

Herstellung und mechanische Eigenschaften von Aluminium-Matrix-
Kompositen dispersionsverstärkt mit nanoskaligen Keramikpartikeln

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Alla Kasakewitsch
aus Minsk (Weißrussland)

genehmigt von der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung
11.01.2013

Vorsitzende/Vorsitzender der Promotionskommission Frau Prof. Dr. Babette Tonn

Hauptberichterstatter: Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. habil. Werner Riehemann

Mitberichterstatterin: Prof. Zuzanka Trojanova

Kurzfassung

Gegenstand der vorliegenden Dissertation ist die wissenschaftliche Untersuchung der Herstellung und mechanischen Eigenschaften von dispersionsverstärkten Aluminium-Matrix-Kompositen und des Prozesses der Dispersionshärtung.

Durch Zuführung unterschiedlicher keramischer feindisperser bis nanoskaliger Keramischer Teilchen zur Aluminiummatrix, durch hochenergetisches Kugelmahlen und nachfolgendes Hochtemperaturstrangpressen wurden dispersionsverstärkte Aluminium-Matrix-Kompositen hergestellt und ihre mechanische Eigenschaften wissenschaftlich untersucht.

Zu Beginn der Arbeit wurde zunächst der Mahlprozess detailliert untersucht. Danach folgte die Herstellung der unterschiedlichen Aluminium-Matrix-Komposite, die keramischen BN- und SiC -Nano-Teilchen in Mengen zwischen 3vol.% und 15 vol.% beinhalten. Das bei 350°C und 450°C stranggepresste Material wurde metallographisch untersucht und die mechanischen Eigenschaften wurden ermittelt.

Die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen zeigen, dass die feindisperse Einbringung von 3vol.-%-keramischen-BN-hexagonal-nanoskaligen-Teilchen einen Verfestigungsbeitrag von 60% im kalten Zustand leisten. Die Temperatur des Strangpressens liegt dabei bei 350°C. Die Dichte des Materials bleibt auf der Niveau des reinen Aluminiums mit 2,7 g/cm³.

Dispersionshärtung mit nanoskaligen SiC-Teilchen erfordert dagegen die Temperatur des Strangpressens von mind. 450°C oder alternativ eine zusätzliche Wärmebehandlung nach dem Strangpressen, um die gleiche Festigkeitssteigerung wie bei der Verwendung von 3vol.-%-keramischen-BN-hexagonal-nanoskaligen-Teilchen zu erreichen. Die Dichte des Materials steigt dabei auf 2,72 g/cm³.

Die Dispersionshärtung mit einer Kombination aus keramischen 3 vol.% BN- und 10 vol.% SiC -Nano-Teilchen leistet nach einer zusätzlichen 2-stündigen-Wärmebehandlung bei 450°C die gleiche Festigkeitssteigerung wie bei der Anwendung von 3 vol.% BN-Nano-Teilchen. Die Dichte des Materials steigt dabei auf 3,0 g/cm³.

Zum Schluss wurde eine mikrostrukturelle Defektanalyse der pulvermetallurgisch hergestellten Proben mithilfe der Methode der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessung durchgeführt.

Die Ergebnisse der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessung haben gezeigt, dass alle untersuchten Materialien eine Rissdämpfung aufweisen. Alle untersuchten Proben zeigen ein Dämpfungsmaximum bei den unterschiedlichen Temperaturen. Die Entstehung des Dämpfungsmaximums ist vermutlich mit der Riss- und Mikro-Rissbildung verbunden [5.2.1]. PM-Material hat im Vergleich mit dem gegossenen Material eine schlechtere Wärmeleitfähigkeit. Unterschiede in der Wärmeleitfähigkeit zwischen Verstärkungspartikeln wie SiC und BN und Aluminium-Matrix-Material (siehe Tab. 1.2. und Bild 1.2., Kap. 1.2) verschlechtern zusätzlich die Wärmeleitfähigkeit des Verbundwerkstoffes.

Danksagung

Zunächst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Werner Riehemann für seine Bereitschaft und Geduld die Untersuchungsergebnisse stundenlang mit mir zu diskutieren und zu erörtern, herzlich bedanken. Diese gemeinsamen Diskussionen haben mir dabei geholfen, den weiteren Forschungsweg zu finden und zu bestimmen und in manchen Phasen auch Inspiration für neue und andere Ansätze zu sammeln.

Mein besonderer Dank gilt ferner Frau Prof. Zuzanka Trojanova (Karlsuniversität, Prag, Tschechien) für die Übernahme des Koreferats.

Durch den Einsatz und den Beitrag von Herrn Dr.-Ing. Hennady Zak wurden das Gesamtprojekt und somit auch die in dieser Arbeit präsentierten Untersuchungen erst ermöglicht. Auch ihm gilt an dieser Stelle mein herzlicher Dank.

Ganz herzlich möchte ich mich außerdem bei den Herren König und Schumann bedanken, nicht nur für die schnelle Hilfe bei metallographischen Präparationen und Analysen, sondern auch für die Tipps und Ratschläge, die mir in diesem Zusammenhang gegeben wurden.

Herrn Körner gilt mein Dank für die Trennung von verstärkten Proben, die nur durch seine Unterstützung möglich war.

Nicht zu vergessen sind natürlich all die studentischen Hilfskräfte, die in dieser Zeit bei mir tätig waren. Ohne ihre Hilfe wäre es nicht möglich gewesen, den durchgeführten Versuchsumfang in so kurzer Zeit abzuarbeiten.

Abschließend möchte ich meiner Familie und ganz besonders meinem Ehemann Denis für die seelische Unterstützung und das Verständnis für die verlorenen gemeinsamen Stunden danken. Ohne diese Unterstützung wäre ich sicherlich nicht so weit gekommen.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
1.1.	Ziele der Arbeit	2
1.2.	Verwendete Materialien	2
2.	Untersuchungsmethoden	5
2.1.	Metallographische Untersuchungen	5
2.2.	Dichtebestimmungen	5
2.3.	Härtemessung	6
2.4.	Ermittlungen von mechanischen Eigenschaften	7
2.5.	Dämpfungsmessungen – Mikrostrukturelle Defektanalyse	9
3.	Pulvermetallurgische Herstellung von Aluminium-Matrix-Kompositen	11
3.1.	Hochenergetisches Kugelmahlen	13
3.2.	Vorkompaktieren	20
3.3.	Strangpressen	22
4.	Pulvermetallurgisch hergestellte Komposite (PM-Komposite)	23
4.1.	PM-Aluminium-Material – Strangpressen 350°C	23
4.2.	PM-Aluminium-Material – Strangpressen 450°C	28
4.3.	Aluminium-Matrix-SiC-Komposite –Strangpressen 450°C	33
4.4.	Aluminium-Matrix-BN-Komposite –Strangpressen 350°C	37
5.	Ergebnisse	44
5.1.	Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche bei Raumtemperatur	44
5.2.	Zusammenfassung der Ergebnisse der Hochtemperaturverformungsversuche	49
5.3.	Zusammenfassung der Ergebnissen der mikrostrukturellen Defektanalysen (Dämpfungsergebnisse)	52
6.	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen	56
7.	Literaturverzeichnis	58
8.	Anhang	61
	Abbildungsverzeichnis	62
	Tabellenverzeichnis	67

1. Einleitung

Aluminium ist ein Metall mit einer Entwicklungsgeschichte, die nur ca. 200 Jahre zurückliegt. Es ist aber keineswegs weniger erforscht als seine Konkurrenten wie Stahl oder Kupfer, ganz im Gegenteil: Im rasanten Tempo wurden seit dem Start der industriellen Aluminiumproduktion an neue Erkenntnissen gewonnen, die dazu führten, dass das Leichtmetall heute das zweitwichtigste Gebrauchsmetall nach Stahl ist [1.1]. Dazu hat eine Reihe von vorteilhaften Eigenschaften geführt. Die wichtigste ist die geringe Dichte der Aluminium von rund $2,7 \text{ g/cm}^3$, die nur etwa ein Drittel der Dichte von Stahl ausmacht. Geschätzt werden außerdem die vielseitige Oberflächenbehandelbarkeit von Aluminium und die gute chemische Beständigkeit, die der Bildung festhaftender Deckschichten zu verdanken ist. Eine weitere interessante Eigenschaft ist die Festigkeit. Das vermeintlich "weiche" Aluminium steht heute in genormten Legierungen mit geradezu optimalen Festigkeitseigenschaften zur Verfügung. Unbefriedigende Warmfestigkeit lässt sich z.B. durch die Einlagerung von keramischen Partikeln (zumeist SiC oder Al_2O_3) deutlich verbessern. Die dadurch entstehende Verbundmaterialien Aluminium-Matrix-Komposite, oder kurz Alu-MMC, sind sehr stabil und hoch belastbar [1.2, 1.3, 1.10]. Ein interessanter Beispiel für den Einsatz der Aluminium-Matrix-Komposite im Fahrzeugbau dient z.B. Audi [1.11], wo bei den Oberklassenmodellen bekanntlich auf Aluminium und die sogenannte Space-Frame-Bauweise gesetzt wird. Dabei werden zwei- und dreidimensionale stranggepresste Aluminiumprofile zunächst zu Baugruppen und später zu einem kompletten Rahmen zusammengefügt und beplankt [1.12]. Ein weiteres Beispiel ist Mercedes, der schon längst durch Verwendung von den Alu-MMC die Bremsscheiben herstellt [1.3, 1.4]. Aber nicht nur Fahrzeuge können davon profitieren. So z.B. wurde im Jahr 1999 der ICE durch den Umstieg auf die Bremsscheiben aus Aluminium-Verbundmaterial um 12 Tonnen leichter [1.5]. Neben Eigenschaften wie Kriechen, Festigkeit, Härte und Dichte werden auch Dämpfungseigenschaften der Materialien untersucht [1.15, 1.16, 1.10]. Kaum, gibt es einen Bereich, sei es Flugzeugindustrie, Medizintechnik oder Elektrotechnik, wo das Konzept Leichtbau noch nicht auf den Weg gebracht wurde. Umweltfreundlichkeit, steigende Kosten für Ressourcen und Kraftstoffe fordern neue Leichtbaukonzepte. Gewichtsreduzierung bedeutet einfach weniger Energie. Und das alles bei steigenden Temperaturen. Bei einer Temperatur von etwa 40% der Schmelztemperatur des jeweiligen Werkstoffes ($0,4 T_S$) findet ein fließender Übergang von zeitunabhängiger zu zeitabhängiger Festigkeit und Verformung statt. Bei Vorgängen unterhalb rund $0,4 T_S$ spricht man von Tieftemperatur- oder Kaltverformung, oberhalb etwa $0,4 T_S$ von Hochtemperatur- oder Warmverformung. Die bekannten Mechanismen aus dem Bereich der Kaltverfestigung wie Versetzungshärtung, Feinkornhärtung und Mischkristallhärtung werden ab $0,4 T_S$ nur eingeschränkt wirksam. In dem Material vorliegende Versetzungen erholen sich mit der Zeit bei höheren Temperaturen. Ein feines Korn fördert die Hochtemperaturverformung, die Hinderniswirkung der Mischkristallatomes lässt mit steigender Temperatur nach. Ein wirksamer Prozess bei tiefen und hohen Temperaturen stellt Dispersionshärtung dar. Fremde Partikel oder anders genannt Dispersoide bleiben ein wirksames Hindernis für die Versetzungsbewegung. Als fremde Teilchen werden gern hochtemperaturstabile Dispersoide wie Karbide oder Nitride verwendet. Ein schwer erreichbares Ziel bei der Dispersionshärtung ist eine homogene Verteilung der fremden Teilchen im Matrix-Material.

1.1. Ziel der Arbeit

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Herstellung, die mechanischen Eigenschaften von dispersionsverstärkten Aluminium-Matrix-Kompositen und den Prozess der Dispersionshärtung wissenschaftlich zu untersuchen. Als Verstärkungskomponente wurden feindisperse- bis nanometrische keramische Teilchen aus Siliziumkarbid SiC, Aluminiumoxyd Al₂O₃, und Bornitrid BN dispergiert.

1.2. Verwendete Materialien

Die relevanten Eigenschaften von den in dieser Arbeit verwendeten Materialien werden im folgendem dargestellt.

Aluminium

Aluminium ist ein Leichtmetall mit einer Dichte von 2,7 g/cm³ und einem Schmelzpunkt um 660°C. Bei Aluminiumwerkstoffen ist wegen des kfz-Gitteraufbaus das Versetzungsgleiten die dominierende Formänderungsart. Die 12 gleichwertigen Gleitsysteme sind die Grundlage für die gute Umformbarkeit [1.17].

Siliziumkarbid

Siliziumkarbid mit der Dichte von 3,21 g/cm³ ist extrem leicht, aber seine Härte und Temperaturbeständigkeit ist mit Diamant vergleichbar [1.18]. Siliziumkarbid entsteht aus Koks und Quarzsand bei Temperaturen zwischen 1600 und 2500 °C. Während auf der eine Seite ein hoher Energieaufwand für die Herstellung erforderlich ist, genügt der Werkstoff auf der anderen Seite höchsten Anforderungen. Die sogenannte kubische Phase beta-SiC (aufgrund ihrer abc-Schichtenfolge auch 3C genannt) kristallisiert in einer Zinkblende-Struktur, die mit der von Diamant verwandt ist. Das in dieser Arbeit verwendeten Beta-SiC wird durch ein CVD-Verfahren hergestellt.

Spezielle Eigenschaften vom Siliziumkarbid sind (genaue Zahlen sind in der Tabelle 1.1. eingegeben):

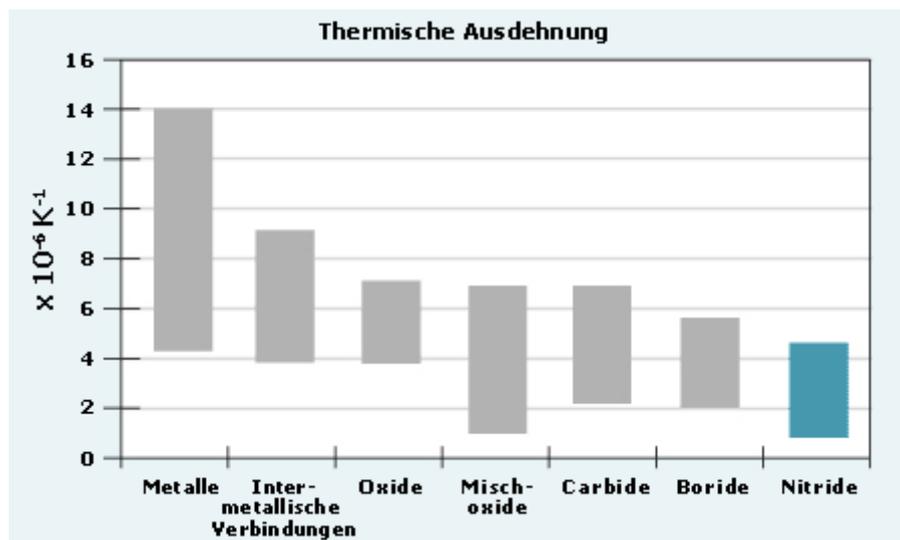
- sehr große Härte,
- exzellente Korrosionsbeständigkeit auch bei sehr hohen Anwendungstemperaturen,
- Thermoschockbeständigkeit,
- sehr hohe Wärmeleitfähigkeit (höher als Stahl),
- geringe Wärmeausdehnung,
- hohe Verschleißfestigkeit und sehr gute Gleiteigenschaften.

Tabelle 1.1. Spezielle Eigenschaften vom Siliziumkarbid [1.18].

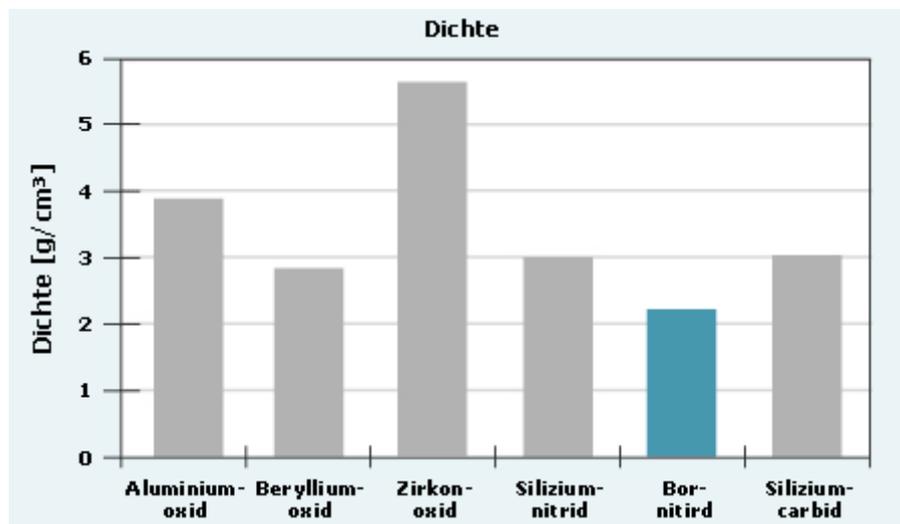
Typ	Mittlerer Längenausdehnungskoeffizient 30 - 600°C [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	Wärmeleitfähigkeit [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	Max. Anwendungstemperatur [°C]	Dichte [g/cm ³]
SiC	4 - 4,8	40 - 120	1400 - 1750	3,21

Bornitrid

In dieser Arbeit wurde α -BN, mit hexagonalem Gitteraufbau und einer Dichte von $\text{BN} - 2,25 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ verwendet. Wie alle Nitride zeichnet sich Bornitrid durch eine niedrige Wärmeausdehnung aus. Diese ähnelt der des Graphits und hängt vom Herstellungsverfahren und dem Reinheitsgrad ab. Die Dichte liegt unter den Dichtewerten von den meist bekannten und verwendeten Keramiken. Im Bild 1.1.a sind aus der Literatur bekannte Eigenschaften der thermischen Ausdehnung von Nitriden im Vergleich mit den anderen Metallen, Intermetallischen Verbindungen, Oxiden, Mischoxiden, Carbiden und Boriden und im Bild 1.1.b. die Dichte des BN im Vergleich mit Aluminiumoxid, Berylliumoxid, Zirkonoxid, Siliziumnitrid und Siliziumcarbid dargestellt [1.19].



a



b

Bild 1.1. a) Thermische Ausdehnung und b) Dichte von den meist verwendeten Keramiken aus [1.19].

Die niedrige Wärmedehnung von Bornitrid ist der Grund für seine ausgezeichnete Thermoschockbeständigkeit. Von allen Hochtemperaturwerkstoffen hat Bornitrid die niedrigste Dichte. Dies – und seine leichte Bearbeitbarkeit – macht hexagonales Bornitrid zum idealen Werkstoff für den Leichtbau in der Raumfahrttechnik und zum Problemlöser in einer Vielzahl von Anwendungen. Für Bornitrid-Pulver und Bornitrid-Suspensionen sind

einige Anwendungsbeispiele zu nennen, wie Festschmierstoff für Hochtemperaturlager, Trennmittel für Gießformen aus Metall oder Glas, Aktiver Füllstoff für Thermoplaste, Additiv für Öle und Hochtemperaturfette, Beschichtung für Oberflächenbedampfungsanlagen, Beschichtung von Rinnen und Schiebersystemen NE-Metallindustrie, Beschichtung von Heißpressformen aus Graphit. Als Bornitrid-Sinterkörper sind folgende Anwendungsbeispiele zu nennen: Schmelztiegel, "break rings" für den Strangguss von Stahl, „spanker plates" für die Glasproduktion, Düsen für den Dünnbandguss, Dichtungsringe für Sensoren (Lambda-Sonde), Komponenten für Hochtemperaturöfen, Dielektrika für Radarantennen und Mikrowellenfenster, Isolatoren für Niedrig- und Hochfrequenz-Ausrüstung, Isolatoren für Plasmaanwendungen (Öfen, PVD, Satellitenantriebe), Rohre und Düsen für flüssige Metalle, Thermoelement Schutzrohre, Formen zum Heißpressen für technische Keramik, Neutronenabsorber und Schilde für Kernreaktoren [1.19].

Aufgrund seiner Ähnlichkeit zum Graphit, der schon für die Herstellung von Aluminium-Matrix-Kompositen angewendet wird, wurde in dieser Arbeit Bornitrid als neues interessantes Dispersionshärtungsmittel ausgewählt.

2. Untersuchungsmethoden

Die in Rahmen dieser Arbeit angewendete Untersuchungsmethoden sind in den nachfolgenden Kapiteln dargestellt.

2.1. Metallographische Untersuchungen

Metallographische Untersuchungen erfolgten an den zuvor in Kunstharz eingebetteten Proben. Dafür wurden die Proben mit einem SiC-Schleifpapier bis 4000er-Körnung geschliffen, mit Diamantensuspension bis 3 μ 15 – 20 min poliert und mit einer Mischung aus 96 ml destilliertem Wasser, 1 ml konzentrierter Salzsäure und 3 ml konzentrierter Flusssäure geätzt.

Das stranggepresste Alu-MMC wurde nach dem Strangpressen jeweils in zwei Strangpressrichtungen entlang (lang) und senkrecht (quer) der Pressrichtung untersucht.

REM-Analyse (scanning electron microanalyses) wurde an dem Gerät Hitachi X-650 durchgeführt. Die elektronische Bildverarbeitung erfolgte mit der Hilfe von DISS5.

2.2 Dichtebestimmungen

Die Bestimmung der Dichte wurde nach dem Archimedischen Prinzip durchgeführt. Die Berechnung der Dichte der Probe erfolgte nach der Ermittlung der Massen der Proben in zwei verschiedenen dichten Substanzen – Luft und destilliertem Wasser. Mit Hilfe der Gleichung 2.2.1 lässt sich die Dichte der Probe aus der Masse der Probe an Luft m_{Luft} , der Masse im destilliertes Wasser m_{Wasser} und der Dichte des destillierten Wasser ermitteln.

$$\rho_{gem} = \frac{m_{Luft}}{m_{Luft} - m_{Wasser}} * \rho_{Wasser} \quad (2.2.1)$$

Jede Probe wurde jeweils 3 Mal an Luft und in Wasser abgewogen. Aus Differenzen zwischen den Messungen wurde die Standardabweichung ermittelt.

Die theoretische Dichte ρ_{theor} der Werkstoffe, die zur Berechnung der Porosität P der stranggepressten Proben dient, wurde anhand der Phasenzusammensetzung berechnet. Die Porosität wurde dann nach Gleichung 2.2.2. berechnet.

$$P = 1 - \frac{\rho_{gem}}{\rho_{theor}} \quad (2.2.2)$$

2.3 Härtemessungen

Bei der Härteprüfung nach Vickers (HV) wird ein pyramidenförmiger Diamant als Eindrückkörper verwendet, dessen Spitze in die Probe gedrückt wird. Auf dem Bild 2.3.1 ist die Härteprüfung nach Vickers (HV) schematisch dargestellt [2.3.1]. d_1 und d_2 sind die Abstände der gegenüberliegenden Ecken des pyramidenförmigen Eindrucks.

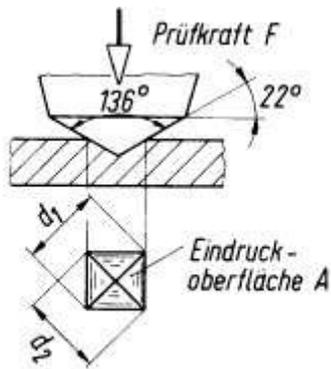


Bild 2.3.1 Schematische Darstellung der Härteprüfung nach Vickers (HV) [2.3.1]

$$HV = \frac{0,189 F}{d^2} \quad (2.3.1)$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (2.3.2)$$

Dabei werden folgende Einheiten verwendet, wobei der Härtewert aber per Definition dimensioniert ist.

$F = 0,098 \text{ N}$,

d – in mm.

Bei jeder Probe wurden jeweils 6 Eindrücke mit der Diamantenpyramide gemacht. Aus diesen Werten wurden Mittelwert und Standardabweichung ermittelt.

2.4. Ermittlungen von mechanischen Eigenschaften

Die Ermittlung von mechanischen Eigenschaften des Materials erfolgte durch Zug- und Hochtemperaturverformungsversuche, die an einer 100kN „Instron 5582“ Universalprüfmaschine mit automatischem Instron HRDE Dehnungsaufnehmer durchgeführt wurden. Die Prüfmaschine ist mit einem Ofen der Firma ATS mit einer Temperaturkammer mit der Arbeitsbereich $-40^{\circ}\text{C} / + 400^{\circ}\text{C}$ ausgestattet. Eine kombinierte Versuchsdurchführung lässt die Spannungsabhängigkeit der Kriechrate an kleinen Materialmengen bestimmen.

Die Grundlage für die Durchführung des Zugversuches ist das Spannungs-Dehnungsdiagramm des Werkstoffs nach DIN EN 10002-1 (früher DIN50145) [2.4.1].

Die Raumtemperaturzugversuche wurden bei einer Dehnrage von 0,5 mm/min durchgeführt. Die Proben mit einem Durchmesser d von 5 mm und einer Ausgangslänge l_0 von 25 mm wurden bis zum Versagen gezogen.

Die Hochtemperaturverformungsversuche wurden an den Proben mit der gleichen Abmessung wie oben beschrieben bei 300°C durchgeführt. Die ausgewählte Prüftemperatur entspricht $0,6T_s$, so dass die aus dem Bereich der Kaltverformung bekannte Festigkeitssteigerung durch Kaltverformung keine wesentliche Bedeutung mehr hat.

Der Versuch wurde mit einer Dehnrage von 0,2 mm/min gestartet. Die Dehnrage wurde solange konstant gehalten, bis der stationäre Spannungsbereich erreicht wurde (Bild 2.4.1 a)). Hier wurde die Dehnrage und somit die Kriechrate variiert (Bild 2.4.1 b)).

Aus den jeweiligen Werten der Spannung und Dehnrage wurde mit der Hilfe der Gleichung 2.4.2 [2.4.2] die Spannungsexponent n bestimmt:

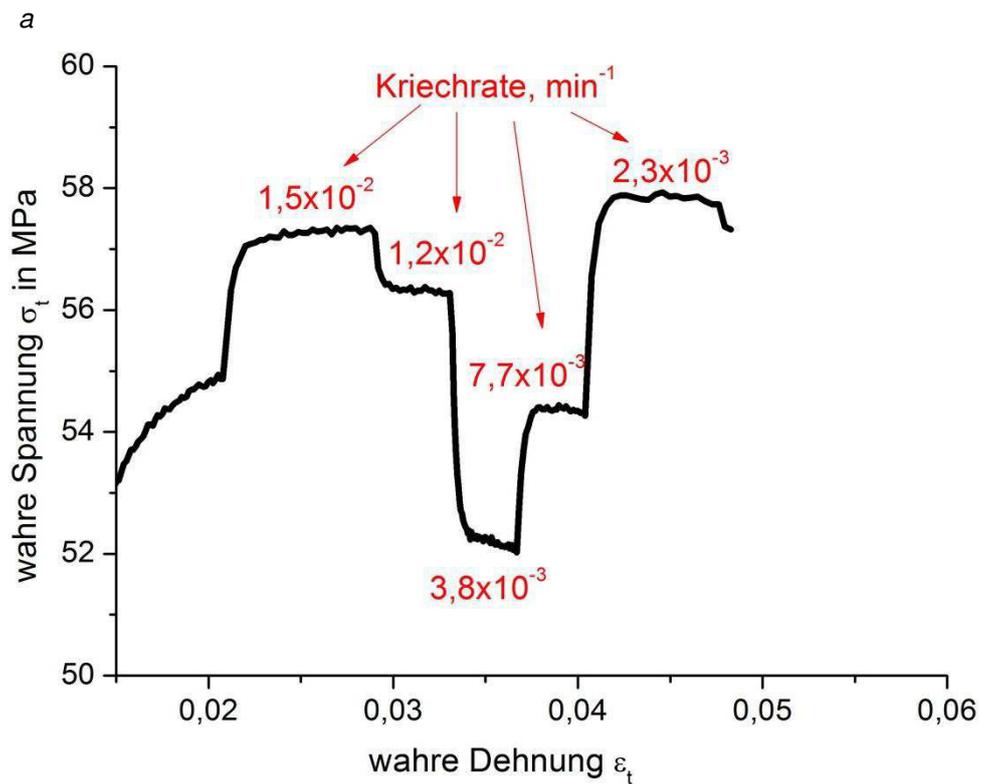
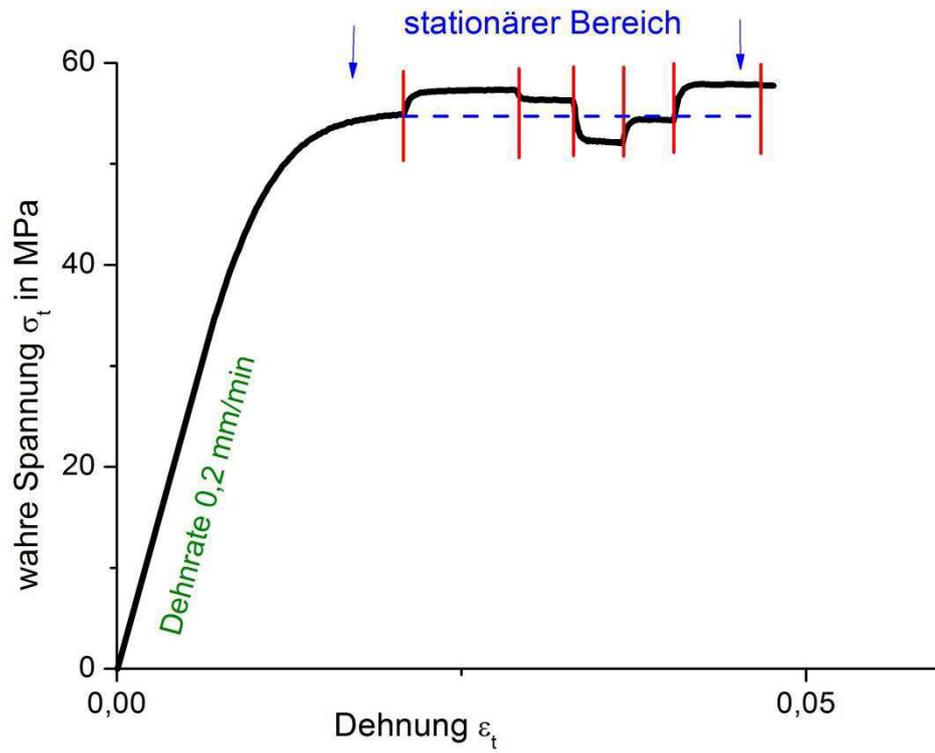
$$\dot{\epsilon} = A * \sigma^n * \exp(-E/kT) \quad (2.4.1)$$

A – Konstante = $f(T, \text{Werkstoff und Werkstoffzustand})$

n – Spannungsexponent

E - Aktivierungsenergie

k - Boltzmannkonstante



b

Bild 2.4.1 Verlauf des Hochtemperaturverformungsversuches a) Gesamtbild, b) stationärer Bereich

2.5. Dämpfungsmessungen – Mikrostrukturelle Defektanalyse

Mit Keramiktellen versehene metallische Verbundwerkstoffe führen nicht nur zu einer Erhöhung der Festigkeits- und Warmfestigkeitseigenschaften sondern bilden aufgrund des stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Leichtmetall und Keramik innere Spannungen aus, die Ursache für eine verstärkte Rissbildung [2.5.4, 2.5.6, 2.5.7] sein können. In eigenen amplitudenabhängigen Spannungsrelaxations- und Dämpfungsmessungen konnten solche inneren Spannungen und deren zeitliche Relaxation nachgewiesen werden [2.5.1 - 2.5.5]. Darüber hinaus konnten durch amplitudenabhängige Dämpfungsmessungen die Bildung und das Wachstum von thermisch oder mechanisch induzierten Rissen bis hin zum Bruch verfolgt werden. Das periodische Öffnen und Schließen von Rissen und auch deren Wachstum bei mechanischen Wechselbelastungen bzw. mechanischen Schwingungen liefert einen Dämpfungsbeitrag, der charakteristisch von der Spannungsamplitude der mechanischen Schwingung abhängt. Er ist also als Rissdämpfung identifizierbar, was den Nachweis der Erzeugung und des Wachstums von Rissen durch amplitudenabhängige Dämpfungsmessung ermöglicht.

In dieser Arbeit wurde die Rissbildung durch die Dämpfungsmessung untersucht, indem das logarithmische Dekrement frei abklingender Biegeschwingungen gemessen wurde. Das Logarithmische Dekrement ist definiert als (Bild 2.5.1):

$$\delta = \ln(A_n/A_{n+1}) \quad (2.5.1)$$

δ – logarithmisches Dekrement

A_n – Amplitude

A_{n+1} – aufeinanderfolgende Amplitude

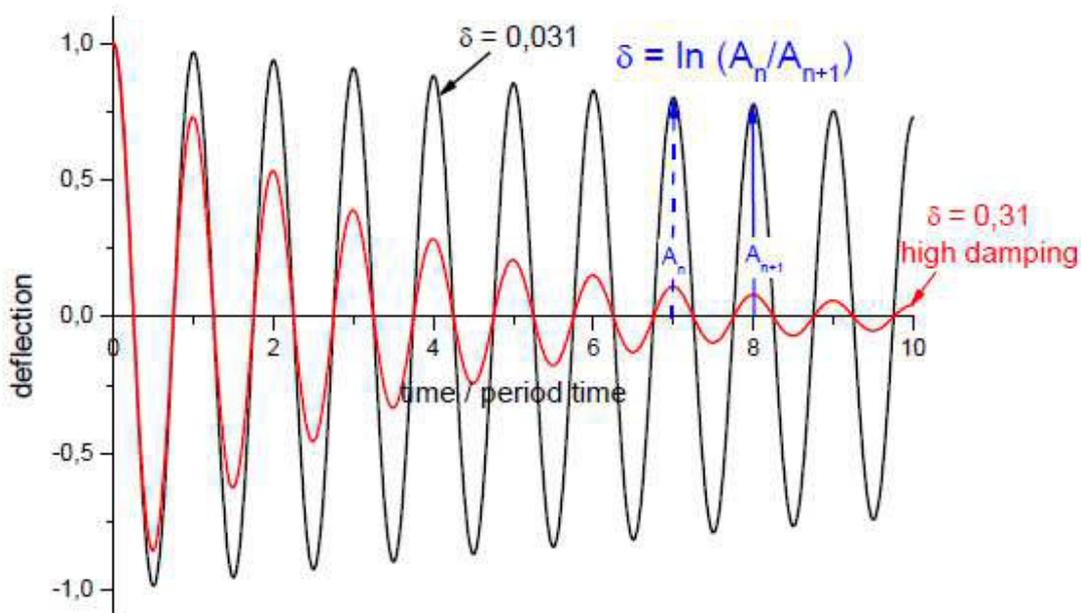


Bild 2.5.1 Logarithmisches Dekrement [3.5.3].

Dafür wurden Biegeproben sukzessiv isochron jeweils eine Stunde lang, mit 20K-schrittweise ansteigenden Temperaturen von 100°C bis 600°C wärmebehandelt. Danach folgte eine langsame Abkühlung im Ofen, eine kleine Abkühlrate erzielt wurde. Eine zweite Probe aus dem gleichen Material wurde mit sukzessiv ansteigender Temperatur mit den gleichen Parametern wärmebehandelt und nach jeder Wärmebehandlung im Wasser abgeschreckt. Nach jeder Wärmebehandlung wurden die Biegeproben an ihrem zylindrischen Ende fest eingespannt und bei Raumtemperatur zu resonanten Biegeschwingungen angeregt. Aus den gemessenen frei abklingenden Biegeschwingungen wurde das logarithmische Dekrement in Abhängigkeit von der Dehnungsamplitude bestimmt und gegeneinander aufgetragen. Die Dämpfung wurde durch die Messung des logarithmischen Dekrements δ aufeinanderfolgender Amplituden einer frei abklingenden Schwingung bestimmt [2.5.8, 2.5.9]. Auf dem Bild 2.5.1 ist das Messprinzip schematisch abgebildet. Die Biegeprobe (Bild 2.5.2) wurde aus dem jeweiligen stranggepressten Material gefertigt. Die festgelegte Dicke der Probe beträgt 2 mm.

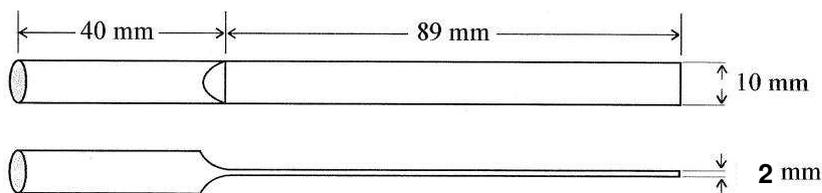


Bild 2.5.2 Biegeprobe für die dehnungsamplitudenabhängige Dämpfungsmessung.

Die Biegeprobe wurde von einer Seite fest eingespannt. An ihrem freien Ende befand sich ein Permanentmagnet, der eine harmonische abfallende Spannung induzierte (Bild 2.5.3). Die Resonanzfrequenz lag in der Regel zwischen 30 und 40 Hz.

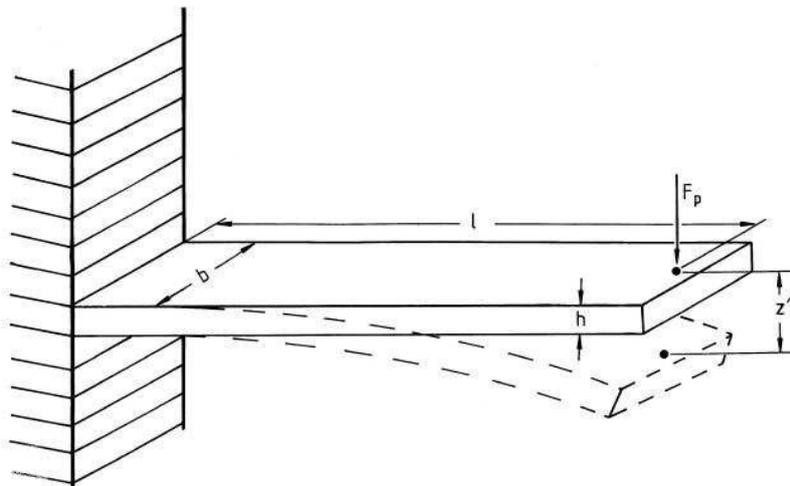


Bild 2.5.3 Schematische Darstellung einseitig eingespannter Biegebalken.

3. Pulvermetallurgische Herstellung von Aluminium-Matrix-Kompositen

Die Pulvermetallurgische Herstellung von Aluminium-Matrix-Kompositen beinhaltet Prozessschritte, in denen aus Anfangsprimärpulver ein Sekundärpulver entsteht, und zu einem kompakten Werkstoff verarbeitet wird. Die Reihenfolge der Prozessschritte und deren Zielsetzung sind auf dem Bild 3.0.1 grafisch dargestellt.

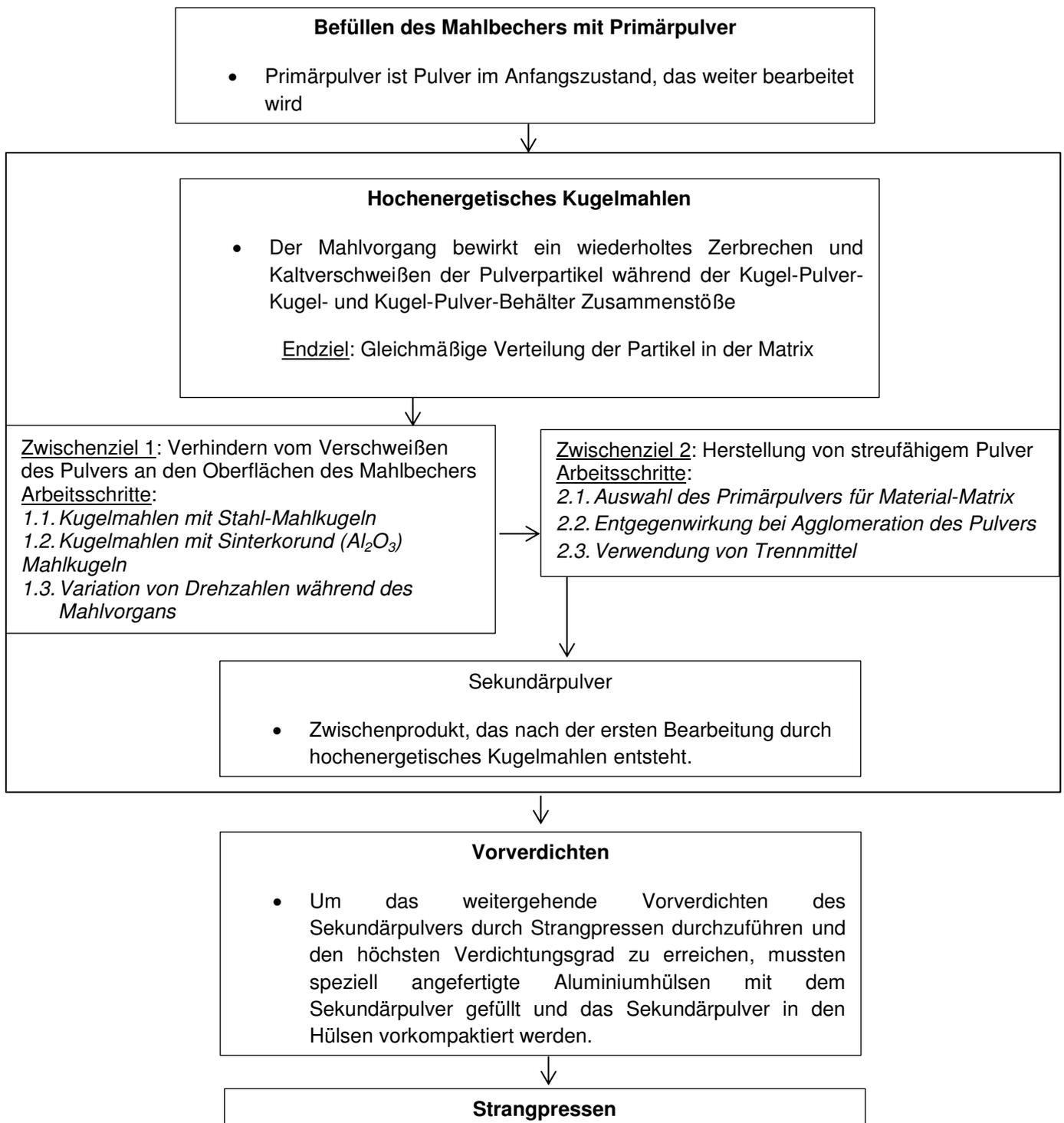


Bild 3.0.1. Grafische Darstellung den Prozessschritten der pulvermetallurgischen Herstellung von Aluminium-Matrix-Kompositen.

Im Kapitel 3.1. sind die Schritte vom Befüllen des Mahlbeckers mit Primärpulver bis zur Herstellung des Sekundärpulvers näher dargestellt und erklärt. Im Kapitel 3.2 ist die Konstruktion und Funktion der Aluminiumhülsen sowie das Vorkompaktieren beschrieben. Das Strangpressen ist im Kapitel 3.3. erläutert.

3.1. Hochenergetisches Kugelmahlen

Die in der Arbeit verwendete Planetenkugelmühle PM 400, (Fa. Retsch, Haan, Germany), ist im Bild 3.1.1 schematisch dargestellt. Der drehbare Teller und die in ihm befestigten Mahlbecher drehen sich in gegensätzliche Richtungen. Die Mahlbecher sind mit den Mahlkugeln und dem Mahlgut bzw. Primärpulver gefüllt. Während des Mahlprozess kommt es zur plastischen Verformung und zum Konsolidieren der Primärpulverteilchen. Das entstehende Sekundärpulver wird wiederholt aufgebrochen. Durch die plastische Verformung und durch das wiederholte Entstehen neuer Bruchflächen werden die Submikrometerteilchen der zugegebenen keramischen Teilchen in das Aluminium dispergiert.

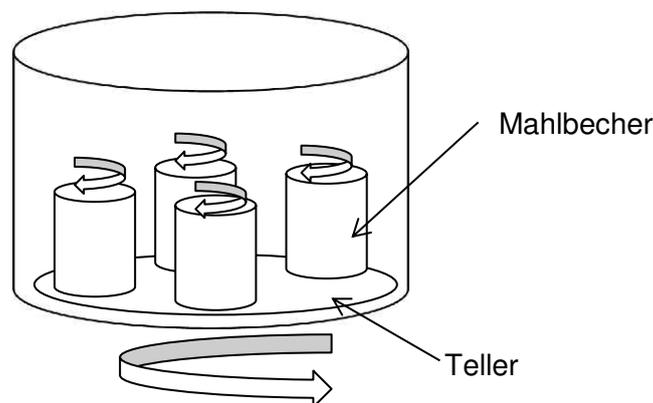


Bild 3.1.1 Schematische Darstellung der Funktionsweise der Planetenkugelmühle PM400

Zwischenziel 1: Verhindern vom Verschweißen des Pulvers an den Oberflächen des Mahlbechers

Erste Mahlversuche wurden mit Stahlkugeln (mittlerer Durchmesser 10 mm, Gewicht ca. 5,5 g) durchgeführt. Dabei entstand aufgrund der hohen Duktilität von reinem Aluminium kein streufähiges Sekundärpulver. Das Mahlgut war fast vollständig konsolidiert und klebte an der Innenseite des Mahlbechers. Außerdem wurde die Vermeidung von Verunreinigungen des Mahlguts durch Eisen angestrebt. Das führte dazu, dass nach den ersten Versuchsreihen mit schweren Stahlkugeln (mittlere Durchmesser 10 mm, Gewicht ca. 5,5 g) auf eine Mischung aus leichten Mahlkugeln aus Korund mit unterschiedlichen Durchmessern von 7 mm (Gewicht ca. 0,3 g) und 13 mm (Gewicht ca. 3,4 g) gewechselt wurde. Eine Übersicht der verwendeten Mahlkugeln und deren Eigenschaften ist in Tabelle 3.1.1. angegeben.

Tabelle 3.1.1. Verwendete Mahlkugeln.

	Stahlkugeln	Große Al ₂ O ₃ Kugeln	Kleine Al ₂ O ₃ Kugeln
mittlerer Durchmesser in mm	10 - 12	11-13	5-7
Masse in g	5,2–5,7	3,1–3,6	0,3–0,35

Als Folge, wurden zum Kugelmahlen keine Kugeln und Mahlbecher aus Stahl sondern leichte, nicht dicht gesinterte Kugeln aus Al₂O₃ und mit Al₂O₃ innen beschichtete Stahlbecher verwendet. Auf dem Bild 3.1.2. sind die verwendeten Al₂O₃-Mahlkugeln sowie ein Stahl-Mahlbecher mit Al₂O₃-Auskleidung gezeigt.



a

b

Bild 3.1.2.: Für das Kugelmahlen verwendete Hilfsmittel a) Große und kleine Mahlkugeln aus Korund, Dichte $3,57 \text{ g/cm}^3$, Mohs- Härte: 9 ($\approx 2060 \text{ HV}$); b) Mahlbecher mit Verschlussdeckel, Volumen: 500 ml, Material: rostfreier Stahl mit Innenauskleidung aus Sinterkorund.

Der Unterschied zwischen dem Mahlen mit den schweren Stahlkugeln, schweren Al_2O_3 -Mahlkugeln und leichten (nicht dicht gesinterten) Al_2O_3 -Mahlkugeln wurde u.a. anhand der Masse des Restpulvers nach dem Mahlen beurteilt. Bei der Verwendung der schweren Kugeln beider Sorten war fast das komplette Mahlgut an den Wänden des Mahlbechers konsolidiert und haftete dort an. Die Messung der Außentemperatur des Mahlbechers während des Mahlprozesses hat gezeigt, dass die Verwendung der schweren Kugeln zur Steigung der Temperatur im Mahlbecher führt. Die Ergebnisse der Kugelmahlversuche sind in Tabelle 3.1.2. zusammengefasst.

Tabelle 3.1.2.: Mahlparameter und Mahlergebnisse beim Kugelmahlen. Mahldauer: 6 h.

	Stahl-Mahlbecher	Al_2O_3 -Mahlbecher	Al_2O_3 -Mahlbecher
Kugelmateriale	Stahl	Al_2O_3 -schwer	Al_2O_3 -leicht
Massenverhältnis Kugel : Pulver	3:1	3:1	3:1
Drehfrequenz	$120 - 150 \text{ min}^{-1}$	$120 - 150 \text{ min}^{-1}$	$120 - 150 \text{ min}^{-1}$
Endtemperatur	130°C	80°C	30°C
Mahlergebnis	Pulver haftet fast vollständig an den Kugeln und Wänden	Pulver klebt, haftet fast vollständig an den Kugeln	Pulver streufähig bleibt im Mahlbecher

Zwischenziel 2: Herstellung von streufähigen Pulvern

Arbeitsschritt 2.1. Auswahl des Primärpulvers für Material-Matrix

Die Auswahl des Primärpulvers für die Aluminium – MMC-Herstellung wurde unter anderem anhand der Mikrohärtmessung ($\text{HV}_{0,01}$) an den im Kunstharz eingebetteten und polierten Proben aus dem agglomerierten nach 6 Stunden Kugelmahlen Sekundärpulver durchgeführt. Die Durchmesser der Agglomerate betragen ca. 200μ . Die Größe der Eindrücke beträgt 19 bis 25μ . Die Mikrohärtmessung wurde mit dem Duramin, Fa. Streuers, durchgeführt. Die Ergebnisse sind im Bild 3.1.3.dargestellt. Nach 6 Stunden Kugelmahlen beträgt die Mikrohärt für $\text{Al}_{25\mu}$ $60-65\text{HV}_{0.01}$ und die Mikrohärt für $\text{Al}_{45\mu}$ $75-80\text{HV}_{0.01}$. $\text{Al}_{63\mu}$ zeigt die kleinste Mikrohärt. Sie beträgt $50-55\text{HV}_{0.01}$.

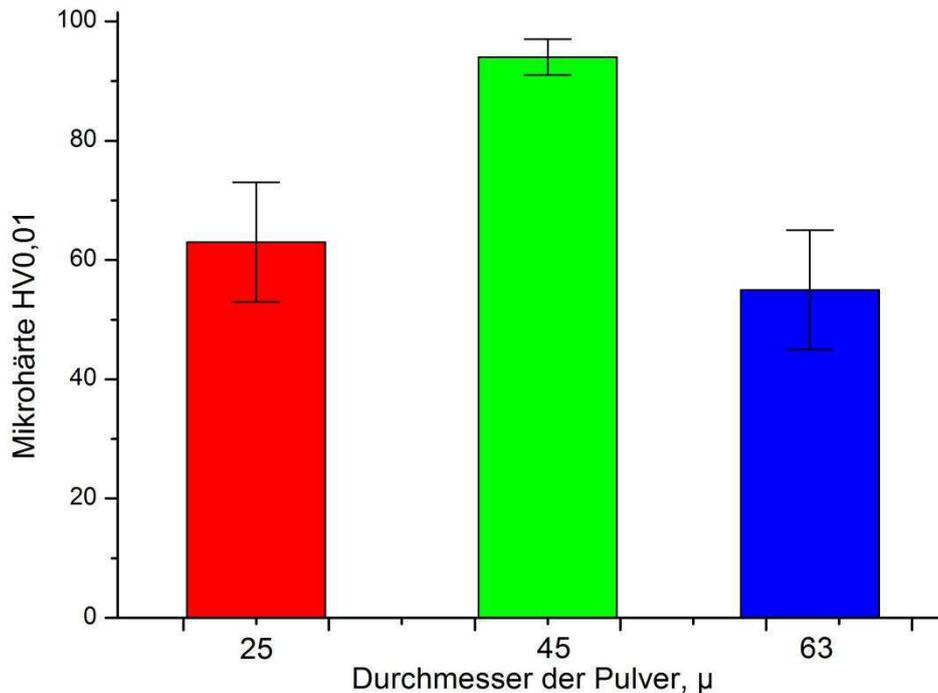


Bild 3.1.3. Ergebnisse der Mikrohärtemessung an $Al_{25\mu}$, $Al_{45\mu}$ und $Al_{63\mu}$ nach 6 Stunden Kugelmahlen.

Als Dispergate wurden SiC-, Al_2O_3 - und BN-Keramikpulver mit Partikelgrößen von 50 – 500 nm verwendet. Zusätzlich dazu wurde Al_2O_3 -Pulver mit einer mittleren Fraktionsgröße von 50 nm als Trennmittel zur Verhinderung der Agglomeration zugefügt. Es sei darauf hingewiesen, dass sich wegen der Al_2O_3 -Schichten auf den Oberflächen der Al-Pulver und der Reaktion mit dem in den Mahlbechern befindlichen Luftsauerstoffs grundsätzlich Al_2O_3 -Dispergate in den PM-Legierungen befinden.

Arbeitsschritt 2.2. Entgegenwirkung bei Agglomeration des Pulvers

Der sichtbare Einfluss der Zugabe von Al_2O_3 -Pulver auf die Agglomeration des Sekundärpulvers unterschiedlicher Mischung ist im Bild 3.1.4 dargestellt. Allein beim Mahlen des Al-Primärpulvers ist das Sekundärpulver stark agglomeriert (Bild 3.1.4a, b). Während des Mahlvorgangs entstehen Agglomerate von 100 μ bis 500 μ .

Die Zugabe von 5 Vol.-% Al_2O_3 führt zur Verhinderung der starken Agglomeration und verbessert somit die Streufähigkeit des Endprodukts (Bild 3.1.4.c, d). So besteht das Sekundärpulver aus einer Mischung zwischen den Agglomeraten und nicht agglomerierten Teilchen in ca. Anfangsgröße.

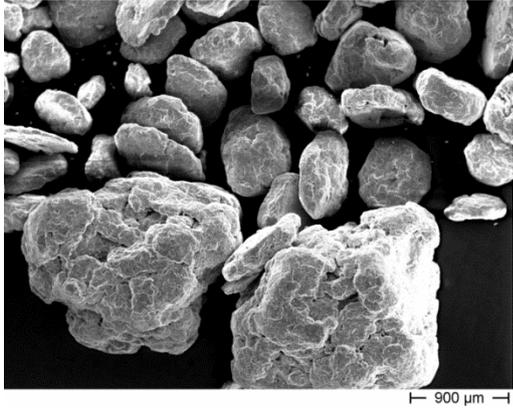
Bei gleichzeitiger Zugabe von Al_2O_3 und SiC in Höhe von jeweils 5 vol.-% ist das Sekundärpulver wieder stark agglomeriert (Bild 3.1.4 e, f) mit Agglomeraten übergehen im mm-Bereich. Man sieht im Unterschied zu dem Bild 3.1.4 a und 3.1.5.b, dass dabei entstandene Agglomerate aus den nicht fest angeschweißten und stark plastisch verformten Teilchen aus der Mischung aus Al-SiC- Al_2O_3 -Pulver bestehen. Man erkennt an der Oberfläche deutlich das verformte Primärpulver.



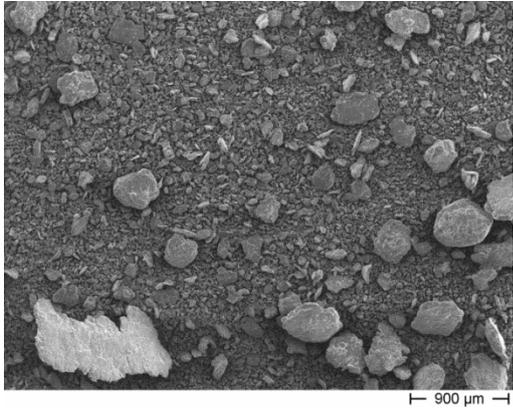
a



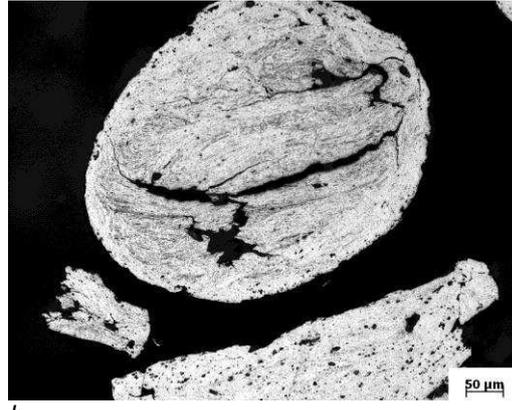
c



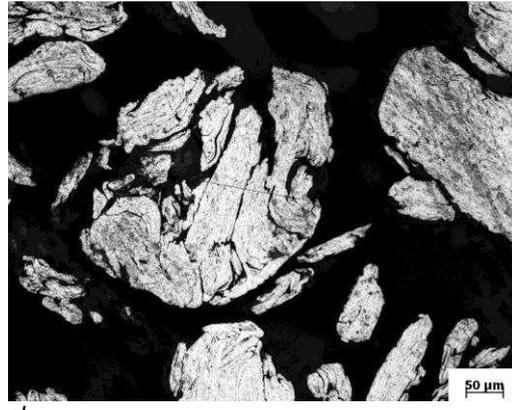
e



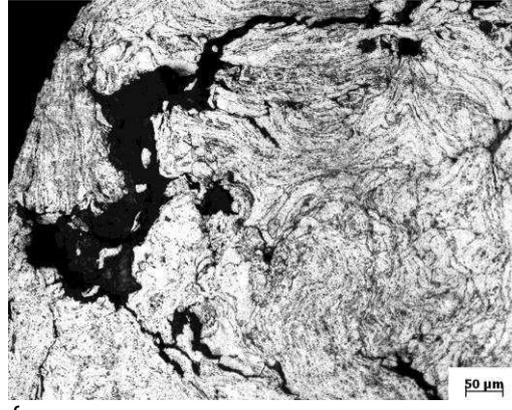
g



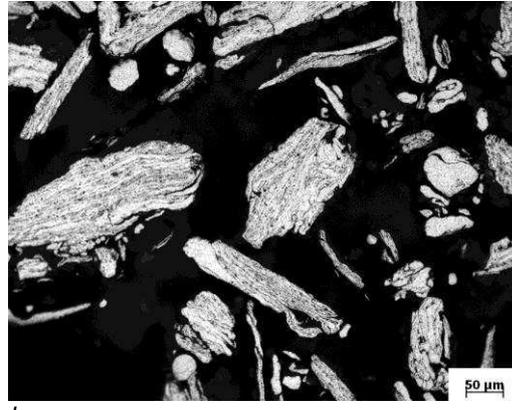
b



d



f



h

Bild 3.1.4.: REM-Aufnahme (a, c, e, g) und lichtmikroskopische Aufnahme (b, d, f, h) des Sekundärpulvers nach dem Kugelmahlen mit den großen und kleinen leichten Al_2O_3 Kugeln (s. Tab. Mahlkugeln): a, b) Al 25 μ ; c, d) Al 25 μ + 5 vol.% Al_2O_3 ; e, f) Al 25 μ + 5 vol.% SiC + 5 vol.% Al_2O_3 ; g, h) Al 25 μ + 5 vol.% SiC + 2,5 vol.% Al_2O_3 .

Eine Reduzierung der Zugabe von Al_2O_3 -Pulver auf 2,5 vol.% führt wieder zur Verbesserung der Streufähigkeit des Pulvers (Bild 3.1.4.g, h). Die groben Agglomerate (wie im Bild 3.1.4. c) kommen selten vor.

Die durchgeführten Mikrohärtemessungen und die mikroskopische Analyse führten dazu, dass für die Aluminium-Matrix eine Mischung aus 50%Al25 μ und 50%Al45 μ mit dem 99,95%-Reinheitsgrad ausgewählt wurde.

Die lichtmikroskopische Aufnahme des Sekundärpulvers aus Al25 μ + Al45 μ + SiC + Al_2O_3 nach dem Kugelmahlen mit den leichten Al_2O_3 (s. Tab. 3.1.2) und schweren Al_2O_3 Mahlkugeln ist im Bild 3.15 a, b, c und d. zu sehen. Ähnlich wie im Bild 3.1.4 c ist zu sehen, dass die Mischung nach dem Kugelmahlen mit den schweren Stahlkugeln aus Agglomeraten besteht (Bild 3.1.5 c). Bei einer größeren Vergrößerung (Bild 3.1.6 d) stellt man fest, dass die vorliegende Agglomerate aus mehreren plastisch verformten Zonen bestehen. In den hellen Bereichen ist noch nicht gemischtes Aluminium zu finden (Bild 3.1.5 b). Die dunklen Bereiche bestehen aus einer Mischung aus den Al + SiC + Al_2O_3 Teilchen.

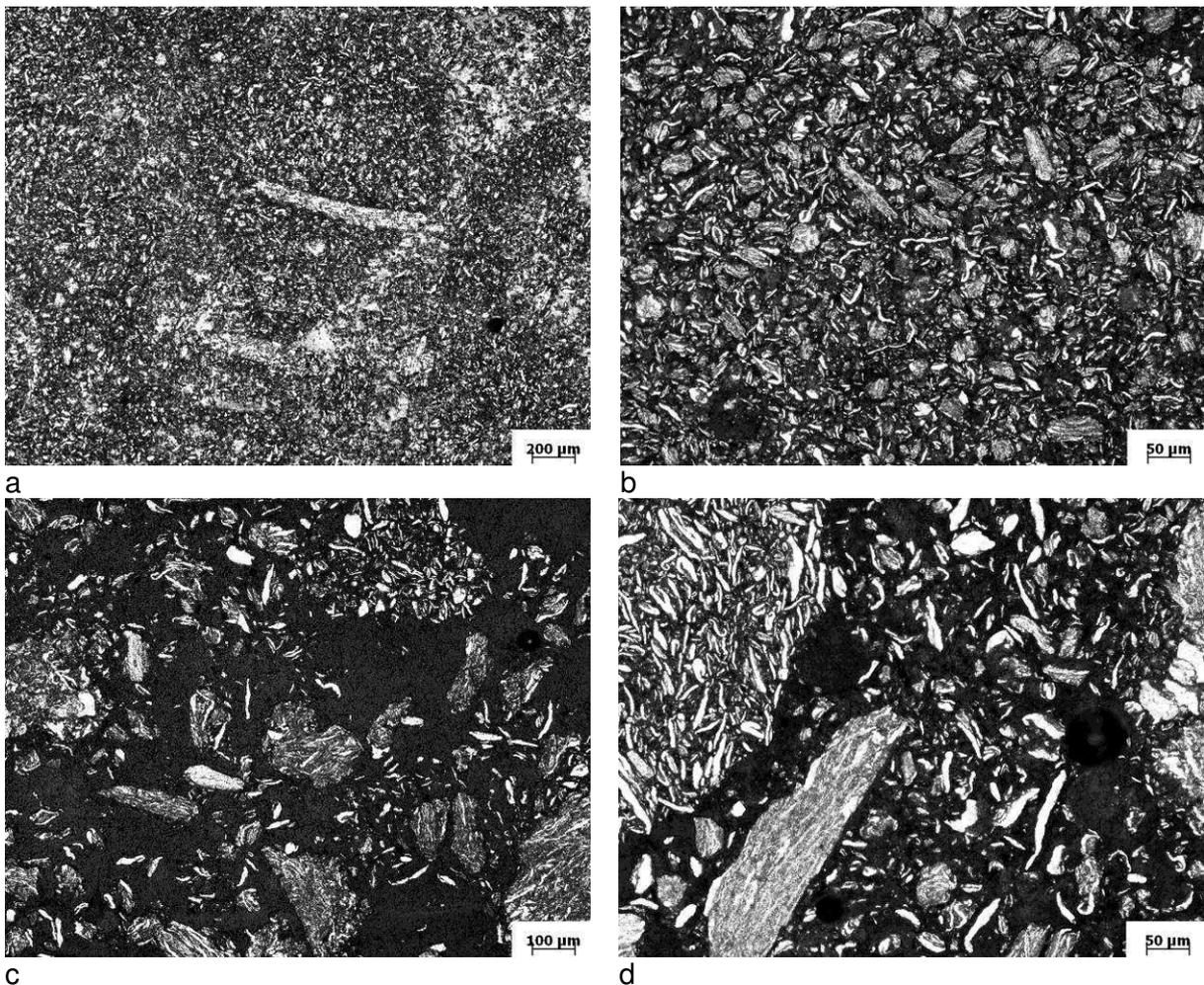


Bild 3.1.5: Lichtmikroskopische Aufnahme des Sekundärpulvers aus Al25 μ + Al45 μ + SiC + Al_2O_3 nach dem Kugelmahlen mit a, b) leichten Al_2O_3 Mahlkugeln c, d) schweren Al_2O_3 (s. Tab. 2.1.2).

Um sicher eine gewisse Streufähigkeit des Sekundärpulvers (Pulvers nach dem Kugelmahlen) zu gewährleisten, wurde zusätzlich als Trennmittel 0,3 g feinpulverige Stearinsäure zugegeben. Eine Übersicht über das verwendete Pulver ist in Tabelle 3.1.3. angegeben.

Tabelle 3.1.3.: *Verwendete Mengen der Ausgangspulver, Mahlzusätze und resultierende Volumenbruchteile von Dispergatzen zur Herstellung der Sekundärpulver.*

Pr. Nr.	Al	SiC	Al ₂ O ₃	BN	Stear. Säure	Al	SiC	Al ₂ O ₃	BN	SiC		Al ₂ O ₃		BN	
	g	g	g	g	g	ml	ml	ml	ml	gew -%	vol. -%	gew -%	vol. -%	gew -%	vol. -%
1	130	15	2	0	0,5	102	13	38	0	10	8,5	1,36	24,8	0	0
3	100	0	0	0	0	80	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	80	0	0	0,5	0,5	60	0	0	2	0	0	0	0	0,6	3,3
10	50	0	0	0,5	0,5	40	0	0	2	0	0	0	0	1	5
11	100	4	0,19	0	0,5	80	4	4	0	3,8	4,5	0,15	4,5	0	0
13	130	15	0	0	0,5	102	13	0	0	10	8,5	0	0	0	0
15	120	0	0	0	0,3	94	0	0	0	0	0	0	0	0	0
16	130	20	0	0	0,6	102	18	0	0	13,3	15	0	0	0	0
18	130	15	0	0	0,5	102	13	0	0	10	8,5	0	0	0	0
21	130	11	1	0	0,5	102	10	19	0	7,7	7,6	0,7	14,5	0	0
23	80	7	0	0,5	0,5	60	6,5	0	2	8,7	10,5	0	0	0,57	3

Die Umstellung auf die Pulvermischung aus 50 vol.% Al_{25μ} und 50 vol.% Al_{45μ} zeigte ein optimales Mahlergebnis mit nicht agglomeriertem und streufähigem Sekundärpulver, siehe Bild 3.1.7. Die Kombination aus Pulver unterschiedlicher Fraktionsgrößen ist vor allem für das Erreichen eines optimalen Konsolidierungserfolges nach dem späteren Strangpressen sinnvoll.

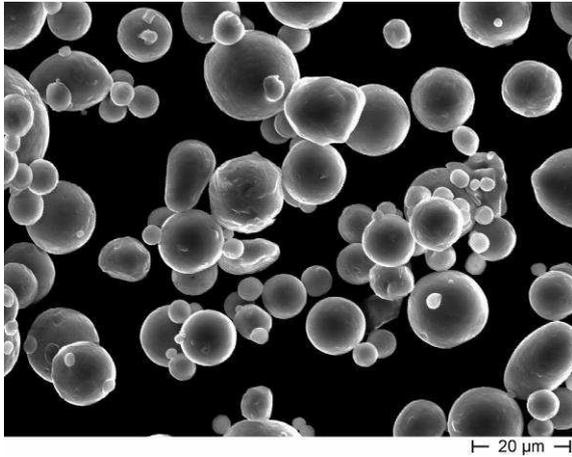
Ein weiterer Untersuchungsschwerpunkt befasst sich mit der Intensität des Mahlens und der Mahldauer des Mahlguts. Es hat sich als sinnvoll herausgestellt, den Mahlprozess in drei Arbeitsphasen zu unterteilen. Während der ersten Phase erfolgte das Mahlen bei kleinen Drehzahlen (ca. 120 min⁻¹). Hierbei erfolgen die Deagglomeration der keramischen Nanoteilchen sowie ihre gleichmäßige Verteilung zwischen den Al-Pulverteilchen. In der zweiten Phase, in der das Mahlen mit Drehzahlen bis zu 200 min⁻¹ intensiviert wurde, entstand eine Vernetzung zwischen den nanoskaligen Teilchen und der Al-Matrix. Die Vernetzung wurde durch die intensive plastische Verformbarkeit des duktilen Al-Pulvermaterials verursacht. Daraus resultierte jedoch eine nur begrenzte Zerkleinerung des Pulvermaterials. In der dritten Phase wurde das Mahlgut bei niedrigeren Drehzahlen (bis zu 140 min⁻¹) gemahlen, wodurch die Al-Matrix mit eingelagerten keramischen Teilchen in ein streufähiges Pulver verwandelt wurde.

Primäres wasserverdurstetes Aluminiumpulver mit 99,95% Reinheitsgrad der Firma TLS Technik Spezialpulver, Bitterfeld, wurde in zwei unterschiedlichen mittleren Fraktionsgrößen von 25 μm und 45 μm zusammen mit keramischen Pulvern aus ultrafeinen bis nanoskaligen Partikeln unter Luftatmosphäre mit verschiedenen Drehfrequenzen von 120 bis 200 Umdrehungen pro Minute in 3 Phasen von je 2 Stunden in einer Planetenkugelmühle (PM 400, Retsch, Hann) gemahlen. Die mittleren Durchmesser der für die Mischung verwendeten Pulver sind in Tabelle 3.1.4 dargestellt.

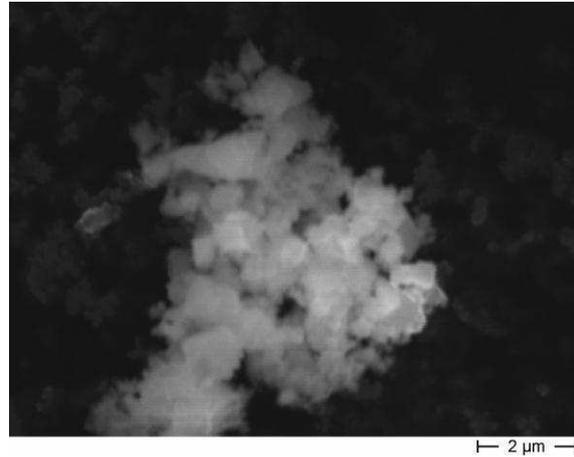
Tabelle 3.1.4: Mittlere Durchmesser der verwendeten Pulver.

Al in μm	Al in μm	SiC in nm	Al ₂ O ₃ in nm	BN in nm
45	25	100	50	500

Zur Veranschaulichung sind raserelektronenmikroskopische Aufnahmen des Pulvers Al25 μ mit 99,7 Gew.% Reinheitsgrad sowie des verwendeten SiC Pulvers auf dem Bild 3.1.1 gezeigt.



a



b

Bild 3.1.6.: REM-Aufnahmen des verwendeten Primärpulvers a) wasserverdünntes Aluminium Pulver: Al 99,95% Reinheitsgrad, mittlere Fraktionsgröße 25 μm ; Lieferfirma TLS Technik b) SiC - Pulver: SiC, β -Phase, 99,8%; Lieferfirma Alfa Aesar.

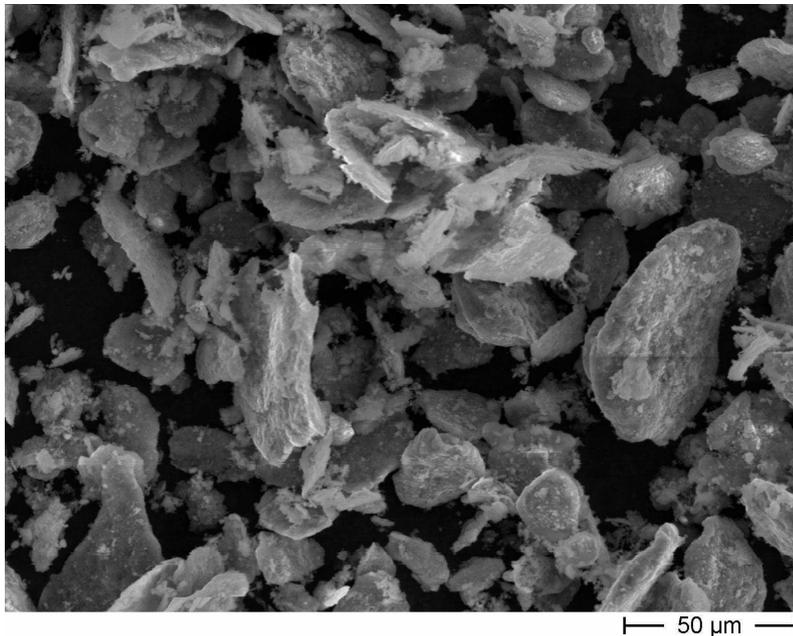


Bild 3.1.7. REM-Aufnahme der kugelmahligen Mischung aus 50 vol.% Al25 μ und 50vol.% Al 45 μ mit der Zugabe von 5 vol.% SiC und 2,5 vol.% Al₂O₃ mit den Mahlkugeln aus Korund mit den Durchmessern von 7 und 13 mm.

3.2 Vorkompaktieren

Das durch hochenergetisches Kugelmahlen hergestellte Sekundärpulver wurde nachfolgend in Aluminiumhülsen mit dem Durchmesser von 70 mm, Höhe von 220 mm und Wandstärke von 3 mm gefüllt und mit Hilfe von einer uniaxialen Presse (Fa. Neff, Karlsruhe) mit einem Pressdruck von 65 MPa vorkompaktiert (s. Bild 3.2.1). Die Wanddicken der Hülsen dünner als 3 mm führten bei dem Vorkompaktieren zum plastischen Ausbeulen der Hülse und somit zu einer ungenügenden Pulververdichtung in der Hülse. Die schraubbaren Deckel wurden als Alternative für die ansonsten üblicherweise verwendeten angeschweißten Deckel zur Verhinderung des Überhitzens und des daraus resultierenden Abfalls der Festigkeit des Rohrs verwendet. Der Deckel jeder Hülse wurde in der Mitte mit einer Bohrung von 2 mm Durchmesser zur Gasabführung beim späteren Strangpressen versehen. Dies ist zur Reduzierung ungleichmäßig konsolidierter Zonen und zur Verringerung der Porosität erforderlich.

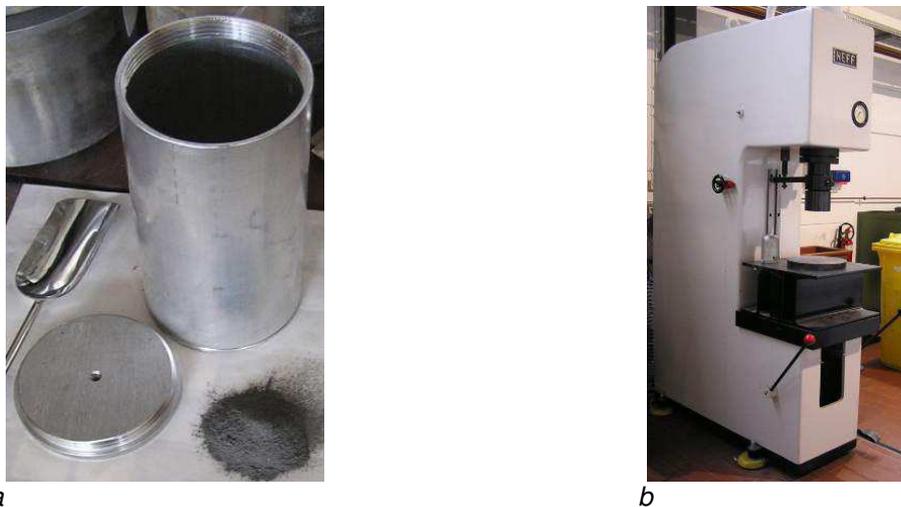


Bild 3.2.1 Vorkompaktieren des Sekundärpulvers a) Hülse aus Aluminiumrohr mit Deckel, Höhe: 220 mm, Durchmesser: 70 mm, Wanddicke: 3 mm, Dicke des Deckels: 5 mm, Loch im Deckel: 2 mm und Sekundärpulver; b) Uniaxiale Presse, Fa. Neff, Karlsruhe, Pressdruck 65 MPa.

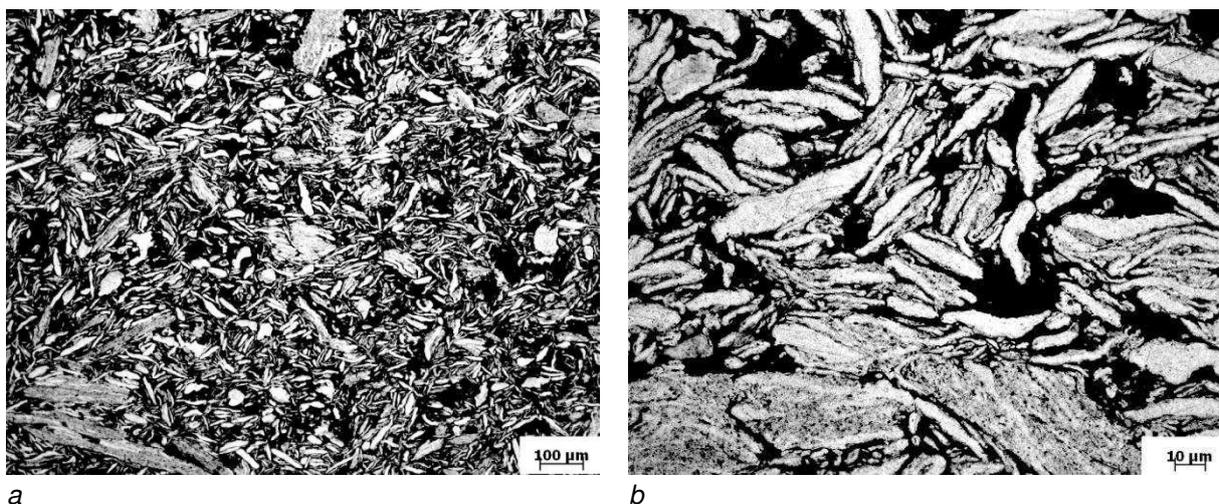


Bild 3.2.2. Lichtmikroskopische Aufnahme des Sekundärpulvers nach dem Vorkompaktieren (in Kunstharz eingebettet, geschliffen und 15 – 20 s mit einer Mischung aus 96 ml destilliertem Wasser, 1 ml konzentrierter Salzsäure und 3 ml konzentrierter Flusssäure geätzt) a) geringere Auflösung, b) höhere Auflösung.

Bild 3.2.2 zeigt ein mikroskopisches Schlifffbild des in der Planetenkugelmühle hergestellten und vorkompaktierten Sekundärpulvers, das zur Herstellung eines Schliffs in Kunstharz verrührt wurde. Man erkennt die plattenförmige Struktur (Flakes) der Sekundärpulver, die von der starken plastischen Verformung durch das Kugelmahlen stammt. Im Vergleich mit dem nicht vorkompaktierten Sekundärpulver, erkennt man, dass die Pulveragglomerate des Sekundärpulvers durch das Vorkompaktieren teilweise wieder aufgebrochen werden.

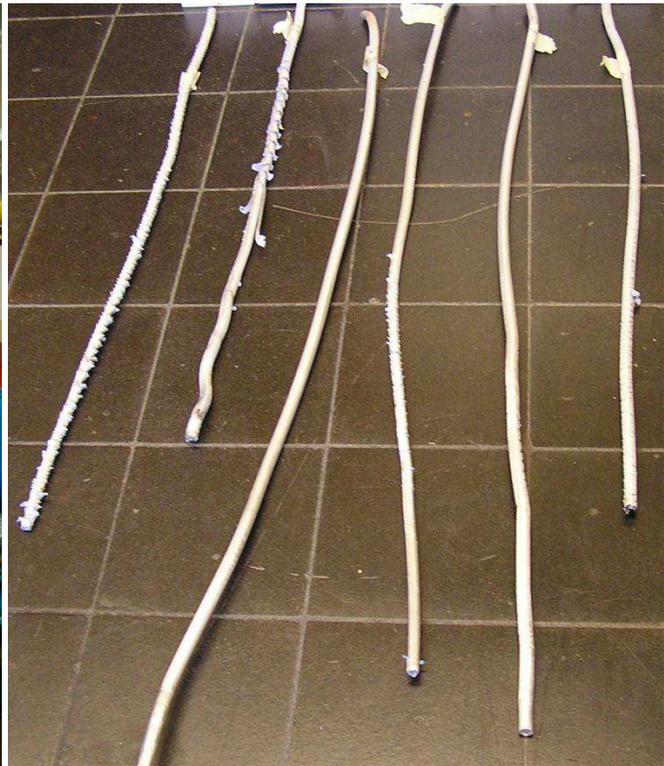
Die metallographischen Untersuchungen der kalt eingebetteten vorkompaktierten Stückchen zeigen, dass das Pulver nach dem Mahlen aus fein verteilten und plastisch verformten Zonen und aus agglomerierten und zusammengeklebten Bereichen besteht. Auf den Bildern (s. Bild 3.2.2. a, b) sind durchmischte graue Al+SiC Bereiche mit den restlichen hellen Bereichen aus Al zu sehen. Das Gesamtbild zeigt, dass plastische Verformung und Durchmischen während des Mahlens stattfinden. Das Zerkleinern des Pulvers kann man hingegen nicht beobachten, was durch die Duktilität des Aluminiums zu erklären ist.

3.3. Strangpressen

Die mit dem Sekundärpulver vorkompaktierten Hülzen (Bild 3.3.1) wurden mit einer Kraft von 6 MN und einer Pressgeschwindigkeit von 2 mm/s zu Stangen mit 20 mm Enddurchmesser entsprechend einem log. Strangpressverhältniss von $\phi = \ln(d_0/d_1) = 1.25$ stranggepresst. Vor dem Strangpressen wurden die Hülzen im Ofen auf die jeweilige Strangpresstemperatur (350°C – 450 °C) eine Stunde lang aufgeheizt und anschließend mit dem Schmiermittel zur Verhinderung der Haftung zwischen Hülzen und Strangpresse angestrichen. Die dazu verwendete direkte / indirekte Strangpresse 630Tonn, Fa. Collin Technology, Aichach ist auf dem Bild 3.3.1. a) dargestellt. Das Ergebnis des Materials nach dem Strangpressen ist auf dem Bild 3.3.1. b) zu sehen.



a



b

Bild 3.3.1. a) Direkte / indirekte Strangpresse 630Tonn, Fa. Collin Technology, Aichach, Kraft 6300 MN, b) Material nach dem Strangpressen, Enddurchmesser 20 mm.

4. Pulvermetallurgisch hergestellte Komposite (PM-Komposite)

In den folgenden Kapiteln werden pulvermetallurgisch hergestellte Aluminium-Matrix-Komposite mit und ohne Zugabe von Verstärkungselementen und die mechanische Eigenschaften der hergestellten Kompositen dargestellt.

4.1. PM-Aluminium-Material – Strangpressen 350°C

Hülsen aus Aluminium wurden mit dem Aluminium Pulver mit dem mittleren Durchmesser von 25 μm (Al25) aufgefüllt, vorkompaktiert und anschließend bei 350° stranggepresst (Probe 3, Tab. 3.1.3 – weiter **Al(3)**).

Auf dem Bild 4.1.1. ist die Al(3)-Stange nach dem Strangpressen bei 350°C zu sehen. Der Enddurchmesser beträgt dabei 20 mm. Im Bild 4.1.1 ist die Strangpressrichtung gezeigt, die die hilfreiche Information für die späteren Probenuntersuchungen liefert. Aus der Strangpressrichtung folgt die Richtung der Gasabführung beim Strangpressen.



Bild 4.1.1. Al(3) - Stange nach dem Strangpressen bei 350°C.

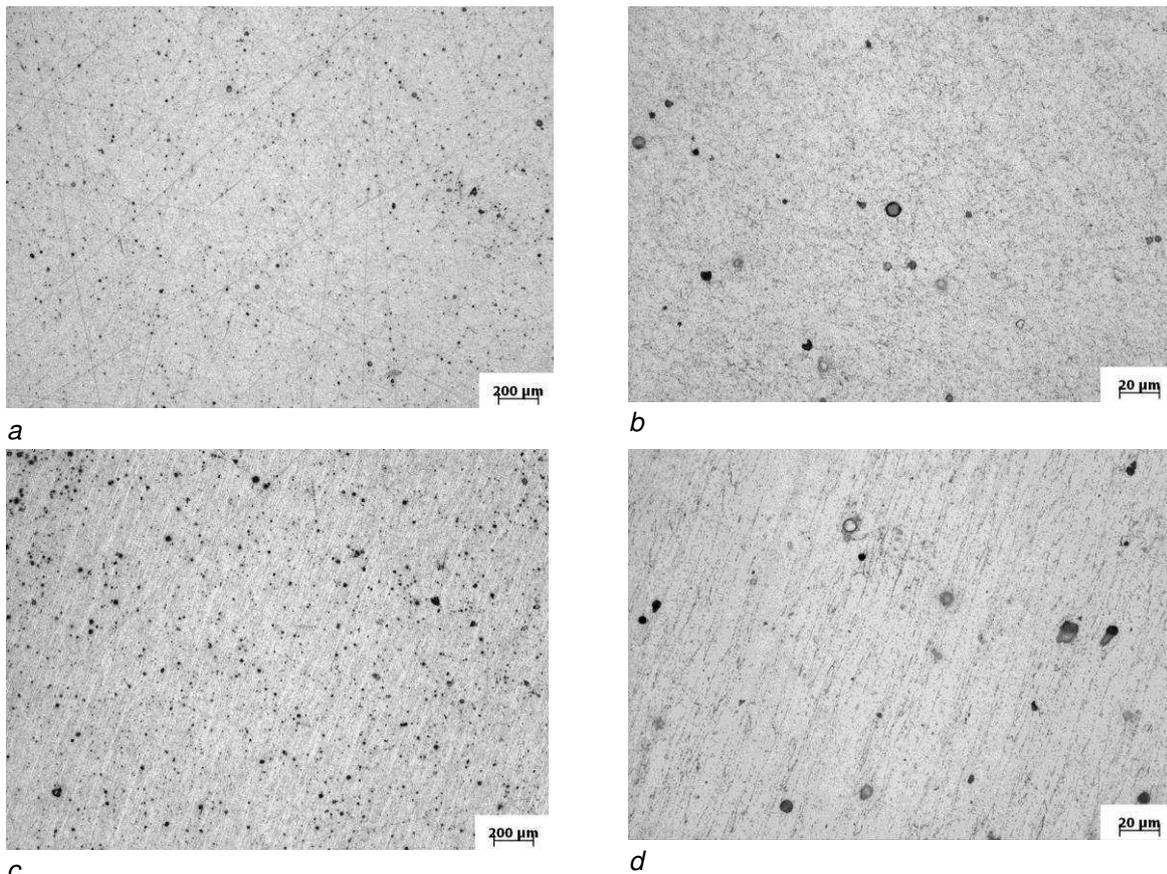


Bild 4.1.2. Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials Al(3) im stranggepressten Zustand, geätzt a) Querschliff, geringere Auflösung, b) Querschliff, höhere Auflösung, c), Längsschliff geringere Auflösung, d), Längsschliff höhere Auflösung.

Die stranggepresste Probe wurde entlang und quer der Strangpressrichtung lichtmikroskopisch untersucht.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Längs- und Querschliffs des Materials Al(3) nach dem Strangpressen sind auf dem Bild 4.1.2. präsentiert. Sie zeigen eine gleichmäßige Struktur des Materials mit einer kleineren Porosität quer und leicht erhöhten Porosität entlang der Strangpressrichtung. Die kugelige Erscheinung den Poren entspricht den üblichen Gas-Poren. Die gemessene Dichte des Materials beträgt $2,68 \text{ g/cm}^3$. Die daraus resultierende restliche Porosität liegt bei 0,76%. Die Härte des Materials quer der Strangpressrichtung weist 41HV10, entlang der Strangpressrichtung 40HV10 auf.

Die Härte- und Dichteänderung wurden vor und nach der Wärmebehandlung unter Luftatmosphäre untersucht. Es wurde beobachtet, dass sowohl Härte als auch Dichte während der Wärmebehandlung ansteigen (Bild 4.1.3.). Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 1,7 \times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT) = 2,9 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$

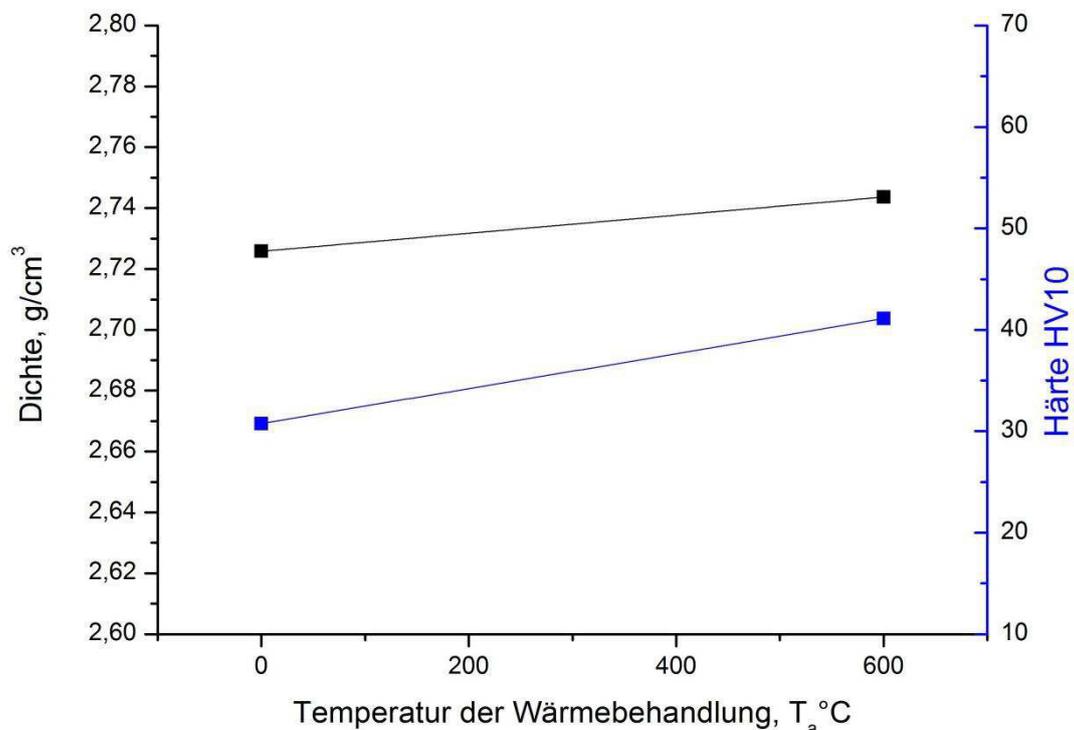
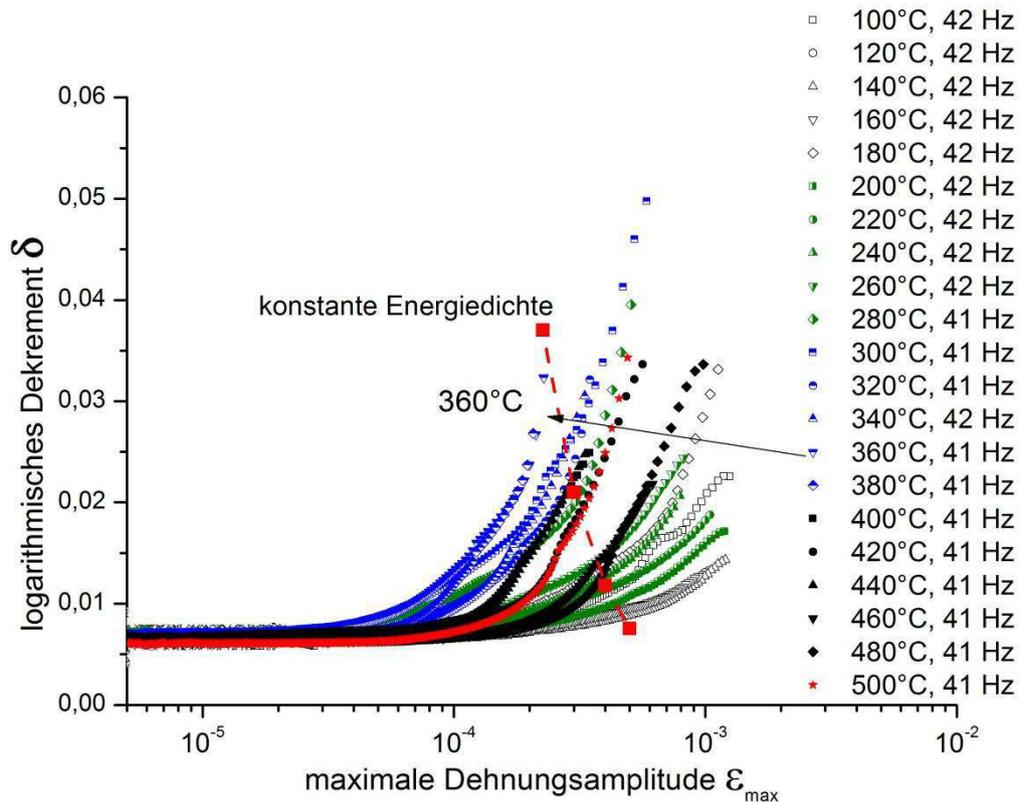


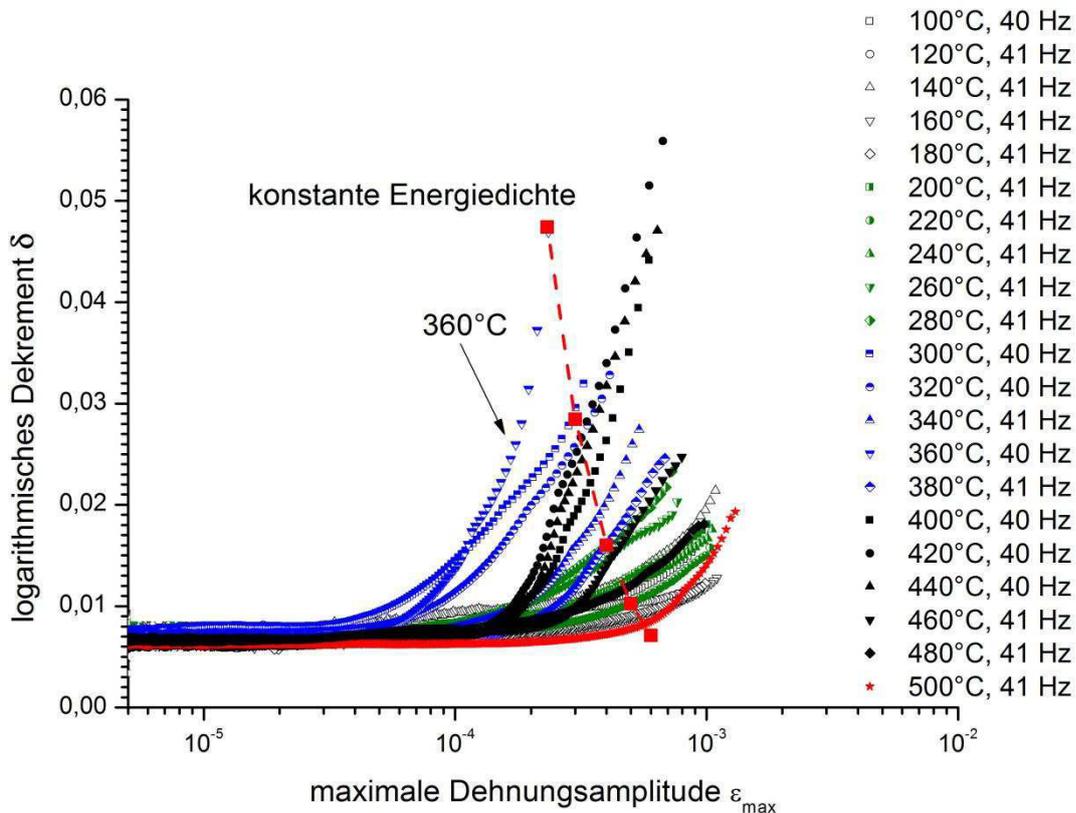
Bild 4.1.3. Härte und Dichte des Materials Al(3) nach Wärmebehandlungen von 24h bei Temperatur 600°C . Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 1,7 \times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT) = 2,9 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

Eine mikrostrukturelle Defektanalyse der pulvermetallurgisch hergestellten Proben aus Al(3) wurde mithilfe der Methode der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessung durchgeführt (siehe Kap. 3.5).

Im Bild 4.1.4. ist das logarithmische Dekrement δ in Abhängigkeit von der maximalen Dehnungsamplitude ϵ in logarithmischen Maßstab aufgetragen.



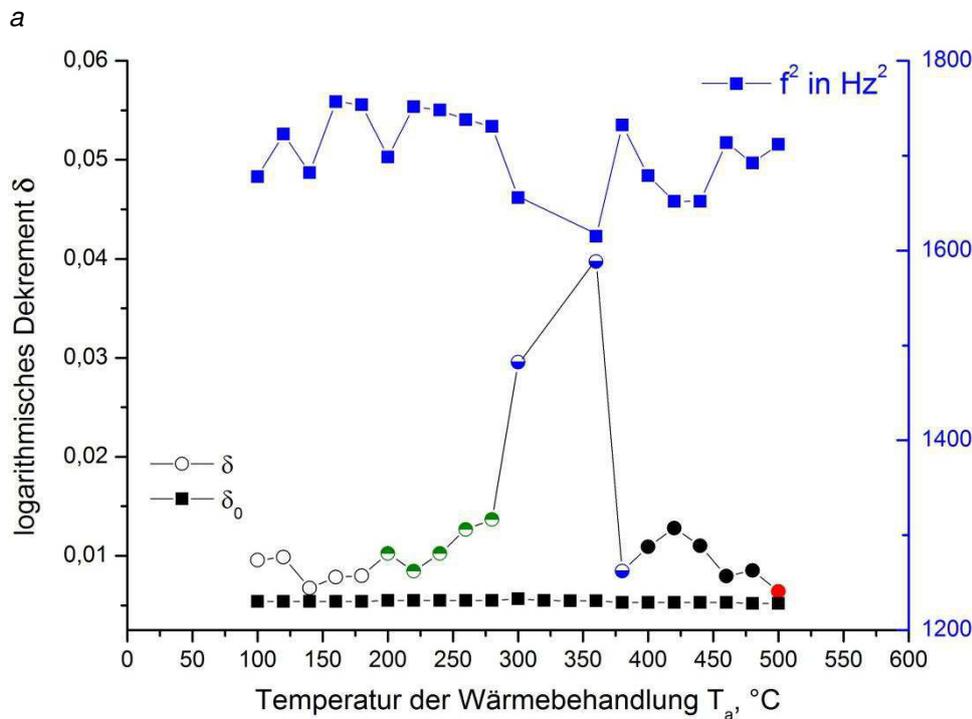
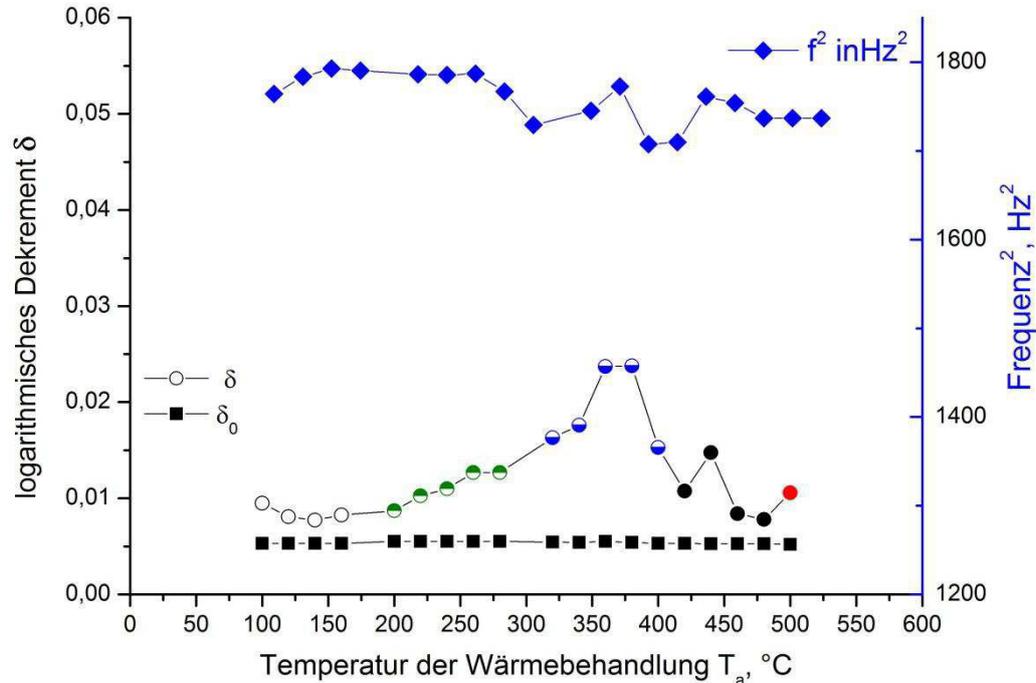
a



b

Bild 4.1.4.: Log. Dekrement einer Probe aus stranggepresstem Material Al(3) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für sukzessive isochrone (1h) Wärmebehandlungen bei Temperaturen von 100°C bis 600°C und unterschiedlichen Abkühlraten a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen und b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung. Gestrichelte Linie zeigt konstante Energiedichte für a) 415 J/m³, b) 503 J/m³.

Für die erste Messung (Bild 4.1.4. a) wurden Biegeproben sukzessiv isochron jeweils eine Stunde lang, mit 20K – schrittweise ansteigenden Temperaturen von 100°C bis 600°C wärmebehandelt und danach folgte eine langsame Abkühlung im Ofen. Die zweite Probe aus dem gleichen Material wurde mit sukzessiv ansteigender Temperatur mit den gleichen Parametern wärmebehandelt (Bild 4.1.4. b) und nach jeder Wärmebehandlung im Wasser abgeschreckt.



b
Bild 4.1.5. Dämpfung bei konstanter Energiedissipation und Quadrat der Resonanzfrequenz (proportional zum Elastizitätsmodul) gegen die Temperatur der sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen aufgetragen, für a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen, b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung.

Beide Proben zeigen sehr ähnliches Verhalten und daraus resultierend ähnlichen Kurvenverlauf während der Messung. Das untersuchte stranggepresste bei 350°C ohne Verstärkungsteilchen Material hat bei der niedrigen Dehnungsamplitude ($\epsilon_{\max} \approx 4 \times 10^{-6}$) eine konstante Dämpfung $\delta_0 = 0,007$ die mit der steigenden Temperatur mitsteigt und in beiden Fällen ihr Maximum bei 360°C erreicht.

Für die luftgekühlte Probe erreicht das Dämpfungsmaximum entlang der Linie der konstante Energiedichte $\delta_{\max} = 0,35$. Die wasserabgeschreckte Probe erreicht ihr Dämpfungsmaximum entlang der Linie der konstante Energiedichte $\delta_{\max} = 0,50$. Danach sinkt die Dämpfung wieder ab. In der Nähe des jeweiligen Temperaturmaximums (für beide Probe jeweils 360°C) ändern Dämpfungskurven ihren Verlauf und zeigen einen raschen Dämpfungsanstieg schon bei $\epsilon_{\max} \approx 1,10^{-4}$.

Für die bessere Übersichtlichkeit ist das Verhalten bei sukzessiv isochroner Wärmebehandlung im Bild 4.1.5. zusammengefasst, indem als Maß für die Dämpfung bei konstanter Energiedichte das logarithmische Dekrement (s. Bild 4.1.4.) und das Quadrat der Resonanzfrequenz, das proportional zum Elastizitätsmodul ist, gegen die Temperatur der Wärmebehandlung für beide Kühlungsarten, aufgetragen ist.

4.2. PM-Aluminium-Material – Strangpressen 450°C

Eine Pulvermischung aus 60 g Aluminiumpulver mit dem mittleren Durchmesser von 25 μ (Al25 μ) und 60 g Aluminiumpulver mit dem mittleren Durchmesser von 45 μ (Al45 μ) wurde in dem 500 ml-Behälter mit den leichten keramischen Mahlkugeln im Verhältnis Pulver zu Ball in vol.% 1 zu 6, 6 Stunden lang kugelmahlen (genaue Beschreibung s. Kapitel 2.1., Tabelle 2.1.1., Probe Nr. 15 – weiter Al(15)). Danach entstandenes Sekundärpulver wurde in die Al - Hülse vorgepresst und anschließend bei 450°C stranggepresst (Kap. 2.2. und 2.3.). Lichtmikroskopische Aufnahmen des Längsschliffs des Materials Al(15) im stranggepressten Zustand zeigt Bild 4.2.1.

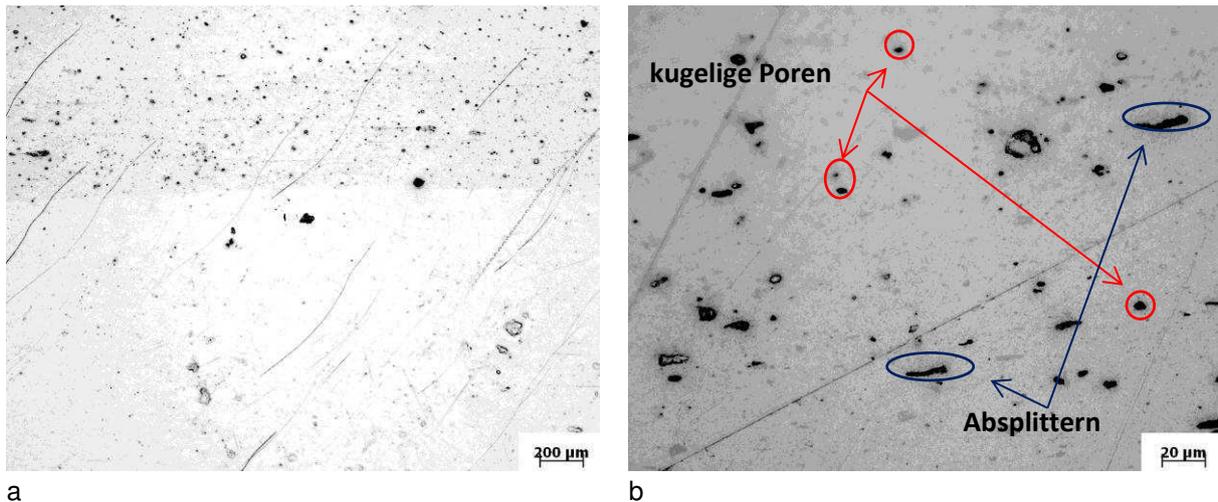
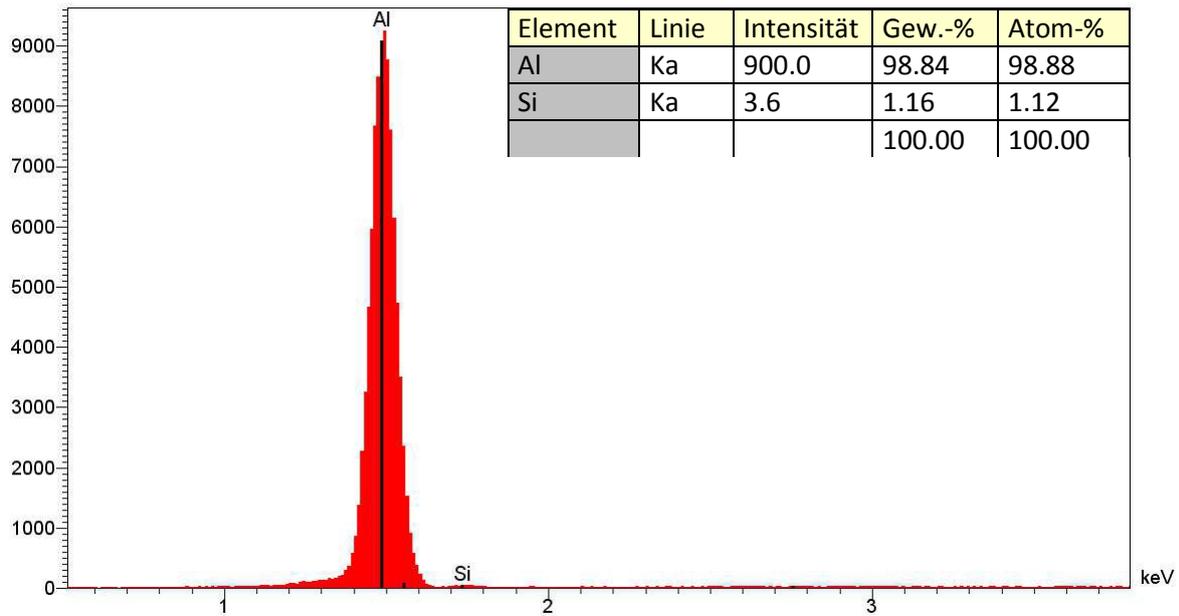


Bild 4.2.1 Lichtmikroskopische Aufnahme des Längsschliffs des Materials Al(15) im stranggepressten Zustand, geätzt a) geringere Auflösung, b) höhere Auflösung, dunklere Bereiche.

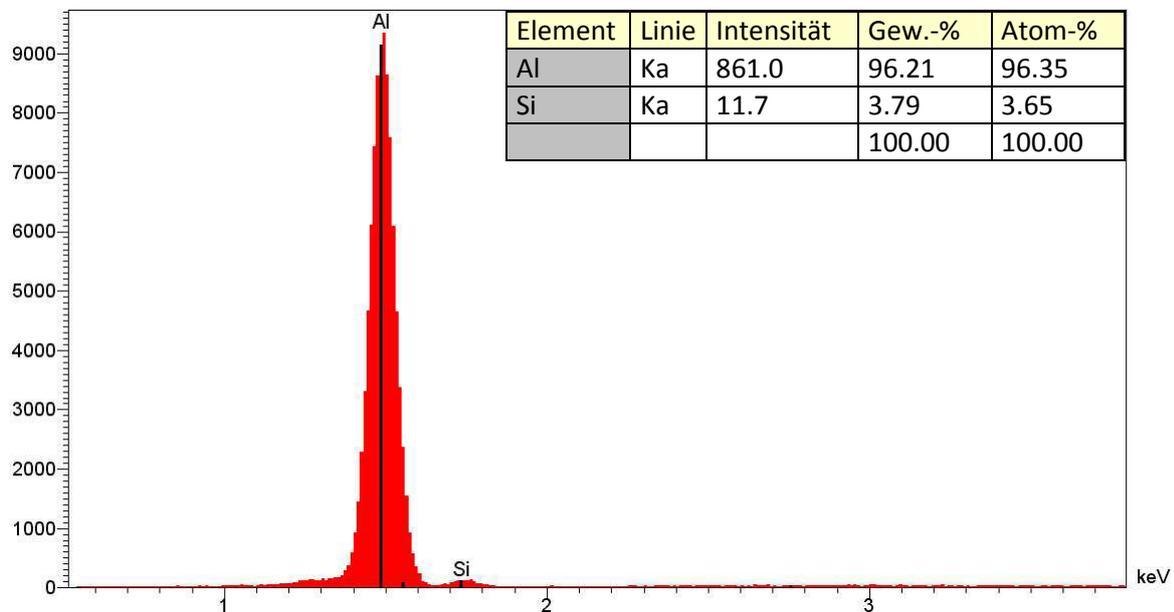
Im Längsschliff zeigt die Probe helle und dunklere Bereiche. Für die Bestimmung der durchschnittlichen Probenzusammensetzung in den helleren und dunklen Bereichen wurde energiedispersive Röntgenmikrobereichsanalyse (EDXS) eingesetzt (Bild 4.2.2. a, b).

Die EDXS-Analyse der Probe (Bild 4.2.2.) konnte keinen Unterschied der Zusammensetzung zwischen den hellen und dunklen Gebieten nachgewiesen. Die Zusammensetzung des Verbundes an den untersuchten Stellen in den hellen und dunklen Gebieten entspricht dem zugegebenen Anteil des Aluminiums. Der geringere Anteil Si in der Probe kann durch evtl. leichte Verschmutzung durch Mahlkugeln oder Mantel des Mahlbeckers erklärt werden.

Die hellen und dunklen Gebiete (Bild 4.2.1 a) sind auf das Pressverhalten des Aluminiumpulvers während des Strangpressens bei 450° zurückzuführen. Die hellen Bereiche haben eine geringere Porosität. Bei der höheren Auflösung (Bild 4.2.1. b) ist zu sehen, dass die Poren im Material unterschiedlicher Herkunft sind. Kleine kugelförmige Poren stammen höchswahrscheinlich in Folge der Gasabführung in dem Material während des Strangpressens. Die größeren langförmigen Poren stammen sowie aus der restlichen Porosität in dem Material nach dem Strangpressen als auch aus dem Absplittern von härteren Teilchen wie die Reste der natürlich gebildeten Oxydschicht an der Oberfläche des Aluminiumpulvers.



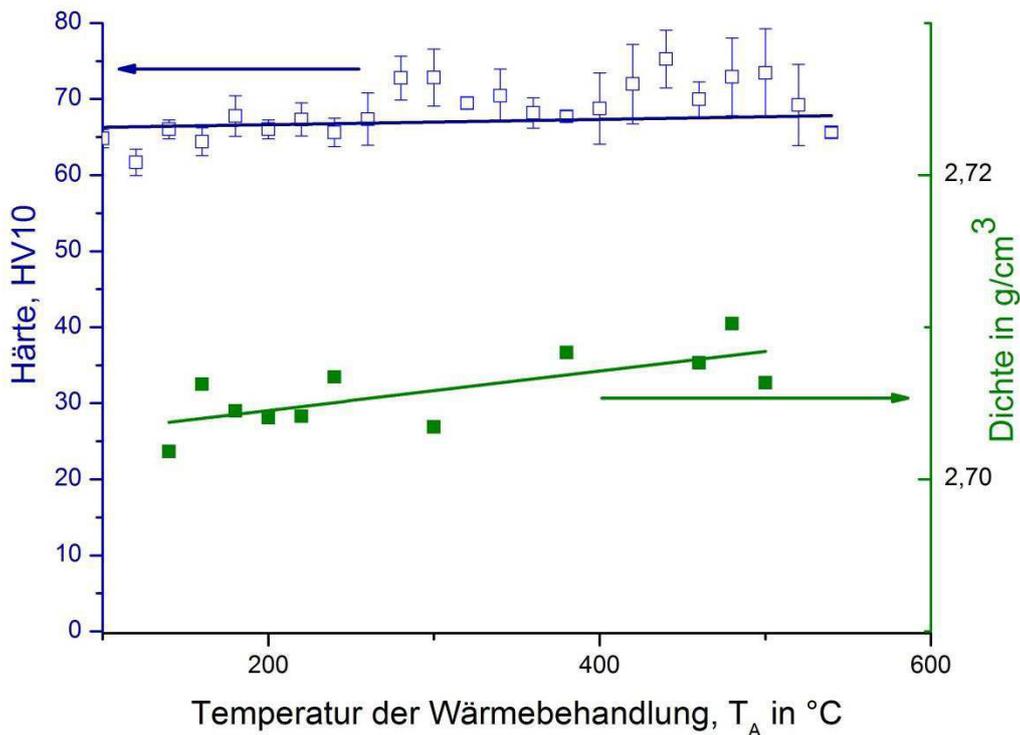
a



b

Bild 4.2.2. EDXS-Analyse a) hellen, b) dunklen Bereichen des Stranggepresstes Materials Al(15) (s. Bild 4.2.1. a).

Die Härte- und Dichteänderung der stranggepressten Probe wurden während einer isochronen Wärmebehandlung unter Luftatmosphäre untersucht. Die Probe wurde jeweils 1 Stunde bei steigender Temperatur wärmebehandelt und abgeschreckt. Anschließend wurde die jeweilige Dichte und Härte gemessen. Es wurde beobachtet, dass sowohl die Härte als auch die Dichte während der Wärmebehandlung ansteigen (Bild 4.2.3.). Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 5,3 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT) = 4,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.



4.2.3. Härte und Dichte des Materials Al(15) nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 600°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/HV(RT)dT = 5,3 \times 10^{-5} K^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/\rho(RT)dT = 4,8 \times 10^{-6} K^{-1}$.

Die mikrostrukturelle Defektanalyse der pulvermetallurgisch hergestellten Proben wurde mithilfe der Methode der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessung durchgeführt. Auf Bild 4.2.4. ist das logarithmische Dekrement δ in Abhängigkeit von der Dehnungsamplitude ϵ_{max} aufgetragen. Für die erste Messung (Bild 4.2.4. a) wurden Biegeproben sukzessiv isochron jeweils eine Stunde lang, mit 20K-schrittweise ansteigenden Temperaturen von 100°C bis 600°C nacheinander wärmebehandelt und anschließend im Wasser abgeschreckt. Nach diesen Messungen wurde die Probe erneut mit sukzessiv ansteigender Temperatur mit den gleichen Parametern wärmebehandelt und abgeschreckt (Bild 4.2.4. b).

Alle Kurven zeigen charakteristische Abweichungen von der in Metallen üblichen versetzungsbedingten Dämpfung. Für die beiden Wärmebehandlungsperioden zeigen alle Dämpfungskurven (Bild 4.2.4. a, b) bei der niedrigen Dehnungsamplitude ($\epsilon_{max} \approx 5 \times 10^{-5}$) eine konstante Dämpfung $\delta_0 = 0,01$. Dieser gemessene Wert ist höher als üblich gemessene Dämpfungsmesswerte für Aluminiumlegierungen. Weiterhin steigt bei allen Dämpfungskurven für beide Wärmebehandlungsperioden die Dämpfung mit der Steigerung der Dehnungsamplitude. Nach einigen Wärmebehandlungen ist bei bestimmten Temperaturen an den Dämpfungskurven ein Knick zu sehen.

Bei der ersten Wärmebehandlungsperiode (Bild 4.2.4. a) steigt die Dämpfung mit der Steigung der Wärmebehandlungstemperatur und erreicht ihr Maximum bei ca. 400°C. Danach sinkt die Dämpfung wieder ab. Der höchst erreichte Wert liegt dabei bei $\delta = 0,05$. Bei der zweiten Wärmebehandlungsperiode (Bild 4.2.4. b) wird der Höchstwert ($\delta = 0,45$) bei der Temperatur 450° erreicht und sinkt danach wie bei der ersten Wärmebehandlungsperiode ab.

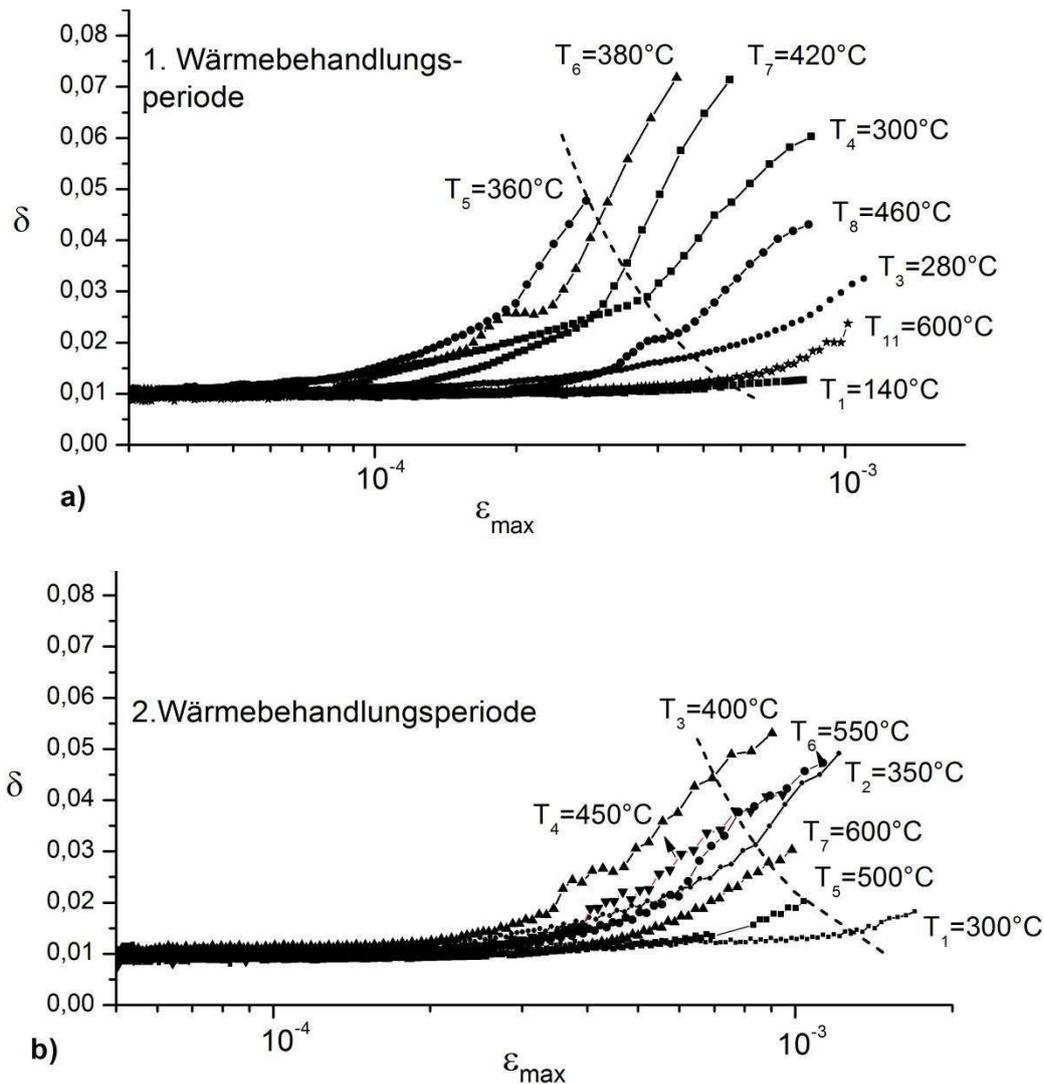


Bild 4.2.4.: Log. Dekrement einer Probe aus Al(15) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für verschiedenen isochrone (1h) Wärmebehandlungen mit sukzessiv ansteigenden Temperaturen von 100°C bis 600°C a) 1. Wärmebehandlungsperiode und b) 2. Wärmebehandlungsperiode. Die gestrichelten Linien zeigen konstante Energiedissipation a) 262 J/m³ und b) 1518 J/m³.

Die bei 300°, 420° und 460°C aufgetretenen Knicke an den angezeigten Kurven geben Hinweise auf Risse oder Risse mit Poren in der Probe.

Das Verhalten bei sukzessiv isochroner Wärmebehandlung (Probe Al(15)) ist im Bild 4.2.5. zusammengefasst, indem als Maß für die Dämpfung das logarithmische Dekrement bei konstanter Energiedissipation (siehe Bilder 4.2.4. a und b) und das Quadrat der Resonanzfrequenz, das proportional zum Elastizitätsmodul ist, gegen die Temperatur der Wärmebehandlung für beide Wärmebehandlungsperioden aufgetragen sind.

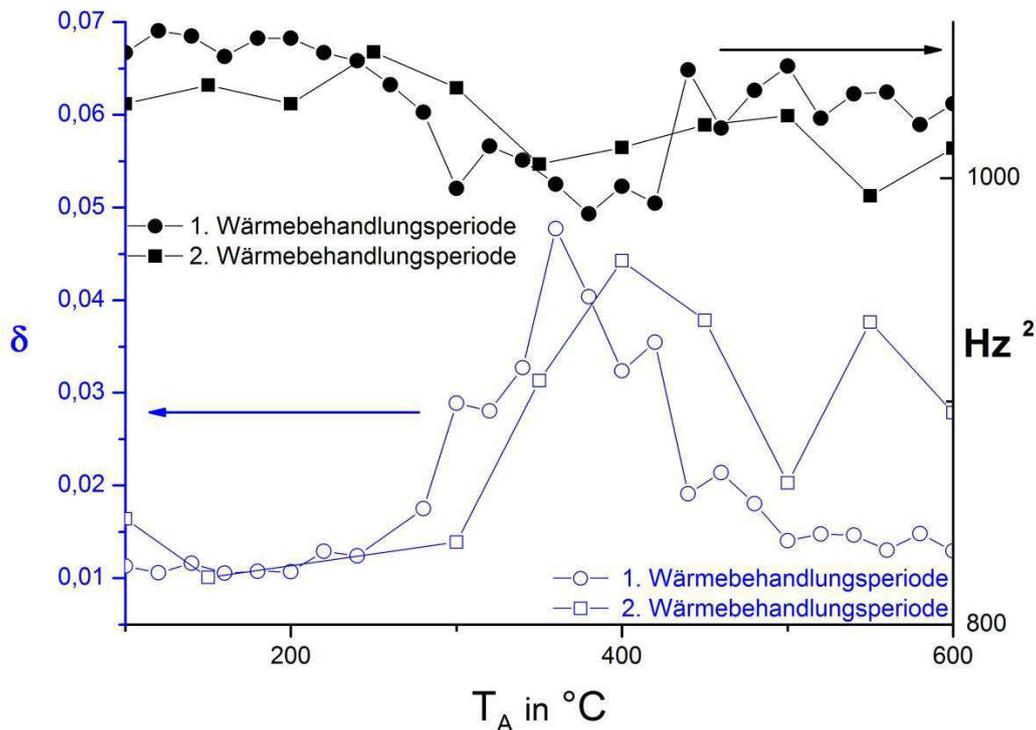


Bild 4.2.5.: Dämpfung bei konstanter Energiedissipation und Quadrat der Resonanzfrequenz (proportional zum Elastizitätsmodul) gegen die Temperatur der sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen aufgetragen, für beide Wärmebehandlungsperioden.

Die Ergebnisse der Härte- und Dichtemessung (Bild 4.2.3) im Zusammenhang mit den Dämpfungswerten (Bild 4.2.5.) sprechen dafür, dass die Ursache für die Zunahme der Dämpfung und die Verringerung des Quadrats der Resonanzfrequenz in der Riss- bzw. Mikrorissbildung liegt. Ursache für das Dämpfungsmaximum bei den bestimmten Temperaturen wird nicht klar. Eine lineare Härte- und Dichtesteigerung (Bild 4.2.3.) bedeutet, dass keine strukturellen Änderungen während der Wärmebehandlung in dem Temperaturbereich der Entstehung des Dämpfungsmaximums in der Probe vorkommen.

Die beobachteten Abweichungen im Dämpfungsverhalten in der stranggepressten Probe zum typischen Dämpfungsverhalten in Reinetallen können sämtlich auf Mikrorisse zurückgeführt werden, die sich in den stranggepressten Proben befinden und bei den Wärmebehandlungen bei niedrigen Temperaturen wachsen und bei den höheren Temperaturen nach dem Abschrecken durch thermische Spannungen zusammengedrückt werden.

4.3. Aluminium-Matrix-SiC-Komposite – Strangpressen 450°C

Die Pulvermischung aus 50g Al₂₅μ und 50 g Al₄₅μ wurde zusammen mit 4 g. SiC in dem 500 ml-Behälter mit dem leichten keramischen Kugeln im Verhältnis Pulver zu Ball in vol.% 1 zu 2, 6-Stunden lang kugelmahlen (genaue Beschreibung s. Kapitel 2.1., Tabelle 2.1.1., Probe Nr. 11 – weiter Al-6%SiC(11)). Das danach entstandene Sekundärpulver wurde in die Al - Hülse gepresst und anschließend bei 450°C stranggepresst (Kap. 2.2. und 2.3.).

Im Bild 4.3.1. ist eine lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials im stranggepressten Zustand zu sehen.

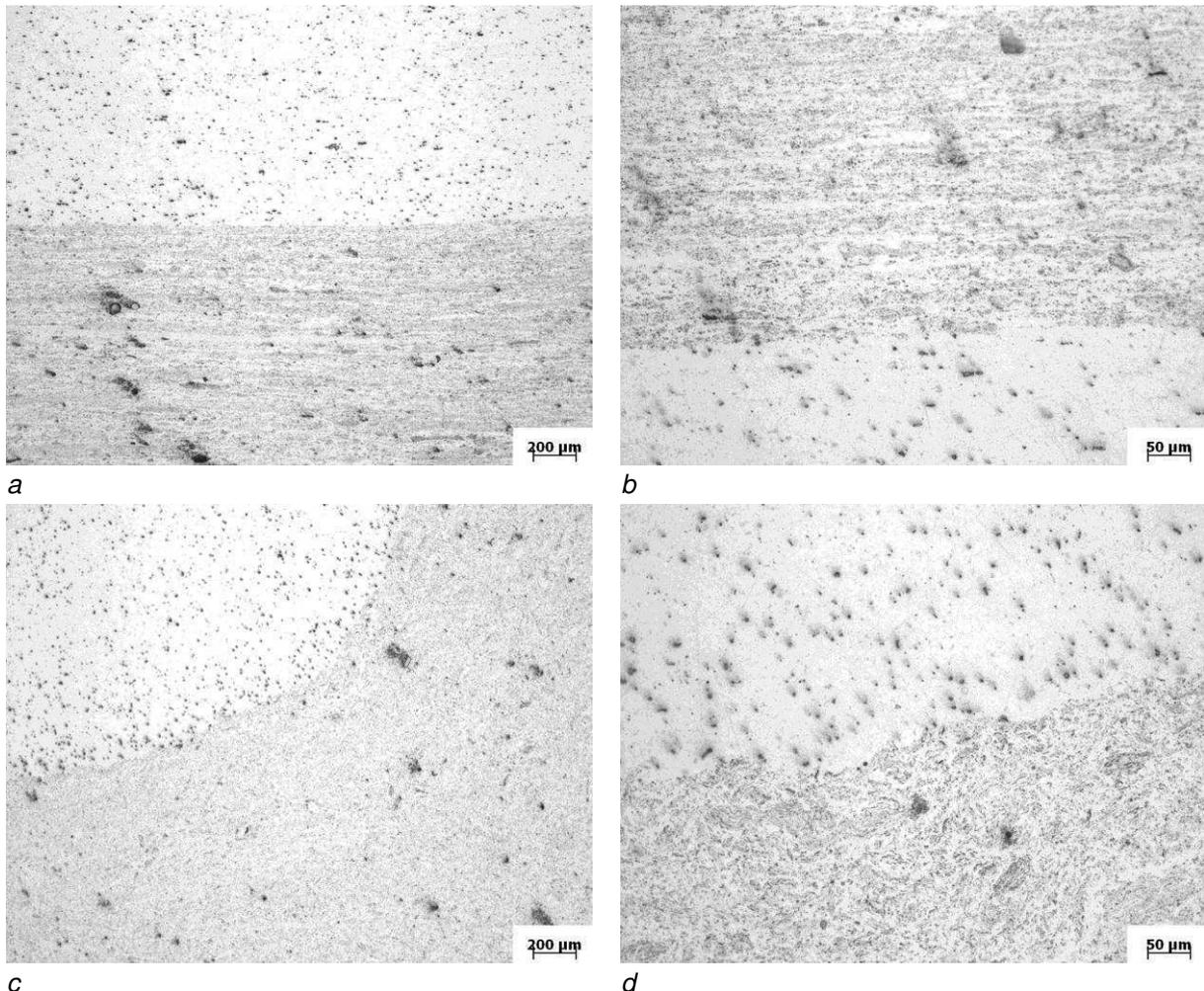


Bild 4.3.1 Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials Al-6%SiC(11) im stranggepressten Zustand a) Längsschliff, geringere Auflösung, b) Längsschliff, höhere Auflösung, c) Querschliff, geringere Auflösung, d) Querschliff, höhere Auflösung

Auf dem Bild 4.3.1. sind die Gefüge der stranggepressten Probe bei niedriger (Bild 4.3.1. a, c) und höherer (Bild 4.3.1. b, d) Auflösung zu sehen. Die Probe zeigt helle und dunklere Bereiche entlang der Strangpressrichtung (ähnlich wie im Al(15), Kapitel 4.2). Weiterhin wurde die Probe auf die Restporosität untersucht. Die theoretische Dichte des Materials beträgt 2,73 g/cm³. Die gemessene Dichte ist 2,71 g/cm³. Die daraus resultierende Porosität liegt bei 0,56%.

Bild 4.3.2. zeigt Eindrücke nach der Vickershärtemessung mit der Diamantenpyramide. Die Härte an der dunklen Zone (Bild 4.3.2. a) ist 62HV10. Die hellere Zone (Bild 4.3.2. b) hat dagegen nur 45HV10.

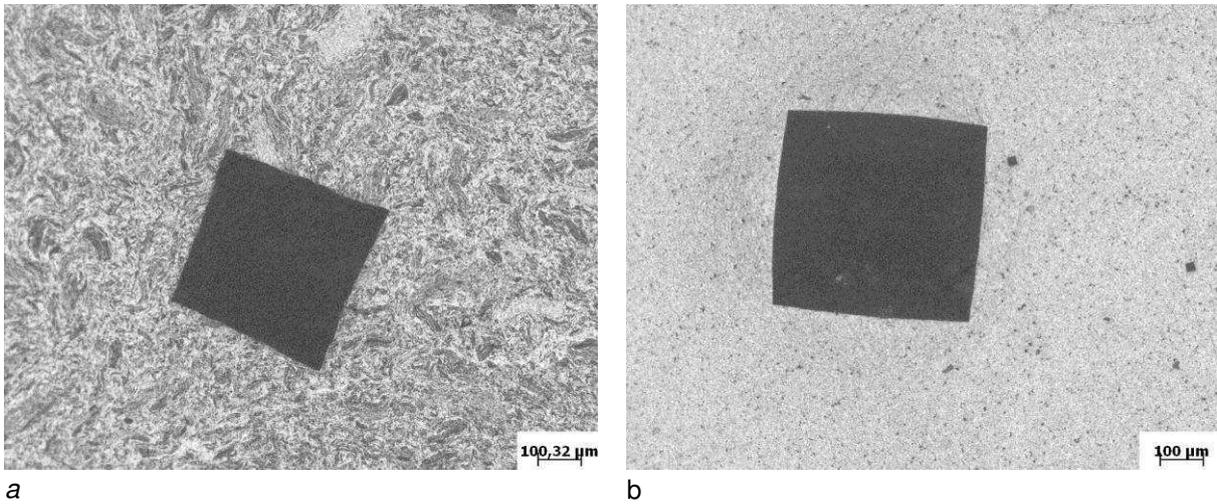


Bild 4.3.2 Härtemessung der stranggepressten Probe Al-6%SiC(11) quer der Strangpressrichtung an a) dunklerer Zone, b) hellerer Zone.

Für die weitere Phasenidentifikation und die Bestimmung der durchschnittlichen Probenzusammensetzung in den beiden Bereichen wurde energiedispersive Röntgenmikrobereichsanalyse (EDXS) eingesetzt.

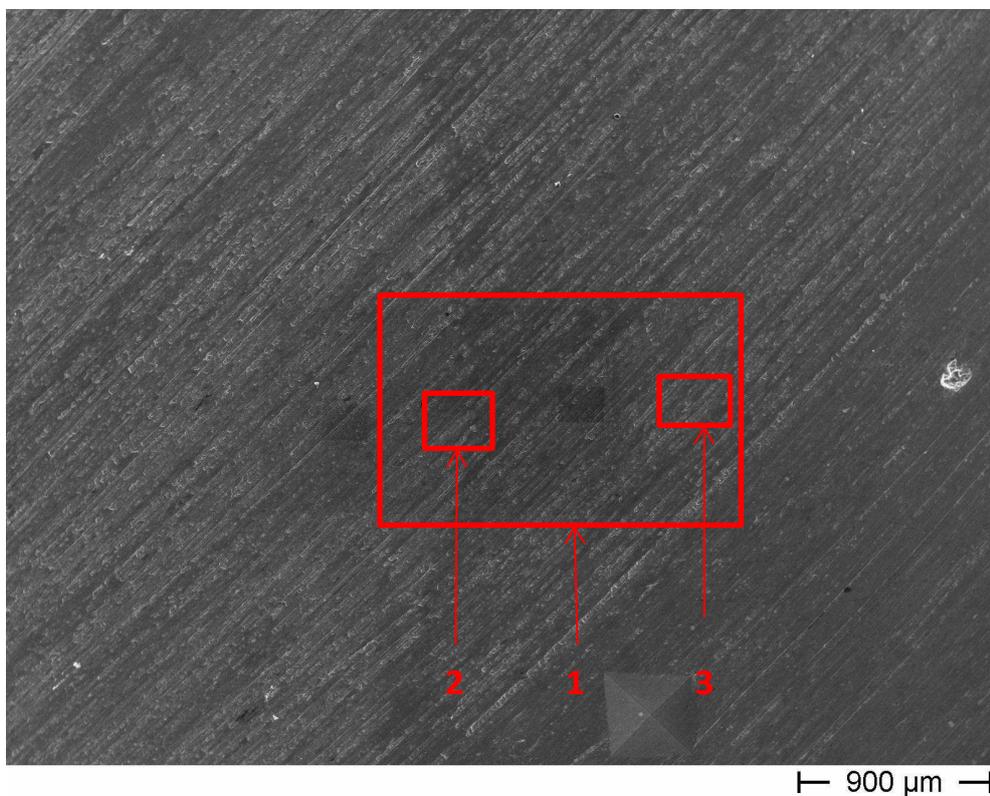


Bild 4.3.3 REM-Aufnahme der untersuchten Probe nach EDXS-Analyse 1) Übergangszone 2) heller, 3) dunkler Bereiche des Stranggepresstes Materials Al-6%SiC(11) (Bild 4.3.1).

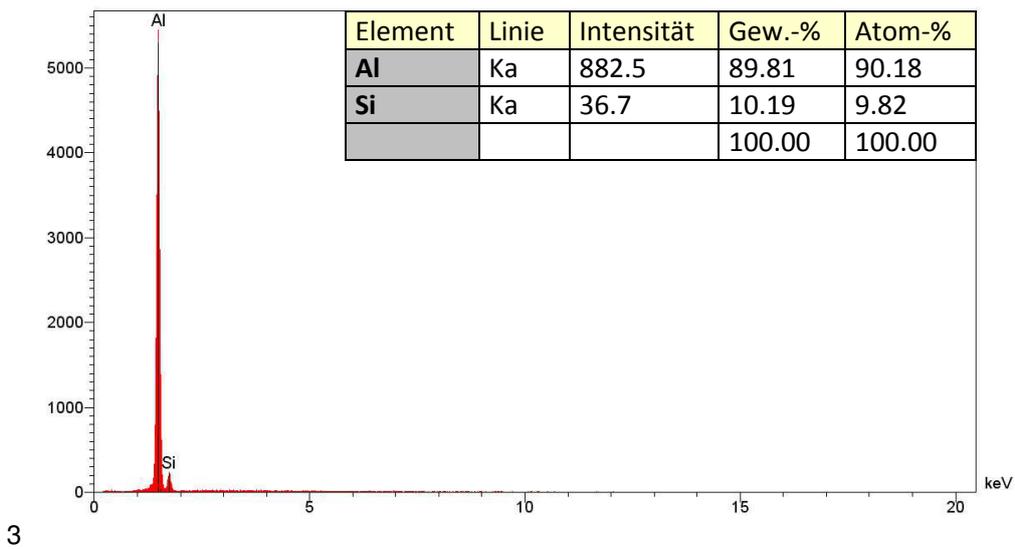
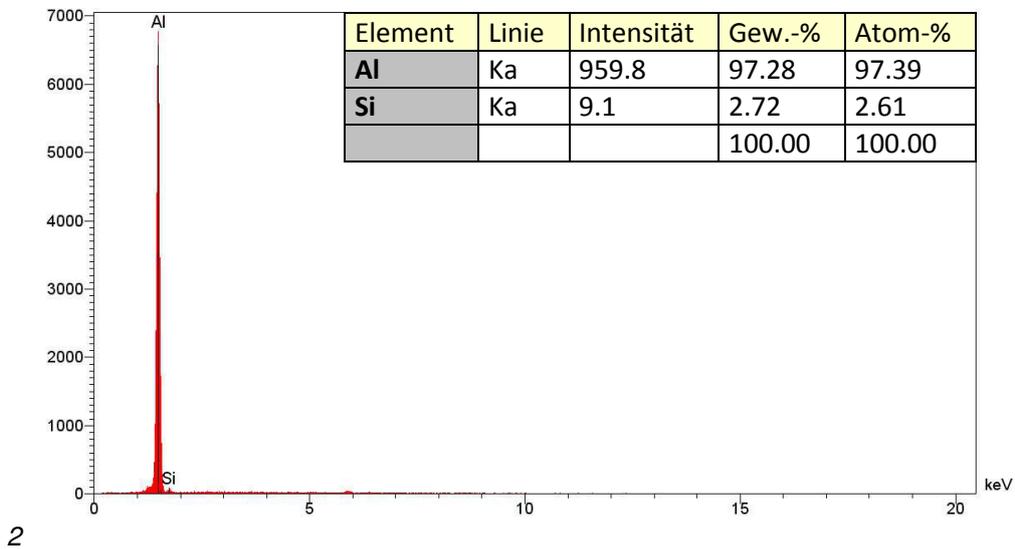
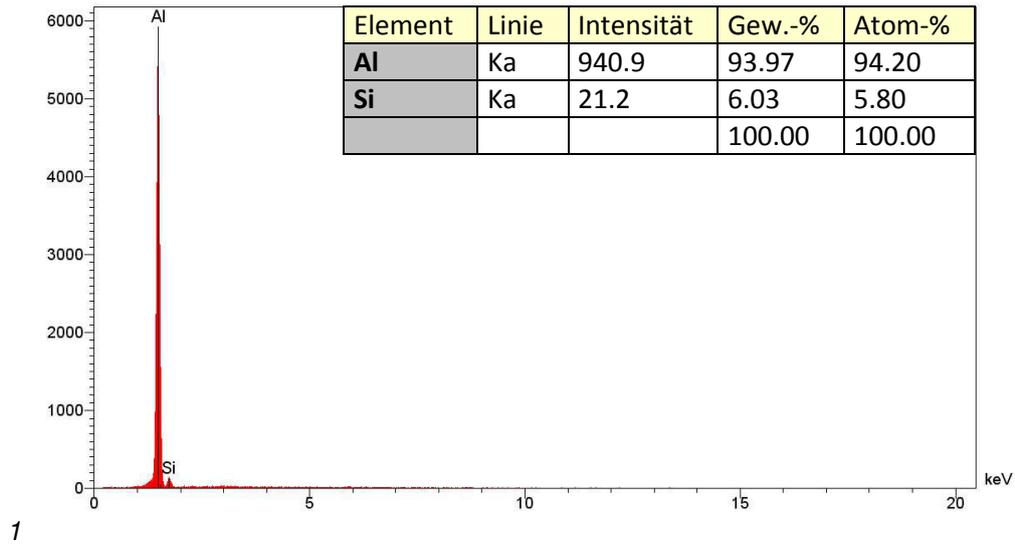


Bild 4.3.4. EDXS-Analyse 1) Übergangszone 2) heller, 3) dunkler Bereiche des stranggepressten Materials Al-6%SiC(11) (s. Bild 4.3.3).

Die Ergebnisse der Messung zeigten einen leichten Unterschied in Si-Gehalt. Dunklere Bereiche weisen einen höheren Si-Gehalt auf. Daraus kann man schließen, dass vorliegende dunkle Gebiete aus einer Mischung mit SiC Teilchen bestehen. Hellere Bereiche sind schlecht durchgemischte Al-Bereiche, die sehr wenig oder sogar gar keine Verstärkungskomponente enthalten.

4.4. Aluminium-Matrix-BN-Komposite –Strangpressen 350°C

Die Pulvermischung aus 25g Al_{25μ} und 25 g Al_{45μ} wurde zusammen mit 0,5 g BN in dem 500 ml-Behälter mit dem leichten keramischen Mahlkugeln im Verhältnis Pulver zu Ball in vol.% 1 zu 6, 6-Stunden lang kugelmahlen (genaue Beschreibung s. Kapitel 2.1., Tabelle 2.1.1., Probe Nr. 10). Das danach entstandene Sekundärpulver wurde in eine Al - Hülse gepresst und anschließend bei 350°C stranggepresst (Kap. 2.2. und 2.3.). Auf dem Bild 4.4.1. ist die Stange nach dem Strangpressen zu sehen. Der Enddurchmesser beträgt dabei 20 mm. Auf dem Bild 4.4.1 ist das Stranggepresste Material und die Strangpressrichtung gezeigt.



Bild 4.4.1. Stange nach dem Strangpressen bei 350°C

Auf dem Bild 4.4.2. ist lichtmikroskopische Aufnahmen des Längs- und Querschliffs des Materials Al - 5% BN (Probe 10, Tab. 2.1.2) im stranggepressten Zustand zu sehen.

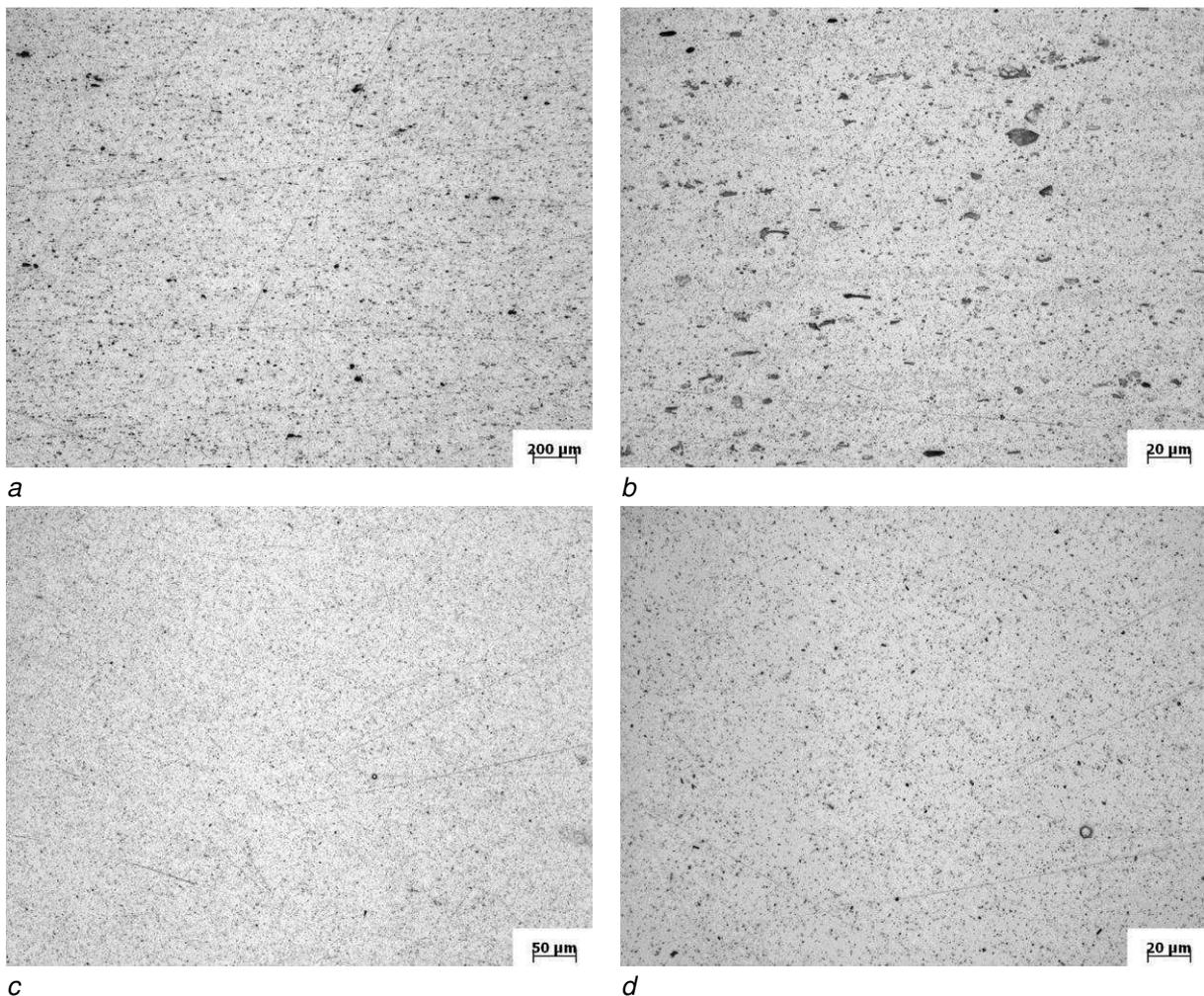


Bild 4.4.2. Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials (Al-5% BN (10), im stranggepressten Zustand a) Längsschliff geringere Auflösung, b) Längsschliff höhere Auflösung, c) Querschliff geringere Auflösung, d) Querschliff höhere Auflösung.

Das Bild 4.4.2 zeigt eine gleichmäßige Struktur des Materials mit der kleineren Porosität quer und leicht erhöhte Porosität entlang der Strangpressrichtung. Die kugelige Erscheinung der Poren entspricht den üblichen Gas-Poren, die aber in einer sehr geringeren Menge erscheinen, so dass die dabei gemessene Dichte des Materials $2,70\text{g/cm}^3$ aufweist. Die Härte des Materials quer der Strangpressrichtung liegt bei 46HV_{10} , entlang der Strangpressrichtung bei 49HV_{10} .

Die Härte- und Dichteänderung wurden vor und nach der Wärmebehandlung unter Luftatmosphäre untersucht. Es wurde beobachtet, dass sowohl Härte als auch Dichte während der Wärmebehandlung ansteigen (Bild 4.4.3.). Die relative Härtesteigung beträgt $d\text{HV}/\text{HV}(\text{RT})dT = 8,2 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $d\rho/\rho(\text{RT})dT = 3,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

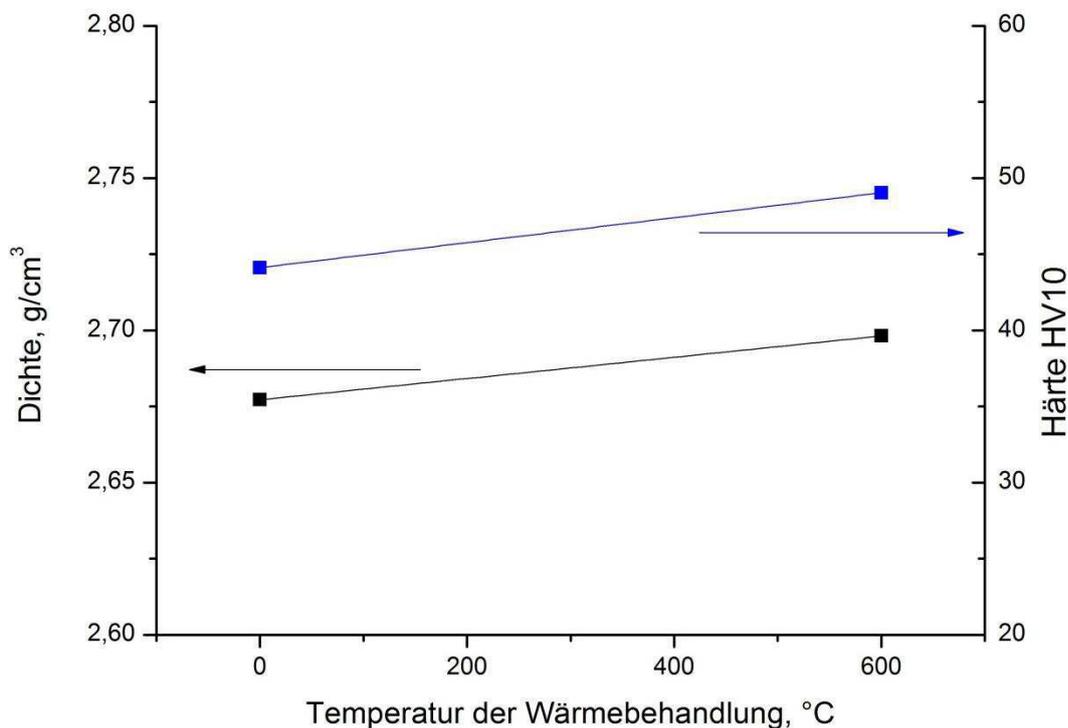
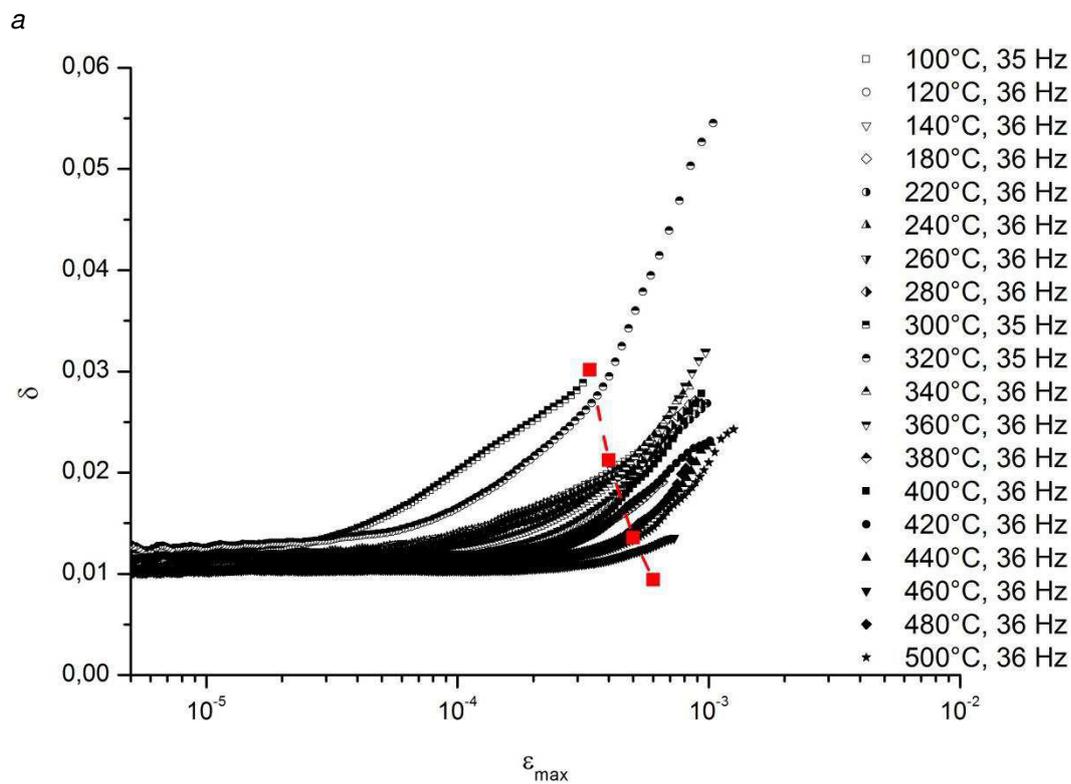
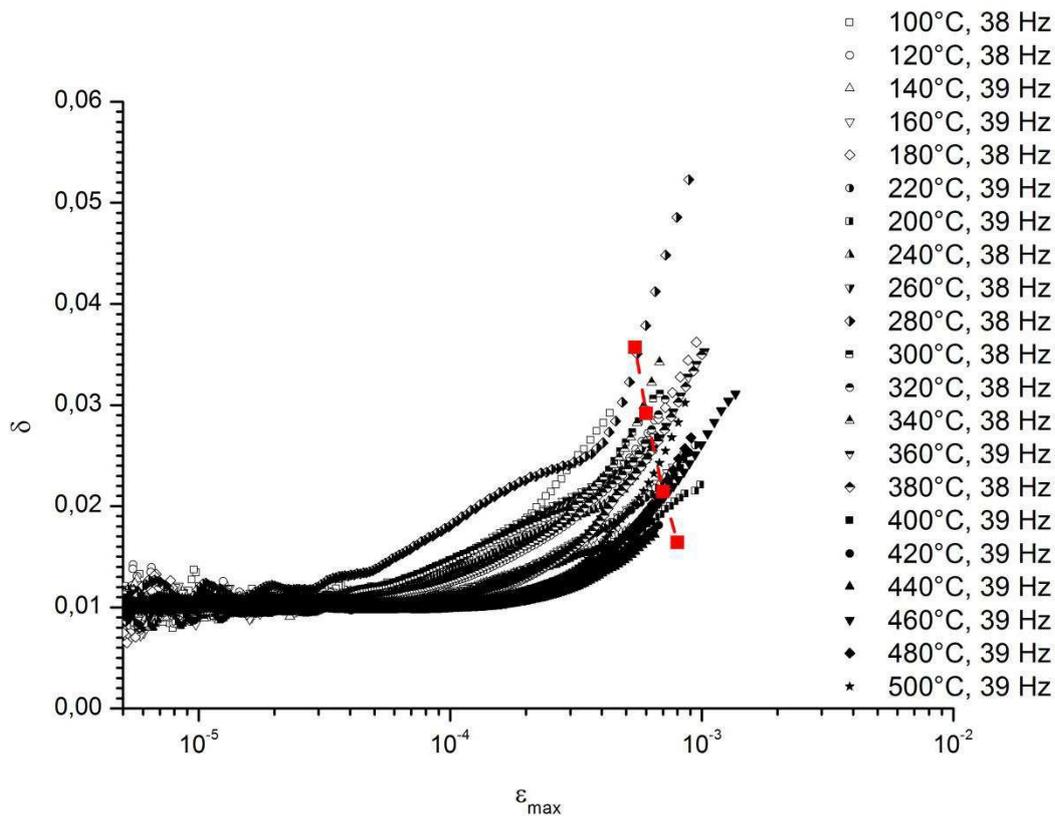


Bild 4.4.3 Härte und Dichte des aus dem bei 350°C Al-Pulver stranggepressten Materials (Al-5% BN, Probe 10, Tab. 2.1.2) nach Wärmebehandlungen von 24h bei 600°C . Die relative Härtesteigung beträgt $d\text{HV}/\text{HV}(\text{RT})dT = 8,2 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $d\rho/\rho(\text{RT})dT = 3,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

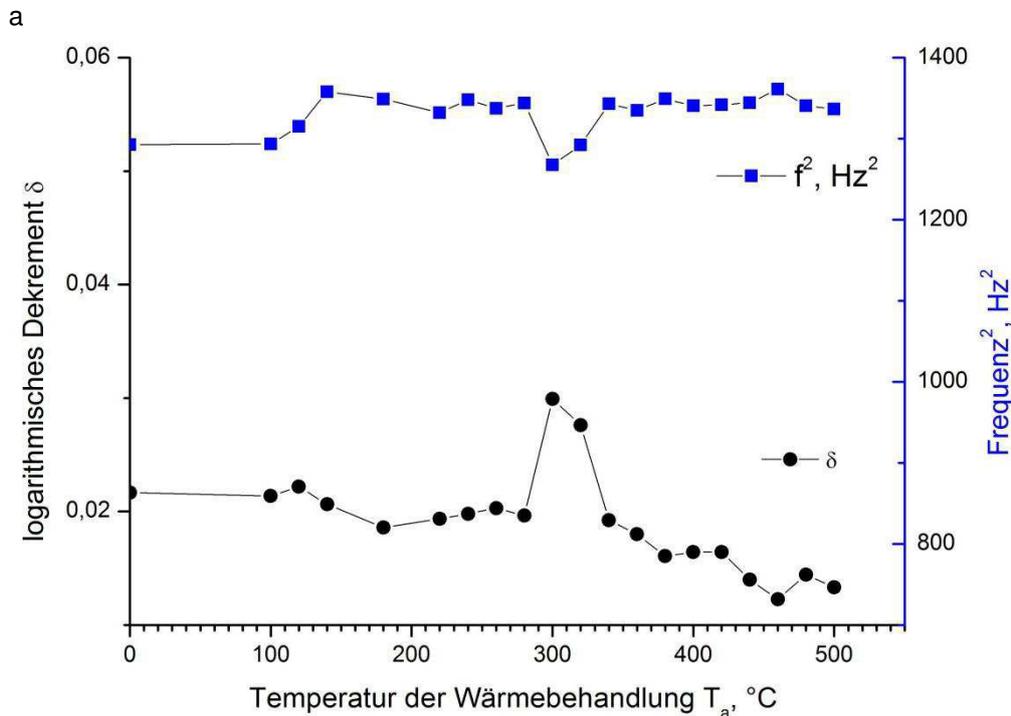
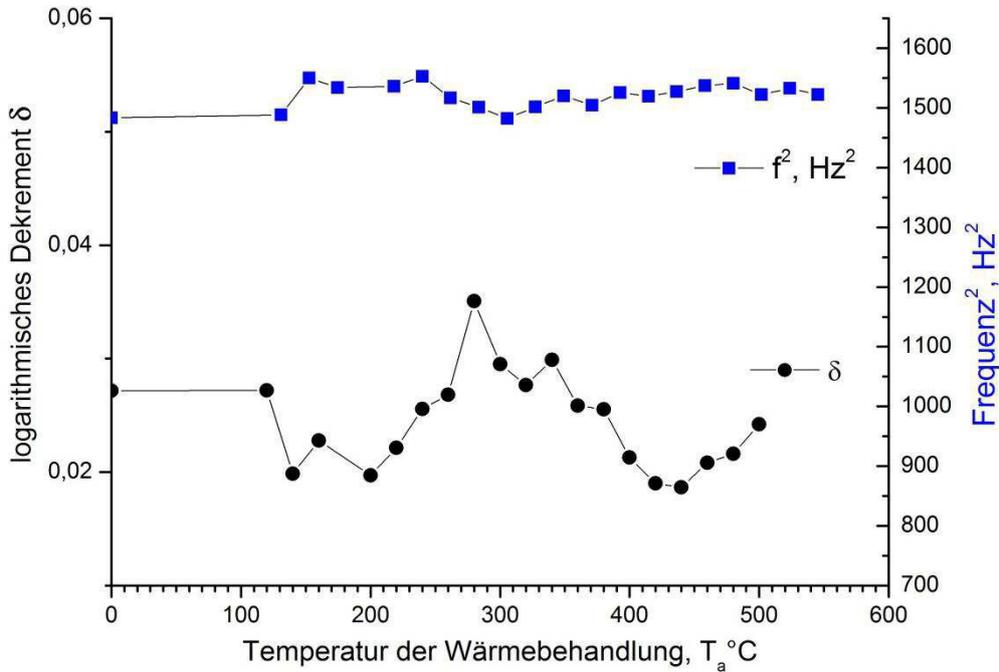
Eine mikrostrukturelle Defektanalyse der pulvermetallurgisch hergestellten Proben Al - 5% BN wurde wie bei allen anderen Proben mithilfe der Methode der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessung durchgeführt (Kap. 3.5).



b

Bild 4.4.4.: Log. Dekrement der Probe Al-3% BN (5) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für sukzessive isochrone (1h) Wärmebehandlungen bei Temperaturen von 100°C bis 600°C und unterschiedlichen Abkühlraten a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen und b) große Abkühlrate während der Wasserabschreckung. Gestrichene Linie zeigt konstante Energiedichte für a) 105 J/m³, b) 244 J/m³.

Das untersuchte bei 350°C stranggepresste Material mit BN-Verstärkungsteilchen hat bei der niedrigen maximalen Dehnungsamplitude von 4×10^{-6} eine konstante Dämpfung um $\delta_0 = 0,01$, die mit steigender Temperatur mitsteigt und ihr Maximum bei 280° für die langsam abgekühlte Probe (entspricht Ofenkühlung) und bei 300° für die schnell abgekühlte Probe (Wasserabschreckung) erreicht..



b
Bild 4.4.5. Dämpfung bei konstanter Energiedissipation und Quadrat der Resonanzfrequenz (proportional zum Elastizitätsmodul) gegen die Temperatur der sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen aufgetragen, für a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen, b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung.

In der Nähe des jeweiligen Temperaturmaximums ändern die Dämpfungskurven ihren Verlauf und zeigen einen raschen Dämpfungsanstieg schon bei $\epsilon_{\max} \approx 3 \times 10^{-5}$, was nicht mehr Versetzungsdämpfung entspricht.

Das Verhalten bei sukzessiv isochroner Wärmebehandlung ist im Bild 4.4.5. zusammengefasst, indem als Maß für die Dämpfung das logarithmische Dekrement bei konstanter Energiedichte (s. Bild 4.4.4.) und das Quadrat der Resonanzfrequenz, das proportional zum Elastizitätsmodul ist, gegen die Temperatur der Wärmebehandlung für beide Abkühlgeschwindigkeiten aufgetragen ist. Für die luftgekühlte Probe erreicht das Dämpfungsmaximum $\delta_{\max} = 0,35$. Die wasserabgeschreckte Probe erreicht ihr Dämpfungsmaximum $\delta_{\max} = 0,30$. Danach sinkt die Dämpfung wieder ab

Die Pulvermischung aus 25g Al₂₅μ und 25g Al₄₅μ wurde zusammen mit 0,3 g BN in dem 500 ml-Behälter mit den leichten keramischen Mahlkugeln im Verhältnis Pulver zu Ball in vol.% 1 zu 4, 6-Stunden lang kugelmahlen (genaue Beschreibung s. Kapitel 2.1., Tabelle 2.1.1., Probe Nr. 5 – weiter Al-3%BN(5)). Das danach entstandene Sekundärpulver wurde in die Al - Hülse gepresst und anschließend bei 350°C stranggepresst (Kap. 2.2. und 2.3.). Im Bild 4.4.4. ist die Stange nach dem Strangpressen zu sehen. Der Enddurchmesser beträgt dabei 20 mm. Auf dem Bild 4.4.6 ist auch die Strangpressrichtung gezeigt, die die hilfreiche Information für die spätere Probenuntersuchungen liefert.

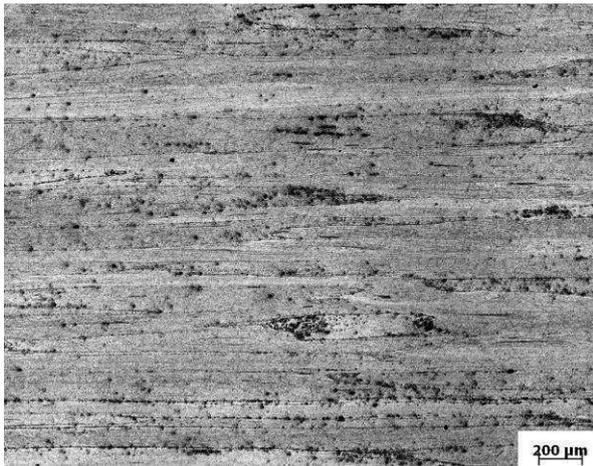
Strangpressrichtung



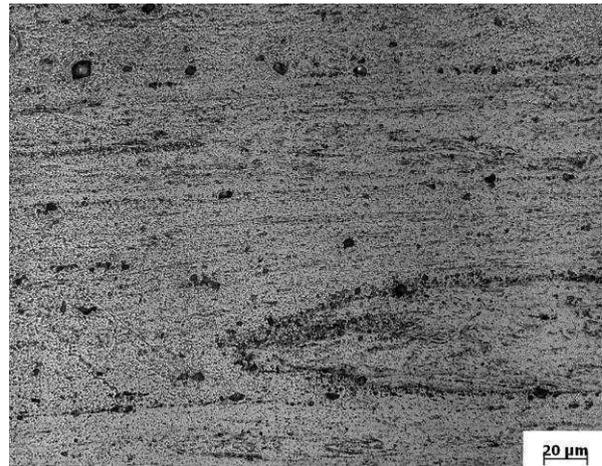
Bild 4.4.6. Stange aus Al-3%BN(5) nach dem Strangpressen bei 350°C

Auf dem Bild 4.4.7. sind lichtmikroskopische Aufnahmen des Längs- und Querschliffs des Materials Al-3% BN (5) im stranggepressten Zustand zu sehen. Bild 4.4.7 zeigt eine gleichmäßige Struktur des Materials. Auf dem Bild lässt sich die Richtung des Strangpressens erkennen. Die gemessene Dichte des Materials nach dem Strangpressen weist 2,69g/cm³ auf. Die Härte des Materials quer der Strangpressrichtung liegt bei 67HV10, entlang der Strangpressrichtung bei 62HV10.

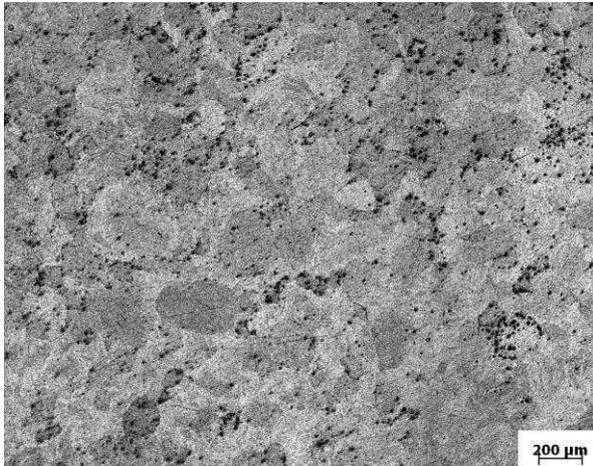
Die Härte- und Dichteänderung wurden nach der isochronen Wärmebehandlung unter Luftatmosphäre untersucht. Die Probe wurde jeweils 0,5 Stunde bei der steigenden Temperatur wärmebehandelt und abgeschreckt. Anschließend wurde die jeweilige Dichte und Härte gemessen. Es wurde beobachtet, dass sowohl Härte als auch Dichte während der Wärmebehandlung ansteigen (Bild 4.4.8.). Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 1 \times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT) = 9,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.



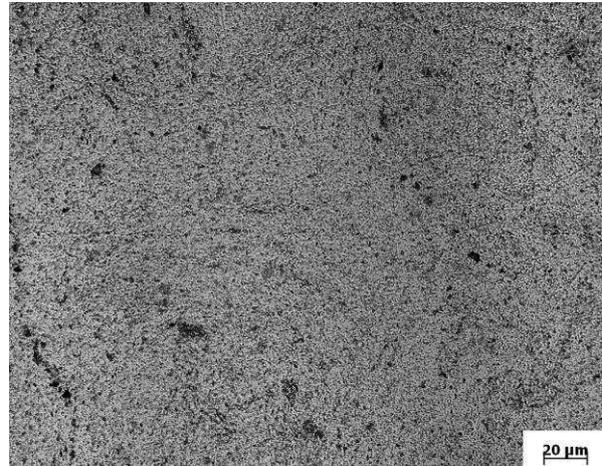
a



b



c



d

Bild 4.4.7. Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials Al-3% BN (5) (Forschungszentrum Strangpressen, Berlin) im stranggepressten Zustand a) Längsschliff geringere Auflösung, b) Längsschliff höhere Auflösung, c) Querschliff geringere Auflösung, d) Querschliff höhere Auflösung.

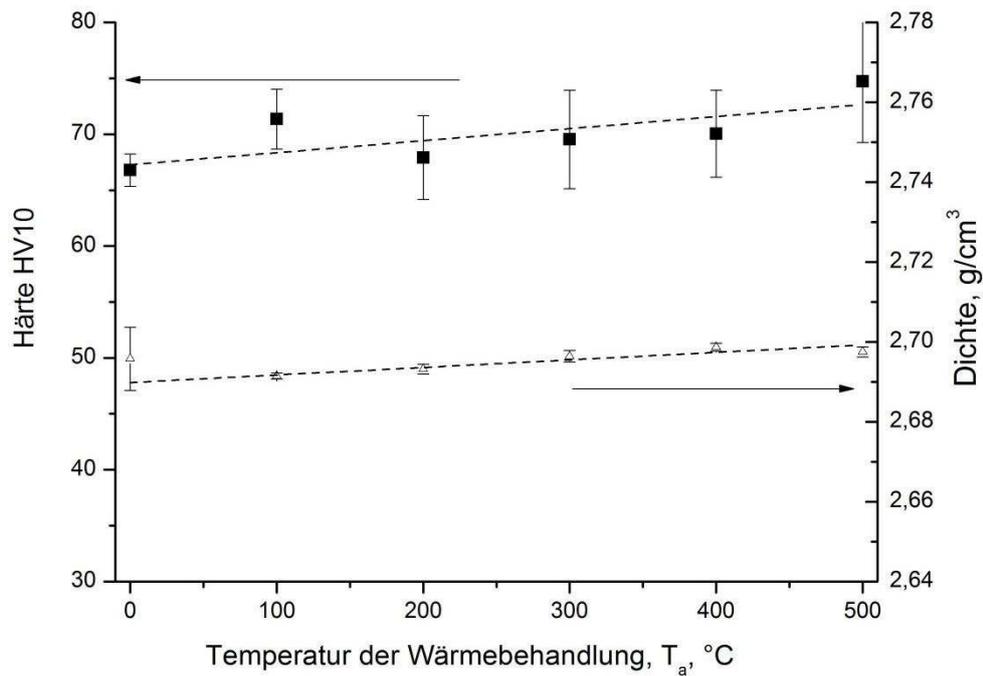


Bild 4.4.8 Härte und Dichte des Materials Al-3% BN (5), nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 500°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 1 \times 10^{-2} K^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(p(RT)dT) = 9,6 \times 10^{-6} K^{-1}$.

5. Ergebnisse

Die zusammengefassten Ergebnisse der Ermittlung den mechanischen Eigenschaften bei Raum- und Hochtemperatur sowie die Ergebnisse aus der mikrostrukturellen Defektanalyse (Dämpfungsergebnisse) werden in den folgenden Kapitel dargestellt und verglichen.

5.1. Zusammenfassung der Ergebnisse der Zugversuche bei Raumtemperatur

Die mechanischen Eigenschaften wie Streckgrenze, Zugfestigkeit, Gleichmaßdehnung und Gesamtdehnung der Probe wurden durch Zugversuche bei Raumtemperatur untersucht (s. Kap. 3.4). In Tabelle 5.1.1 sind die ermittelten mechanischen Eigenschaften der untersuchten Proben (s. Tab. 2.1.2, Kap. 2.1) zusammengefasst: kugelmehlenes Aluminiumpulver, stranggepresst bei 450°C (Probe 15), kugelmehlenes Aluminiumpulver mit 6vol%.SiC, stranggepresst bei 450°C (Probe 11); kugelmehlenes Aluminiumpulver, stranggepresst bei 350°C (Probe 3), kugelmehlenes Aluminiumpulver mit 5vol%.BN, stranggepresst bei 350°C (Probe 10).

Tab. 5.1.1. Mechanische Eigenschaften von untersuchten Proben

Mechanische Eigenschaft	Strangpresstemperatur			
	450°C		350°C	
	Al(15)	Al-6%SiC(11)	Al(3)	Al-5%BN(10)
Streckgrenze in MPa	129	145	133	167
Zugfestigkeit in MPa	157	190	164	203
Gleichmaßdehnung in %	14	7.8	16	13,5
Gesamtdehnung in %	22	13	24	20

Aus Tabelle 5.1.1. folgt, dass die Streckgrenze des bei 450°C und bei 350°C stranggepressten Aluminiumpulvers keine wesentlichen Unterschiede aufweist. Die Zugfestigkeit sowie Duktilität sind auch vergleichbar. Dies liegt wahrscheinlich an der Technologie des Strangpressens. Im Bild 4.2.1. (Kap. 4.2) wurden Unterschiede in der Pressbarkeit des Materials dargestellt. Hellere und dunklere Bereiche beinhalteten Zonen, die unterschiedliche Verdichtung in dem Material zeigen. Daraus kann man ferner schließen, dass bei 450°C stranggepresstes Material nicht gleichmäßig kompaktiert wurde, was nicht zu der erwünschten Festigkeitssteigerung geführt hat. Möglicherweise ist ein Grund dafür, dass der während des Kugelmahlens erzielte Verfestigungseffekt bei der Temperatur 450°C aufgrund der stattgefundenen Rekristallisation sowie der Erholung des Materials verschwindet. Andererseits zeigen die im Kap. 4.1.vorgelegten Ergebnisse, dass die Temperatur des Strangpressens 350°C schon ausreicht, um gleichmäßige und homogene Gefüge in dem kompaktierten Material zu erzeugen. Das kann man aus dem Bild 4.1.2. und aus Porositätsmessungen an der Probe aus dem bei 350°C stranggepressten Aluminiumpulver. Die restliche Porosität beträgt 0,76%.

Eine Festigkeitssteigerung von 157 MPa auf 190 MPa durch Zugabe von 6 vol.% SiC ist in Tab. 5.1.1. in dem bei 450°C stranggepressten Material zu sehen. Gleichzeitig sinkt die Duktilität des Materials auf die Hälfte.

Eine Festigkeitssteigerung von 164 MPa auf 203 MPa nach dem Strangpressen bei 350°C wird durch Zugabe von 5 vol.% BN erreicht. Das ergibt den gleichen Grad der Festigkeitssteigerung wie in dem bei 450° stranggepressten Material. Was dabei aber den größten Unterschied ausmacht, ist das Beibehalten der Duktilität.

Die aus dem Zugversuch bei Raumtemperatur ermittelten Spannung-Dehnung-Kurven sind auf dem Bild 5.1.1 zusammengestellt.

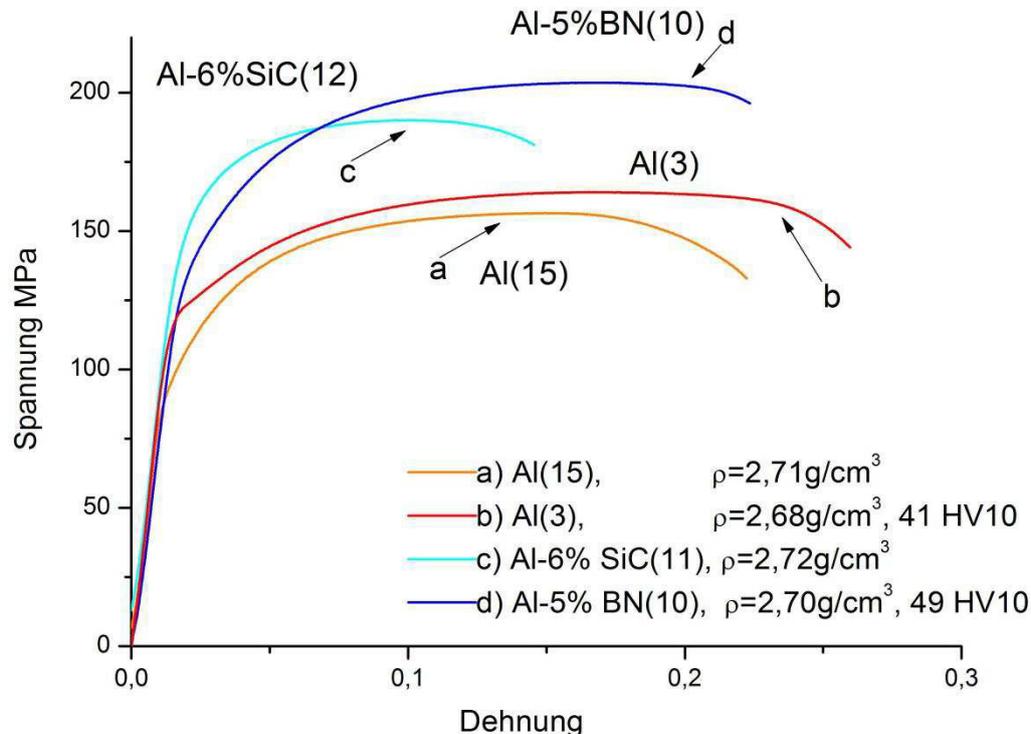
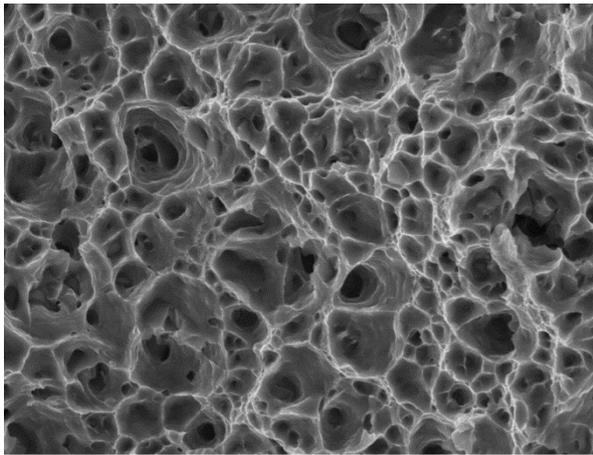
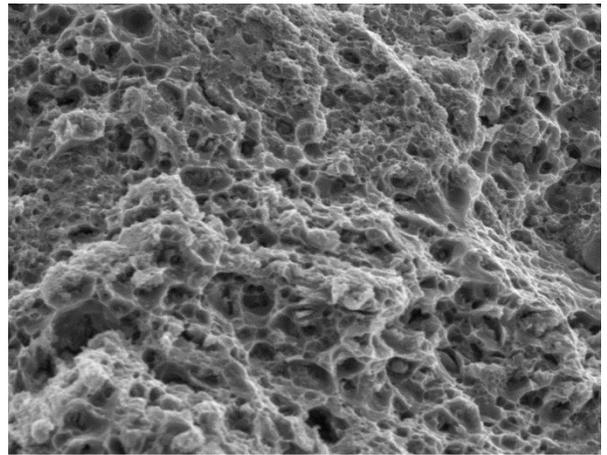


Bild 5.1.1. Zugfestigkeit der untersuchten Materialien bei Raumtemperatur. a) kugelmehlenes und bei 450°C stranggepresstes Aluminiumpulver - Al(15), b) bei 350° stranggepresstes Aluminiumpulver Al(3), c) kugelmehlenes und bei 450°C stranggepresstes Aluminiumpulver mit 6 vol.% SiC Teilchen Al-6%SiC(11), d) kugelmehlenes und bei 350°C stranggepresstes Aluminiumpulver mit 5 vol.% BN Teilchen Al-5%BN(10).

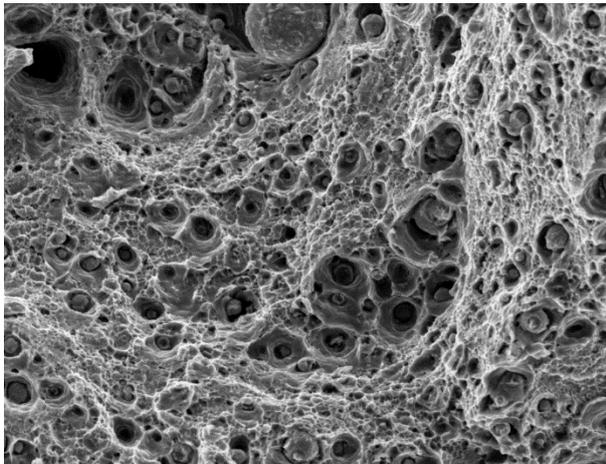
Die Bruchflächen der im Zugversuch bei der Raumtemperatur untersuchten Proben (siehe Bild 5.1.1) sind im Bild 5.1.2 zu finden. Bild 5.1.2. a) zeigt die Bruchfläche des bei 450°C stranggepressten gemahlene Al-Pulvers ohne Verstärkungsteilchen. Es ist ein gleichmäßiger Wabenbruch mit gleichachsigen Waben zu sehen. Bild 5.1.2. b) zeigt eine Bruchfläche eines bei 450°C stranggepressten Materials aus dem gemahlene Al-Pulver mit 6 vol.% SiC Verstärkungsteilchen. Es ist ein Mischbruch aus Waben und Spaltbruch zu sehen, was der sinkenden Duktilität des Materials entspricht. Bild 5.1.2. c) zeigt die Bruchfläche eines bei 350°C stranggepressten Al-Pulvers ohne Verstärkungsteilchen. Das Bild zeigt einen duktilen Bruch, das aus der Zugkurve zu erkennen ist (5.1.1.b). Die Bruchfläche eines bei 350°C stranggepressten Al -Pulver mit 5 vol.% BN-Teilchen ist im Bild 5.1.2.d präsentiert.



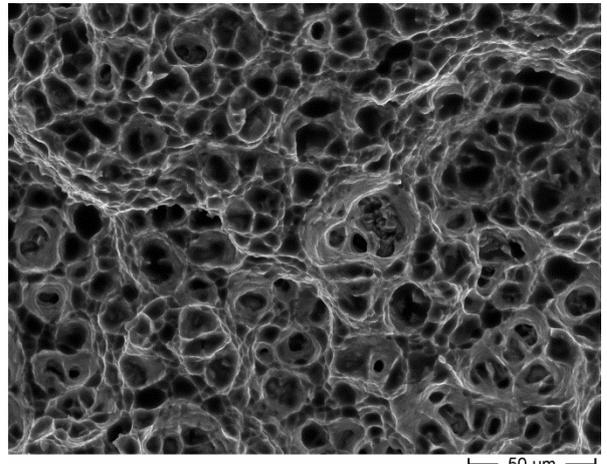
a



b



c



d

Bild 5.1.2. REM-Aufnahmen von Bruchflächen der untersuchten Zugproben aus dem stranggepressten Material nach dem Zugversuch bei Raumtemperatur a) stranggepresstes Material aus dem kugelmahlenden und bei 450°C stranggepressten Aluminiumpulver - Al(15), b) stranggepresstes Material aus dem kugelmahlenden und bei 450°C stranggepressten Aluminiumpulver mit 6 vol.% SiC Teilchen Al-6%SiC(11), c) stranggepresstes Material aus dem bei 350°C stranggepressten Aluminiumpulver Al(3), d) stranggepresstes Material aus dem kugelmahlenden und bei 350°C stranggepressten Aluminiumpulver mit 5 vol.% BN Teilchen Al-5%BN(10).

In Tabelle 5.1.2 sind die ermittelten mechanischen Eigenschaften von folgenden untersuchten Proben (s. Tab. 2.1.2, Kap. 2.1) zusammengefasst: kugelmahlendes Aluminiumpulver mit 3vol%.BN (Probe 5) und kugelmahlendes Aluminiumpulver mit 3vol%.BN und 10vol.%SiC (Probe 23), beide stranggepresst bei 350°C. Beide Materialien wurden nach dem Strangpressen und weiter nach 2 Stunden Wärmebehandlung bei 450°C untersucht.

Tab. 5.1.2. Mechanische Eigenschaften von mit BN und SiC verstärkten Proben.

Mechanische Eigenschaft	Temperatur der Strangpressen			
	Angangszustand		Wärmebehandlung 2 h bei 450°C	
	Al -3%BN(5)	Al-3%BN-10%SiC(23)	Al -3%BN(5)	Al-3%BN-10%SiC(23)
Streckgrenze in MPa	246	114	247	248
Zugfestigkeit in MPa	266	134	277	284
Gleichmaßdehnung in %	8,8	7	8	-
Gesamtdehnung in %	9,4	10	10	8,9

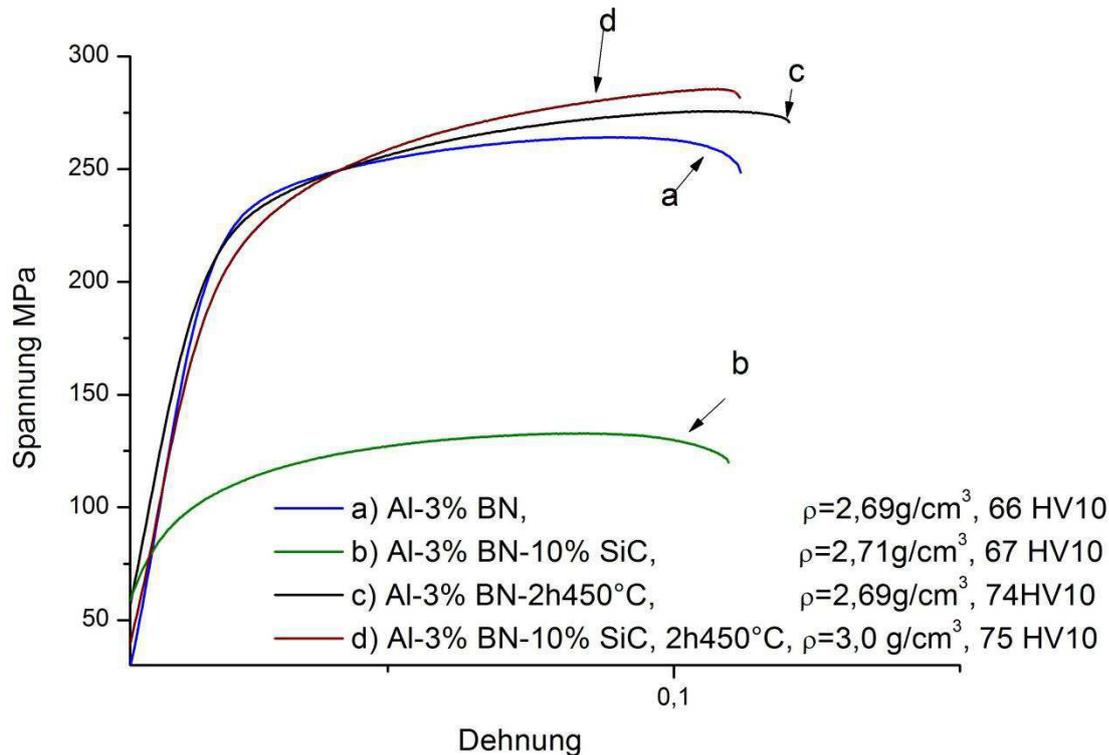


Bild 5.1.3. Spannung-Dehnung-Diagramm der mit BN und SiC verstärkten Materialien ermittelt aus Zugversuchen nach dem Strangpressen a) Al-3%BN, Probe 5, b) Al-3%BN-10%SiC – Probe 23; nach zusätzlichen 2 Stunden Wärmebehandlung bei 450°C c) Al-3%BN, Probe 5, d) Al-3%BN-10%SiC.

Aus Tabelle 5.1.2 und Bild 5.1.3 folgt, dass die Streckgrenze bei dem bei 350°C stranggepressten Material in dem Zustand nach dem Strangpressen einen großen Unterschied zu dem Material nach zusätzlichen 2 Stunden Wärmebehandlung aufweist. Das Material aus einer Mischung aus Al-3%BN(Probe 5, Tab. 2.1.2) zeigt von Anfang an eine Zugfestigkeit von 266 MPa gegenüber 134 MPa für Al-3%BN-10%SiC (Probe 23, Tab. 2.1.2). Die Duktilität von beiden Proben ist aber vergleichbar. Nach der Wärmebehandlung ändert sich das Verhältnis und Al-3%BN(5) zeigt fast die gleiche Zugfestigkeit von 277 MPa, die Zugfestigkeit bei Al-3%BN-10%SiC steigt auf 284 MPa. Die Duktilität bleibt bei den beiden Proben weiterhin auf einem vergleichbaren Niveau. Offensichtlich sintert das Material während der späteren Wärmebehandlung zusätzlich, wofür auch die Ergebnisse aus der Härte und Dichtemessungen für Al-3%BN(5) sprechen (Bild 4.4.5, Kap. 4.4).

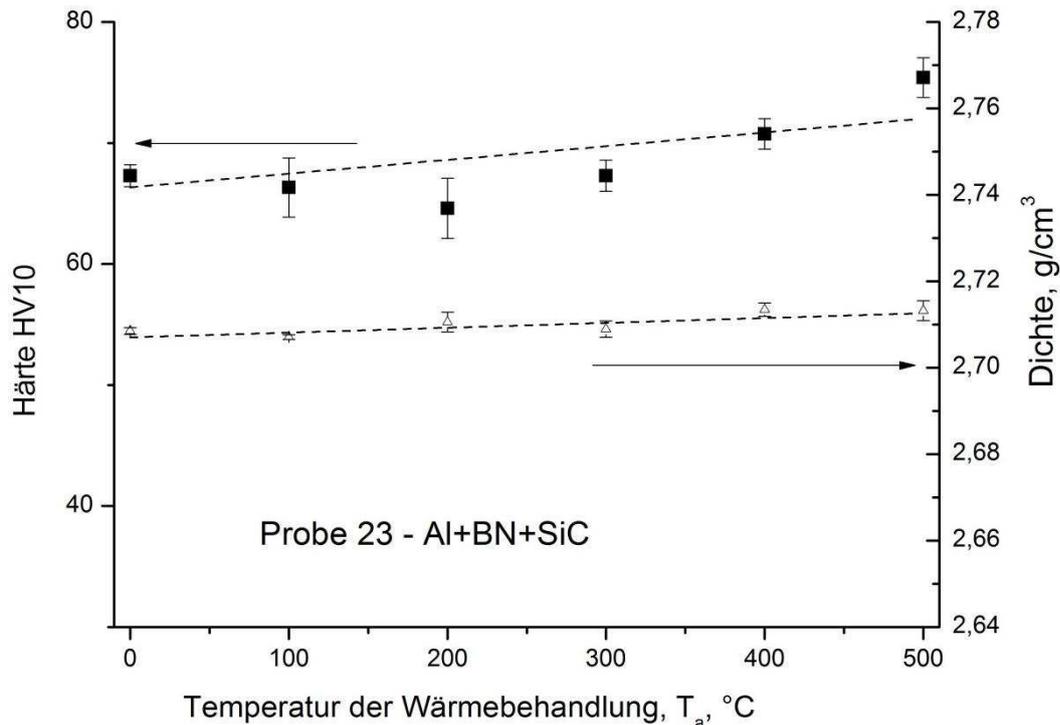
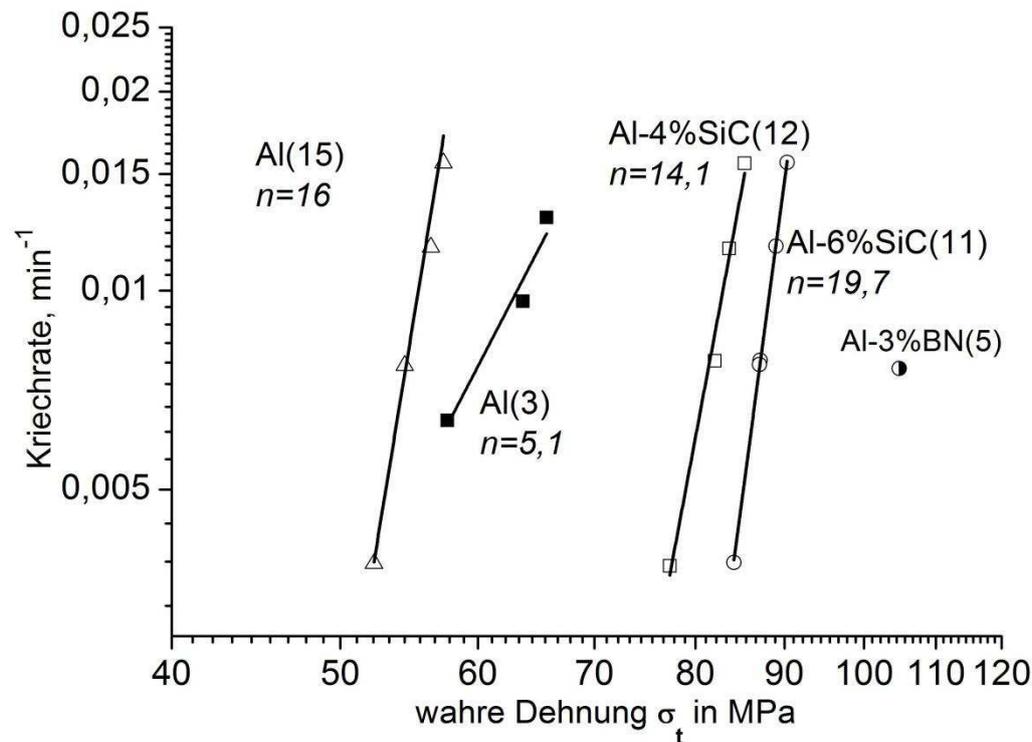


Bild 5.1.4 Härte und Dichte des aus dem gemahlenem Al-3%BN-10%SiC(23) Material nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 500°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT)=1,6 \times 10^{-2} K^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT)=1,2 \times 10^{-5} K^{-1}$.

Die Ergebnisse aus Härte- und Dichtemessungen des aus dem gemahlenem Al-3%BN-10%SiC(23) Materials nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 500°C sind im Bild 5.1.4 präsentiert. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT)=1,6 \times 10^{-2} K^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT)=1,2 \times 10^{-5} K^{-1}$. Zu beachten ist die Härtesteigung nach 200°C. Als Grund dafür kann man annehmen, dass die Strangpresstemperatur von 350°C allein für ausreichende Benetzbarkeit zwischen Aluminium-Matrix-Pulver und zugegebenen SiC-Teilchen sorgt. Die SiC-Teilchen sind nicht fest mit der Al-Matrix verbunden. Die zusätzliche Wärmebehandlung sorgt dafür, dass der Sinterprozess oberhalb 200°C stattfindet, infolge dessen sich SiC-Teilchen mit der Al-Matrix besser benetzen.

5.2. Zusammenfassung der Ergebnisse der Hochtemperaturverformungsversuche

Im Bild 5.2.1. sind Ergebnisse der Hochtemperaturverformungsversuche gezeigt. Alle Versuche wurden bei 300°C durchgeführt (siehe dazu Kap. 3.4.).



5.2.1 Hochtemperaturverformung: Kriechrate gegen mechanische Zugspannung bei 300°C doppelt logarithmisch aufgetragen bei Proben mit unterschiedlichem Gehalt an SiC-Dispersoiden.

Man erkennt, dass die Hochtemperaturfestigkeit bei allen Kriechraten, ähnlich wie bei den Raumtemperaturversuchen (Kapitel 5.1., Bild 5.1.1.), mit der Zugabe von SiC-Partikeln deutlich ansteigt. Interessant ist es, dass die Hochtemperaturfestigkeit der bei 350° stranggepressten Probe aus Al-Pulver über die Hochtemperaturfestigkeit der bei 450° stranggepressten Probe aus gemahlenem Al-Pulver liegt. Beim Raumtemperaturzugversuch gab es keinen Unterschied in der Festigkeit der beiden Proben.

Eine mögliche Erklärung kann darin liegen, dass die Temperatur, bei der die Hochtemperaturzugversuche durchgeführt wurden (300°C, was $0,6T_s$ entspricht) über der Rekristallisationstemperatur des Aluminiums liegt. Während des hochenergetischen Kugelmahlens eingebrachten Verfestigungen, Punktdefekte und Versetzungen sind nicht mehr wirksam. Daraus kann man schließen, dass allein die Verfestigung durch hochenergetisches Kugelmahlen ohne Verstärkungskomponenten für Hochtemperaturanwendungen nicht ausreicht. Dafür sprechen auch die REM-Aufnahme der Bruchfläche, gezeigt im Bild 5.2.2.

Die im Bild 5.2.1. dargestellte Spannungsempfindlichkeitsexponenten von $\ln(d\epsilon/dT)/\ln(\sigma) = n = 14,1 - 19,7$ zeigen an, dass man den Messungen keinen typischen Kriechmechanismus

in Form eines einfachen Modells mehr zuordnen kann. Dieses Verhalten ist nach Ashby eine Vorstufe zum „power law breakdown“, in dem hauptsächlich stark korrelierte Versetzungsbewegungen auftreten und in dem die dynamische Erholung nicht mehr ausschließlich durch Klettorgänge abläuft. Dieses Verhalten zeigt den dominierenden Einfluss der nanoskaligen Dispergate auf das Kriechverhalten [5.2.1.]

Die Bruchflächen von den bei 300°C untersuchten Proben sind auf dem Bild 5.2.2 zu sehen.

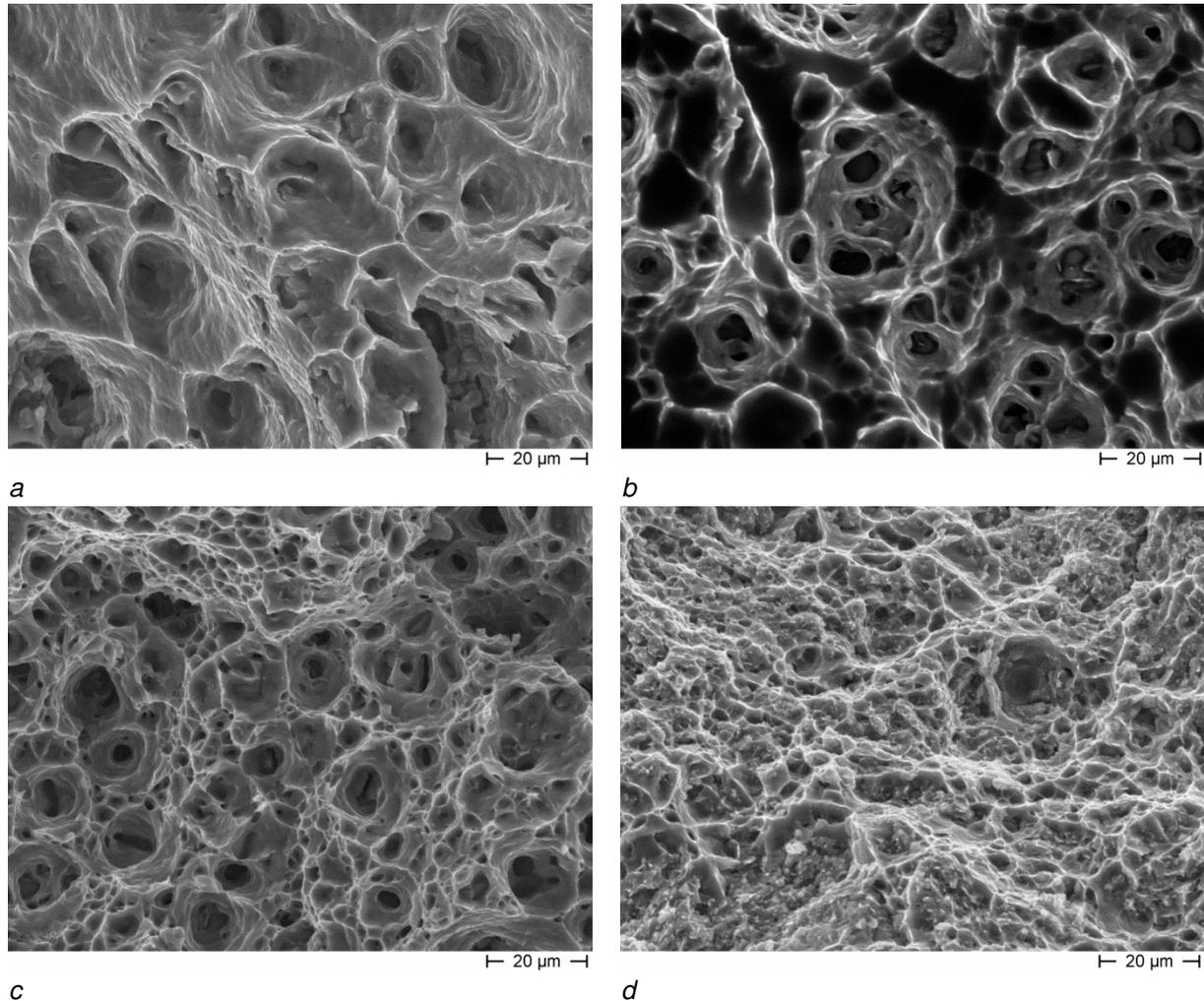
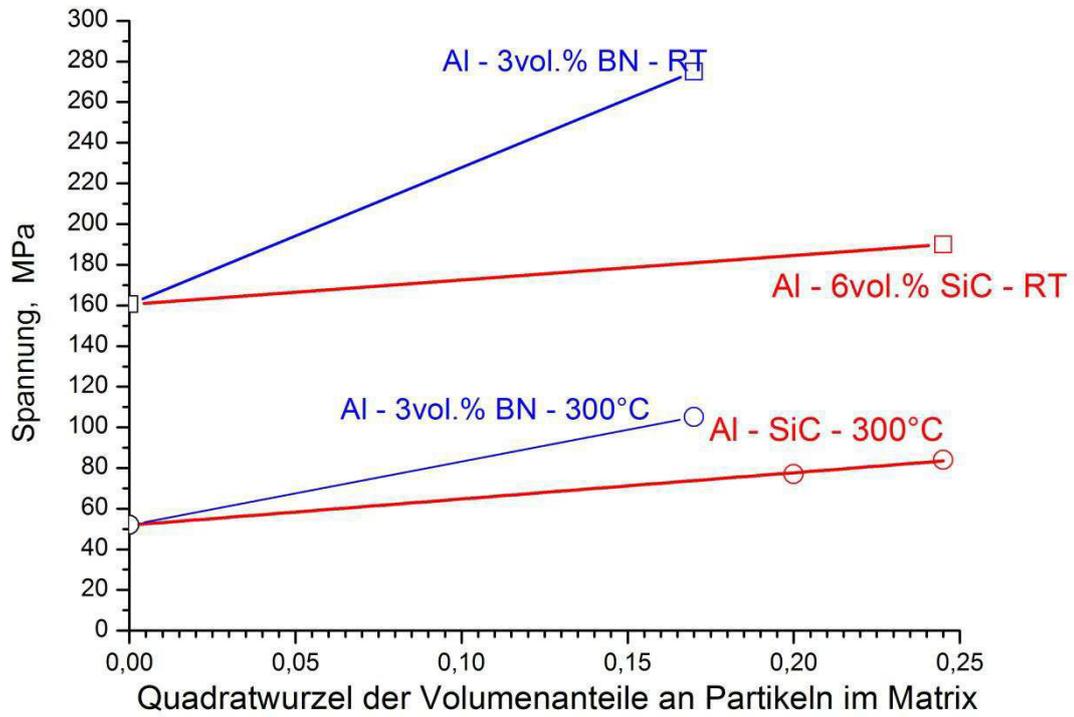


Bild 5.2.2 REM-Aufnahmen von Bruchflächen der untersuchten Proben nach dem Hochtemperaturverformungsversuch bei 300°C. a) Al(15), b) Al(3), c) Al-4%SiC(12), d) Al-6%SiC(11).

Man sieht ähnliche Bruchbilder, wie im Kap. 5.1. beschrieben. Daraus ist die sinkende Duktilität der bei 450°C stranggepressten Probe aus gemahlene Aluminium-Pulver (5.2.2. a) im Vergleich zu der bei 350°C stranggepressten Probe aus nicht gemahlene Al-Pulver (5.2.2. b) zu erkennen. Mit sinkender Duktilität kann man auch den Unterschied in den Bruchflächen der Probe mit 4 vol.% und 6 vol. % SiC-Teilchen beschreiben (Bild 5.2.2 c und d).

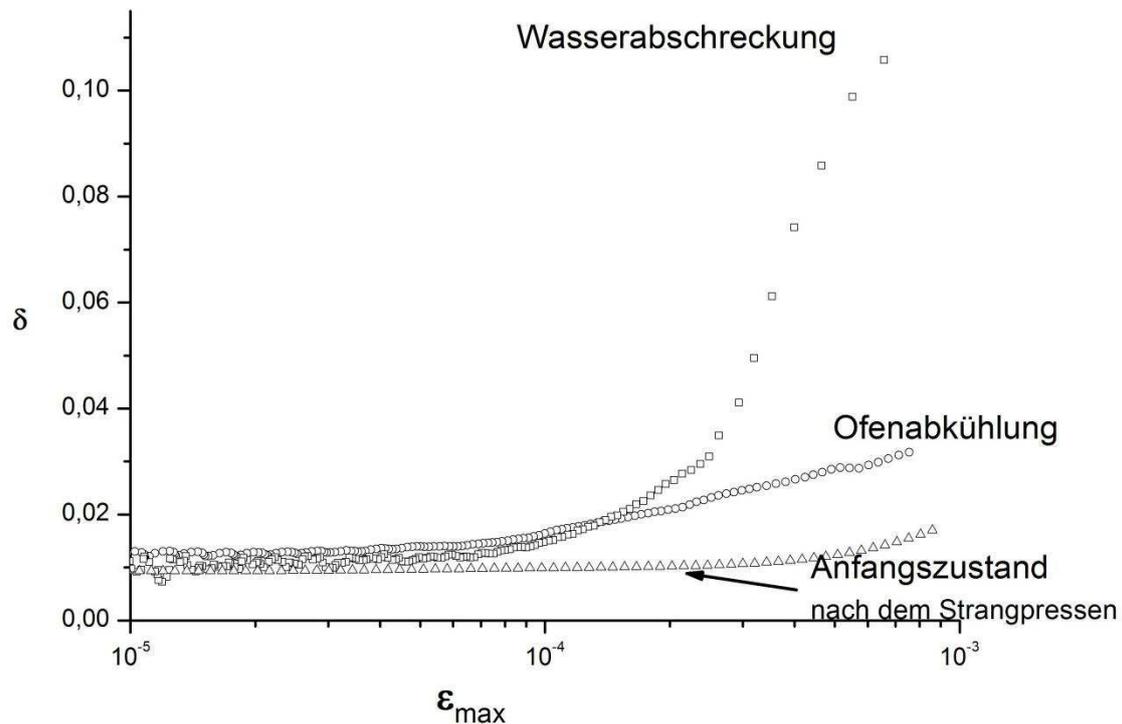
Auf dem Bild 5.2.3 ist die Spannung gegen Quadratwurzel der Volumenanteil der Dispersoide in der Al-Matrix aufgetragen. Man erkennt die gleiche Steigung in der Festigkeit im dispersionsverstärkten mit SiC-Teilchen Material sowohl bei der Raumtemperatur als auch bei 300°C. Dieser Effekt wird durch Orowan-Mechanismus erklärt [5.2.2.].



5.2.3. Spannung gegen Quadratwurzel der Volumenbruchteil in % der Dispersoide in Al-Matrix.

5.3. Zusammenfassung der Ergebnisse aus der mikrostrukturellen Defektanalyse (Dämpfungsergebnisse)

Für ein besseres Verständnis der Ergebnisse der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessungen aus Kap. 4.1., 4.2., 4.4 wurden folgende zusätzliche Experimente durchgeführt. Zwei gleiche Proben aus dem gemahlene Al-Pulver (Probe Al(3)), stranggepresst bei 450°C, wurden 24 Stunden bei 600°C in Ofen wärmebehandelt. Eine Probe wurde danach wasserabgeschreckt, die zweite Probe wurde im ausgeschalteten Ofen abgekühlt. Danach wurde bei beiden Proben die dehnungsamplitudenabhängige Dämpfung gemessen.

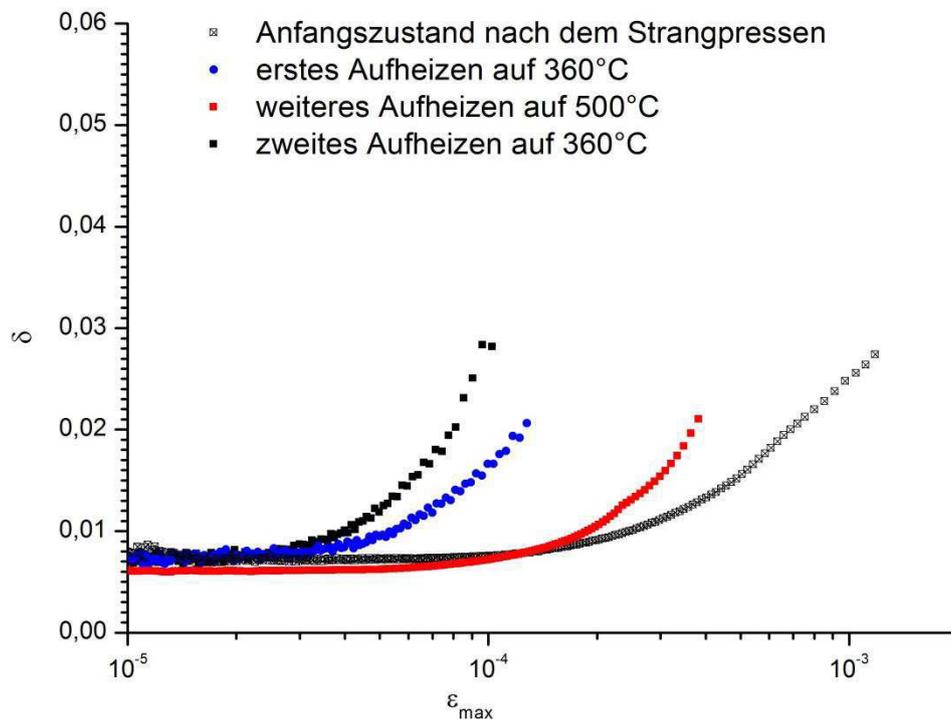


5.3.1. Log. Dekrement aufgetragen gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab für die stranggepresste Probe aus Al(15) im Anfangszustand (nach dem Strangpressen), für die stranggepresste Probe aus dem gleichen Material nach der 24 h Wärmebehandlung bei 600°C und darauf folgende langsame Abkühlung im Ofen und die stranggepresste Probe aus dem gleichen Material nach der 24 h Wärmebehandlung bei 600°C und darauf folgende schnelle Wasserabschreckung.

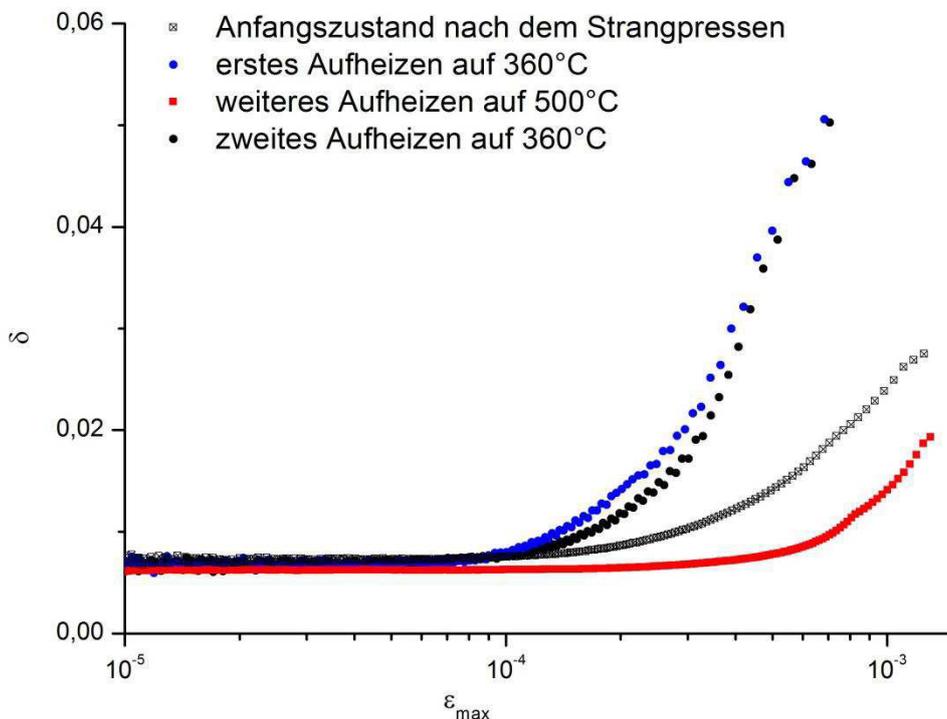
Die Ergebnisse der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessungen der o.g. Probe sind im Bild 5.3.1. zu sehen. Die nach dem Strangpressen gemessene Probe hat im Vergleich zu den anderen im Bild 5.3.1. dargestellten Proben die kleinste Dämpfung. Die zweitkleinste Dämpfung wird bei der ofengekühlten Probe beobachtet. Es ist sowohl bei der ofengekühlten als auch bei der wassergeschreckten Probe zu sehen, dass die Dämpfung schon bei der niedrigen Dehnungsamplitude von $\epsilon_{\max} = 3 \times 10^{-5}$ leicht steigt und die beide Dämpfungskurven den gleichen Verlauf bis auf $\epsilon_{\max} = 2 \times 10^{-4}$ haben. Ab ca. 2×10^{-4} steigt die Dämpfung bei der wasserabgeschreckten Probe mit der steigenden Dehnungsamplitude rasch.

Danach wurden die Proben Al(3) und Al-5%BN(10) zusätzlich untersucht. Nach der ersten Untersuchungsreihe (s. Kap. 4.1. und 4.4.) wurde die jeweilige Probe auf die Temperatur des bei dieser Probe aufgetretenen Dämpfungsmaximums (siehe Bild 4.1.3 und 4.4.3) noch

einmal aufgeheizt und nach einstündiger Wärmebehandlung jeweils wie bei der ersten Versuchsreihe entsprechend abgekühlt. Die Ergebnisse der Dämpfungsmessung der Probe Al(3) sind im Bild 5.3.2. a und b, der Probe Al-5%BN(10) im Bild 5.3.3. a und b präsentiert.

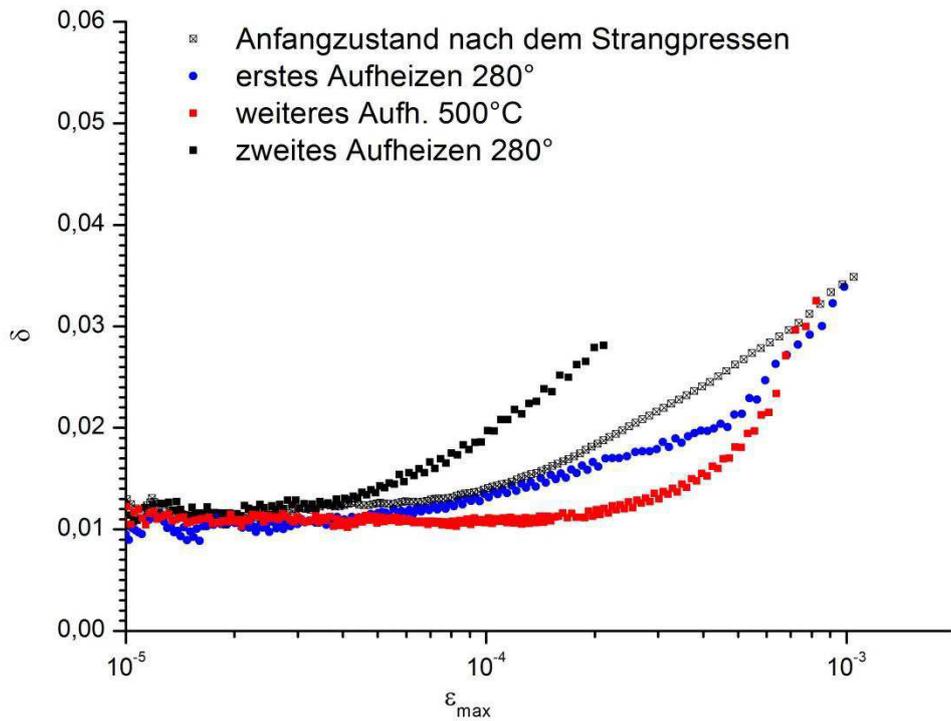


a

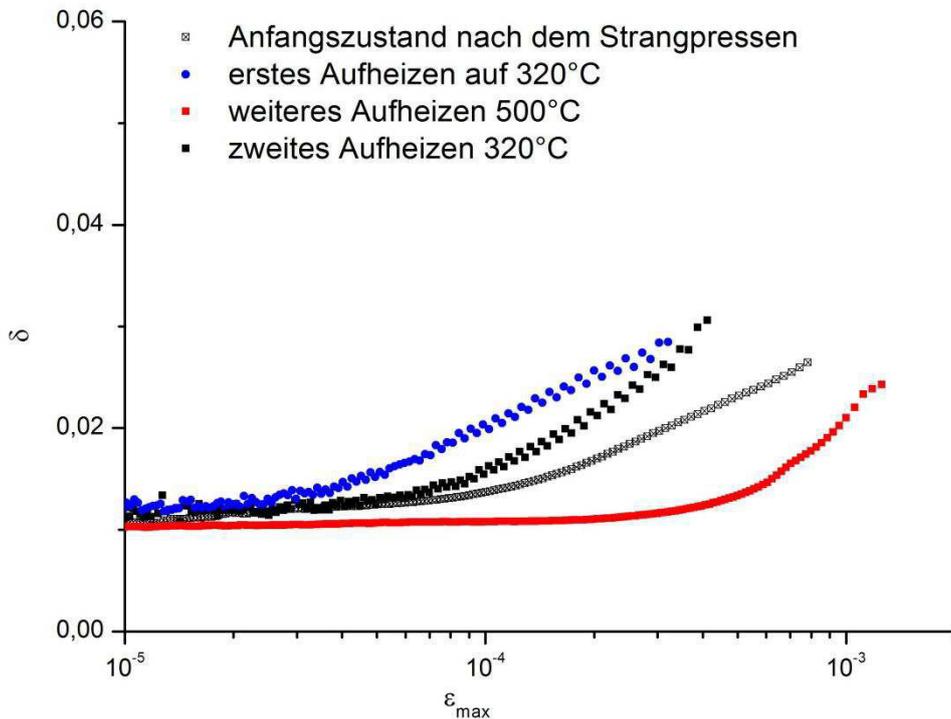


b

5.3.2. Log. Dekrement einer Probe aus Al(3) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für die Probe nach dem Strangpressen, nach dem ersten Aufheizen auf 360°C und 1h Wärmebehandlung, weiteren Aufheizen auf 500°C und 1h Wärmebehandlung und anschließend wiederholtem Aufheizen auf 360° und 1h Wärmebehandlung für a) kleine Abkühlrate während der Abkühlung im Ofen, b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung.



a



b

5.3.3 Log. Dekrement einer Probe aus Al-5%BN(10) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für die Probe nach dem Strangpressen, nach dem ersten Aufheizen auf 280°C und 1h Wärmebehandlung, weiteren Aufheizen auf 500°C und 1h Wärmebehandlung und anschließend wiederholtem Aufheizen auf 280° und 1h Wärmebehandlung für a) kleine Abkühlrate während der Abkühlung im Ofen, und nach dem ersten Aufheizen auf 320°C und 1h Wärmebehandlung, weiteren Aufheizen auf 500°C und 1h Wärmebehandlung und anschließend wiederholtem Aufheizen auf 320° und 1h Wärmebehandlung für b) große Abkühlrate während der Wasserabschreckung.

Direkt nach dem Strangpressen hat das Material Al(3) (Bild 5.3.2.) im Vergleich zu den schmelzmetallurgisch hergestellten Materialien eine höhere Dämpfung.

Die gemessene Dämpfung in der Probe nach dem Strangpressen und in der Probe nach dem ersten Aufheizen auf 360°C und einer langsamer Abkühlung steigt bei $\epsilon_{\max} = 1 \times 10^{-4}$ mit steigender Amplitude. Nach dem weiteren Aufheizen auf 500°C liegt die Dämpfungskurve tiefer und die Steigung ist erst ab $\epsilon_{\max} = 2 \times 10^{-4}$ zu sehen. Nach der wiederholten Aufheizen auf 360°C ist die Dämpfungssteigung schon ab $\epsilon_{\max} = 3 \times 10^{-5}$ zu beobachten.

Probe Al-5%BN(10), Bild 5.3.3. zeigt einen ähnlichen Kurvenverlauf wie im Bild 5.3.2, Probe Al(3). Direkt nach dem Strangpressen hat das Material im Vergleich zu den schmelzmetallurgisch hergestellten Materialien eine höhere Dämpfung. Die gemessene Dämpfung in der Probe nach dem Strangpressen steigt bei $\epsilon_{\max} = 1 \times 10^{-4}$ mit steigenden Amplitude. Die Probe hat nach dem ersten Aufheizen auf 280°C zwischen $\epsilon_{\max} = 2 \times 10^{-4}$ und $\epsilon_{\max} = 5 \times 10^{-4}$ einen Knick. Nach dem weiteren Aufheizen auf 500°C liegt die Dämpfungskurve tiefer und der Anstieg ist erst ab $\epsilon_{\max} = 3 \times 10^{-4}$ zu sehen. Nach der wiederholten Aufheizen auf 280°C ist den Anstieg der Dämpfung schon ab $\epsilon_{\max} = 3 \times 10^{-5}$ zu beobachten.

Alle untersuchten Proben zeigen ein Dämpfungsmaximum bei unterschiedlichen Temperaturen. Die Entstehung des Maximums ist vermutlich mit der Riss- und Mikro-Rissbildung verbunden [5.2.1]. PM-Material hat im Vergleich mit dem gegossenen Material eine schlechtere Wärmeleitfähigkeit. Unterschiede in der Wärmeleitfähigkeit zwischen Verstärkungspartikeln wie SiC und BN und Aluminium-Matrix-Material (siehe Tab. 1.2. und Bild 1.2., Kap. 1.2) verschlechtern zusätzlich die Wärmeleitfähigkeit des Verbundstoffes. Durch schnelle Abkühlung entstehen in dem Material temperaturbezogene Volumenunterschiede. Die Oberfläche kühlt sich schnelle ab. Und wenn an der Oberfläche des Materials die Endtemperatur des Abkühlens schon erreicht wurde, ist die Endtemperatur im inneren des Materials noch nicht erreicht worden. Temperaturunterschiede führen zu Unterschieden in der Ausdehnung im Verbundmaterial. Die dadurch entstehenden Kräfte beeinflussen sich gegenseitig, was zur Rissbildung an der Oberfläche führt.

6. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

In der hier zusammengefassten Dissertation wurden Verfestigungsmechanismen von dispersionsverstärkten Al-Matrix-Kompositen untersucht, die mit unterschiedlichen keramischen nanoskaligen Teilchen verfestigt wurden.

Das Einbringen von Dispergaten erfolgt durch hochenergetisches Kugelmahlen. Die Grundlage dafür stellen optimierte Prozessparameter des Mahlens dar. Die geforderte Verfestigung lässt sich nur erzielen, wenn die nanoskaligen Teilchen gleichmäßig in dem Matrixmaterial, in dieser Arbeit Al-Pulver, verteilt sind. Die durchgeführten Experimente haben gezeigt, dass eine gleichmäßige Teilchenverteilung und eine optimale Benetzung zwischen den keramischen Nanoteilchen und dem Matrixmaterial erst bei einem Mahlkugel-Pulver-Verhältnis von eins zu sechs. Weiterhin stellte sich heraus, dass handelsübliche dichtgesinterte (schwere) Al_2O_3 -Mahlkugeln beim Zerkleinerungs- und Homogenisierungsprozess wegen der hohen Duktilität des Aluminiummaterials ungeeignet sind. Die während des Mahlprozesses entstandene Energie führt mit den schweren Mahlkugeln zum Verschweißen des Pulvermaterials mit der Mahlbehälterwand, welches die Produktion von verwendbarem Sekundärpulver verhindert. Der optimale Homogenisierungserfolg wurde durch den Einsatz von leichten Al_2O_3 -Mahlkugeln mit unterschiedlichem Durchmesser erreicht.

Ein weiterer Untersuchungsschwerpunkt befasst sich mit der Intensität des Mahlens und der Mahldauer des Mahlguts. Es hat sich als sinnvoll herausgestellt, den Mahlprozess in drei Arbeitsphasen zu unterteilen. Während der ersten Phase erfolgte das Mahlen bei kleinen Drehzahlen (ca. 120 min^{-1}). Hierbei erfolgen die Deagglomeration der keramischen Nanoteilchen sowie ihre gleichmäßige Verteilung zwischen den Al-Pulverteilchen. In der zweiten Phase, in der das Mahlen mit Drehzahlen bis zu 200 min^{-1} intensiviert wurde, entstand eine Vernetzung zwischen den nanoskaligen Teilchen und der Al-Matrix. Die Vernetzung wurde durch die intensive plastische Verformbarkeit des duktilen Al-Pulvermaterials verursacht. Daraus resultierte jedoch eine nur begrenzte Zerkleinerung des Pulvermaterials. In der dritten Phase wurde das Mahlgut bei niedrigeren Drehzahlen (bis zu 140 min^{-1}) gemahlen, wodurch die Al-Matrix mit eingelagerten keramischen Teilchen in ein streufähiges Pulver verwandelt wurde.

Die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen zeigen, dass die feindisperse Einbringung von 3 Vol.-% Bornitrid-Nanoteilchen mit hexagonaler Kristallstruktur einen Verfestigungsbeitrag von 60 % im kalten Zustand leisten. Die Temperatur des Strangpressens liegt hier bei 350 °C . Die Dichte des Materials bleibt auf dem Niveau des reinen Aluminiums mit $2,7 \text{ g/cm}^3$.

Dagegen erfordert die Dispersionshärtung mit nanoskaligen SiC-Teilchen eine Strangpresstemperatur von mind. 450 °C oder alternativ eine zusätzliche Wärmebehandlung nach dem Strangpressen, um den gleichen Verfestigungsbeitrag wie bei der Verwendung von 3 Vol.-% BN-Nanoteilchen zu erreichen. Die Dichte des Materials steigt dabei auf $2,72 \text{ g/cm}^3$.

Die Dispersionshärtung mit einer Kombination aus keramischen BN- und SiC-Nanoteilchen leistet nach einer zusätzlichen zweistündigen Wärmebehandlung bei 450 °C den gleichen Verfestigungsbeitrag wie BN-Al-Matrix-Komposit. Die Dichte des Materials steigt hier sogar auf $3,0 \text{ g/cm}^3$, die deutlich über die der BN-Al-Matrix-Komposite mit $2,7 \text{ g/cm}^3$ liegt.

Die Ergebnisse der dehnungsamplitudenabhängigen Dämpfungsmessung haben ergeben, dass alle untersuchten Materialien, neben der schon gut bekannten Versetzungsdämpfung, eine Rissdämpfung aufweisen. Alle untersuchten Proben zeigen ein Dämpfungsmaximum bei unterschiedlichen Temperaturen. Die Entstehung des Dämpfungsmaximums ist vermutlich mit der Riss- oder Mikro-Rissbildung verbunden [Kap. 5.2.1]. Pulvermetallurgisch hergestelltes Material hat im Vergleich zum gegossenen Material eine schlechtere Wärmeleitfähigkeit. Unterschiede in der Wärmeleitfähigkeit zwischen den Verstärkungspartikeln SiC und BN sowie Aluminium-Matrixmaterial (siehe Tab. 1.2. und Bild 1.2., Kap. 1.2) verschlechtern zusätzlich die Wärmeleitfähigkeit des Verbundwerkstoffes. Durch schnelles Abkühlen entstehen im Kompositwerkstoff temperaturbedingte Spannungen. Die Oberfläche kühlt sich schneller ab als im Inneren. Wenn die Oberfläche des Materials die Endtemperatur des Abkühlens bereits erreicht hat, so liegt im Inneren des Materials die Temperatur noch weit über die im Außenbereich erreichte Endtemperatur, so dass ein Temperaturgradient im Bauteil entsteht. Dieser Temperaturgradient verursacht während des Abkühlens unterschiedliche Ausdehnungen im Verbundmaterial. Die dadurch entstehenden Kräfte (Zug- im Außen- und Druckkräfte im Innenbereich) an der Oberfläche führen zur Rissbildung.

7. Literaturverzeichnis

- [1.1] C. Kammer , Multitalent erobert den Maschinenbau,
<http://www.industrieanzeiger.de/maschinenbau-und-konstruktion/-/article/32571342/34323920?returnToFullPageURL=back>; 21.09.2000
- [1.2] Hart wie Stahl, leicht wie Alu, <http://www.industrieanzeiger.de/maschinenbau-und-konstruktion/-/article/32571342/33375939?returnToFullPageURL=back>; 24.01.2011
- [1.3] T. Baumgärtner, Warum sich im Leichtbau noch viel verändern wird 1999,
<http://www.industrieanzeiger.de/maschinenbau-und-konstruktion/-/article/32571342/32974968?returnToFullPageURL=back>; 07.04.1999
- [1.4] M. Speicher Wenn Alu und Keramiken Verstärkung brauchen 2001,
<http://www.industrieanzeiger.de/maschinenbau-und-konstruktion/-/article/32571342/33867105?returnToFullPageURL=back>; 21.03.2001
- [1.5] ICE wird 12 Tonnen leichter 1999, <http://www.industrieanzeiger.de/maschinenbau-und-konstruktion/-/article/32571342/32974988?returnToFullPageURL=back>; 07.04.1999
- [1.6] M. Kleiner, M. Schomäcker, M. Schikorra, A. Klaus, Herstellung verbundverstärkten Aluminiumprofile für ultraleichte Tragwerke durch Strangpressen, Mat. – Wiss. und Werkstofftech. 2004, 35 No. 7
- [1.7] B. Wielage, D. Nestler, S. Siebeck, H. Podlesak, Untersuchungen zur Herstellung siliziumkarbid-partikelverstärkter Aluminiumpulver durch Hochenergiekugelmahlen, Mat. – Wiss. und Werkstofftech. 2010, 41 No. 6
- [1.8] G. Jangg, M. Slesar, M. Besterici, H. Oppenheim, Mechanismus der Dispersionshärtung von Aluminium mit Al_4C_3 Z. Werkstofftech. 18, 36-42 (1987)
- [1.9] H. Podlesak, S. Siebeck, S. Mücklich, M. Hockauf, L.W. Meyer, B. Wielage, D. Weber, Pulvermetallurgische Erzeugung von SiC- und Al_2O_3 Verstärkten Al-Cu-Legierungen, Wiss. und Werkstofftech. 2009, 40 No. 7
- [1.10] M. Slesar, G. Jangg, J. Durisin, M. Besterici, M. Orolinova, Änderungen des Gefüges von Al- Al_4C_3 -Werkstoffen durch Verformungsverfestigung und thermische Entfestigung, Mat. –wiss. u. Werkstofftech. 23, 13-17 (1992)
- [1.11] M. Kouzeli , C. S. Marchi, A. Mortensen, Effect of reaction on the tensile behavior of infiltrated boron carbide aluminum composites, Materials Science and Engineering A337 (2002) 264-273
- [1.12] A. Miserez, R. Müller, A. Rossoll, L. Weber, A. Mortensen, Particle reinforced metals of high ceramic content, Materials Science and Engineering A 387–389 (2004) 822–831
- [1.13] S. Hariprasad, S.M.L. Sastry, K.L. Jerina, and R.J. Lederich, Microstructures and Mechanical Properties of Dispersion-Strengthened High-Temperature Al-8.5Fe-1.2V-1.7Si Alloys Produced by Atomized Melt Deposition Process, Metallurgical Transactions, vol. 24A (1993) 865 – 873

- [1.14] Z. Lin, S. L. Chan, F. A. Mohamed, Effect of nano-scale particles on the creep behavior of 2014 Al, *Materials Science and Engineering A* 394 (2005) 103–111
- [1.15] J.N. Wei, H.F. Cheng, Y.F. Zhang, F.S. Han, Z.C. Zhou, J.P. Shui, Effects of macroscopic graphite particulates on the damping behavior of commercially pure aluminum, *Materials Science and Engineering A* 325 (2002) 444 – 453
- [1.16] C.Y. Xie, R. Schaller, C. Jaquerod High damping capacity after precipitation in some commercial aluminium alloys, *Materials Science and Engineering A* 252 (1998) 78 – 84
- [1.17] Steffen Wiese, *Verformung und Schädigung von Werkstoffen der Aufbau und Verbindungstechnik. Das Verhalten im Mikrobereich*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2010
- [1.18] <http://www.keramverband.de>
- [1.19] <http://www.bornitrid.com/html/ger/bornitrid/eigenschaften/allgemein.php>
- [2.3.1] Wolfgang Weißbach, *Formeln und Tabellen Maschinenbau*, 2009
- [2.4.1] „Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur; Deutsche Fassung EN 10002-1:2001“
- [2.4.2] Ralf Bürgel, Hans Jürgen Maier, Thomas Niendorf, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, Vieweg+Teubner Verlag, Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH 2011
- [2.5.1] P. Lukac, Z. Trojanova, W. Riehemann, B.L. Mordike, Damping in Magnesium Matrix Composites, *Mat. Sci. Forum* 210-213 (1996) pp. 619-626
- [2.5.2] Z. Trojanova, H. Ferkel, P. Lukac, W. Riehemann, Internal Friction in Microcrystalline Mg Reinforced by Alumina and Zirconia Particles, *J. Alloys Comp.* 310 (2000) pp. 366-369
- [2.5.3] Z. Trojanová, Z. Drozd, P. Lukác, H. Ferkel, W. Riehemann, Influence of Alumina and Zirconia Nanoparticles on Mechanical Properties and Damping of Magnesium, *Functional Materials* 11 (2004) pp. 339-342
- [2.5.4] J. Göken, W. Riehemann, Dependence of Internal Friction of Fibre Reinforced and Unreinforced AZ91 on Heat Treatment and Plastic Deformation, *Mat Sci. Eng. A* 324 (2002) pp.127-133
- [2.5.5] Z. Trojanova, P. Lukac, W. Riehemann, B.L. Mordike, Study of relaxation of residual internal stress in Mg-composites by internal friction, *Mat. Sci. Eng. A* 324 (2002) pp.122-126
- [2.5.6] J. Göken, W. Riehemann, Damping behaviour of AZ91 magnesium alloy with cracks, *Mat. Sci. Eng. A* 370/1-2 (2004) pp. 417-421
- [2.5.7] A. Mielczarek, W. Riehemann, Z. Trojanova, P. Lukac, Damage in fiber reinforced and unreinforced AZ91 studied by internal friction, *Mat. Sci. Eng. A* 462 (2007) 230-233

[2.5.8] J. Göken und W. Riehemann, Dehnungsabhängige Dämpfungsmessungen an abklingenden Biegeschwingungen von Werkstoffen, Technisches Messen 12 (2001) 535 – 545

[2.5.9] J. Göken und W. Riehemann, Thermoelastic Damping of the Low density Metals AZ91 and DISPAL, Mat. Sci. Eng. A324 (2002) 134-140

[3.5.3] W.Riehemann, Vorlesung „Thermische Eigenschaften“, TU CLausthal WS2011/2012

[5.2.1] A. Kazakewitsch, W. Riehemann, Amplitude Dependent Damping of Aluminum-Matrix-Nanoparticle-Composites, Solid State Phenomena Vol. 184 (2012) pp 307-312

[5.2.2.]Günter Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde, SPRINGER-LEHRBUCH, 2007 Kap. 6.7.- Seite 271, 272, 273

Tabelle 8.1 Ausführlich beschriebene Ausgangsdaten von allen verwendeten Mengen der Ausgangspulver, Mahlzusätze, Verhältnisse des Mahlgutes zu den Mahikugeln und resultierende Volumenbruchteile von Dispergaten zur Herstellung der Sekundärpulver

Pr. Nr.	Al in g	SiC in g	Al ₂ O ₃ in g	BN in g	Stearin-Säure in g	Ladung Ball: Pulver		Al in ml	SiC in ml	Al ₂ O ₃ in ml	BN in ml	Ladung Ball: Pulver		SiC in		Al ₂ O ₃ in		BN in	
						in g	in ml					gew. -%	Vol. -%	Gew. -%	Vol. -%	Gew. -%	Vol. -%	Gew. -%	Vol. -%
1	130	15	2	0	0,5	300	150	102	13	38	0	1:2	1:1	10	8,5	1,36	24,8	0	0
3	100	0	0	0	0	x	x	80	0	0	0	x	x	0	0	0	0	0	0
5	80	0	0	0,5	0,5	300	150	60	0	0	2	1:3,7	1:2,4	0	0	0	0	0,6	3,3
10	50	0	0	0,5	0,5	300	150	40	0	0	2	1:5,9	1:3,6	0	0	0	0	1	5
11	100	4	0,19	0	0,5	300	150	80	4	4	0	1:2,8	1:1,7	3,8	4,5	0,15	4,5	0	0
13	50	10	0	0	0,5	300	150	40	9,5	0	0	1:5	1:3	16,5	16,7	0	0	0	0
15	120	0	0	0	0,3	300	150	94	0	0	0	1:2,5	1:6	0	0	0	0	0	0
16	130	20	0	0	0,6	300	150	102	18	0	0	1:2	1:2,5	13,3	15	0	0	0	0
17	130	15	0	15/Cu	0,5	300	150	102	13	0	Cu	-	-	-	-	-	-	-	-
18	130	15	0	0	0,5	300	150	102	13	0	0	1:2	1:1,3	10	8,5	0	0	0	0
21	130	11	1	0	0,5	300	150	102	10	19	0	1:2,1	1:1,4	7,7	7,6	0,7	14,5	0	0
23	80	7	0	0,5	0,5	300	150	60	6,5	0	2	1:3,4	1:2,2	8,7	10,5	0	0	0,57	3

Abbildungsverzeichnis

Bild 1.1. a) Thermische Ausdehnung und b) Dichte von den meist verwendeten Keramiken aus [1.19].

Bild 2.3.1 Schematische Darstellung der Härteprüfung nach Vickers (HV) [2.3.1].

Bild 2.4.1 Verlauf des Hochtemperaturverformungsversuches a) Gesamtbild, b) stationärer Bereich.

Bild 2.5.1 Logarithmisches Dekrement [3.5.3].

Bild 2.5.2 Biegeprobe für die dehnungsamplitudenabhängige Dämpfungsmessung.

Bild 2.5.3 Schematische Darstellung einseitig eingespannter Biegebalken

Bild 3.0.1. Grafische Darstellung den Prozessschritten der pulvermetallurgischen Herstellung von Aluminium-Matrix-Kompositen.

Bild 3.1.1 Schematische Darstellung der Funktionsweise der Planetenkugelmühle PM400

Bild 3.1.2.: Für das Kugelmahlen verwendete Hilfsmittel a) Große und kleine Mahlkugeln aus Korund, Dichte $3,57 \text{ g/cm}^3$, Mohs- Härte: 9 ($\approx 2060 \text{ HV}$); b) Mahlbecher mit Verschlussdeckel, Volumen: 500 ml, Material: rostfreier Stahl mit Innenauskleidung aus Sinterkorund
Bild 3.1.3. Ergebnisse der Mikrohärtemessung an $\text{Al}25\mu$, $\text{Al}45\mu$ und $\text{Al}63\mu$ nach 6 Stunden Kugelmahlen

Bild 3.1.4.: REM-Aufnahme (a, c, e, g) und lichtmikroskopische Aufnahme (b, d, f, h) des Sekundärpulvers nach dem Kugelmahlen mit den großen und kleinen leichten Al_2O_3 Kugeln (s. Tab. Mahlkugeln): a, b) $\text{Al} 25\mu$; c, d) $\text{Al} 25\mu + 5 \text{ vol.}\% \text{ Al}_2\text{O}_3$; e, f) $\text{Al} 25\mu + 5 \text{ vol.}\% \text{ SiC} + 5 \text{ vol.}\% \text{ Al}_2\text{O}_3$; g, h) $\text{Al} 25\mu + 5 \text{ vol.}\% \text{ SiC} + 2,5 \text{ vol.}\% \text{ Al}_2\text{O}_3$.

Bild 3.1.5: Lichtmikroskopische Aufnahme des Sekundärpulvers aus $\text{Al}25\mu + \text{Al}45\mu + \text{SiC} + \text{Al}_2\text{O}_3$ nach dem Kugelmahlen mit a, b) leichten Al_2O_3 Mahlkugeln c, d) schweren Al_2O_3 (s. Tab. 2.1.2).

Bild 3.1.6.: REM-Aufnahmen des verwendeten Primärpulvers a) wasserverdüstertes Aluminium Pulver: $\text{Al} 99,95\%$ Reinheitsgrad, mittlere Fraktionsgröße $25\mu\text{m}$; Lieferfirma TLS Technik b) SiC - Pulver: SiC , β -Phase, $99,8\%$; Lieferfirma Alfa Aesar.

Bild 3.1.7. REM-Aufnahme der kugelgemahlene Mischung aus $50 \text{ vol.}\% \text{ Al}25\mu$ und $50 \text{ vol.}\% \text{ Al} 45\mu$ mit der Zugabe von $5 \text{ vol.}\% \text{ SiC}$ und $2,5 \text{ vol.}\% \text{ Al}_2\text{O}_3$ mit den Mahlkugeln aus Korund mit den Durchmessern von 7 und 13 mm.

Bild 3.2.1 Vorkompaktieren des Sekundärpulvers a) Hülse aus Aluminiumrohr mit Deckel, Höhe: 220 mm, Durchmesser: 70 mm, Wanddicke: 3 mm, Dicke des Deckels: 5 mm, Loch im Deckel: 2 mm und Sekundärpulver; b) Uniaxiale Presse, Fa. Neff, Karlsruhe, Pressdruck 65 MPa.

Bild 3.2.2. Lichtmikroskopische Aufnahme des Sekundärpulvers nach dem Vorkompaktieren (in Kunstharz eingebettet, geschliffen und 15 – 20 s mit einer Mischung aus 96 ml destilliertem Wasser, 1 ml konzentrierter Salzsäure und 3 ml konzentrierter Flusssäure geätzt) a) geringere Auflösung, b) höhere Auflösung

Bild 3.3.1. a) Direkte / indirekte Strangpresse 630Tonn, Fa. Collin Technology, Aichach, Kraft 6300 MN, b) Material nach dem Strangpressen, Enddurchmesser 20 mm.

Bild 4.1.1. Al(3) - Stange nach dem Strangpressen bei 350°C.

Bild 4.1.2. Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials Al(3) im stranggepressten Zustand, geätzt a) Querschliff, geringere Auflösung, b) Querschliff, höhere Auflösung, c), Längsschliff geringere Auflösung, d), Längsschliff höhere Auflösung.

Bild 4.1.3. Härte und Dichte des Materials Al(3) nach Wärmebehandlungen von 24h bei Temperatur 600°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 1.7 \times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT) = 2,9 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

Bild 4.1.4.: Log. Dekrement einer Probe aus stranggepresstem Material Al(3) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für sukzessive isochrone (1h) Wärmebehandlungen bei Temperaturen von 100°C bis 600°C und unterschiedlichen Abkühlraten a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen und b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung. Gestrichene Linie zeigt konstante Energiedichte für a) 415 J/m^3 , b) 503 J/m^3 .

Bild 4.1.5. Dämpfung bei konstanter Energiedissipation und Quadrat der Resonanzfrequenz (proportional zum Elastizitätsmodul) gegen die Temperatur der sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen aufgetragen, für a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen, b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung

Bild 4.2.1 Lichtmikroskopische Aufnahme des Längsschliffs des Materials Al(15) im stranggepressten Zustand, geätzt a) geringere Auflösung, b) höhere Auflösung, dunklere Bereich.

Bild 4.2.2. EDXS-Analyse a) hellen, b) dunklen Bereichen des Stranggepresstes Materials Al(15) (s. Bild 4.2.1. a).

4.2.3. Härte und Dichte des Materials Al(15) nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 600°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/HV(RT)dT = 5,3 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/\rho(RT)dT = 4,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Bild 4.2.4.: Log. Dekrement einer Probe aus Al(15) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für verschiedenen isochrone (1h) Wärmebehandlungen mit sukzessiv ansteigenden Temperaturen von 100°C bis 600°C a) 1. Wärmebehandlungsperiode und b) 2. Wärmebehandlungsperiode. Die gestrichelten Linien zeigen konstante Energiedissipation a) 262 J/m^3 und b) 1518 J/m^3 .

Bild 4.2.5.: Dämpfung bei konstanter Energiedissipation und Quadrat der Resonanzfrequenz (proportional zum Elastizitätsmodul) gegen die Temperatur der sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen aufgetragen, für beide Wärmebehandlungsperioden.

Bild 4.3.1 Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials Al-6%SiC(11) im stranggepressten Zustand a) Längsschliff, geringere Auflösung, b) Längsschliff, höhere Auflösung, c) Querschliff, geringere Auflösung, d) Querschliff, höhere Auflösung

Bild 4.3.2 Härtemessung der stranggepressten Probe Al-6%SiC(11) quer der Strangpressrichtung an a) dunklerer Zone, b) hellerer Zone.

Bild 4.3.3 REM-Aufnahme der untersuchten Probe nach EDXS-Analyse 1) Übergangszone 2) heller, 3) dunkler Bereiche des Stranggepresstes Materials Al-6%SiC(11) (Bild 4.3.1).

Bild 4.3.4. EDXS-Analyse 1) Übergangszone 2) heller, 3) dunkler Bereiche des stranggepressten Materials Al-6%SiC(11).

Bild 4.4.1. Stange nach dem Strangpressen bei 350°C

Bild 4.4.2. Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials (Al-5% BN (10), im stranggepressten Zustand a) Längsschliff geringere Auflösung, b) Längsschliff höhere Auflösung, c) Querschliff geringere Auflösung, d) Querschliff höhere Auflösung.

Bild 4.4.3 Härte und Dichte des aus dem bei 350° Al-Pulver stranggepressten Materials (Al-5% BN, Probe 10, Tab. 2.1.2) nach Wärmebehandlungen von 24h bei 600°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/HV(RT)dT = 8,2 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/\rho(RT)dT = 3,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

Bild 4.4.4.: Log. Dekrement der Probe Al-3% BN (5) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für sukzessive isochrone (1h) Wärmebehandlungen bei Temperaturen von 100°C bis 600°C und unterschiedlichen Abkühlraten a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen und b) große Abkühlrate während der Wasserabschreckung. Gestrichene Linie zeigt konstante Energiedichte für a) 105 J/m^3 , b) 244 J/m^3 .

Bild 4.4.5. Dämpfung bei konstanter Energiedissipation und Quadrat der Resonanzfrequenz (proportional zum Elastizitätsmodul) gegen die Temperatur der sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen aufgetragen, für a) kleine Abkühlrate während der Kühlung im Ofen, b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung

Bild 4.4.6. Stange aus Al-3%BN(5) nach dem Strangpressen bei 350°C

Bild 4.4.7. Lichtmikroskopische Aufnahme des Längs- und Querschliffs des Materials Al-3% BN (5) (Forschungszentrum Strangpressen, Berlin) im stranggepressten Zustand a) Längsschliff geringere Auflösung, b) Längsschliff höhere Auflösung, c) Querschliff geringere Auflösung, d) Querschliff höhere Auflösung.

Bild 4.4.8 Härte und Dichte des Materials Al-3% BN (5), nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 500°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT) = 1 \times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT) = 9,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Bild 5.1.1. Zugfestigkeit der untersuchten Materialien bei Raumtemperatur. a) kugelmehlenes und bei 450°C stranggepresstes Aluminiumpulver - Al(15), b) bei 350°C stranggepresstes Aluminiumpulver Al(3), c) kugelmehlenes und bei 450°C stranggepresstes Aluminiumpulver mit 6 vol.% SiC Teilchen Al-6%SiC(11), d) kugelmehlenes und bei 350°C stranggepresstes Aluminiumpulver mit 5 vol.% BN Teilchen Al-5%BN(10).

Bild 5.1.2. REM-Aufnahmen von Bruchflächen der untersuchten Zugproben aus dem stranggepressten Material nach dem Zugversuch bei Raumtemperatur a) stranggepresstes Material aus dem kugelmehlenen und bei 450°C stranggepressten Aluminiumpulver - Al(15), b) stranggepresstes Material aus dem kugelmehlenen und bei 450°C stranggepressten Aluminiumpulver mit 6 vol.% SiC Teilchen Al-6%SiC(11), c) stranggepresstes Material aus dem bei 350°C stranggepressten Aluminiumpulver Al(3), d) stranggepresstes Material aus dem kugelmehlenen und bei 350°C stranggepressten Aluminiumpulver mit 5 vol.% BN Teilchen Al-5%BN(10).

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1.1. Spezielle Eigenschaften vom Siliziumcarbid [1.18].

Tabelle 3.1.1. Verwendete Mahlkugeln.

Tabelle 3.1.2.: Mahlparameter und Mahlergebnisse beim Kugelmahlen. Mahldauer: 6 h

Tabelle 3.1.3.: Verwendete Mengen der Ausgangspulver, Mahlzusätze und resultierende Volumenbruchteile von Dispergatzen zur Herstellung der Sekundärpulver.

Tabelle 3.1.4: Mittlere Durchmesser der verwendeten Pulver.

Tab. 5.1.1. Mechanische Eigenschaften von untersuchten Proben

Tab. 5.1.2. Mechanische Eigenschaften von mit BN und SiC verstärkten Proben.

Bild 5.1.3. Spannung-Dehnung-Diagramm der mit BN und SiC verstärkten Materialien ermittelt aus Zugversuchen nach dem Strangpressen a) Al-3%BN, Probe 5, b) Al-3%BN-10%SiC – Probe 23; nach zusätzlichen 2 Stunden Wärmebehandlung bei 450°C c) Al-3%BN, Probe 5, d) Al-3%BN-10%SiC.

Bild 5.1.4 Härte und Dichte des aus dem gemahlenem Al-3%BN-10%SiC(23) Material nach sukzessiv isochronen Wärmebehandlungen von 1h bei Temperaturen von 100°C bis 500°C. Die relative Härtesteigung beträgt $dHV/(HV(RT)dT)=1,6 \times 10^{-2} K^{-1}$. Die relative Dichtesteigung beträgt $dp/(\rho(RT)dT)=1,2 \times 10^{-5} K^{-1}$.

5.2.1 Hochtemperaturverformung: Kriechrate gegen mechanische Zugspannung bei 300°C doppelt logarithmisch aufgetragen bei Proben mit unterschiedlichem Gehalt an SiC-Dispersoiden.

Bild 5.2.2 REM-Aufnahmen von Bruchflächen der untersuchten Proben nach dem Hochtemperaturverformungsversuch bei 300°C. a) Al(15), b) Al(3), c) Al-4%SiC(12), d) Al-6%SiC(11).

5.2.3. Spannung gegen Quadratwurzel der Volumenbruchteil in % der Dispersoide in Al-Matrix.

5.3.1. Log. Dekrement aufgetragen gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab für die stranggepresste Probe aus Al(15) im Anfangszustand (nach dem Strangpressen), für die stranggepresste Probe aus dem gleichen Material nach der 24 h Wärmebehandlung bei 600°C und darauf folgende langsame Abkühlung im Ofen und die stranggepresste Probe aus dem gleichen Material nach der 24 h Wärmebehandlung bei 600°C und darauf folgende schnelle Wasserabschreckung.

5.3.2. Log. Dekrement einer Probe aus Al(3) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für die Probe nach dem Strangpressen, nach dem ersten Aufheizen auf 360°C und 1h Wärmebehandlung, weiteren Aufheizen auf 500°C und 1h Wärmebehandlung und anschließend wiederholtem Aufheizen auf 360° und 1h Wärmebehandlung für a) kleine Abkühlrate während der Abkühlung im Ofen, b) große Abkühlrate während des Wasserabschreckung.

5.3.3 Log. Dekrement einer Probe aus Al-5%BN(10) gegen die Dehnungsamplitude in log. Maßstab aufgetragen für die Probe nach dem Strangpressen, nach dem ersten Aufheizen auf 280°C und 1h Wärmebehandlung, weiteren Aufheizen auf 500°C und 1h Wärmebehandlung und anschließend wiederholtem Aufheizen auf 280° und 1h Wärmebehandlung für a) kleine Abkühlrate während der Abkühlung im Ofen, und nach dem ersten Aufheizen auf 320°C und 1h Wärmebehandlung, weiteren Aufheizen auf 500°C und 1h Wärmebehandlung und anschließend wiederholtem Aufheizen auf 320° und 1h Wärmebehandlung für b) große Abkühlrate während der Wasserabschreckung.

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Hiermit erkläre ich an Eides Statt, dass ich die bei der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften der Technischen Universität Clausthal eingereichte Dissertation selbständig und ohne unerlaubte Hilfe verfasst und die benutzten Hilfsmittel vollständig angegeben habe.

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Hiermit erkläre ich an Eides Statt, dass die eingereichte Dissertation weder in Teilen noch in Ihrer Gesamtheit einer anderen Hochschule zur Begutachtung vorliegt oder vorgelegen hat und dass ich bisher noch keinen Promotionsversuch unternommen habe.

Lebenslauf

Name: Kasakewitsch Alla
Geburtsdatum: 29.03.1978
Familienstand: verheiratet

Schulbildung

09/85–05/87 Grundschule, Minsk
09/87–07/95 Gymnasium, Minsk

Studium

09/95–07/00 Studium des Ingenieurwesens an der
weißrussischen staatlichen polytechnischen
Akademie (Uni), Studienschwerpunkt:
Oberflächentechnik, Pulvermetallurgie

Berufstätigkeit

09/00–04/03 Wissenschaftliche Mitarbeiterin im
Forschungsinstitut für Pulvermetallurgie,
Minsk
seit 06/10 Wissenschaftliche Mitarbeiterin im Institut für
Werkstoffkunde und Werkstofftechnik, TU
Clausthal