermaterial

### Abstract

Es wurden die Kontaktwinkel von Schlackeschmelzen auf verschiedenen Trägermaterialien (Graphit und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) unter Schutzgasatmosphäre bestimmt. Als schnellste und einfachste Messmethode zur Messung der Benetzung wurde eine optische Kontaktwinkelmessung auf Basis der Sessile-Drop-Methode mit Hilfe des Tropfenkonturanalyse-Systems DSA10HT mit integriertem Hochtemperatur-Rohrofen angewandt (Abb. 1).



Abb. 1: KRÜSS Tropfenkonturanalyse-System DSA10HT

## Einleitung

### Messapparatur

Bei der Durchführung der Kontaktwinkelmessungen wurde auf eine bewährte Kombination aus optischer Tropfenkonturanalyse (die mittels integrierter Softwaresteuerung vollautomatisch durchführbar ist) und eines bis 1900°C einsetzbaren innovativen Rohrofens zurückgegriffen.

Das optische Tropfenkonturanalyse-System arbeitet auf Basis der videogestützten digitalen Bildaufnahme- und Auswertetechnik. Mittels der Methode des auf einer Festkörperoberfläche liegenden Tropfens und einer diesem rotationssymmetrischen Profil angepassten Fitmethode (z.B. Laplace-, Ellipsen-, Kegelschnitt-, Circle-Fit) lässt sich durch eine numerische bzw. analytische Tropfenprofilauswertung sowohl im Online- als auch Offline-Verfahren die Kontaktwinkelbestimmung durchführen. Die Bildspeicherung ist sowohl mittels der softwareintegrierten Movie-Funktion auch als Einzelbilddarstellung durchführbar.

Für die Kontaktwinkelmessungen an den Schlackeschmelzen wurde ein horizontal ausgerichteter Rohrofen verwendet, der für diese Messungen unter inerter Gas-Atmosphäre betrieben wurde. Grundsätzlich ist dieser Ofen auch für oxidierende oder reduzierende Atmosphäre bis 1900°C einsetzbar. Mit einem entsprechenden Einlegerohr ist auch ein Betrieb des Ofens im Vakuum möglich. Der Ofen kann sowohl horizontal als auch vertikal betrieben werden. Bei Bedarf ist die Ausstattung mit einer wassergekühlten Außenwand möglich.

Das Kernstück des Ofens ist das Arbeitsrohr. Es besteht aus dicht gesintertem hochreinem Keramikmaterial. Die Öffnungen des Arbeitsrohres sind mit ISO-KF-Standardflanschen der Vakuumtechnik verschlossen, für die Gaseingänge werden Swagelok-Verbinder eingesetzt. Direkt auf dem Arbeitsrohr befindet sich das Heizelement. Zur Vermeidung von Oxidationsprozessen ist der gesamte Heizraum mit Inertgas gefüllt. Die Außenluft wird entweder durch einen schwachen Schutzgasstrom ferngehalten oder das Gehäuse wird luftdicht verschlossen.

Das Arbeitsrohr befindet sich im Heizraum. Kontakt zur Luft ist nur über die Flanschöffnungen möglich. Zur Atmosphäre des Heizraumes gibt es keine Verbindung. Damit kann im Arbeitsraum in jeder Atmosphäre gearbeitet werden. Sie kann sich von der Umgebungsluft ebenso wie vom Heizraum unterscheiden. Bis zu den Temperaturen, bis zu denen das Arbeitsrohr seine mechanische Festigkeit behält, kann auch im Vakuum gearbeitet werden. Bei Kenntnis der Zusammensetzung des Probenmaterials ist eine Führung des Inertgasstromes durch den Arbeitsraum und dann erst durch den Heizraum gegeben. Da so die heißen Teile des Arbeitsrohres von Inertgas umgeben sind, kann auch bei höchsten Temperaturen kein Sauerstoff von außen in den Arbeitsraum diffundieren. Dies macht den Ofen für

Wärmebehandlungen unter Sauerstoffabschluss besonders geeignet. Eine Besonderheit dieses Ofens ist die Probenzuführung mittels beweglicher Probenbühne, die in der Abbildung 2 bei einem Blick in den Probeninnenraum sichtbar ist.

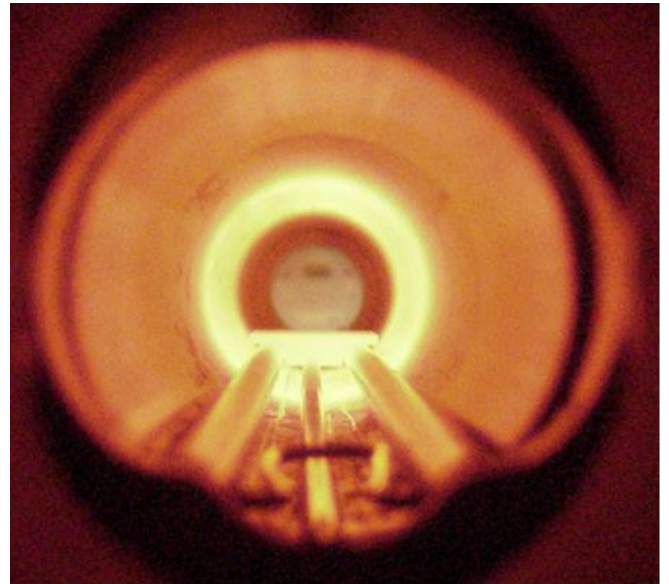


Abb. 2: Probenhalter im Ofeninnenraum

### Messparameter

Die Kontaktwinkelmessungen wurden im Temperaturbereich  $T = 1300^{\circ}\text{C} - 1750^{\circ}\text{C}$  durchgeführt. Die verwendeten Messparameter lauteten wie folgt:

Kontaktwinkeltyp: statischer Kontaktwinkel  
Benutzte Fitmethoden:

Ellipsen-Fit bei Schlacke auf Aluminiumoxid

Laplace-Fit bei Schlacke auf Graphit

### Messwerte/Ergebnisse

Die Kontaktwinkelmessungen zwischen Schlacke und Graphit wurden im Temperaturbereich  $1400^{\circ}\text{C} - 1750^{\circ}\text{C}$  unter Schutzgas durchgeführt.

Der Ablauf des Aufschmelzvorganges ist anhand ausgewählter Beispiele in den Abbildungen 3 bis 7 dargestellt, die den Anfangszustand der Probe vor dem Schmelzen, den eigentlichen Aufschmelzvorgang und den stabilen Tropfen am Ende des Schmelzprozesses darstellen.

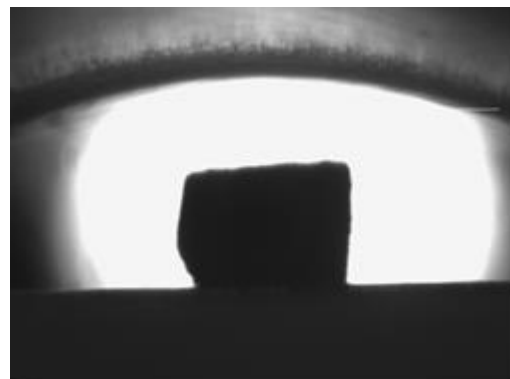


Abb. 3: Schlackeprobe auf Graphit bei ca.  $1160^{\circ}\text{C}$

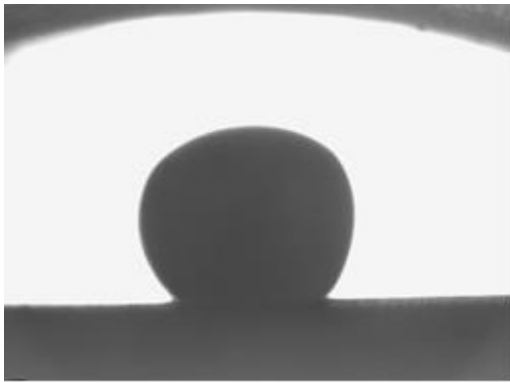


Abb. 4: Schlackeprobe auf Graphit bei ca. 1420°C



Abb. 5: Schlackeprobe auf Graphit bei ca. 1635°C

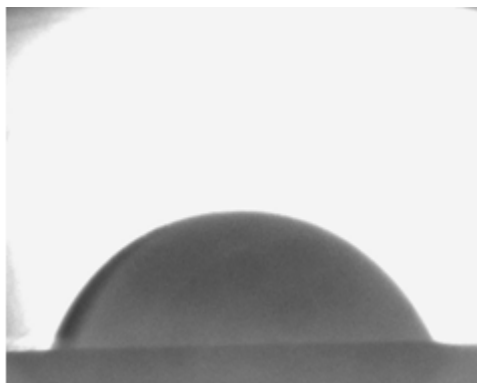


Abb. 6: Geschmolzene Schlacke auf Graphit bei ca.1685 °C



Abb. 7: Geschmolzene Schlacke auf Graphit bei ca. 1700°C

Die im Temperaturbereich 1635-1700°C dokumentierte Bildfolge lässt sich hinsichtlich folgender Funktionen auswerten:

- Kontaktwinkel als Funktion der Temperatur
- Kontaktwinkel als Funktion des Tropfenalters
- Tropfendurchmesser als Funktion des Tropfenalters
- Tropfenvolumen als Funktion des Tropfenalters
- Kontaktwinkel als Funktion des Tropfenvolumens
- Kontaktwinkel als Funktion des Tropfendurchmessers
- Tropfenvolumen als Funktion des Tropfendurchmessers.

Als Veranschaulichung dieser verschiedenen Abhängigkeiten haben wir hier die Funktion „Kontaktwinkel in Abhängigkeit des Tropfenalters der Schmelze“ ausgewählt und in Abb. 8 dargestellt.

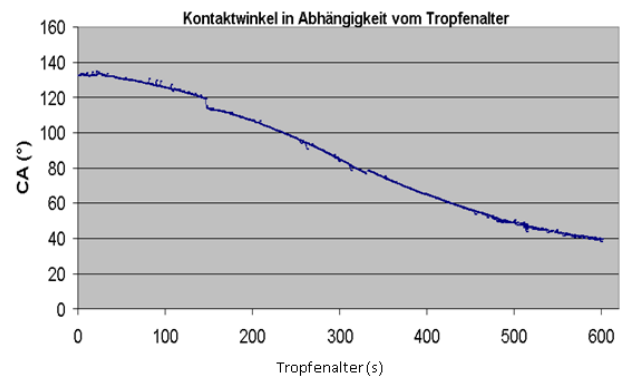


Abb. 8: Kontaktwinkel von Schlacke auf Graphit als Funktion des Tropfenalters der Schmelze

Die Kontaktwinkelmessungen zwischen Schlacke und  $Al_2O_3$  wurden im Temperaturbereich 1310°C – 1510°C durchgeführt. Es wurden in diesem Temperaturbereich Tropfenbilder ausgewertet, von denen hier ausgewählte Abbildungen (Abb. 9-12) wiedergegeben werden.

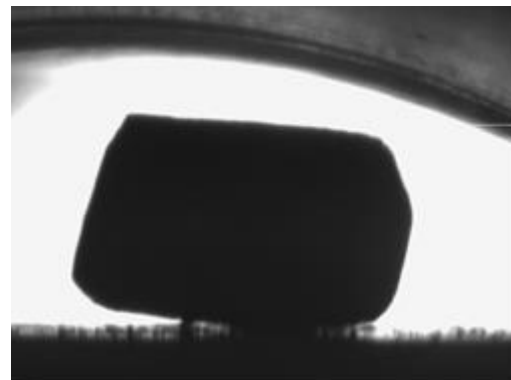


Abb. 9: Schlacke auf  $Al_2O_3$  bei ca. 1100°C



Abb. 10: Schlacke auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bei ca. 1365°C

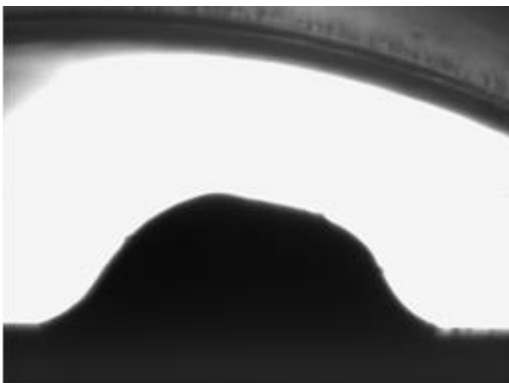


Abb. 11: Schlacke auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bei ca. 1410°C

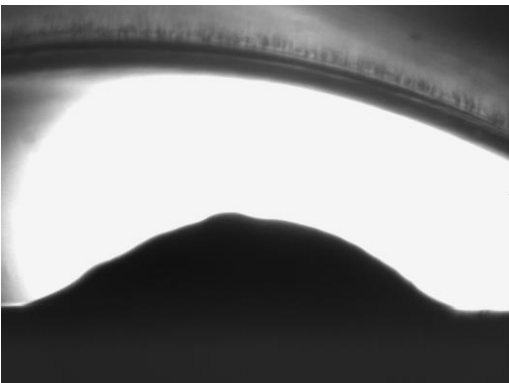


Abb. 12: Schlacke auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bei ca. 1435°C

Die Schlacke auf dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Träger schmolz bei deutlich geringeren Temperaturen als Schlacke auf Graphit und ohne die Ausbildung einer sphärischen Probenform.

Durch eine entsprechende Softwareimplementierung ist es dennoch möglich, die Kontaktwinkel auch an diesen nicht-sphärischen Schmelzen zu bestimmen.

### Zusammenfassung

Als Schlussfolgerung unserer Kontaktwinkelmessungen im Bereich  $T = 1300 - 1750^\circ\text{C}$  möchten wir die Vorteile des hier verwendeten experimentellen Systems kurz zusammenfassen:

Der verwendete Rohrofen ist kein Ofen mit freiliegender Keramik! Bei dem verwendeten Ofen wird ein so genannter Getter verwendet zur Gewährleistung einer sauerstofffreien Arbeitsatmosphäre, so dass bei entsprechender Inertgasstromführung auch keine Sauerstoffdiffusion von außen durch das Arbeitsrohr möglich ist.

Bei Kenntnis der Zusammensetzung der Probe ist eine Führung des Inertgasstromes zuerst durch den Arbeitsraum und danach durch den Heizraum möglich.

Auf Grund der Auswahl der Heizelemente in Kombination mit einem entsprechenden Arbeitsrohr sind Arbeitstemperaturen bis  $1900^\circ\text{C}$  möglich.

Der Ofen kann auf Wunsch mit einem verfahrbaren Probenhalter (mit integriertem Thermoelement) ausgestattet werden.

Das für Aufschmelzvorgänge notwendige Keramik-Trägermaterial sollte in Abhängigkeit des zu schmelzenden Materials und des dazu notwendigen Temperaturbereiches ausgewählt werden.

Der Rohrofen lässt sich unter Verwendung eines entsprechenden Zusatzrohres auch im Vakuum betreiben. Eine Evakuierung vor Beginn der Messung ermöglicht die Gewährleistung der absoluten Sauerstofffreiheit im Probenraum bereits zu Beginn der Messung ohne größere Inertgasspülmengen.

Eine Referenzanlage DSA10HT für Tropfenkonturanalyse-Messungen bei Temperaturen bis  $1900^\circ\text{C}$  ist am EHK-Institut der Montanuniversität Leoben (Österreich) vorhanden.

Auf unserer Webseite finden Sie viele weitere interessante Applikationsberichte und Technical Notes unter

<https://www.kruss.de/de/service/schulung-theorie/literatur/applikationsberichte/>